

# MAGNETOELEKTRISCHE DÜNNSCHICHTKOMPOSITE MIT INTEGRIERTEM EXCHANGE BIAS

DISSERTATION

ZUR ERLANGUNG DES AKADEMISCHEN GRADES  
DOKTOR DER INGENIEURWISSENSCHAFTEN  
(DR.-ING.)



TECHNISCHE FAKULTÄT  
CHRISTIAN-ALBRECHTS-UNIVERSITÄT ZU KIEL

ENNO LAGE

KIEL

20. MÄRZ 2014

1. Gutachter

Prof. Dr. Eckhard Quandt

2. Gutachter

Prof. Dr. Jeffrey McCord

3. Gutachter

Prof. Dr. Günter Reiss

Datum der mündlichen Prüfung

20. 03. 2014

## Kurzfassung

Magnetoelektrische (ME) Dünnschichtkomposite sind Verbundmaterialien, die aus piezoelektrischen und magnetostriktiven Schichten bestehen. Das Funktionsprinzip der Anwendung als Magnetfeldsensor basiert darauf, dass ein Magnetfeld eine Formveränderung der magnetostriktiven Phase verursacht, die durch die mechanische Kopplung an die piezoelektrische Phase eine messbare elektrische Polarisierung bewirkt. Die Empfindlichkeit eines ME Sensors ist maßgeblich bestimmt durch die mechanische Kopplung zwischen den Phasen, die piezoelektrische Ladungskonstante und den piezomagnetischen Koeffizienten, also die Längenänderung der magnetostriktiven Phase pro Magnetfeld. Letzterer ist aufgrund seiner Eigenschaft als Ableitung der Magnetostriktionkurve für die meisten magnetostriktiven Materialien im Nullfeld sehr niedrig. Infolgedessen muss für empfindliche Messungen stets ein wohldefiniertes magnetisches Feld angelegt werden. Da jeder Sensor ein individuell orientiertes Haltefeld benötigt, lässt sich kein globales Haltefeld für kombinierte Sensoren anlegen. Die individuellen Haltefelder sind für den Betrieb von dicht angeordneten Sensoren nachteilig, da ihre Streufelder als Störquellen für benachbarte Sensoren wirken können. Um dies zu vermeiden müsste der Abstand zu Lasten der Ortsauflösung erhöht werden.

Ziel der Untersuchungen ist die Integration der benötigten Haltefelder in ME Dünnschichtkomposite durch die magnetische Kopplung eines antiferromagnetischen Materials an die magnetostriktive Schicht. Durch Ausnutzung des Exchange Bias Effekts soll das Magnetisierungsverhalten so eingestellt werden kann, dass ein lokales Maximum der Empfindlichkeit im Nullfeld auftritt.

Typischerweise findet der Exchange Bias Effekt Anwendung in magneto-resistiven Elementen. Die Anwendung in ME Sensoren unterscheidet sich von magneto-resistiven Sensoren in drei wesentlichen Aspekten. Zum einen ist die Rauigkeit des piezoelektrischen Substrats erheblich höher als in magneto-resistiven Sensoren. Hier könnte die benötigte Textur des Antiferromagneten beeinträchtigt werden und die Kopplung durch Streufelder am rauhen Substrat gestört werden. Zum anderen sind die angestrebten Schichtdicken in magnetoelektrischen Sensoren ca. 100 mal höher als in magneto-resistiven Systemen. Da der Exchange Bias Effekt ein Grenzflächeneffekt ist, nimmt der Betrag des Exchange Bias Feldes für höhere Schichtdicken ab, so dass ein Mechanismus gefunden werden muss, die gesamte Schichtdicke derart zu erhöhen, dass das Exchange Bias Feld erhalten bleibt. Zuletzt sind die benötigten Exchange Bias Felder für ME Komposite sehr viel kleiner und müssen zudem exakt eingestellt werden.

Zur Herstellung der magnetoelektrischen Dünnschichtkomposite werden magnetostriktive Schichtsysteme mittels Kathodenzerstäubung auf piezoelektrisch funktionalisierten Substraten abgeschieden. Die verwendeten Materialien sind hier Tantal (Ta) und Kupfer (Cu), die als Keimschicht dienen, antiferromagnetisches Mangan-Iridium (Mn-Ir) sowie zwei unterschiedliche magnetostriktive Materialien. Hierfür wird zum einen das

kristalline Eisen-Kobalt (Fe-Co) und zum anderen amorphes Eisen-Kobalt-Silizium-Bor (Fe-Co-Si-B) verwendet, das durch seine weichmagnetischen Eigenschaften einen besonders hohen piezomagnetischen Koeffizienten aufweist.

Zur Charakterisierung der Mikrostruktur wurden Röntgendiffraktometrie (XRD) und Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) verwendet. Die magnetischen Eigenschaften wurden mittels Vibrationsmagnetometrie bestimmt. Die Messung der magnetostriktiven Eigenschaften der dünnen Filme fand an Biegebalkenproben statt, deren Biegung durch einen Messaufbau bestimmt wurde, der auf dem Lichtzeigerprinzip basiert.

Die strukturellen Untersuchungen ergeben, dass die Keimschicht aus Ta / Cu auch nach Abscheidung auf rauhe Substrate ein (111) texturiertes Wachstum der Mn-Ir Schicht bewirkt. Durch eine mehrfache Wiederholung des Schichtsystems Ta / Cu / Mn-Ir / Fe-Co bzw. Fe-Co-Si-B kann das Volumen der magnetostriktiven Phase unter Wahrung des Exchange Bias Effektes erhöht werden.

Die Ausrichtung des Exchange Bias Feldes parallel zur Längsachse der verwendeten Biegebalkensubstrate bewirkt durch die Ausrichtung der leichten Richtung entlang derselben Achse eine verschwindend geringe Magnetostriktion in dieser Richtung. Wird das Exchange Bias senkrecht zur Längsachse angelegt, ist die Magnetostriktion entlang der Längsachse maximal. Es liegt jedoch keine Verschiebung der Magnetisierungskurve und folglich der Magnetostriktionskurve vor, so dass der piezomagnetische Koeffizient im Nullfeld verschwindend gering ausfällt. Durch Exchange Bias Felder, die verkippt zur Längsachse der Biegebalkensubstrate eingestellt sind, lässt sich eine maximale Empfindlichkeit des ME Kompositsensors im Nullfeld einstellen [Lage 12b]. Die höchsten ME Spannungskoeffizienten ( $\alpha_{ME}$ ) im Nullfeld betragen  $360 \text{ V A}^{-1}$  bzw.  $450 \text{ V cm}^{-1} \text{ Oe}^{-1}$ . Die Winkelabhängigkeit dieser Antwort ermöglicht zudem die Bestimmung der Richtung eines magnetischen Wechselfeldes, das beliebig zu einer Anordnung von zwei Sensoren mit intrinsischen Haltefeldern ausgerichtet ist. Die Detektionsgrenze für die so hergestellten Sensoren lag bei ca.  $10 \text{ pTHz}^{-1/2}$ , gemessen in Resonanz des Sensors bei ca. 1,2 kHz [Lage 12]. Die Kombination solcher Sensoren erlaubt die Verwendung eines Verfahrens zur Bestimmung der Orientierung des Sensors zum Magnetfeld, das erfolgreich für eine zweidimensionale Anordnung angewendet werden kann [Lage 13].

Die Erweiterung des Verfahrens, die Richtung der Wechselfelder entlang der drei Raumrichtungen zu bestimmen, ist für künftige Untersuchungen besonders aussichtsreich. Weitere Untersuchungen an kleiner strukturierten ME Kompositen werden zukünftig helfen, um Kenntnis über die Sensorperformance miniaturisierter Bauteile zu erlangen. Die Auswirkung eindomäniger Magnetisierungszustände kann in Zukunft, auf den Erkenntnissen dieser Arbeit aufbauend, hinsichtlich des Rauschverhaltens der ME Komposite untersucht werden.



# Abstract

Magneto-electric thin-film composites consist of piezoelectric and magnetostrictive layers. The working principle of an ME magnetometer is based on the deformation of the magnetostrictive phase caused by magnetic fields. Due to mechanical coupling to a piezoelectric phase this deformation causes a measurable electric polarization. The sensitivity of an ME sensor is determined by the mechanical coupling between the phases, the piezoelectric coefficient and the piezomagnetic coefficient. The latter describes the magnetostrictive strain per applied magnetic field. It is given by the derivative of the magnetostriction curve and thus very small at zero magnetic field for most materials. As a consequence, highly sensitive measurements require the presence of a well-defined magnetic bias field. In densely arranged sensor-arrays these bias fields are detrimental due to possible interference. Furthermore it is not possible to apply one global bias field to individually arranged sensor components of vector field magnetometers.

The scope of this work is the realization of internal bias fields via the exchange bias effect which is established by coupling of an anti-ferromagnetic material to the magnetostrictive layer. Thus one can change the magnetisation behaviour in a way that the maximum piezomagnetic coefficient is shifted to zero magnetic field.

The exchange bias effect is commonly used in magneto-resistive elements. However, the demands in ME composites differ in three main aspects. To begin with the surface roughness of piezoelectric functionalized substrates is significantly higher. Thus the mandatory (111) texture of the used antiferromagnetic Mn-Ir phase might be destroyed. Secondly, the demanded film thickness of the ferromagnetic layer is approximately 100 times higher. As a result one has to find a way to increase the total magnetostrictive volume in a way that the exchange bias properties are maintained. Lastly, the exchange bias fields in ME sensors have to be much smaller. However, they need to be precisely adjusted.

The ME thin-film composites were prepared by sputterdeposition onto piezoelectric functionalized substrates. A bilayer of Ta / Cu acts as a seed layer for the anti-ferromagnetic Mn-Ir. Fe-Co and amorphous Fe-Co-Si-B were used as magnetostrictive materials. The latter is used to obtain a high piezomagnetic coefficient due to the soft-magnetic properties.

The microstructure was characterized by means of X-ray diffraction (XRD) and transmission electron microscopy (TEM). Magnetic loops were recorded with a vibrating sample magnetometer (VSM) and the magnetostrictive properties of the thin films were determined by a custom setup based on a cantilever deflection method. The structural investigations revealed a (111) textured growth of the Mn-Ir layer on rough piezoelectric substrates. Furthermore the structural properties are maintained in a multiple repeated sequence of Ta / Cu / Mn-Ir / Fe-Co or Fe-Co-Si-B, respectively.

Aligning the exchange bias along a long cantilever axis causes a parallel alignment of the easy axis. As a consequence no magnetostriction is observed along this direction.

With an exchange bias perpendicular to the long cantilever axis the magnetostriction is maximized. However, no loop shift is observed. As a consequence the exchange bias fields need to be established with an inclined angle with respect to the long axis of the cantilever substrates. Thus a maximum response can be achieved at zero magnetic field [Lage 12b]. The limit of detection of internally biased ME composites has been proven to be as low as  $10 \text{ pTHz}^{-1/2}$  at mechanical resonance of 1.2 kHz [Lage 12]. The angular dependency of the response of such composites can be used in an additional way. By combining two internally biased ME composites the orientation of an ac-magnetic field can be determined [Lage 13].

Future work will include the extension of this method to several sensor-components in order to determine the 3D orientation. Further investigations with smaller pattern size will rise information about the performance of self-biased ME composites. Investigations of the impact of a single-domain magnetization on the noise characteristics is enabled by the results of this work.

# Versicherung

Hiermit versichere ich, dass die vorliegende Arbeit - abgesehen von der Beratung durch die Betreuer - nach Inhalt und Form die eigene Arbeit ist. Ich versichere weiterhin, dass ich die Inanspruchnahme aller fremder Hilfen aufgeführt habe sowie, dass ich die wörtlich oder inhaltlich aus anderen Quellen übernommenen Stellen als Solche gekennzeichnet habe.

Zudem ist die Arbeit unter Einhaltung der Regeln guter wissenschaftlicher Praxis der Deutschen Forschungsgemeinschaft entstanden.

Ich erkläre außerdem, dass die Arbeit bisher keiner anderen Prüfungsbehörde vorgelegt wurde und nicht als ganzes veröffentlicht worden ist bzw. zur Veröffentlichung eingereicht wurde.

.....

Ort, Datum

.....

Enno Lage



# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Grundlagen und Stand der Technik</b>	<b>5</b>
2.1	Magnetoelektrischer Effekt . . . . .	5
2.1.1	Piezoelektrizität . . . . .	6
2.1.2	Magnetostriktion . . . . .	9
2.1.3	ME Effekt in Dünnschichtkompositen . . . . .	14
2.2	Exchange Bias Effekt . . . . .	17
<b>3</b>	<b>Experimentelle Methoden</b>	<b>21</b>
3.1	Herstellungsmethoden . . . . .	21
3.1.1	Abscheidung . . . . .	21
3.1.2	Maskierung . . . . .	25
3.1.3	Materialabtrag . . . . .	25
3.2	ME-Sensor-Prozessierung . . . . .	27
3.3	Strukturelle Charakterisierung . . . . .	30
3.3.1	Rasterkraftmikroskopie . . . . .	30
3.3.2	Röntgendiffraktometrie . . . . .	31
3.3.3	Transmissionselektronenmikroskopie . . . . .	33
3.4	Magnetische Charakterisierung . . . . .	35
3.4.1	Vibrationsmagnetometrie . . . . .	35
3.4.2	Magnetostruktionsmessung . . . . .	36
3.4.3	MOKE-Mikroskopie . . . . .	37
3.5	Magnetoelektrische Sensorcharakterisierung . . . . .	38
3.5.1	ME Messung im Kombinationsmessstand . . . . .	38
<b>4</b>	<b>Ergebnisse und Diskussion</b>	<b>41</b>
4.1	Das Schichtsystem Mn-Ir / Fe-Co . . . . .	41
4.1.1	Strukturelle Eigenschaften . . . . .	42
4.1.2	Magnetisierungsverhalten . . . . .	46

4.1.3	Magnetostriktive Eigenschaften . . . . .	49
4.1.4	Magnetoelektrische Eigenschaften . . . . .	53
4.2	Das Schichtsystem Mn-Ir / Fe-Co-Si-B . . . . .	55
4.2.1	Magnetisierungskurven und Magnetostriktion . . . . .	55
4.2.2	Strukturelle Eigenschaften und Einfluss der Keimschicht . . . . .	57
4.2.3	Magnetoelektrische Eigenschaften . . . . .	60
4.2.4	Anisotropieeigenschaften . . . . .	63
4.2.5	Verhalten der Magnetisierungskonfiguration . . . . .	69
4.3	Erhöhung des ME Spannungskoeffizienten . . . . .	73
4.3.1	Einfluss des Elektrodendesigns . . . . .	73
4.3.2	Einfluss der Schichtdicke auf den ME Koeffizienten . . . . .	77
4.4	Methode zur Nutzung von ME Kompositen als Vektorfeldersensor . . . . .	85
<b>5</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>93</b>
	<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>98</b>
	<b>Eigene Publikationen</b>	<b>107</b>
	<b>Anhang</b>	<b>109</b>
	Gleichung zur Bestimmung der Auslenkung . . . . .	109
	Magnetostriktionskurve einer Fe-Co-Si-B Schicht ohne Exchange Bias . . . . .	111
	<b>Danksagung</b>	<b>113</b>

# 1 Einleitung

Die Messung biomagnetischer Signale liegt seit mehreren Jahrzehnten im Interesse vieler Wissenschaften, wie der Medizin, Psychologie oder den Naturwissenschaften. Die verbreitetsten Methoden sind hier die Magnetokardiographie (MKG) und Magnetoenzephalographie (MEG), mit welchen die magnetische Herz- bzw. Hirnaktivität gemessen werden [Will 81]. Während die magnetische Permeabilität des menschlichen Körpers als homogen betrachtet werden kann [Star 02], unterscheiden sich die Leitfähigkeiten der unterschiedlichen Gewebearten um Größenordnungen [Malm 95, Tabelle 7.3]. Hierdurch bietet die magnetische Ableitung der biologischen Signale gegenüber den konventionellen elektrischen Ableitungen mittels Elektrokardiographie (EKG) bzw. Elektroenzephalographie (EEG) Vorteile. Da die elektrischen Signale durch die unterschiedlichen Leitfähigkeiten beeinflusst werden, bieten die magnetischen Signale die Möglichkeit, die elektrischen Ströme im Gewebe genauer zu lokalisieren. Diese genaue Lokalisation der Ströme ist sowohl in kardiologischen als auch in neurologischen Anwendungen vorteilhaft [Kwon 13, Cohe 03], da hierdurch die Einleitung gezielter Maßnahmen ermöglicht wird.

Die Amplituden der Flussdichten der biomagnetischen Signale liegt in der Größenordnung einiger Picotesla (1 pT) für MKG-Signale bzw. einiger 100 Femtotesla (100 fT) für MEG Signale in einem Frequenzbereich von ungefähr 1 Hz bis 1000 Hz. Nur wenige Messprinzipien erreichen die notwendigen Empfindlichkeiten in diesem Feld- und Frequenzbereich. Die empfindlichsten und weit verbreitetsten Magnetometer zur Messung biomagnetischer Signale basieren auf supraleitenden Quanteninterferenzeinheiten (SQUID)<sup>1</sup>, die jedoch neben den Anschaffungskosten durch die notwendige Kühlung mit flüssigem Helium (oder mit flüssigem Stickstoff im Falle von MKG tauglichen Hochtemperatursupraleitern) erhebliche Betriebskosten verursachen. Solche Systeme sind aufgrund ihrer Größe in ihren Anwendungen begrenzt und z.B. nicht für den portablen Einsatz geeignet. Ferner gestaltet sich aufgrund der Kryostaten eine individuelle anatomische Anpassung als schwierig. Magnetsensoren, die bei Raumtemperatur betrieben werden können, erlauben eine Messung im direkten Kontakt zum Kopf des Pati-

---

<sup>1</sup>engl.: Superconductive quantum interference devices

enten. Infolgedessen sind die Amplituden der erfassten Magnetfelder gegenüber den SQUID-Messungen erhöht und daher leichter zu detektieren [Sand 12]. Zudem sind raumtemperaturtaugliche Biomagnetometer für eine flächendeckende Versorgung unerlässlich, da zum einen die hohen Betriebskosten durch Kühlmittel entfallen würden und zum anderen die Geräteabmessung durch den Wegfall der Kryostaten verringert wären.

Ein alternatives Sensorkonzept, dessen Tauglichkeit für den Betrieb bei Raumtemperatur demonstriert werden konnte, existiert in Form der optisch gepumpten Magnetometer. Diese sind miniaturisierbar und erreichen eine Detektionsgrenze von  $< 1 \text{ pTHz}^{-1/2}$  bei 1 Hz [Kitc 09]. Die Eignung dieser Sensoren zur Detektion von MEG-Signalen ist bereits gezeigt [Sand 12]. Jedoch messen optisch gepumpte Magnetometer die Feldstärke als skalare Größe, so dass die Bestimmung der Feldrichtung weiteren Aufwand bedarf.

Ein anderer Ansatz für höchstempfindliche Magnetometer, die ebenfalls bei Raumtemperatur betrieben werden können und als Vektorsensoren geeignet sind, basiert auf magnetoelektrischen (ME) Kompositmaterialien. Dieses Detektionsprinzip beruht auf der mechanischen Kopplung eines magnetostriktiven und eines piezoelektrischen Materials und ist Gegenstand dieser Arbeit. Die magnetfeldabhängige Deformation der magnetostriktiven Phase bewirkt eine Dehnung der piezoelektrischen Phase, die hierdurch elektrisch polarisiert wird. Diese Polarisation kann in Form einer elektrischen Spannung abgegriffen werden, und dient als magnetfeldabhängiges Messsignal. Das Konzept magnetoelektrischer Komposite wurde 1972 erstmals von VAN SUCHTELEN vorgestellt und durch Kombination von ferroelektrischem  $\text{BaTiO}_3$  und magnetostriktivem  $\text{CoFe}_2\text{O}_4$  gezeigt [Van 72]. Die Effektgröße lag zu dieser Zeit bei  $104 \text{ mV A}^{-1}$  bzw.  $130 \text{ mV cm}^{-1}\text{Oe}^{-1}$ , was die technische Nutzung uninteressant gestaltete. Die Produkteigenschaft des ME-Effektes in Kompositen ermöglicht es, die magnetostriktive Phase und die piezoelektrische Phase weitgehend unabhängig voneinander zu optimieren. Die resultierende Effektgröße skaliert dann mit dem piezoelektrischen Ladungskoeffizienten, dem piezomagnetischen Koeffizienten der magnetostriktiven Phase (der durch die feldabhängige Längenänderung per angelegtem Magnetfeld beschrieben wird) und der mechanischen Kopplung der Phasen aneinander. Letztere kann durch Ausnutzung der mechanischen Resonanz maximiert werden und führt zu erhöhten ME Koeffizienten [Bich 05, Dong 06]. Piezoelektrika mit hohen Ladungskoeffizienten wie Aluminiumnitrid (AlN) oder Bleizirkonattitanat (PZT) [Grev 10b, Zhao 09] sowie magnetostriktive Materialien mit besonders hohem piezomagnetischen Koeffizienten wie Terfenol-D und Fe-Co-Si-B erlauben die derzeit höchsten ME Koeffizienten bis zu  $16 \text{ kV A}^{-1}$  bzw.  $20 \text{ kV cm}^{-1}\text{Oe}^{-1}$  [Dong 03, Kirc 13].



---

So können auch besonders rauscharme ME Magnetometer, bestehend aus ca. 10 cm langen Laminaten aus piezoelektrischen Fasern und magnetostriktiven Folien, hergestellt werden. Sie zeigen Detektionsgrenzen von  $5 \text{ pTHz}^{-1/2}$  bei 1 Hz [Zhua 13] bzw.  $0,1 \text{ pTHz}^{-1/2}$  oberhalb 10 kHz [Zhua 11]. Mit ihren Abmessungen von ca. 10 cm x 1 cm x 0,5 cm sind diese hinsichtlich der Ortsauflösung limitiert und daher für typische MKG- und MEG-Anwendungen ungeeignet. Mittels mikrosystemtechnisch hergestellter Dünnschichtkomposite lassen sich miniaturisierte ME Sensoren im Millimeterbereich herstellen, die somit eine feinere Ortsauflösung erlauben [Mara 12b, Gun 12]. Derzeitige ME Dünnschichtkomposite erreichen Empfindlichkeiten von  $1 \text{ pTHz}^{-1/2}$  in Resonanz bei 885 Hz [Pior 13b].

All diese ME Komposite haben gemeinsam, dass sie ihre maximale Empfindlichkeit in Anwesenheit eines wohldefinierten statischen Haltefeldes zeigen. Der Grund hierfür ist der piezomagnetische Koeffizient, der als Ableitung der Magnetostriktionskurve abhängig von der Stärke eines angelegten Magnetfeldes ist und im Normalfall im Nullfeld verschwindend gering ausfällt [Clar 99]. Die notwendigen Haltefelder sind nachteilig im Betrieb kombinierter Sensoren in Arrays und zur Vektorfeldmessung, da jeder Sensor sein individuelles Haltefeld benötigt und somit kein globales Haltefeld angelegt werden kann. Individuelle Haltefelder können aufgrund ihrer Streufelder benachbarte Sensorkomponenten beeinträchtigen, so dass der Sensorabstand auf Kosten der Ortsauflösung erhöht werden müsste. Ferner besteht die Gefahr, dass die künstlich erzeugten Stützfelder selbst eine Rauschquelle darstellen.

In der Literatur werden einige Konzepte diskutiert, wie die Notwendigkeit der externen Haltefelder zu umgehen ist. Der älteste Ansatz sieht die Anbringung von hartmagnetischen Phasen vor, die durch ihre Streufelder die magnetostriktive Phase magnetisieren [Tada 97]. Gerade diese Streufelder sind allerdings nachteilig im Betrieb mehrerer Sensoren in dichten Arrays, da sie durch die Bewegung der Sensorelemente zusätzliche, künstliche Wechselfelder generieren, die von benachbarten Sensoren detektiert werden können. Weitere Ideen sind die Ausnutzung der magnetischen Remanenz des magnetostriktiven Materials [Mand 10] und insbesondere die damit verbundene Verschiebung der mechanischen Resonanz durch Wechselwirkung mit statischen Magnetfeldern [Onut 11]. Beide führen zu einer starken Abhängigkeit der Sensorperformance von dem vor der Messung eingenommenen Magnetisierungszustand, so dass in diesem Fall die ME Komposite vor Verwendung in einen definierten Magnetisierungszustand zu bringen sind.

In der Literatur werden außerdem aktive Verfahren diskutiert. So stellt zum einen die Methode der Frequenzumsetzung ein Verfahren dar, das auf statische Haltefelder verzichtet und zusätzlich zur breitbandigen Messung von magnetischen Wechselfeldern

geeignet ist [Jahn 12]. Ein weiterer aktiver Ansatz beruht auf der feldabhängigen Verschiebung der mechanischen Resonanzfrequenz ( $\Delta E$ -Effekt) eines mikrometerskaligen Resonators [Nan 13]. Als Messgröße dient hierbei die Veränderung der Impedanz bei einer fixen Frequenz von mehreren hundert MHz durch das Anlegen eines Magnetfeldes. Angesichts dieser aktiven Verfahren verlieren die Sensoren ihren passiven Charakter [Ma 11] und zeigen eine höhere Leistungsaufnahme im Betrieb.

Eines der jüngsten Konzepte verzichtet gänzlich auf die Verwendung eines magnetostruktiven Materials und beruht auf einem piezoelektrischen Balken, an dem Permanentmagnete montiert sind [Xing 13]. Durch Wechselwirkung mit einem externen Magnetfeld wird dann durch die Deformation des Balkens eine piezoelektrische Spannung generiert. Diese Methode hat den Vorteil breitbandige Messungen einfach zu erlauben, ist aber durch die Verwendung von Permanentmagneten nicht ohne weiteres zu miniaturisieren.

Der Ansatz zur Haltefeldintegration, der in dieser Arbeit behandelt wird, beruht auf dem Exchange Bias Effekt. Dieser Effekt, dessen Verwendung in magnetoresistiven Elementen wohl etabliert ist, bewirkt eine *unidirektionale* magnetische Anisotropie, die in einem Versatz der Magnetisierungskurve entlang der Feldachse resultiert. Hierdurch soll die magnetostruktive Phase eines ME Komposits so beeinflusst werden, dass sie eine maximale und hystereseunabhängige Antwort im Nullfeld liefert. Durch die Integration des Haltefeldes sollen somit ME Komposite mit individuell orientiertem und wohl definiertem Stützfild sowie mit einem geringem Streufeld realisiert werden. Die angestrebten Schichtdicken in magnetoelektrischen Sensoren sind ca. 100 mal höher als in magnetoresistiven Sensoren, so dass eine Methode zur Erhöhung der Schichtdicke gefunden werden muss. Neben der Anwendung in Sensoren ist dieses Konzept ebenfalls für magnetostruktive Aktoren in der Form anwendbar, dass eine magnetfeldabhängige Expansion oder Kontraktion aus der Ruhelage im Nullfeld gesteuert werden kann.

In den folgenden Kapiteln werden zunächst die Grundlagen der magnetoelektrischen Kompositsensoren vorgestellt. Nach einer Beschreibung der angewendeten experimentellen Methoden werden die Ergebnisse dargelegt und diskutiert. Im Anschluss daran werden die neu erlangten Erkenntnisse zusammengefasst, um abschließend auf dieser Basis einen Ausblick auf weitere mögliche Anwendungsgebiete zu geben.

# 2 Grundlagen und Stand der Technik

## 2.1 Magnetoelektrischer Effekt

Der magnetoelektrische (ME) Effekt beschreibt die Veränderung der elektrischen Feldstärke  $E$  eines Materials in einem Magnetfeld  $\vec{H}$  (ME<sub>H</sub> Effekt genannt) bzw. die Veränderung der Magnetisierung eines elektrisch polarisierten Materials (ME<sub>E</sub> Effekt genannt). Das Maß für den ME Effekt ist der magnetoelektrische Spannungskoeffizient  $\alpha_{ME}$ , der durch

$$\alpha_{ME_H} = \frac{\partial E}{\partial H} \quad (\text{Gl. 2.1})$$

definiert ist, wobei  $H$  die Stärke des Magnetfelds angibt. Der ME Spannungskoeffizient wird in  $\text{Vcm}^{-1}\text{Oe}^{-1}$  bzw. in  $\text{V A}^{-1}$  (als SI konforme Einheit) beziffert [Srin 01].

Der ME Effekt tritt sowohl in einphasigen Materialien als *direkter* ME Effekt auf als auch in Kompositen, in denen die Kombination der magnetischen und elektrischen Eigenschaften aller beteiligten Phasen den *indirekten* ME Effekt bewirkt. Der Vorteil in der Herstellung magnetoelektrischer Komposite ist die Möglichkeit, die Eigenschaften einzelner Phasen weitgehend unabhängig voneinander zu optimieren. Die hier verwendeten Komposite bestehen aus piezoelektrischen und magnetostriktiven Materialien, die mechanisch aneinander gekoppelt sind. Für solche Komposite erweitert sich die Gleichung 2.1 zu dem Ausdruck

$$\begin{aligned} \alpha_{ME_H} &= \frac{\partial E}{\partial \sigma_{Piezo}} \frac{\partial \sigma_{Piezo}}{\partial \lambda_{Mag.}} \frac{\partial \lambda_{Mag.}}{\partial H} \\ &= \frac{d_{ij}}{\varepsilon_0 \varepsilon_{r,ii}} k_c d_{kl}^m. \end{aligned} \quad (\text{Gl. 2.2})$$

Hierbei entspricht  $\partial \sigma_{Piezo}$  der mechanischen Spannung der piezoelektrischen Phase,  $\lambda_{Mag.}$  der Dehnung der magnetostriktiven Phase,  $d_{ij}$  dem Tensor des piezoelektrischen Ladungskoeffizienten,  $\varepsilon_0$  der Permittivität des Vakuums,  $\varepsilon_{r,ii}$  dem Tensor der relativen Permittivität,  $k_c$  dem Kopplungskoeffizienten zwischen der piezoelektrischen und magnetostriktiven Phase und  $d_{kl}^m$  dem Tensor des piezomagnetischen Koeffizienten.

Die Nutzung des mechanischen Übertrags in solchen ME Kompositmaterialien ermöglicht außerdem die Verstärkung des Effekts durch den Betrieb in mechanischer Resonanz [Ma 11], da ein ME Komposit physikalisch als getriebener gedämpfter harmonischer Oszillator betrachtet werden kann. Die Schwingungsamplitude erhöht sich somit, je nach Güte, um mehrere Größenordnungen. Diese erhöhte Schwingungsamplitude bewirkt folglich höhere mechanische Spannungen und somit eine stärkere Polarisierung des Piezoelektrikums.

### 2.1.1 Piezoelektrizität

Der piezoelektrische Effekt beschreibt die elektrische Polarisierung eines Materials in Abhängigkeit einer mechanischen Spannung. Der Ursprung dieses Effekts liegt in der Gestaltänderung der Elementarzellen des Materials und der damit verbundenen Verschiebung der Ladungszentren innerhalb dieser Zelle. Das wohl bekannteste piezoelektrische Material ist Quarz in seiner  $\alpha$ -Struktur. Seine häufigste Anwendung findet in Form von Schwingquarzen als Taktgeber statt [Uchi 03]. Andere technisch genutzte Materialien sind Aluminiumnitrid (AlN) und Zinkoxid (ZnO), deren piezoelektrische Phasen die Wurtzitstruktur aufweisen [Dubo 99, Fuji 77]. Die Gruppe der perovskitischen Ferroelektrika, zu der z.B. Blei-Zirkonat-Titanat (PZT) oder auch Mischkristalle aus  $\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_3 - \text{PbTiO}_3$  (PMN-PT) gehören, zeichnet sich durch eine besonders hohe piezoelektrische Ladungskonstante aus [Bell 99]. Zudem gibt es piezoelektrische Polymere wie z.B. Polyvinylidenfluorid (PVDF) [Mura 76], deren stark verschiedene, mechanische Eigenschaften ein erweitertes Anwendungsfeld piezoelektrischer Materialien eröffnen.

In dieser Arbeit werden ausschließlich ME Komposite hergestellt, die aufgrund ihrer Geometrie als Plattenkondensator betrachtet werden können. In dieser Anordnung erfolgt der Spannungsabgriff senkrecht zur mechanischen Anregung, so dass sich der piezoelektrische Ladungskoeffizient auf die transversale Komponente  $d_{31}$  beschränkt und die relative Permittivität  $\varepsilon_{r,33}$  entlang der Richtung des Abgriffs betrachtet wird.

Die relevanten piezo- und dielektrischen Eigenschaften der ausgewählten Piezoelektrika AlN und PZT sind in Tabelle 2.1 aufgelistet. Vergleicht man diese fällt zunächst auf, dass PZT aufgrund der signifikant höheren Ladungskonstanten  $d_{31}$  das geeignetere Material zu sein scheint. Für die Spannung  $V_{ME}$  des Piezoelektrikums mit dem Elektrodenabstand, der durch die Schichtdicke der piezoelektrischen Phase  $t_{Piezo}$  gegeben ist, gilt:

$$V_{ME} = \alpha_{MEH} t_{Piezo} H_{AC} \quad (\text{Gl. 2.3})$$

**Tabelle 2.1:** Piezo- und dielektrische Kenngrößen von Dünnschichten aus Aluminiumnitrid (AlN) und Blei-Zirkonat-Titanat (PZT). (Daten aus [Trol 04, Kade 12, Dekk 13])

Koeffizient	AlN	PZT
$d_{31}$ (pC N <sup>-1</sup> )	-2,67	-118,9
$\varepsilon_{r,33}$	10,5	1111
$\tan \delta$	0,003	0,038
$d_{31}/\sqrt{\varepsilon_{r,33} \tan \delta}$ (pC N <sup>-1</sup> )	-15,04	-12,28
$d_{31}/\varepsilon_{r,33}$ (pC N <sup>-1</sup> )	-0,254	-0,072

wobei  $H_{AC}$  der Stärke des anregenden, magnetischen Wechselfeldes entspricht.

Aus den Gleichungen 2.2 und 2.3 ergibt sich für den elektrischen Spannungskoeffizienten eines ME-Sensors in Plattenkondensatorgeometrie:

$$\frac{\partial V_{ME}}{\partial H} = \frac{d_{31}}{\varepsilon_0 \varepsilon_{r,33}} k_c t_{Piezo} d_{kl}^m. \quad (\text{Gl. 2.4})$$

Der piezoelektrische Spannungskoeffizient  $\frac{d_{31}}{\varepsilon_{r,33}}$ , der ebenfalls in Tabelle 2.1 aufgeführt ist, geht linear in die Gleichung 2.4 der generierten Spannung ein, so dass unter dieser Betrachtung die Verwendung von AlN zu bevorzugen ist. Letztendlich ist der entscheidende Parameter, der die Detektionsgrenze der ME Sensoren bestimmt, der Signal-Rauschabstand (SNR)<sup>1</sup>.

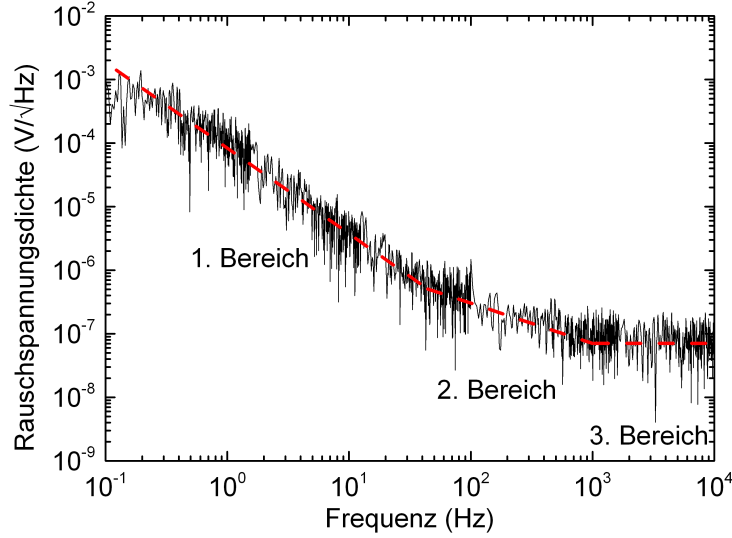
Aus einem speziell für ME Sensoren entwickelten Rauschmodell geht hervor, dass im technisch relevanten Frequenzbereich von 0,1 Hz bis 10 kHz drei unterschiedliche Rauschquellen in verschiedenen Frequenzbereichen dominieren. Die jeweils dominierenden Quellen äußern sich in den charakteristischen Steigungen im Verlauf der Rauschspannungsdichte als Funktion der Frequenz in Abbildung [Jahn 11b].

Die Rauschspannungsdichte eines ME Sensors wurde hierbei am Ausgang eines rauscharmen Ladungsverstärkers gemessen. Neben den dielektrischen Eigenschaften des Piezoelektrikums, wie dem Verlustwinkel  $\tan \delta$ , erlangen in dieser Messung die Rauschstromdichte  $I_n$  und Rauschspannungsdichte  $E_n$  des verwendeten Verstärkers ebenfalls Relevanz.

Im ersten Frequenzbereich, dessen obere Eckfrequenz üblicherweise weniger als 100 Hz beträgt, ergibt sich für den Signal-Rauschabstand:

$$SNR = d_{31} \frac{\omega A}{I_n \sqrt{\Delta f}} H_{ac} k_c d_{kl}^m. \quad (\text{Gl. 2.5})$$

<sup>1</sup>engl. signal-to-noise-ratio - SNR



**Abbildung 2.1:** Beispielhafte Rauschspannungsdichtekurve mit drei Frequenzbereichen, in denen jeweils andere dominierende Rauschquellen identifiziert werden konnten. Im ersten Bereich dominiert die Rauschstromdichte  $I_n$  des Verstärkers, im zweiten Bereich das Johnson-Nyquist-Rauschen der piezoelektrischen Phase und im dritten Bereich die Rauschspannungsdichte  $E_n$  des Sensors. (Daten bereitgestellt von Robert Jahns)

Hierbei entsprechen  $\omega$  und  $H_{ac}$  der Kreisfrequenz bzw. die Stärke des zu detektierenden Feldes,  $I_n$  entspricht dem mit  $\frac{1}{f}$  skalierenden Stromrauschen des Verstärkers und  $\Delta f$  der Rauschbandbreite. Es geht hervor, dass in diesem (niedrigen) Frequenzbereich  $d_{31}$  den entscheidenden Faktor des Piezoelektrikums darstellt. Folglich sind im Fall niedriger Frequenzen ferroelektrische Piezoelektrika, wie PZT, vorzuziehen.

Im mittleren Frequenzbereich bis ca. 1 kHz dominiert das JOHNSON-NYQUIST-Rauschen der piezoelektrischen Phase, so dass für diesen Bereich der Signal-Rauschabstand durch

$$SNR = \frac{d_{31}}{\sqrt{\varepsilon_{r,33} \tan \delta}} \frac{\sqrt{\omega A t_{Piezo}}}{\sqrt{\varepsilon_0 4 k_B T \Delta f}} H_{ac} k_c d^m \quad (\text{Gl. 2.6})$$

mit  $k_B$  als Boltzmann-Konstante und  $T$  als Temperatur gegeben ist. Im mittleren Frequenzbereich ist analog zur obigen Betrachtung der ebenfalls in Tabelle 2.1 gelistete Faktor  $\frac{d_{31}}{\sqrt{\varepsilon_{r,33} \tan \delta}}$  für das SNR der piezoelektrischen Phase relevant. Vergleicht man AlN und PZT im mittleren Frequenzbereich, zeigt AlN hier geringfügig

Für den oberen Frequenzbereich errechnet sich das SNR durch:

$$SNR = \frac{d_{31}}{\varepsilon_{r,33}} \frac{t_{Piezo}}{\varepsilon_0 E_n \sqrt{\Delta f}} H_{ac} \frac{\partial \sigma}{\partial \lambda} d^m. \quad (\text{Gl. 2.7})$$

Hier entscheidet der Faktor  $\frac{d_{31}}{\varepsilon_{r,33}}$  über das vom Piezoelektrikum ausgehende SNR, so dass für hohe Frequenzen, aufgrund der großen Unterschiede in der Permittivität, AlN dem ferroelektrischen PZT vorzuziehen ist. Die hier dargestellten Eckfrequenzen von 100 Hz und 1 kHz sind vom Komposit selbst und dessen Geometrie, wie z.B. dem Elektroden-design oder der Elementgröße, abhängig. In dieser Arbeit, die sich auf die Eigenschaften der magnetostriktiven Phase konzentriert, blieb die Art des Spannungsabgriffs weitgehend unverändert. Aufgrund der Vorteile in einem weiteren Frequenzband wurde AlN als piezoelektrische Phase verwendet.

### 2.1.2 Magnetostriktion

Magnetostriktion bezeichnet im Allgemeinen die Eigenschaft von Festkörpern ihre Abmessungen magnetfeldabhängig zu ändern. Der Effekt der Magnetostriktion wird in zwei unterschiedliche Phänomene unterteilt. Die *Volumen*-Magnetostriktion bezeichnet eine isotrope Volumenänderung entlang aller Raumrichtungen und liegt aufgrund seiner geringen Effektgröße [Engd 99, S. 15] nicht im Fokus dieser Arbeit. Die Gestaltmagnetostriktion, die in dieser Arbeit behandelt wird, beschreibt eine magnetfeldabhängige Längenänderung eines Materials entlang der Richtung eines angelegten Magnetfeldes unter Wahrung eines konstanten Volumens. Sie wird ebenfalls, benannt nach ihrem Entdecker [Joul 42], als JOULE-Magnetostriktion bezeichnet.

Die magnetostriktive Dehnung  $\lambda$  ist definiert durch die magnetfeldbedingte Längenänderung  $\Delta l$  eines Materials im Bezug auf seine Ursprungslänge  $l$ .

$$\lambda = \frac{\Delta l}{l} \quad (\text{Gl. 2.8})$$

Das Vorzeichen des Effekts ist materialabhängig, weshalb dieser für eine Kontraktion entlang des magnetischen Feldes ( $\lambda < 0$ ) als *negativ* magnetostriktiv, bzw. für eine Expansion entlang der Feldrichtung ( $\lambda > 0$ ) als *positiv* magnetostriktiv bezeichnet wird. Der physikalische Ursprung der Magnetostriktion beruht auf der Verzerrung des Atomabstandes durch Rotation der magnetischen Momente, bedingt durch die Spin-Bahn-Kopplung [Cull 09, Kap. 8.4]. Folglich beschreibt die Magnetostriktion die Kopplung magnetischer und mechanischer Effekte im Material, die für kleine Änderungen der mechanischen Spannung  $\Delta \sigma$  und des Magnetfeldes  $\Delta H$  durch die linearisierten Zustands-

gleichungen

$$S_i = s_{ij}^H \sigma_j + d_{li}^m H_l \quad (\text{Gl. 2.9})$$

$$B_n = d_{nj}^m \sigma_j + \mu_{li}^\sigma H_l \quad (\text{Gl. 2.10})$$

folgen.  $S_i$  beschreibt die Dehnung,  $s^H$  die elastische Nachgiebigkeit bei konstantem Magnetfeld  $H$ ,  $B_n$  die magnetische Flussdichte,  $\mu^\sigma$  die Permeabilität bei konstanter mechanischer Spannung  $\sigma$  und

$$d_{li}^m = \left. \frac{\partial S_l}{\partial H_i} \right|_{\sigma=\text{konstant}} = \frac{\partial \lambda_l}{\partial H_i} \quad (\text{Gl. 2.11})$$

den piezomagnetischen Koeffizienten [Engd 99, S.130ff]. Da in dieser Arbeit die Längenänderung der magnetostriktiven Schicht entlang der Richtung des anregenden Feldes ausgenutzt wird, beschränkt sich der piezomagnetische Koeffizient auf  $d_{33}^m$ .

Für dünne magnetostriktive Schichten auf passiven (nicht magnetostriktiven) Balkensubstraten stellt sich aufgrund der Längenänderung der aktiven Schicht eine magnetfeldabhängige Krümmung ein. So lässt sich über die Kenntnis der Auslenkung  $D_i$  am freien Ende eines einseitig geklemmten, beschichteten Biegebalkens der freien Länge  $l$  mittels des Ausdrucks

$$\lambda_i = -\frac{1}{3} \frac{D_i}{l^2} \frac{E_s(1+\nu_f) t_s^2}{E_f(1+\nu_s) t_f} \quad (\text{Gl. 2.12})$$

die magnetostriktive Dehnung berechnen [Betz 97, Gleichung II.6. und II.10]. Der Index  $i$  bezeichnet hierbei die Orientierung des Biegebalkens, der entweder parallel ( $\parallel$ ) oder senkrecht ( $\perp$ ) zum angelegten Magnetfeld ausgerichtet ist. Bei den Variablen  $E$  und  $\nu$  handelt es sich jeweils um den Elastizitätsmodul und die Querkontraktionszahl des Substrats (indiziert mit  $s$ ) bzw. der Schicht (Index  $f$ ). Die Dicken des Substrates und der Schicht gehen mit  $t_s^2$  bzw.  $1/t_f$  in die Gleichung ein. Hieraus lässt sich die Sättigungsmagnetostriktion  $\lambda_{sat}$  gemäß

$$\frac{3}{2} \lambda_{sat} = \lambda_{\parallel} - \lambda_{\perp} \quad (\text{Gl. 2.13})$$

errechnen [Betz 97].

Die mechanischen Materialeigenschaften weichen für dünne Schichten unter Umständen erheblich von den Werten des Volumenmaterials ab und lassen sich trotz großen apparativen Aufwands nur mit großen Messgenauigkeiten abschätzen. Aus praktischen Gründen wird daher der magnetoelastische Kopplungskoeffizient  $b$  betrachtet,



der durch

$$b_i = -\lambda_i \frac{E_f}{1 + \nu_f} \quad (\text{Gl. 2.14})$$

definiert ist.

Das Magnetisierungsverhalten eines magnetostriktiven Materials ist maßgeblich durch die Existenz magnetischer Anisotropien im Material geprägt. Die relevanten magnetischen Anisotropien lassen sich unterteilen in:

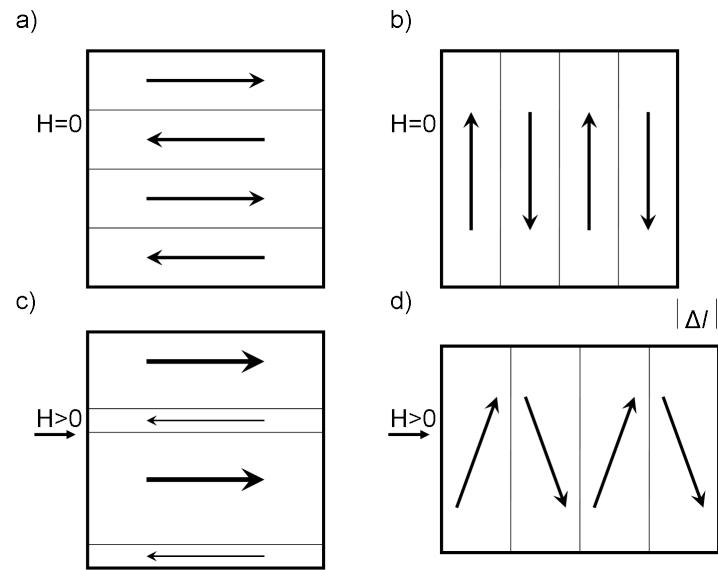
- *uniaxiale* Anisotropie,
- Formanisotropie und
- *unidirektionale* Anisotropie.

Allgemein bewirken magnetische Anisotropien eine bevorzugte Ausrichtung der Magnetisierung entlang bestimmter Raumachsen.

*Uniaxiale* Anisotropien können neben den kristallographischen Hauptachsen in kristallinen Materialien durch z.B. thermomagnetische Behandlung von Legierungen vorliegen. Hierbei wird angenommen, dass erhöhte Temperaturen Diffusionsprozesse erlauben, die die Ausrichtung der lokalen Magnetisierung zwischen gleichen Atompaaaren parallel zu einem angelegten Feld bewirken. Durch Abkühlen auf Raumtemperatur im Magnetfeld wird die Mobilität der Atome verringert, so dass eine bevorzugte Magnetisierungsachse erhalten bleibt.

Formanisotropie beruht auf dem Aspektverhältnis magnetischer Strukturen und ihren entsprechenden Demagnetisierungsfeldern. Eine magnetische Struktur zeigt bei gleicher Feldstärke aufgrund des geringeren Demagnetisierungsfeldes die höchste Magnetisierung, wenn das Magnetfeld entlang der Längsachse angelegt ist. Entlang aller anderen Achsen nimmt der Demagnetisierungsfaktor zu, so dass allein die Form eine Vorzugsachse bestimmt.

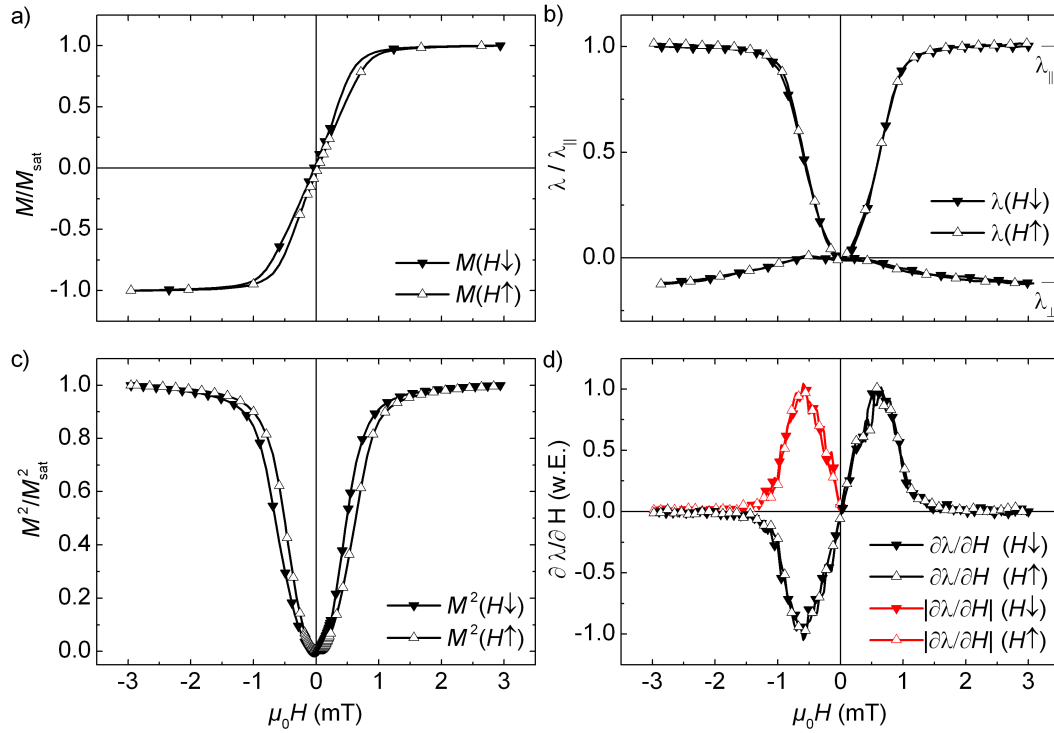
*Unidirektionale* Anisotropie bewirkt zusätzlich zur Achse eine bevorzugte *Richtung* entlang derer die Magnetisierung des Materials liegt. Ein Grund für diese Art der magnetischen Anisotropie sind Austauschkopplungen wie z.B. durch den *Exchange Bias Effekt*, der in Abschnitt 2.2 näher erläutert wird. Verfügt das Material über ausgeprägte Anisotropien, so beschreiben die Achsen der Magnetisierung der Domänen im remanenten Zustand die leichten Achsen (vgl. Abbildung 2.2 a) und b) ). Im Fall einer ausschließlich *uniaxialen* Anisotropie bewirkt ein externes Magnetfeld parallel hierzu eine Verschiebung der 180° Domänenwände, so dass die Abmessungen des Körpers in diesem Fall unverändert bleiben (verdeutlicht in Abbildung 2.2 c) ).



**Abbildung 2.2:** Schematisches Magnetisierungsverhalten einer Probe mit ausschließlich 180° Domänenwänden. Abbildung a) veranschaulicht die Magnetisierungskonfiguration im Nullfeld, wenn die leichte Achse parallel zum variierten Feld liegt. In Abbildung b) wird die Ausgangssituation angezeigt, wenn das variierte Feld senkrecht zur leichten Achse angelegt wird. c) Wachstum der Domänen, keine Längenänderung, d) Gestaltänderung durch Rotation der Magnetisierung.

Wird das externe Feld parallel zur schweren Achse (bei *uniaxialer* Anisotropie heißt dies senkrecht zur leichten Achse) angelegt, bewirkt dies, wie in Abbildung 2.2 d) skizziert, eine Rotation der Magnetisierung und eine damit verbundene Längenänderung  $\Delta l$  des Körpers. Die Magnetostriktion und somit auch der piezomagnetische Koeffizient  $d^m$  sind demzufolge maßgeblich abhängig von dem Magnetisierungsverhalten entlang der schweren Achse. Zudem ist die Längenänderung unabhängig vom Vorzeichen des Magnetfeldes. Ferner verhält sich die Magnetostriktion ohne Berücksichtigung der Formanisotropie proportional zu  $M^2$  [Clar 99].

Eine Magnetisierungskurve einer, wie in dieser Arbeit verwendeten, Fe-Co-Si-B-Schicht von 500 nm Dicke ist in Abbildung 2.3 a) gezeigt. Der Graph in der unteren Abbildung 2.3 b) entspricht den quadrierten Werten aus der Magnetisierungskurve. Der Kurvenverlauf ist, bis auf ein geringer ausgeprägtes Hystereseverhalten, in guter Übereinstimmung mit der zugehörigen Magnetostriktionskurve der identischen Probe, die in Abbildung 2.3 b) gezeigt ist. Da in der Anwendung als magnetoelektrischer Sensor der piezomagnetische Koeffizient entscheidend ist, also die magnetostriktive Antwort auf kleine Wechselfelder, ist in Abbildung 2.3 d) die numerische Ableitung der Magnetostriktionskurve dargestellt. Durch das positive Vorzeichen des Betrags reeller Wechselgrößen, ist zur Verdeutlichung des Zusammenhangs zwischen piezomagnetischem und



**Abbildung 2.3:** Zusammenhang zwischen Magnetisierungskurve und Magnetostruktionskurve einer 500 nm dicken Fe-Co-Si-B Schicht auf einem 175 µm dicken Siliziumbiegebalken. Abbildung a) zeigt eine normierte Magnetisierungskurve entlang der schweren Achse. In Abbildung b) ist die zugehörige Magnetostruktionskurve.  $\lambda_{\parallel}$  und  $\lambda_{\perp}$  repräsentieren die Ausdehnung in Sättigung für Felder parallel ( $\parallel$ ) oder senkrecht ( $\perp$ ) zur Biegebalkenachse. In Abbildung c) ist der Verlauf der quadrierten Magnetisierungskurve entlang der schweren Achse gezeigt. Abbildung d) zeigt die numerische Ableitung der Magnetostruktionskurve für Magnetfelder parallel ( $\parallel$ ) zur Biegebalkenachse. Die Symbole  $\blacktriangledown$  und  $\blacktriangle$  markieren jeweils den Verlauf für fallende ( $H\downarrow$ ) und steigende ( $H\uparrow$ ) Feldstärken. Die roten Kurven entsprechen dem Betrag der Ableitung.

ME Koeffizient zusätzlich der Betrag der Ableitung (rote Kurven) in Abbildung 2.3 d) abgebildet.

Die sehr viel kleineren Werte für  $\lambda_{\perp}$  verglichen zu  $\lambda_{\parallel}$  treten aufgrund der definierten *uniaxialen* Anisotropie (vgl. 2.2) der magnetostruktiven Schicht auf. Zur Messung von  $\lambda_{\perp}$  ist das Magnetfeld senkrecht zur Balkenachse (d.h. parallel zur leichten Achse der magnetischen Anisotropie wie in 2.3 b) skizziert) angelegt und resultiert somit überwiegend in einem Ummagnetisierungsprozess durch Wanderung der 180° Domänenwände (siehe 2.2 c)). Analog zu Abbildung 2.2 d) beruhen die sehr viel höheren Werte für  $\lambda_{\parallel}$  (in der das Magnetfeld entlang der schweren magnetischen Achse angelegt wird) auf der überwiegenden Ummagnetisierung durch Rotation der magnetischen Momente. Der feldabhängige Verlauf des piezomagnetischen Koeffizienten zeigt, dass dieser im Nullfeld

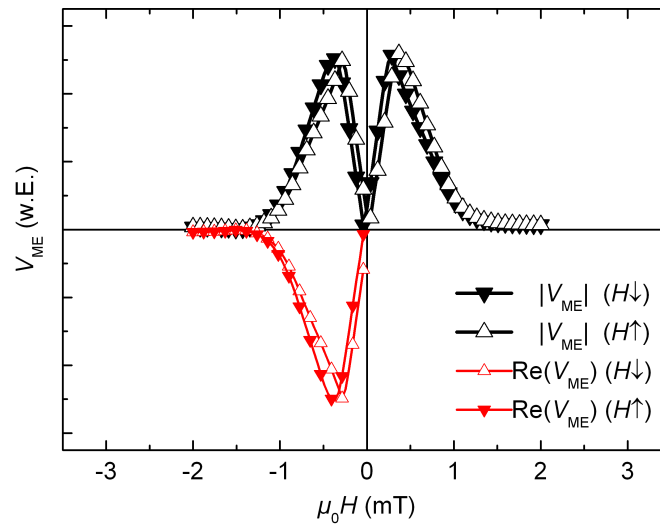
verschwindend klein ist und bei definierten statischen Magnetfeldern seine Extremwerte aufweist. Der Betrag des maximalen piezomagnetischen Koeffizienten und das nötige Haltefeld sind abhängig vom verwendeten Material. Hierbei ist zu beachten, dass ein hoher piezomagnetischer Koeffizient nicht gleichbedeutend mit einer hohen Sättigungsmagnetostriktion ist. So ist z.B. Terfenol-D ein Material, das eine hohe Sättigungsmagnetostriktion von  $1,4 \cdot 10^{-3}$  aufweist. Durch eine geringe relative Permeabilität von  $\mu_r = 6$  verfügt es aber über einen ca. vierfach geringeren piezomagnetischen Koeffizienten [Yang 11], verglichen mit dem amorphen Material Fe-B-Si-C. Dieses hat zwar eine geringe Sättigungsmagnetostriktion von ca.  $27 - 45 \cdot 10^{-6}$ , weist jedoch eine sehr hohe relative Permeabilität um  $\mu_r = 40000$  auf [Zhai 06]. Zusätzlich ist zu beachten, dass für Wechselfelder ohne Überlagerung eines statischen Feldes, die mechanische Dehnung nicht nur klein ist, sondern aufgrund des quadratischen Verhaltens zusätzlich auch mit der doppelten Anregungsfrequenz antwortet.

### 2.1.3 ME Effekt in Dünnschichtkompositen

Kombiniert man ein magnetostriktives Material mit einer piezoelektrischen Phase (in Abschnitt 2.1.1 erläutert), erhält man ein Komposit, dessen generierte, magnetoelektrische Spannung man als Sensorsignal verwenden kann. Die Herstellung der Dünnschichtkomposite, die im Rahmen dieser Arbeit untersucht werden, erfolgt durch Abscheidung von dünnen Schichten auf piezoelektrisch funktionalisierten Biegebalkensubstraten. Die mikrosystemtechnische Prozessierung der Komposite ist in Abschnitt 3.2 näher erläutert. Die Verwendung von Biegebalkensubstraten erlaubt mechanische Resonanzfrequenzen, die im relevanten Frequenzbereich unterhalb von 1 kHz liegen [Grev 10b].

Aus dem Verlauf des piezomagnetischen Koeffizienten in Abbildung 2.3 d) und Gleichung 2.2 folgt, dass ein definiertes Haltefeld anzulegen ist, um einen möglichst hohen ME Spannungskoeffizient zu erzielen. Dies ist durch Abbildung 2.4 bestätigt, die die elektrische Antwort eines ME Komposits auf ein magnetisches Wechselfeld in Abhängigkeit von einem parallel überlagerten, statischen Magnetfeld zeigt. Betrachtet man die Spannungsantwort als komplexe Wechselgröße, so hat der Realteil der ME-Spannung für negative Felder ein negatives Vorzeichen, und verläuft nahezu identisch zur errechneten Ableitung der Magnetostriktionskurve (vgl. Abbildung 2.3 d)). Die maximale Spannung findet man im Wendepunkt der Magnetostriktionskurve. Die zugeordnete Feldstärke und die Resonanzfrequenz des Biegebalkens definieren den Arbeitspunkt des ME Sensors, in dem  $V_{ME}$  maximal ist.

Durch eine geeignete Modifikation des Substrats, z.B. in Form von Einkerbungen, kann die effektive Steifigkeit beeinflusst werden, so dass sich die Resonanzfrequenz, als



**Abbildung 2.4:** Magnetoelektrische Spannungsantwort in Abhängigkeit des überlagerten statischen Magnetfeldes einer  $4\ \mu\text{m}$  dicken Fe-Co-Si-B Schicht mit PZT als Piezoelektrikum. (Bereitgestellt von André Piorra)

ein Parameter des Arbeitspunktes, gezielt einstellen lässt. Eine geringere Schwingungsfrequenz führt zu einer verringerten Geschwindigkeit der Balkenauslenkung. Da die Dämpfung durch Luftreibung für niedrigere Geschwindigkeiten verringert wird, steigt die Güte und infolgedessen auch, aufgrund der höheren Schwingungsamplitude, die generierte ME Spannung, die sich in guter Näherung reziprok zur Resonanzfrequenz verhält [Grev 10a]. In evakuierter Umgebung können daher, durch geringere Luftreibung, noch höhere ME Spannungen erreicht werden [Kirc 13]. Die reduzierte Steifigkeit der Biegebalken mit geringen Resonanzfrequenzen führt zu einer stark erhöhten Anfälligkeit für akustisch eingekoppelte Störungen, die zu einem erhöhten Rauschpegel führen. So können trotz höchster ME Spannungskoeffizienten nur Detektionsgrenzen im Bereich von  $130\ \text{pTHz}^{-1/2}$  erreicht werden. Die Kombination zweier Sensoren zu einer „Stimmgabel“ verschafft hierbei Abhilfe [Jahn 13b]. Durch eine gespiegelte Montage der ME Kompositsensoren wird erreicht, dass die Antwort auf magnetische Anregungen und Störeinkopplungen durch Vibrationen in gegenphasigen Spannungen resultieren, die durch Betrachtung des Summen- bzw. Differenzsignals voneinander unterschieden werden können und sich so das Rauschniveau reduzieren lässt [Jahn 13a].

Das notwendige magnetische Haltefeld, das den zweiten Parameter des Arbeitspunktes darstellt, ist nachteilig für den Betrieb von ME Kompositen als Sensoren für Vektorfeldmessungen, da jede Komponente ihr individuell orientiertes Haltefeld benötigt. Auch im

Betrieb mehrerer dicht angeordneter ME Komposite zu Sensorarrays, können die Haltefelder eine zusätzliche Störquelle darstellen. Abhängig von dem verwendeten magnetostruktiven Material entsprechen die Haltefelder magnetischen Flussdichten von z.B. 20 mT für Terfenol-D [Dong 03], 7 mT für Nickelferrit [Srin 01] und (wie auch in Abbildung 2.3 d) zu erkennen ist) 0,6 mT für Fe-Co-Si-B [Grev 10b].

In der Literatur werden einige Konzepte diskutiert die Notwendigkeit der externen Haltefelder zu Umgehen. Der älteste Ansatz sieht die Anbringung von hartmagnetischen Phasen vor, die durch ihre remanenten Streufelder die magnetostruktive Phase magnetisieren [Tada 97]. Gerade diese Streufelder sind allerdings im Betrieb mehrerer Sensoren in dichten Arrays nachteilig, da sie durch die Bewegung der Sensorelemente zusätzliche, künstliche Wechselfelder generieren, die von benachbarten Sensoren detektiert werden können.

Eine weitere Idee sieht die Ausnutzung der magnetischen Hysterese von magnetostruktiven Materialien mit unterschiedlichen Koerzitivfeldern und piezomagnetischen Koeffizienten vor [Mand 10]. Durch die magnetische Remanenz kann auf diese Weise eine magnetostruktive bzw. magnetoelektrische Antwort im Nullfeld erreicht werden. Zusätzlich wurde beobachtet, dass durch unterschiedliche Anordnungen von piezoelektrischer Phase und den magnetostruktiven Materialien die generierte ME Spannung unter Wahrung der Abmessungen erhöht werden konnte. Die remanente Magnetisierung wurde in einem weiteren Ansatz verwendet, in dem die piezoelektrische und magnetostruktive Phase mit je 500 nm Dicke auf einem 3,8  $\mu\text{m}$  dicken Substrat abgeschieden sind. In dieser Konfiguration bewirkt das magnetische Moment der Schicht durch die Neigung des Substrats im statischen Magnetfeld eine Rückstellkraft, die einen signifikanten Einfluss auf die Resonanzfrequenz des Biegebalkens hat [Onut 11]. Abhängig von der Magnetisierung verschiebt sich hierdurch die Resonanzfrequenz in nahezu linearer Abhängigkeit von dem angelegten, statischen Magnetfeld und zeigt einen abrupten Sprung beim überschreiten des Koerzitivfelds. Durch die magnetische Remanenz im Nullfeld wird so auch in diesem eine relativ hohe ME Spannung erzielt werden. Beide Ansätze, die die Remanenz des magnetostruktiven Materials nutzen, führen zu einer starken Abhängigkeit der Sensorperformance von dem vor der Messung eingenommenen Magnetisierungszustand, so dass in diesem Fall die ME-Komposite vor Verwendung in einen definierten Magnetisierungszustand zu bringen sind.

Wird auf den passiven Charakter der ME Komposite verzichtet, bieten sich zusätzliche Methoden an, mit denen die Notwendigkeit eines statischen Haltefelds umgangen werden kann. Ein Konzept sieht die Verwendung eines wohl bekannten, wechselnden Haltefeldes vor, das dem zu messenden Feld überlagert ist [Jahn 12]. Im Betrieb mehrerer

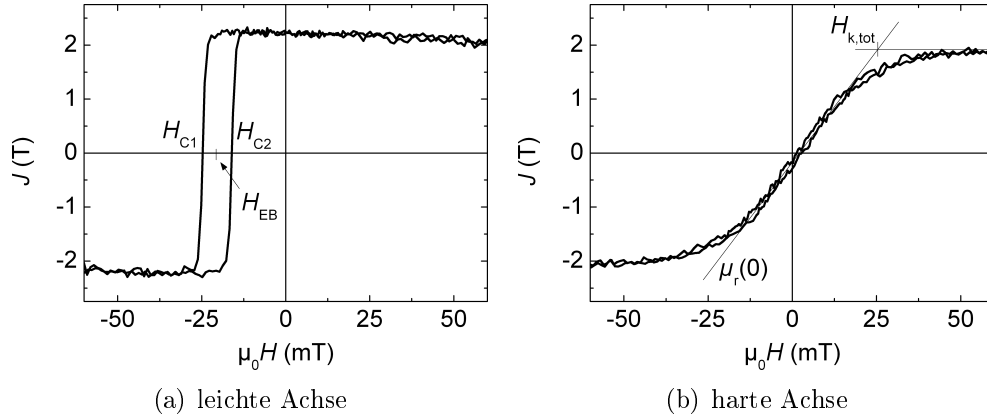
Sensoren kann so, durch die Nutzung unterschiedlicher Frequenzen, jede Sensorkomponente mit einem individuellen Haltefeld versorgt werden. Diese Methode ermöglicht außerdem die empfindliche Messung von Wechselfeldern in einem breitbandigen Frequenzbereich. Ein weiterer Ansatz beruht auf der feldabhängigen Verschiebung der mechanischen Resonanzfrequenz  $\Delta E$ -Effekt eines mikrometerskaligen Resonators [Nan 13]. Als Messgröße dient hierbei die Impedanz des Komposits bei einer fixen Frequenz von mehreren hundert MHz, die sich durch die Verschiebung der Resonanz in Anwesenheit eines Magnetfeldes verändert. Durch diese aktiven Verfahren zeigen die ME Komposite eine höhere Leistungsaufnahme im Betrieb, und verlieren dadurch eine Kerneigenschaft, die einen Vorteil zur Verwendung magnetoelektrischer Komposite darstellt [Ma 11].

Eines der jüngsten Konzepte verzichtet gänzlich auf die Verwendung eines magnetostruktiven Materials und beruht auf einem piezoelektrischen Balken, an dem Permanentmagnete montiert sind [Xing 13]. Durch Wechselwirkung mit einem externen Magnetfeld wird dann durch die Deformation des Balkens eine piezoelektrische Spannung generiert. Diese Methode hat den Vorteil breitbandige Messungen einfach zu erlauben, ist aber durch die Verwendung von Permanentmagneten nicht ohne weiteres zu miniaturisieren.

Der Ansatz zur Haltefeldintegration, der in der vorliegenden Arbeit verfolgt wird, beruht auf der Verschiebung der Magnetisierungskurve durch den Exchange Bias Effekt, der im folgenden Abschnitt 2.2 ausführlicher erläutert wird. Die Ausnutzung des Exchange Bias Effektes in magnetoelektrischen Kompositen wurde erstmals in einem theoretischem Konzept für den Einsatz in Leseköpfen vorgestellt [Vops 07], zu dessen Anwendung bislang noch keine experimentellen Ergebnisse vorliegen.

## 2.2 Exchange Bias Effekt

MEIKLEJOHN und BEAN haben 1956 eine *unidirektionale* magnetische Anisotropie entdeckt [Meik 56]. Diese Anisotropie, als Exchange Bias bezeichnet, resultiert aus der Wechselwirkung zwischen einem antiferro- und einem ferromagnetischen Material. Die verschobene Magnetisierungskurve eines solchen Materialsystems ist beispielhaft an einer Schicht aus antiferromagnetischem Mn-Ir und ferromagnetischen Fe-Co in Abbildung 2.5(a) gezeigt. Das Exchange Bias kann unter anderem durch ein Abkühlen des Materialverbundes im Magnetfeld von der Temperatur  $T$  zwischen Néel-Temperatur  $T_N$  des Antiferromagneten und der Curie-Temperatur  $T_C$  der ferromagnetischen Phase etabliert werden [Nogu 99]. Die Verschiebung der Magnetisierungskurve ist im Allgemeinen der Richtung des Feldes während des Abkühlens entgegengerichtet. Die Stärke



**Abbildung 2.5:** Magnetisierungskurven von einer 6 nm dicken Fe-Co Schicht. Entlang der leichten Richtung sind die Koerzitivfelder  $H_{C1}$  und  $H_{C2}$  sowie das Exchange Bias Feld  $H_{EB}$  entnommen. Aus der Magnetisierungskurve entlang der schweren Richtung ist das totale Anisotropiefeld  $H_{K,tot}$  abgelesen.

des Exchange Bias Feldes  $H_{EB}$  ist durch

$$H_{EB} = (H_{C1} + H_{C2})/2 \quad (\text{Gl. 2.15})$$

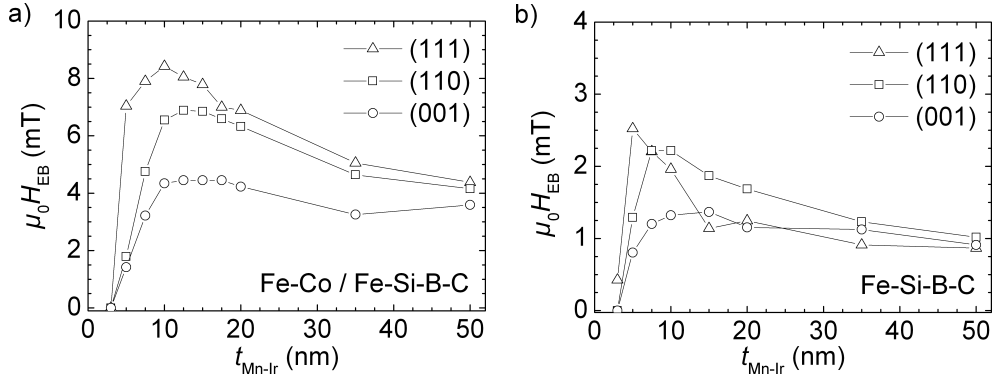
als der Mittelwert beider Koerzitivfelder  $H_{C1}, H_{C2}$  definiert (siehe Abbildung 2.5(a)).

Liegt das Exchange Bias als *unidirektionale* Anisotropie parallel zur *uniaxialen* Anisotropie, gleicht das totale Anisotropiefeld  $H_{K,tot}$  der Summe aus Anisotropiefeld  $H_K$  und Exchange Bias Feld  $H_{EB}$ .

Analog zu  $H_K$  (in Systemen ohne Exchange Bias) beschreibt  $H_{K,tot}$  die Feldstärke, die aufgebracht werden muss, um die Magnetisierung von der leichten in die schwere Richtung zu drehen [Bert 98]. Das Anisotropiefeld wird als das Feld bestimmt, bei der die Interpolation der Suszeptibilität um  $H = 0$  den Wert der Sättigungsmagnetisierung erreicht, wie es in Abbildung 2.5(b) exemplarisch gezeigt ist. Das totale Anisotropiefeld ist somit als Maß der inversen Suszeptibilität im Nullfeld zu verstehen.

Die über die Grenzfläche vermittelten Wechselwirkung zwischen antiferro- und ferromagnetischer Phase wird durch die Austauschenergiedichte  $J_{Ex}$  ausgedrückt. Für die angekoppelte ferromagnetische Schicht erhöht sich das magnetische Moment linear mit seiner Schichtdicke  $t_{FM}$ , so dass eine reziproke Abhängigkeit zwischen Exchange Bias Feld und Schichtdicke des Ferromagneten besteht [Malo 87, Kiwi 01]. Zudem führt der vektorielle Charakter des Exchange Bias zu einer winkelabhängigen Verschiebung der Magnetisierungskurve, so dass sich für den Versatz der Magnetisierungskurve der





**Abbildung 2.6:** Einfluss der Textur und Schichtdicke der Mn-Ir-Schicht auf den Versatz der Hysteresekurve für Schichtsysteme aus  $t_{Mn-Ir}$  Mn-Ir / 5 nm Fe-Co / 50 nm Fe-Si-B-C (Abbildung a)) und  $t_{Mn-Ir}$  Mn-Ir / 50 nm Fe-Si-B-C (Abbildung b)). (Daten aus [Suzu 04])

Zusammenhang

$$H_{EB} = \frac{J_{Ex} \cos(\gamma)}{\mu_0 M_{FM} t_{FM}} \quad (\text{Gl. 2.16})$$

ergibt [Hu 02]. Hierbei beschreibt  $\gamma$  den Winkel zwischen Magnetfeld und der Richtung des Exchange Bias und  $M_{FM}$  die Sättigungsmagnetisierung der ferromagnetischen Schicht. Es liegen somit prinzipiell mit  $\gamma$  und  $t_{FM}$  zwei frei wählbare Größen vor, die es erlauben, ein definiertes Exchange Bias in einem Schichtsystem einzustellen. Neben diesen direkt einstellbaren Größen üben verschiedene Faktoren wie Temperatur, Schichtdicke des Antiferromagneten und Mikrostruktur Einfluss auf das Exchange Bias Feld [OGra 10, Nogu 99]. Während Temperatur und Schichtdicke konstant gehalten, bzw. eingestellt werden können, ist die Mikrostruktur, insbesondere die Orientierung der Kristallite, essentiell, um ein der Richtung und dem Betrage nach definiertes Exchange Bias reproduzierbar einzustellen.

In dieser Arbeit wird das antiferromagnetische Material  $Mn_{70}Ir_{30}$  (Mn-Ir) verwendet, das für 65 - 85 at.% Mn in der kubischen primitiven  $Cu_3Au$  Struktur (cP4) vorliegt [Okam 90]. Folglich bestimmt die Wachstumsrichtung der Mn-Ir Schicht maßgeblich die Grenzfläche zur ferromagnetischen Schicht und beeinflusst damit das Kopplungsverhalten [Stam 00]. Der Einfluss der Textur einer, an eine Fe-Co-Schicht gekoppelte, Mn-Ir-Schicht auf den Betrag des Exchange Bias Feldes ist in Abbildung 2.6 verdeutlicht. Aus Abbildung 2.6 a) geht hervor, dass das Exchange Bias Feld für ein Schichtsystem aus einer Mn-Ir und einer ferromagnetischen Doppellage aus 5 nm Fe-Co / 50 nm Fe-Si-B-C für eine (001) texturierte Mn-Ir Schicht am geringsten ausfällt. Durch eine (110) Textur werden deutlich höhere Werte erzielt. Weiter ist zu sehen, dass die größ-

ten Exchange Bias Felder mit einer (111) texturierten Mn-Ir Schicht erreicht werden können, was ebenfalls durch weitere Literaturwerte bestätigt wird [Li 01, Drie 00]. Die oben gezeigten Ergebnisse wurden unter Verwendung unterschiedlicher Keimschichten, die zum Erreichen der (111) Textur der Mn-Ir Schicht führten, erzielt. Die hierfür genutzten Schichten enthalten alle das magnetische Material Permalloy (Ni-Fe), auf das im Schichtsystem verzichtet werden soll, um zusätzliche magnetische Effekte, wie Beeinflussung durch Streufelder, zu minimieren. Es wird daher auf eine nicht magnetische Keimschicht aus Ta / Cu abgezielt, die vergleichbar hohe Werte des Exchange Bias bietet und dabei kein zusätzliches ferromagnetisches Material enthält [Yaga 01].

Der Verlauf der Kurven in Abbildung 2.6 b), die den Betrag des Exchange Bias Feldes für ein Schichtsystem aus einer Mn-Ir Schicht und einer amorphen ferromagnetischen Schicht aus Fe-Si-B-C darstellt, zeigt die selben Tendenzen bezüglich der Textur der Mn-Ir Schicht. Weiterhin ist zu erkennen, dass das Exchange Bias Feld gegenüber dem Schichtsystem mit eingeschobener Lage aus kristallinem Fe-Co ungefähr um den Faktor 3 reduziert ist. Auch für andere amorphe ferromagnetische Materialien, wie Fe-Co-B, führt das Einfügen einer dünnen, kristallinen Vermittlerschicht zu höheren Exchange Bias Feldern [Park 06]. In einigen Fällen mit umgekehrter Reihenfolge, die durch Abscheidung der antiferromagnetischen Phase auf die ferromagnetische Schicht erreicht wird, ist die Präsenz einer kristallinen Zwischenlage sogar essentiell um ein Exchange Bias zu erreichen [Feci 07].

In den diskutierten Ergebnissen betragen die Schichtdicken des Mn-Ir, die die höchsten Exchange Bias Felder bewirken, ca. 10 nm. Diese Schichtdicken werden daher auch in den wohl etablierten Anwendungen des Exchange Bias Effekts, wie Tunnelmagnetoresistive (TMR) [Sait 01] bzw. Riesenmagnetoresistive (GMR) Elemente [Fuke 97], verwendet. Im Kontrast zu ME Kompositen, wird in magnetoresistiven Elementen versucht die magnetostriktiven Eigenschaften der verwendeten Fe-Co Legierung zu vermeiden. In diesen, wohl etablierten, Anwendungen werden ferromagnetische Schichten von einigen wenigen Nanometern Dicke genutzt und unterscheiden sich in dem Bestreben, den Anteil der magnetostriktiven Phase durch dickere Schichten zu erhöhen. Für ME Komposite sind Gesamtschichtdicken des magnetostriktiven Schichtsystems in der Größenordnung von 1  $\mu\text{m}$  [Grev 10a, Pior 13a] angestrebt, in denen der Anteil des nichtmagnetostriktiven Materials möglichst gering ausfallen sollte. So sind Mn-Ir-Schichten von nur ca. 10 nm Dicke im magnetostriktiven Schichtsystem als vorteilhaft anzunehmen. Da sich der vorliegende Ansatz von den üblichen Anwendungen abgrenzt, existiert, bis auf das oben erwähnte theoretische Konzept zur Kopplung magnetostriktiver Materialien an antiferromagnetische Schichten, keine vergleichende Literatur.

# 3 Experimentelle Methoden

## 3.1 Herstellungsmethoden

Die Proben wurden mit Prozessen der Mikrosystemtechnik (MST bzw. MEMS)<sup>1</sup> hergestellt. Die verwendeten Methoden bestehen im wesentlichen aus drei grundlegenden Prozessen:

- Abscheidung,
- Maskierung und
- Materialabtrag.

Alle Proben ohne piezoelektrische Phase wurden direkt auf die Siliziumsubstrate abgeschieden. Die hierfür verwendeten Substrate wurden in drei Größen verwendet:

- 2 mm x 20 mm x 300  $\mu\text{m}$  Balken: Proben für die Magnetostruktionsmessung.
- 1 cm x 1 cm x 300  $\mu\text{m}$  Plättchen: Proben für Röntgendiffraktometrie und Vibrationsmagnetometrie höherer Schichtdicken.
- 5 mm x 5 mm x 300  $\mu\text{m}$  Plättchen: Proben für Vibrationsmagnetometrie dünner Schichten.

Die Herstellung der magnetoelektrischen Proben enthält zusätzliche Schritte zur Maskierung und Schichtabtragung und ist in Abschnitt 3.2 detailliert beschrieben. Alle Schichten werden mittels Kathodenzerstäubung abgeschieden, die im folgenden Abschnitt näher erläutert ist.

### 3.1.1 Abscheidung

Die Kathodenzerstäubung ist eine weit verbreitete Beschichtungsmethode der physikalischen Gasphasenabscheidung (PVD)<sup>2</sup>. Das Prinzip basiert auf Stoßprozessen zwischen

---

<sup>1</sup>engl.: Micro-electro-mechanical-systems - MEMS

<sup>2</sup>engl.: Physical Vapor Deposition - PVD

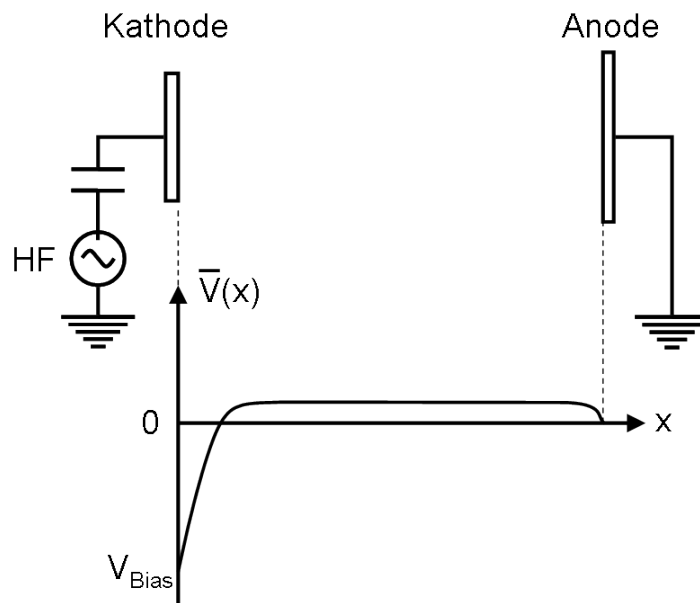
positiv geladenen Gasionen und der Oberfläche des Kathodenmaterials (Target). Hierzu wird kontrolliert in eine evakuierte Kammer ein Gas eingeleitet (meist Argon), das in einem hohen elektrischen Feld zwischen Kathode und Anode zu Grad von  $10^{-6}$  bis  $10^{-4}$  ionisiert wird und ein Plasma bildet [Mado 02, Kapitel 2]. Die positiv geladenen Gasionen werden zur Kathode hin beschleunigt und schlagen, aufgrund ihrer hohen kinetischen Energie, Material in atomarer oder ionisierter Form aus dem Kathodenmaterial heraus, das auf dem Substrat kondensiert. Wird anstelle des meist inerten Gases ein Reaktives verwendet, können Schichten abgeschieden werden, die aus den Reaktionsprodukten bestehen.

Des Weiteren werden außer dem herausgelösten Material durch die Wechselwirkungen im Material auch Sekundärelektronen emittiert, die wiederum zur Ionisierung der Sputtergasatome beitragen und das Plasma stabilisieren. Neben den Atomen können auch größere Cluster, höherenergetische Partikel wie die neutralisierte Form des Primärions oder negative Sekundärionen emittiert werden.

Die Energie der abgeschiedenen Partikel beeinflusst die Wechselwirkung mit der Oberfläche des Substrats. Jede Art von Defekt oder kristallografischer Variation an der Substratoberfläche stellt sich als Energiebarriere dar, die die adsorbierten Atome überwinden müssen, um weiterhin mobil zu sein [Gloc 95, A3.0.3]. Abgeschiedene Partikel, die an der Oberfläche aufeinandertreffen, können Paare oder größere Cluster formen, deren Mobilität erheblich verringert sind und als Nukleationszentren für Inselwachstum dienen. Abhängig von Prozessparametern wie dem Partikelfluss, der Substrattemperatur und der Oberflächenbeschaffenheit erhalten diese Inseln ihre ursprüngliche Orientierung und resultieren in polykristallinen oder amorph aufgewachsenen Schichten. Die Mikrostruktur der gewachsenen Schicht kann in diesem Nichtgleichgewichtsprozess durch Prozessparameter, wie Gasdruck und Substrattemperatur kontrolliert werden [Thor 74].

Die Schichtensysteme, die im Rahmen dieser Arbeit abgeschieden wurden, haben zur Wahrung ihrer Funktionalität unterschiedliche Anforderungen an die Mikrostruktur. Während die Kupfer- und Mangan-Iridiumschichten eine gezielte Einstellung der kristallografischen Wachstumsrichtung verlangen, ist für die weichmagnetische Fe-Co-Si-B-Schicht ein amorphes Gefüge angestrebt. Folglich ist die Kontrolle der Mikrostruktur durch die Prozessparameter essentiell. Eine Möglichkeit ist die Variation des Arbeitsdruckes. Ihre Reduktion bewirkt, dass die Wahrscheinlichkeit der Stoßprozesse zwischen ausgetretenen Atomen und dem eingeleiteten Gas verringert wird, und somit sowohl die Wachstumsrate als auch die kinetische Energie der ausgetreten Partikel erhöht [Smit 95]. Dies hat ebenfalls zur Folge, dass die Ionisierung des Gases durch Kollision mit Elektronen, die aus der Kathode in Richtung Anode austreten, unwahrscheinlicher wird.

Die Verwendung eines Magnetrons ist eine weit verbreitete Möglichkeit diese Begrenzung zu verschieben. Durch ein ringförmiges Magnetfeld, dass sich toroidal über die Kathode erstreckt, werden die austretenden Elektronen auf helixartigen Kreisbahnen gefangen. Die Weglänge der Elektronen und somit auch die Kollisionswahrscheinlichkeit mit Gasatomen sind dadurch erheblich erhöht. Die effizientere Nutzung der freien Elektronen erlaubt es zusätzlich die Beschleunigungsspannung zu reduzieren und ergibt einen weiteren Freiheitsgrad zur Kontrolle der Schichteigenschaften.



**Abbildung 3.1:** Zeitlich gemittelter Potenzialverlauf eines HF Plasmas. Die geringere Mobilität der Ionen führt zu einem positiven Potential zwischen den Elektroden. Die kapazitive Kopplung und die geringere Elektrodenfläche der Kathode gegenüber der Anode führt zu einem negativen Self-biasing der Kathode [Mado 02].

Bei der Verwendung von hochpermeablen, ferromagnetischen Materialien, wie das in dieser Arbeit verwendete Fe-Co-Si-B, können die Magnetfelder nicht aus dem Target austreten und werden durch selbiges zurückgeführt. Die Vorzüge des Magnetrons entfalten hierbei weitgehend, so dass höhere Arbeitsdrücke oder Beschleunigungsspannungen nötig wären, die sich auf die Schichteigenschaften auswirken könnten. Hierzu kann ein zusätzliches Magnetfeld außerhalb des Targets genutzt werden, um die Flussdichte in Targetnähe zu erhöhen. Die Präsenz eines Magnetfelds zwischen Target und Substrat nimmt jedoch Einfluss auf die Flugbahnen der ionisierten Partikel, so dass es zu inhomogenem Schichtwachstum kommen kann. Häufig wird statt dessen mit einer hochfrequent (HF) wechselnden Beschleunigungsspannung gearbeitet. Für Frequenzen oberhalb von 50 kHz macht sich die Massendifferenz der Ionen und Elektronen in ihrer Mobilität

bemerkbar. Bei einer typischen Frequenz von 13,56 MHz<sup>3</sup> wird die Weglänge der freien Elektronen erhöht und kompensiert somit das fehlende Magnetfeld.

Die höhere Mobilität der Elektronen führt zu einem höheren Anteil von negativen Ladungsträgern, die auf den Elektrodenflächen auftreffen. Effektiv stellt sich hierdurch, trotz des Wechselgrößencharakters der Beschleunigungsspannung, durch den Überschuss der negativen Ladungen an den kapazitiv gekoppelten Elektrodenflächen ein niedrigeres Potenzial gegenüber dem Plasma ein (vgl. Abbildung 3.1). Durch eine im Vergleich zum geerdeten Gehäuse sehr viel kleinere Targetfläche ist auch die Kapazität deutlich verringert. Dies führt durch ein niedrigeres effektives Potenzial zum Self-biasing des Targets. Somit werden die positiven Gasionen wie im Gleichspannungsfall in Richtung Target beschleunigt [Gloc 95, Ohri 02].

Die Abscheidung mit einer HF Spannung weist gegenüber der Verwendung von Gleichspannung in der Regel verringerte Wachstumsraten auf und ermöglicht so zusätzlich eine bessere Kontrolle der Schichtdicken. Durch den Beschuss der Substrate mit höher-energetischen Partikeln heizen sich die Substrate ohne Kühlung auf. Die erhöhte Substrattemperatur begünstigt Rekombinationsprozesse an der Oberfläche, so dass kristallines Wachstum erleichtert wird. Da die verwendete Anlage VONARDENNE CS730 S über keine aktive Kühlung der Substrate verfügt, wurde die Abscheidung von amorphen Schichten während des Prozesses pausiert, um eine passive Kühlung zu erreichen. Die Prozessparameter für die Abscheidung der einzelnen Schichten sind in Tabelle 3.1 aufgelistet.

**Tabelle 3.1:** Prozessparameter der Schichtabscheidung

Material	Größe (Zoll)	Leistung (Watt)	Druck (mbar)	Ar-Fluß (sccm)	Rate (nm s <sup>-1</sup> )	Bemerkung
Ta	4	200 HF	$4 \cdot 10^{-3}$	30	0,80	
Cu	8	50 DC	$6 \cdot 10^{-3}$	40	0,38	
Mn-Ir	4	40 DC	$2 \cdot 10^{-3}$	16	0,67	
Fe-Co	8	500 HF	$4 \cdot 10^{-3}$	30	0,10	
Fe-Co-Si-B	8	200 HF	$6 \cdot 10^{-3}$	40	0,13	5-10 min. Pause nach max.15 min.

---

<sup>3</sup>13,56 MHz liegt im genehmigungsfreien Frequenzband nach Vollzugsordnung für den Funkdienst (VO Funk)

### 3.1.2 Maskierung

Zur Strukturierung der abgeschiedenen Schichten wurden zwei Techniken verwendet. In der anfänglichen Probenpreparation wurden Schattenmasken verwendet. Hierzu werden die Schichten durch eine geschnittene Folie oder Blech hindurch abgeschieden. Die Maske wird nach der Abscheidung entfernt oder gewechselt, so dass der maskierte Teil unbeschichtet bleibt. Diese Methode erfordert wenig Aufwand, hat aber folgende Nachteile:

- Limitierung hinsichtlich der minimalen Strukturgröße,
- Rauigkeit der Schnittkanten und
- inhomogene Schichtdicken wegen der Abschattung durch die Profiltiefe.

Für die zweite Generation von Proben wurde der, in der Mikrosystemtechnik etablierte, Lift-Off-Prozess verwendet. Hierfür wird die gewünschte Struktur mittels Lithografie auf einen fotosensitiven Negativlack (AZ 2070) übertragen und anschließend entwickelt. Die Flächen, auf dem das abzuschneidende Schichtsystem haften soll, sind dadurch freigelegt. Es wird das gesamte Substrat mitsamt dem strukturierten Lack mit dem magnetostriktiven Schichtsystem beschichtet. Nach der Abscheidung wird der verbliebene Lack mit Lösungsmittel entfernt, so dass sich die auf Lack abgeschiedene Schicht mangels Haftung zum Substrat ablöst.

Die Strukturgröße ist hierbei maßgeblich durch die Wellenlänge des Belichters, sowie dem Kantenprofil und Dicke des Lackes begrenzt und liegt im praktischen Betrieb bei ca. 1  $\mu\text{m}$ . Außerdem ist bei der Verwendung des Lackes während der Abscheidung die Substrattemperatur zu kontrollieren, um thermisch aktiviertes Quervernetzen der Polymerketten zu vermeiden, da sonst die Beständigkeit des Lackes gegenüber Lösungsmitteln das Ablösen der Schicht erschwert. Die im vorhergehenden Abschnitt erwähnte Unterbrechung des Abscheideprozesses wirkt dem Quervernetzen entgegen.

### 3.1.3 Materialabtrag

Sowohl die Rückseite des Si-Substrats als auch die piezoelektrische Phase werden durch Ätzprozesse strukturiert. In der MST-Prozessierung stehen hierfür zwei grundlegend verschiedene Verfahren zur Verfügung:

- Trockenätzverfahren und
- nasschemisches Ätzen.

Zur Herstellung der ME-Sensoren wurde die Methode des reaktiven Ionenätzens (RIE) als Trockenätzverfahren angewendet. Sie diente anfänglich als Verfahren zur partiellen Dünnung der Si-Substrate und wurde zuletzt zur Öffnung einer SiON-Hartmaske verwendet. In der verwendeten SENTECH SI 500 Anlage wurde hierzu in einer Prozesskammer ein induktiv gekoppeltes Plasma (ICP)<sup>4</sup> aus einem definierten Gasgemisch erzeugt. Die erzeugten Ionen werden mit einer Bias-Spannung zum Substrat beschleunigt und reagieren dort chemisch, selektiv mit der Oberfläche. Zum Abtragen von Si und SiON werden geeignete Gemische aus SF<sub>6</sub> und O<sub>2</sub> bzw. SF<sub>6</sub> und Ar [Will 03] verwendet, dessen spezifische Prozessparameter in Tabelle 3.2 aufgelistet sind. Bei der zusätzlichen Verwendung

**Tabelle 3.2:** Prozessparameter des Schichtabtrags

Material	SF <sub>6</sub> (sccm)	O <sub>2</sub> (sccm)	Ar (sccm)	ICP (Watt)	Bias (Watt)	Rate (nm min <sup>-1</sup> )
SiON	200	20	-	600	80	70
Si	150	-	20	900	80	2500

einer inerten Komponente (wie auch schon bei der Kathodenzerstäubung meist ionisiertes Argon) wird ergänzend physikalisch Material abgetragen. Bei der Wahl der Maske sollte also neben der chemischen Beständigkeit gegenüber den reaktiven Ionen auch die Dicke, als Schutz vor der physikalischen Komponente, entsprechend gewählt werden.

Die Stärken der Methode liegen darin, dass die Beschleunigungsspannung gerichtete Ionenflugbahnen hervorbringt und so zu anisotropen Ätzprofilen mit genauer Strukturwiedergabe führt. Für sehr tiefe Ätzprofile und steile Flanken kommen Aufladungseffekte der Polymermaske und Abschattung zu tragen, die das Ätzprofil in Form von Abrundungen negativ beeinträchtigen [Kuri 96]. Zudem führt der intensivere Beschuss mit hochenergetischen Ionen zu einer relativ rauen Oberfläche.

Für tiefe und anisotrope Ätzprofile in <100>-orientierten Siliziumwafern eignet sich Kaliumhydroxid (KOH) als Lösung für das nasschemische Ätzverfahren. Die Wafer werden in einer 40%igen KOH Lösung bei 80 °C unter ständigem Rühren geätzt. Es stellt sich eine experimentell bestimmte Ätzrate von 1,3 µm min<sup>-1</sup> entlang der <100>-Richtung ein, mit deren Kenntnis über die Dauer die Profiltiefe eingestellt wird. Entlang der verschiedenen kristallografischen Orientierungen im monokristallinen Silizium unterscheiden sich die Ätzraten um Größenordnungen. Somit ist die Ätzrate entlang der <100>-Richtung 400 mal schneller als entlang der <111>-Richtung [Mado 02]. Daraus folgt ein Ätzprofil mit Flanken parallel zu den {111} Ebenen.

---

<sup>4</sup>engl.: Inductively Coupled Plasma - ICP



Ein weiteres nasschemisches Ätzverfahren kommt bei der Strukturierung des AlN zur Anwendung, da dieses mit Phosphorsäure ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) lokal entfernt wird, um die Unterseitenkontakte freizulegen. Die Abfolge der Prozessschritte in der Herstellung der ME Proben ist im folgenden Abschnitt 3.2 dargelegt.

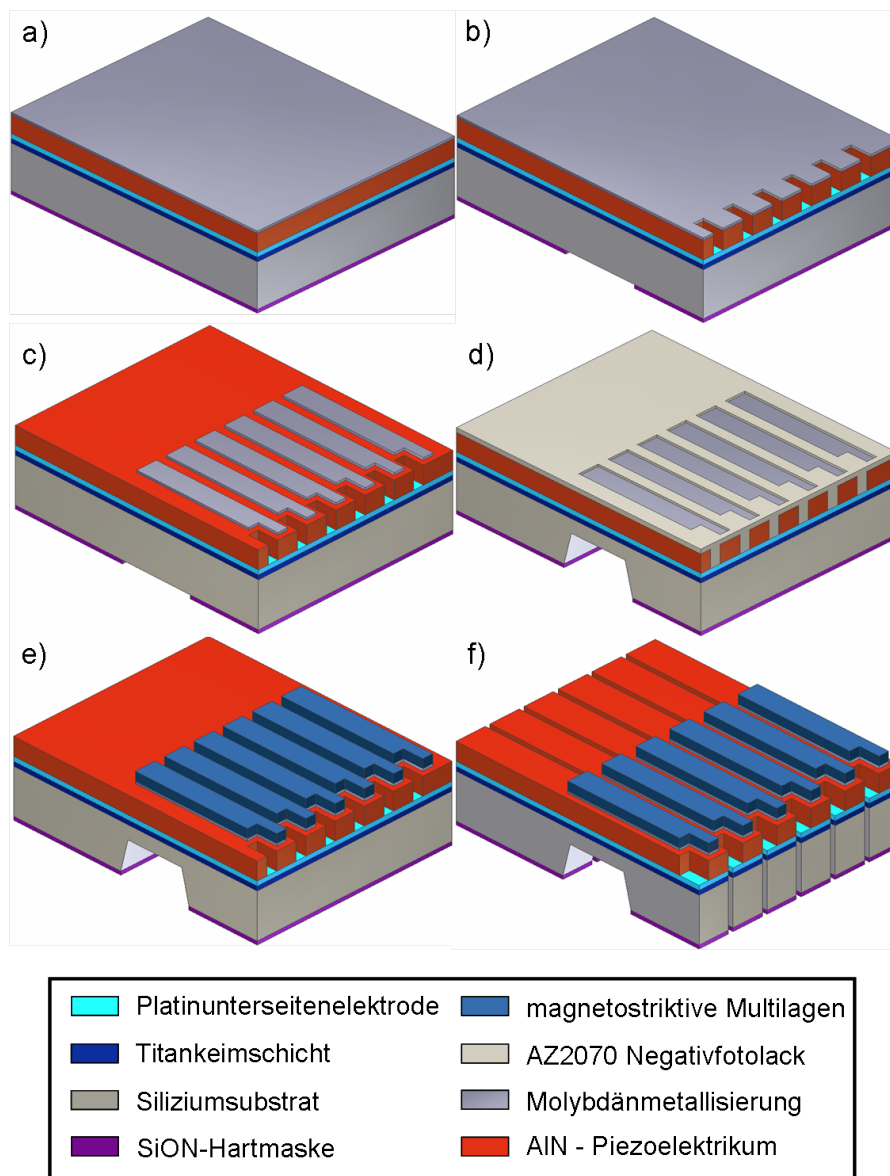
## 3.2 ME-Sensor-Prozessierung

Als Ausgangsmaterial zur Herstellung der ME Proben dienen piezoelektrisch funktionalisierte 6-Zoll Si-Wafer, die vom Kooperationspartner Fraunhofer Institut für Silizium Technologie (ISIT) zur Verfügung gestellt wurden [Mara 12a]. Diese Wafer sind mit einer Zweischichtenmetallisierung aus 20 nm Titan und 100 nm Platin versehen, die als Unterseitenelektrode und Keimschicht für die darüberliegende 2  $\mu\text{m}$  dicke piezoelektrische Aluminiumnitridschicht (AlN) dient. Eine Schicht aus 50 nm Molybdän deckt die piezoelektrische Phase auf der Oberseite ab. Auf der Rückseite befindet sich eine 1  $\mu\text{m}$  dicke SiON Schicht, die als Hartmaske für Ätzprozesse dient. Eine Skizze des Schichtaufbaus ist in Abbildung 3.2 a) gezeigt.

Im ersten Schritt wird die Rückseite mittels Fotolithographie strukturiert. Hierzu werden auf der Rückseite zwei Schichten von je 4,5  $\mu\text{m}$  Dicke des Fotolack AZ6632 per Rotationsbeschichtung aufgetragen [Clarb]. Nach der zweiten Beschichtung wird die Länge des Softbakes von 50 s auf 60 s erhöht. Mit dem Maskenbelichter wird anschließend die Struktur, die sich auf einer Folienmaske befindet, parallel zum Waferflat ausgerichtet und mit einer Dosis von 650  $\text{mJ cm}^{-2}$  belichtet. Nach der darauffolgenden Entwicklung mit dem Entwickler AZ726MIF [Clarc] findet der Hardbake statt.

Mittels RIE mit induktiv gekoppeltem Plasma wird die SiON Schicht lokal abgetragen. Vor der weiteren Prozessierung werden die verbleibenden Lackreste durch Reinigung mit Aceton und Isopropanol entfernt. Die fotolithographische Strukturierung der Vorderseite erfolgt zunächst durch Belichtung von AZ1518 Fotolack, der mit einer Dicke von 2  $\mu\text{m}$  per Rotationsbeschichtung aufgetragen wurde [Clara]. Vor dem Freilegen der Unterseitenelektrode wird die Molybdänschicht ca. 30 s mit Chromätzlösung [Tech] lokal abgetragen und dient als Hartmaske. Die freigelegten Unterseitenelektroden, wie in Abbildung 3.2 b) skizziert, werden durch Ätzen des AlN mit 85%iger Phosphorsäure für ca. 65 min bei 80 °C erreicht.

Nach Entfernung aller Lackreste wird die Vorderseite erneut mit AZ1518 Fotolack beschichtet und die Struktur für die Oberseitenelektrode mittels Maskenbelichter übertragen. Die Entwicklung und der Hardbake erfolgen wie bereits vorher für diesen Fotolack beschrieben. Anschließend wird das Molybdän mit Chromätzlösung an den frei-



**Abbildung 3.2:** Prozessierung der ME Sensoren. a) Ausgangszustand der funktionalisierten Wafer mit Molybdänmetallisierung als Ausschnitt des Wafers. b) Geöffnete rückseitige SiON Schicht und freigelegte Unterseitelektrode durch selektives Ätzen des Molybdäns und AlN. c) Strukturierte Metallisierung der Oberseitelektrode. d) Lackbeschichtung der Vorderseite und geätzte Grabenstruktur auf der Substratrückseite mit anschließendem Heruntersägen auf Chipgröße. e) Mittels Lift-Off strukturierte magnetostriktive Schicht f) Durch die Wafersäge vereinzelte ME-Biegebalken.

gelegten Flächen entfernt. Dieser Schritt dient zur Definition und elektrischen Isolation der Oberseitelektroden, wie in Abbildung 3.2 c) abgebildet.

Die letzte Strukturierung der Vorderseite erfolgt im Anschluss. Auf die gereinigte Oberfläche wird  $7\mu\text{m}$  des Negativlacks AZ nLOF 2070 aufgetragen [Clard]. Die Belich-

tung erfolgt mit einer Dosis von  $360 \text{ mJ cm}^{-2}$ . Nach der Entwicklung mit AZ826MIF [Clarc] liegen die Oberseitenelektroden frei (vgl. Abbildung 3.2 d) ). Durch diese Art der Präparation kann das Schichtsystems nach der Abscheidung mittels des Lift-Off-Prozesses strukturiert werden.

Um die effektive Biegesteifheit der magnetoelektrischen Biegebalken-Sensoren zu reduzieren, wurde die Rückseite des Substrats partiell gedünnt [Grev 10a]. Die bereits vorher strukturierte SiON Schicht auf der Rückseite dient als Hartmaske für den nass-chemischen Ätzprozess mit Kaliumhydroxid (KOH). Hierbei wird die Vorderseite in einer versiegelten Ätzdose geschützt, so dass das Siliziumsubstrat nur an den freigelegten Bereichen der Rückseite in %40iger KOH Lösung bei  $80^\circ\text{C}$  abgetragen wird. Abbildung 3.2 d) veranschaulicht dies. Die Tiefe des so entstehenden Grabenprofils wird über die Ätzdauer eingestellt.

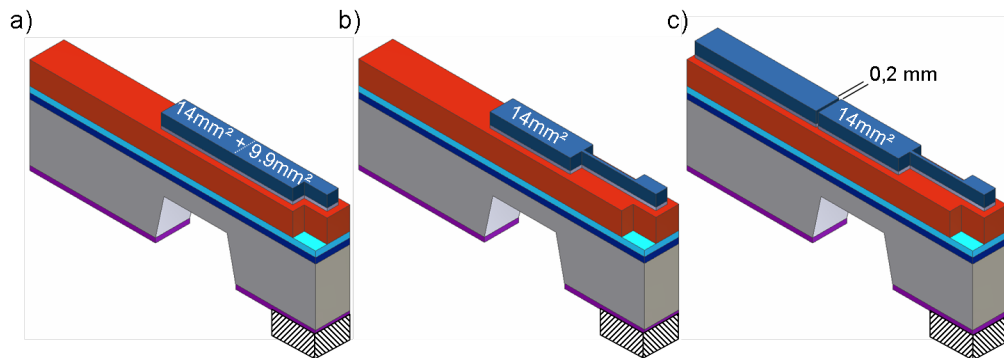
Im letzten Schritt vor der Abscheidung wird der Wafer in  $20 \text{ mm} \times 25 \text{ mm}$  große Chips zersägt, die jeweils sechs Oberseitenelektroden aufweisen. Die Substrate mit den strukturierten magnetostriktiven Multilayern (vgl. Abbildung 3.2 e) ) werden letztlich mit der Wafersäge in einzelene,  $3 \text{ mm} \times 25 \text{ mm}$  große Biegebalken zersägt, wie in Abbildung 3.2 f) dargestellt.

Ursprünglich ist der beschriebene Prozess in Zusammenarbeit mit Eric Woltermann und Henry Greve entstanden. Nach kontinuierlicher Weiterentwicklung der Prozessierung hat sich die vorgestellte Probenpräparation bewährt und wurde in Kooperation mit Volker Röbisch und Christine Kirchhof für die Herstellung der meisten Proben verwendet.

Wie man in den Abbildungen 3.2 und 3.3 erkennt, sind die Proben so entworfen, dass die Kontakte der durchgehenden Unterseitenelektrode und der magnetostriktiven Oberseitenmetallisierung im ungedünnten Bereich nebeneinander liegen, was den Abgriff der Piezospannung vereinfacht. Die magnetostriktive Schicht dient gleichzeitig als Oberseitenelektrode und wurde in drei verschiedenen Dimensionierungen strukturiert, die schematisch in Abbildung 3.3 dargestellt sind.

Der Entwurf A, der in Abbildung 3.3 a) abgebildet ist, beschränkt die magnetostriktive Schicht auf den gedünnten und geklemmten Bereich (Schraffur). Letztere wird für die Montage der Biegebalken in den Probenhalter zur Charakterisierung benötigt.

Die Strukturierung der magnetostriktiven Schicht wurde zunächst mit Hilfe von einer Abscheidung durch eine Schattenmaske erreicht, die die Abscheidung nur auf unbedeckte Bereiche zulässt. Die strukturierte Abscheidung der Oberseitenelektrode durch eine Schattenmaske ist durch die Größe der Strukturen kompatibel mit diesem Design. Die Elektrodenfläche beträgt  $23,9 \text{ mm}^2$  aufgeteilt auf  $14 \text{ mm}^2$  oberhalb des gedünnten



**Abbildung 3.3:** Skizze der verwendeten Oberseitenelektroden. a) Abgriff über dem Graben. b) Geringere Fläche im ungedehnten Bereich. c) Zusätzliche magnetostruktive Schicht am ungedünnten Ende der Probe.

Bereichs und erstreckt sich mit weiteren  $9,9\text{mm}^2$  über den ungedünnten montierten Bereich.

Im Design B in Abbildung 3.3 b) wird der Anteil der Elektrodenfläche im Bereich der Klemmung auf eine Fläche von  $2,7\text{mm}^2$  reduziert. Somit beschränkt sich die Aufnahme der Ladungen auf den gedünnten, maximal gedehnten Bereich [Zhao 09].

Da eine verringerte Elektrodenfläche auch eine Reduktion des magnetostriktiven Materials bedeutet, dass sich im ungedünnten Bereich der Probe befindet, wird zusätzlich das Design C angewendet. Der Unterschied zu Struktur B ist das zusätzliche magnetostruktive Material oberhalb des ungedünnten Bereichs am Ende der Probe. Hier ist die magnetostruktive Schicht so unterbrochen, dass die Spannung über die gleiche Fläche wie in Entwurf B abgegriffen wird.

## 3.3 Strukturelle Charakterisierung

### 3.3.1 Rasterkraftmikroskopie

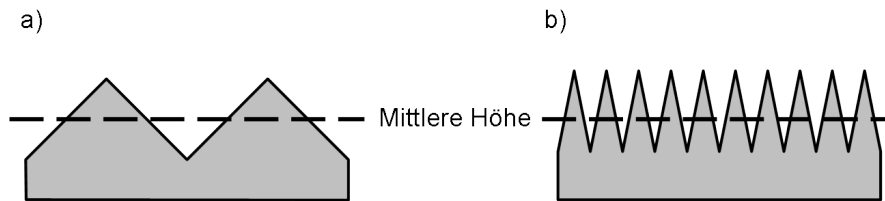
Die topographische Charakterisierung der Substratoberflächen fand mittels Rasterkraftmikroskopie (AFM)<sup>5</sup> statt. Die Messungen wurden mittels Kontaktmodus des verwendeten AUTOPROBE CP Research mit einem Scanner aufgenommen, dessen Verfahrensweg in der Ebene maximal  $5\text{ }\mu\text{m}$  je Achse betrug.

Mit den so gewonnenen Daten konnten neben der Abbildung der Oberfläche weitere Informationen zur Charakterisierung entnommen werden. So dient die Standardabweichung aller Pixelwerte als Maß für die Rauigkeit  $R_{rms}$ <sup>6</sup> der Oberflächen [Scho 10].

<sup>5</sup>engl.: Atomic Force Microscopy - AFM

<sup>6</sup>engl.: Root Mean Square - RMS

Außerdem ist der charakteristische Abstand zwischen einzelnen Strukturen von besonderer Relevanz. Dieser Abstand, räumliche Periodenlänge genannt, kann aus dem berechneten Leistungsdichtespektrum der Messwerte abgelesen werden [Jag1 11].



**Abbildung 3.4:** Oberflächen gleicher Rauigkeit und unterschiedlicher räumlicher Periodenlänge. Die Periodenlänge in Abbildung a) ist fünfmal länger als in Abbildung b), was effektiv zu steileren Flanken der Oberflächenstrukturen führt.

Abbildung 3.4 verdeutlicht die Unterschiede der Oberflächengestalt zwischen Oberflächen gleicher Rauigkeit und unterschiedlicher räumlicher Periodenlänge. Erst die Kenntnis dieser beiden Eigenschaften unter Berücksichtigung der Reichweite der magnetischen Wechselwirkungen und der Größenordnung der abgeschiedenen Schichtdicken erlaubt eine Beurteilung der Oberflächenbeschaffenheit.

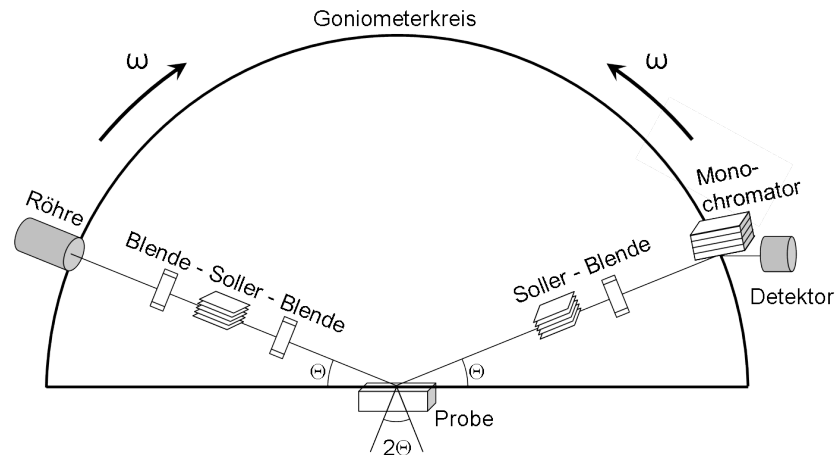
Zusätzlich zur Oberflächenstruktur wurde das mikrostrukturelle Gefüge der Proben untersucht. Die hierzu verwendeten Methoden werden in den folgenden Abschnitten erläutert.

### 3.3.2 Röntgendiffraktometrie

Als integrale, zerstörungsfreie Methode zur Bestimmung der Kristallstruktur der abgeschiedenen Schichten dient die Röntgendiffraktometrie (XRD)<sup>7</sup>. Die Eindringtiefe der kurzwelligigen Röntgenstrahlung und ihre Reflektion durch Wechselwirkung mit den Elektronen einer Ebenenschar liefert so durch den Ebenenabstand Informationen über die Kristallstruktur.

Die Messung wurden mit einem Theta-Theta Goniometer durchgeführt, dessen Aufbau in Abbildung 3.5 skizziert ist. Die Röntgenröhre dient als Quelle des Primärstrahls und befindet sich wie der Detektor, der die Intensität des reflektierten Strahls misst, auf demselben Goniometerkreis. Während der Messung werden Röhre und Detektor um die im Zentrum des Goniometerkreises fixierte Probe mit den gleichen Winkeln  $\Theta$  aufeinander zubewegt. In dieser Arbeit befanden sich auf der Primärseite vor bzw. hinter einem SOLLER-Kollimator eine 3 mm und 2 mm Blende, die die Divergenz des Strahls

<sup>7</sup>engl.: X-Ray Diffraction - XRD



**Abbildung 3.5:** Aufbau der Theta-Theta Messanordnung, bei der sich Quelle und Detektor auf dem selben Goniometerkreis aufeinander zu bewegen. Auf der Primärseite treten die Röntgenstrahlen aus der Röhre aus, werden durch Blenden und SOLLER-Kolimatoren geformt und treffen mit dem Winkel  $\Theta$  auf die Probe. Durch Wechselwirkung mit der Probe werden Strahlen, für die die BRAGG-Bedingung erfüllt ist, mit dem gleichen Winkel  $\Theta$  reflektiert. Auf der Sekundärseite werden die reflektierten Strahlen ebenfalls geformt und durch einen Monochromatorkristall gefiltert, bevor sie vom Detektor erfasst werden.

reduzieren. Der reflektierte Strahlengang durchläuft nacheinander einen weiteren Kollimator, eine 1 mm Blende und einen Monochromator. Letzterer wird zum Einstellen des Strahls verwendet und erlaubt genau eine Wellenlänge der charakteristischen Strahlung des Anodenmaterials auszuwählen [Spie 09, Kap. 4.2 & 4.3].

Im Diffraktogramm wird die Intensität des reflektierten Strahls in Abhängigkeit der aufsummierten Winkeldifferenz  $2\Theta$  aufgetragen. Zur Aufnahme der Diffraktogramme in dieser Arbeit wurde ein SEIFERT XRD 3000 Diffraktometer verwendet, dessen Kupferanode mit einer Beschleunigungsspannung von 40 kV bei 40 mA die  $\text{CuK}_\alpha$ -Strahlen der Wellenlänge  $\lambda$  emittiert. Intensitätsmaxima treten auf, wenn die BRAGG-Bedingung

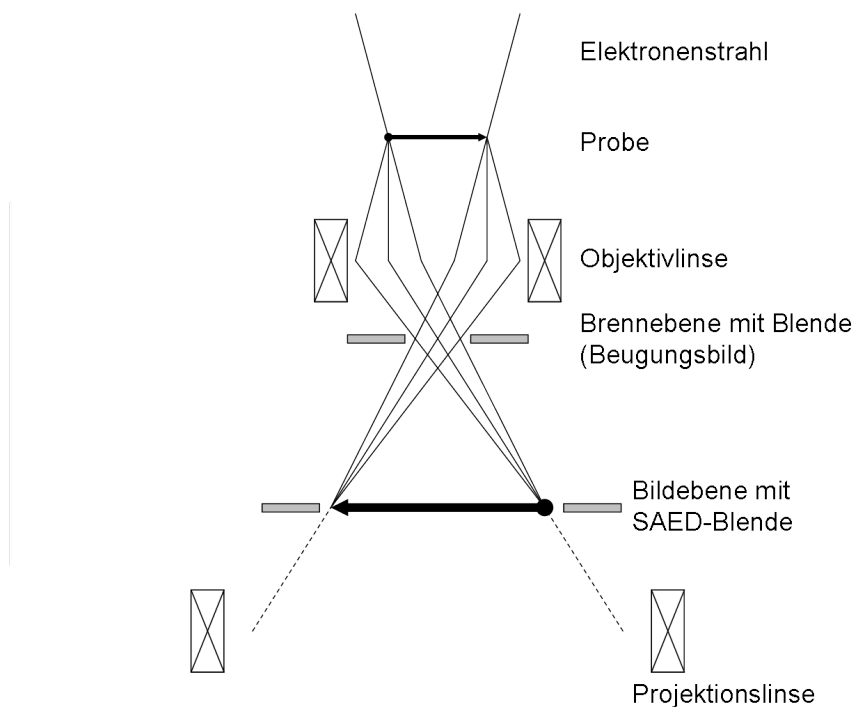
$$2d_{hkl} \sin(\Theta) = n\lambda \quad (\text{Gl. 3.1})$$

mit dem Ebenenabstand  $d_{hkl}$  und  $n \in \mathbb{N}$  erfüllt ist [Wolf 87, S.57].

Da mit dieser Methode Strukturdetails in der Größenordnung der Schichtdicken nur integral erfasst werden, wird die lokale Struktur genauer mittels Transmissionselektronenmikroskopie untersucht, die im folgenden Abschnitt erläutert ist.

### 3.3.3 Transmissionselektronenmikroskopie

Die Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) in dieser Arbeit fand an einem FEI Tecnai G<sup>2</sup> F30 STwin mit Feldemissionskathode statt. In diesem werden Elektronen mit Energien von bis zu 300 keV durch dünne Proben hindurch gestrahlt und liefern Informationen über Struktur, Morphologie und Zusammensetzung im Nanometerbereich. Durch den Strahlengang des transmittierten Strahls durch die Objektivlinse des TEMs sind zwei Fokussierebenen verfügbar, wie sie in Abbildung 3.6 veranschaulicht sind. Durch



**Abbildung 3.6:** Strahlengang durch die Objektivlinse eines TEMs. Mit der Brennebene, in der das Beugungsbild liegt, und der Bildebene, die Realraum zeigt. Durch das nachfolgende Projektionsliniensystem kann auf die je gewünschte Ebene fokussiert werden, die dann auf einen Schirm projiziert wird.

Beugungseffekte, bedingt durch Wechselwirkung der transmittierten Elektronen mit Elektronen der durchstrahlten Probe, tritt in der Brennebene das Beugungsbild auf, das die strukturelle Information der Probe im reziproken Raum wiedergibt. Mathematisch ist diese als die Fouriertransformation des Realbildes, das in der Bildebene abgebildet wird, zu verstehen. Wird eine Blende in der Bildebene eingefügt, können Beugungsbilder von einem selektierten Probenbereich aufgenommen werden (SAED-Modus)<sup>8</sup>. Die kleinste Blende des verwendeten Mikroskops erlaubt die Auswahl eines Bereichs mit einem Durchmesser von 200 nm.

<sup>8</sup>engl.: Selected Area Electron Diffraction - SAED

Das nachfolgende Projektionslinsensystem erlaubt je nach Wahl der Fokussierebene die Projektion des Beugungs- oder Realbildes auf den Projektionsschirm. Während die Intensitäten im reziproken Raum analog zum vorherigen Abschnitt durch die BRAGG-Gleichung (3.1) bestimmt werden, gibt es für die Intensitätsamplitude des Realbildes zwei wesentliche Einflussgrößen. Zum einen trägt der *Streukontrast* bei, der durch das prinzipiell höhere Streuvermögen dickerer Proben und Atome höherer Massen zu Stande kommt. Zusammenfassend wird dies auch als Massendickenkontrast bezeichnet. Zum zweiten nimmt der *Beugungskontrast*, der maßgeblich auf der Orientierung der kristallinen Bereiche der Probe beruht, Einfluss. Beide zusammen bilden den sogenannten *Amplitudenkontrast*. Durch eine Blende in der Brennebene kann entweder der direkte Strahl zur Erzeugung eines Hellfeldbildes oder ein gebeugter Strahl zur Abbildung eines Dunkelfeldbildes verwendet werden. Im Hellfeldmodus führt ein lokal höheres Streuvermögen eines Probenbereichs zu einer stärkeren Ablenkung der Elektronen und bewirkt so geringere Intensitäten im Amplitudenkontrast, die sich in Form von dunklen Bereichen äußern. Wird der Dunkelfeldmodus gewählt, resultiert ein höheres Streuvermögen eines Probenbereichs in höheren Intensitäten. Im speziellen Fall des high-angle annular dark field (HAADF) werden stark gebeugte Elektronen zur Abbildung verwendet. Der Kontrast beruht hier hauptsächlich auf der stärkeren Beugung an Atomen hoher Ordnungszahlen (Z-Kontrast) [Will 09].

Im Hochauflösungsbetrieb (HRTEM)<sup>9</sup> sind Massendicken- sowie Beugungskontrast aufgrund der Homogenität des untersuchten Ausschnitts vermindert, so dass ein zusätzlicher Kontrast, der *Phasenkontrast*, dominiert. Durch Veränderung der Phase infolge von Wechselwirkung mit den Elektronen der Probe ergeben sich zwischen mehreren transmittierten Elektronenstrahlen interferenzbedingte Intensitätsveränderungen. So sind periodische Strukturen auf atomarer Ebene auch im Intensitätsbild als periodische Strukturen (im Allgemeinen sind dies nicht die Atome selbst) zu erkennen. Die Untersuchung im HRTEM-Modus untersagen die direkte Darstellung eines Beugungsbildes, so dass mittels Fouriertransformation des HRTEM-Bildes die Abbildung des reziproken Raums errechnet werden kann.

**Energiedispersive Röntgenspektroskopie:** Neben der strukturellen Information ermöglicht das im TEM integrierte System zur energiedispersiven Röntgenspektroskopie (EDX)<sup>10</sup> Aussagen zur chemischen Zusammensetzung des untersuchten Probenbereichs. Durch die Anregung der Probe durch den Primärelektronenstrahl werden Elektronen aus kernnahen Schalen herausgeschlagen, die mit Elektronen der äußeren Schalen auf-

---

<sup>9</sup>engl.: High Resolution Transmission Electron Microscopy - HRTEM

<sup>10</sup>engl.: Energy Dispersive X-ray Spectroscopy - EDX



gefüllt werden. Die Energien, die den Differenzen der Energieniveaus der aufgefüllten Elektronen und der ausfüllenden Elektronen entsprechen, werden hierbei in Form von Röntgenquanten emittiert. Die Energien dieser Röntgenquanten sind charakteristisch für jedes Element und erlaubt es das angeregte Element zu bestimmen.

Die EDX Messungen fanden an dem verwendeten TEM statt, das mit einem lithiumgedrifteten Silizium-EDX-Detektor der Firma EDAX ausgestattet ist. Der verwendete Detektor ermöglicht die qualitative Bestimmung von Elementen mit einer Ordnungszahl  $Z \geq 6$  und ist somit nicht zum Nachweis von Bor geeignet.

## 3.4 Magnetische Charakterisierung

### 3.4.1 Vibrationsmagnetometrie

Das Magnetisierungsverhalten der Schichten im externen Magnetfeld wurden mittels Vibrationsmagnetometrie (VSM)<sup>11</sup> charakterisiert.

Der Messaufbau ist verhältnismäßig einfach, erlaubt aber dennoch relativ hohe Empfindlichkeiten [Mich 93, S.86]. Das für diese Arbeit verwendete Magnetometer LAKE SHORE CRYOTRONICS VSM 7312 erlaubt die Detektion magnetischer Momente ab  $10^{-8} \text{ A m}^2$ . Zur Messung wird eine Probe in einem regelbaren, homogenen Magnetfeld zentral zwischen zwei fixierten Aufnehmerspulen positioniert und ist durch einen Stab an einem Vibrationskopf befestigt, der die Probe in vertikale Schwingung versetzt. Das Magnetfeld, das von der magnetisierten Probe ausgeht, führt durch die oszillierende Bewegung zu einer zeitlich veränderten Flussdichte durch die Aufnehmerspulen und somit durch die elektromagnetische Induktion zu einer elektrischen Wechselspannung. Die Amplitude dieser induzierten Spannung ist proportional zum magnetischen Moment  $m$  der Probe.

Das magnetische Moment skaliert mit dem Volumen  $V$ , so dass nach

$$J = \mu_0 \frac{m}{V} = \mu_0 M \quad (\text{Gl. 3.2})$$

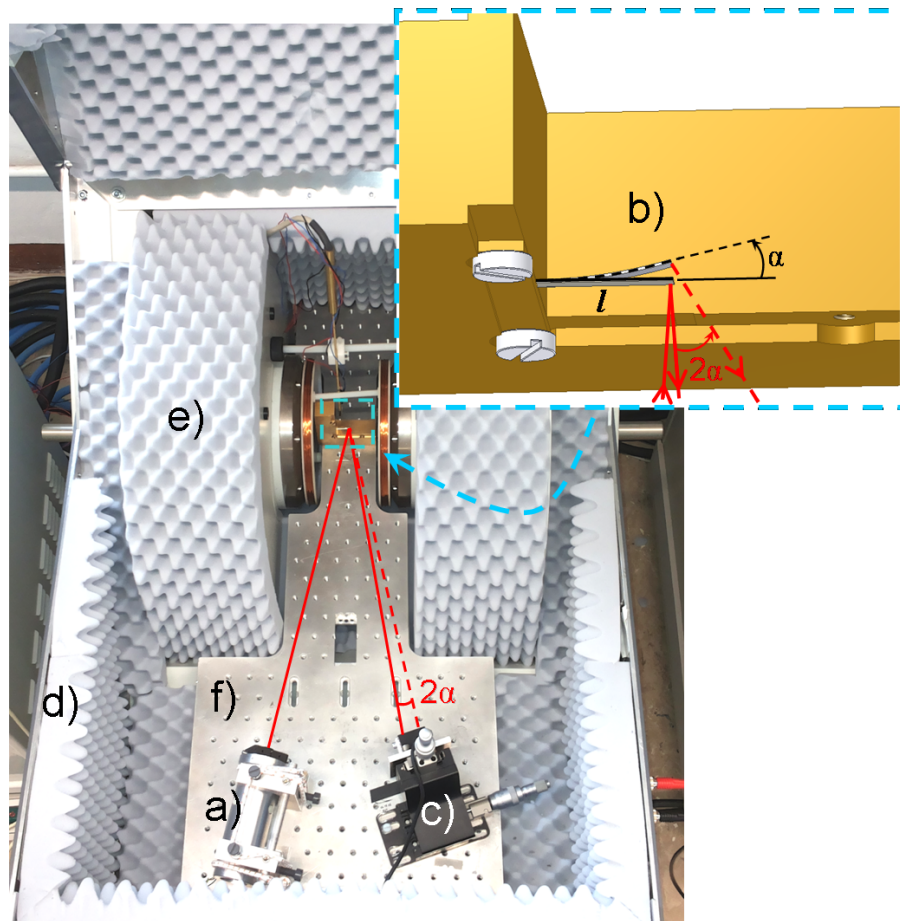
die magnetische Polarisation  $J$  und die Magnetisierung  $M$  der Probe berechnet werden können, wobei  $\mu_0$  die magnetische Feldkonstante ist.

Der Vibrationskopf ermöglicht eine gesteuerte Rotation der Probe im Magnetfeld, so dass richtungsabhängige Messungen, wie etwa zur Bestimmung axialer oder unidirektionaler Anisotropien, durchgeführt werden können.

<sup>11</sup>engl.: Vibrating Sample Magnetometer - VSM

### 3.4.2 Magnetostruktionsmessung

Zur Bestimmung der magnetostruktiven Eigenschaften der abgeschiedenen Schichten wurden einseitig beschichtete Biegebalken verwendet, die an einem Ende eingespannt waren. Die magnetfeldabhängige Krümmung führt so zu einer Neigung des freien Endes, die im Bereich von weniger als 0,1 mrad liegt. Daher erfolgt die Messung über das Lichtzeigerprinzip vergrößert. Abbildung 3.7 veranschaulicht den hierzu verwendeten Messaufbau. Ein Laser a), der von der Probe b) reflektiert wird, wird von einem



**Abbildung 3.7:** Magnetostruktionsmessung mittels Lichtzeigerprinzip. Die Reflexion des Laserstrahls a) an der Probe b) wird mittels PSD c) erfasst und in Abhängigkeit vom angelegten Feld aufgetragen. Blickdichte Abdeckung d), Akustikabsorber e) und schwingungsgedämpfter Tisch f) reduzieren externe Störquellen.

Positionsdetektor (PSD)<sup>12</sup> c) erfasst. Durch Kenntnis der Biegelinie (vgl. Anhang) kann unter Berücksichtigung der Distanz zwischen Probe und PSD mittels der Neigung  $\alpha$  des Biegebalken und seiner freien Länge  $l$  die Auslenkung  $D$  am Ende des Biegebalkens

<sup>12</sup>engl.: Position Sensitive Device - PSD

mittels

$$D = \tan \alpha \frac{3}{4} l \quad (\text{Gl. 3.3})$$

bestimmt werden.

Nach den Gleichungen 2.12 und 2.14 lässt sich somit der magnetoelastische Koppelungskoeffizient  $b$  bestimmen, der zur Optimierung der Schichteigenschaften hinsichtlich der Empfindlichkeit in magnetoelektrischen Elementen hinreichend ist. Um empfindliche Messungen an dünnen magnetostriktiven Schichten durchführen zu können, wurde der in dieser Arbeit verwendete Aufbau so gestaltet, dass externe Störeinflüsse reduziert werden konnten. Der gesamte Aufbau ist mit einer verschließbaren, blickdichten Abdeckung d) versehen, um Streu- und Umgebungslichteinflüsse auszuschließen. Weiterhin sind die Abdeckung und Teile des Elektromagneten mit Akustikabsorbern e) ausgekleidet, um schallbedingte Anregung des Biegebalken zu unterdrücken. Alle Komponenten des Strahlengangs sind auf einem massiven, schwingungsgedämpften Tisch f) montiert, so dass Körperschall und Gebäudevibrationen<sup>13</sup> verringert werden.

Der Aufbau zur Charakterisierung der magnetostriktiven Eigenschaften ist ein kombinierter Meßstand, der auch zur Bestimmung der magnetoelektrischen Charakteristika verwendet wurde. Das Meßprinzip und die zusätzlich verwendeten Komponenten werden im Abschnitt 3.5.1 erläutert.

### 3.4.3 MOKE-Mikroskopie

Der magnetooptische KERR-Effekt (MOKE) basiert auf der Drehung der Polarisations Ebene von Lichtwellen, die an der magnetischen Oberfläche reflektiert werden. Der Drehwinkel der Polarisations Ebenen des linear polarisierten Lichts ist abhängig von der lokalen Magnetisierungsrichtung an der Oberfläche. Passieren die reflektierten Lichtstrahlen einen weiteren Polarisationsfilter, so resultiert dies in einem magnetisierungsabhängigen Intensitätsunterschied. Hierdurch kann die lokale Magnetisierung der beleuchteten Oberfläche abgebildet werden.

Durch die Verwendung eines Polarisationsmikroskops ist es möglich die Domänenkonfiguration der Oberfläche der magnetischen Schichten simultan im gesamten beleuchteten Bereich zu untersuchen. Da der magnetooptische Kerr-Effekt relativ klein ist, können die schwachen Intensitätsunterschiede mit Hilfe von Differenzbildern und digitaler Bildverarbeitung verstärkt werden, so dass diese für variierte Magnetfelder in Echtzeit abgebildet werden können [Argy 00]. Durch freie Wahl der Polarisations Ebene des einfallenden Lichts kann die Empfindlichkeitsrichtung gewählt werden. Als Folge kann

<sup>13</sup>Wie z.B. durch den Maschinenpark der benachbarten zentralen Werkstatt

der Magnetisierungszustand parallel zum angelegten Magnetfeld (longitudinal MOKE) bzw. senkrecht zum Magnetfeld (transversal MOKE) untersucht werden. Die MOKE-Untersuchungen fanden an einem ZEISS IMAGER A2 VARIO Polarisationsmikroskop mit Digitalkamera statt und wurden von Necdet Onur Urs durchgeführt.

## 3.5 Magnetoelektrische Sensorcharakterisierung

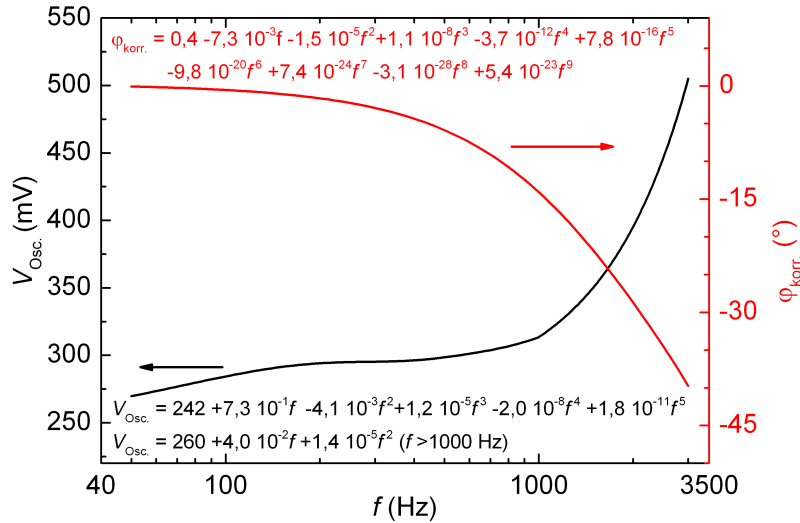
### 3.5.1 ME Messung im Kombinationsmessstand

Zur Ermittlung der magnetoelektrischen Eigenschaften der Komposite werden diese einem magnetischen Wechselfeld, das einem statischen Feld überlagert ist, ausgesetzt und deren generierte Spannung von einem Lock-In-Verstärker der Marke EG&G Typ 7265 gemessen.

Als Referenzsignalquelle dient der im Gerät integrierte Signalgenerator, dessen abgegriffene Ausgangsspannung ebenfalls nach Verstärkung zum Betrieb eines HELMHOLTZ-Spulenpaares zum Anlegen des Wechselfeldes dient.

Die Spulen haben je 50 Windungen und einen Durchmesser von 18,5 cm. Ein bipolarer Operationsverstärker des Typs KEPCO BOP 36-6D(L), der speziell für das Betreiben induktiver Lasten modifiziert wurde, treibt den Strom durch die Spulen und wird von der Ausgangsspannung des Signalgenerators  $V_{Osc.}$  gesteuert. Die mit steigender Frequenz wachsende Impedanz verringert die Stromstärke durch die HELMHOLTZ-Spulen und verringert somit Feldstärke und verschiebt zusätzlich die Phasenlage zwischen Magnetfeld und dem Referenzsignal. Durch die Aufnahme einer Kalibrierkurve (in Abbildung 3.8 gezeigt) ist es dennoch möglich, die in einem Frequenzintervall von 50 Hz bis 3 kHz die Flussdichte des Anregungsfeldes bis zu 0,3 mT frei zu wählen. Die Grenzen sind durch die maximale Ausgangsspannung des Signalgenerators und den Frequenzgang des bipolaren Operationsverstärkers bedingt.

Das statische Magnetfeld wird über einen Elektromagneten des Typs BE 20f der Firma BRUKER BIOSPIN generiert, der mit dem passendem Hochstromnetzteil ( $\pm 60$  A) Flussdichten von bis zu 0,9 T erreichen lässt. Der Aufbau wurde zudem mit zwei unterschiedlichen Hallsonden ausgestattet. Die herstellereitig integrierte Hallsonde der Firma PROJEKT ELEKTRONIK BERLIN mit der Typenbezeichnung 3000F erlaubt eine hardwareseitige Regelung mit 1 mT Genauigkeit im gesamten Feldbereich. Eine zusätzlich verwendete Hallsonde HONEYWELL Typ SS94A1F bietet eine höhere Auflösung von, für Hallensoren typisch [Schi 03], einigen  $\mu$ T für in diesem Fall kleinere Flussdichten im Bereich von bis zu  $\pm 10$  mT.



**Abbildung 3.8:** Kalibrierkurve zur Anpassung der Anregungsspannung  $V_{\text{Osc.}}$  und Phasenlage  $\phi_{\text{korr.}}$  für ein Anregungsfeld mit einer effektiven Flussdichte von 0,1 mT. Der komplexe Frequenzgang der Anregungsspannung wird für den Frequenzbereich von 50 Hz bis 1 kHz durch ein Polynom fünften Grades angenähert. Für Frequenzen zwischen 1 kHz und 3 kHz folgt der Verlauf von  $V_{\text{Osc.}}$  einem Polynom dritten Grades. Die korrigierte Phasenlage wird im gesamten Frequenzbereich durch ein Polynom neunten Grades angenähert.

**Rotationsmessung:** Für eine abgewandelte Form der ME Messung wurde ein drehbarer, steuerbarer Probenhalter entwickelt. Hierzu wird der Probenhalter, der sich zwischen den Helmholtzspulen befindet, über einen Zahnriemenantrieb mit einem Servomotor betrieben. Durch den Zahnriemenantrieb ist gewährleistet, dass der Elektromotor als Magnetfeldquelle, weit entfernt von den Proben positioniert werden kann.

In diesem Messaufbau wird nur das wechselnde Magnetfeld ohne Überlagerung eines statischen Feldes angelegt. Die Spannungsmessung kann erfolgt in diesem Aufbau über einen ZURICH INSTRUMENTS HF2LI Lock-In Verstärker gleichzeitig an zwei Sensoren erfolgen. Analog zum oben beschriebenen Aufbau wird das Ausgangssignal des Signalgenerators in einem ACCUPHASE Modell E-350 HiFi-Verstärker verstärkt und eine Kalibrierkurve aufgenommen. In diesem Aufbau sind die Frequenz und Amplitude des Wechselfeldes von 20 Hz bis 20 kHz sowie die Orientierung des Probenhalters (mit einer Genauigkeit von  $<0,5^\circ$ ) frei wählbar.

**Detektionsgrenze:** Um die Detektionsgrenze der Sensoren zu bestimmen, werden die externen Störgrößen in einem weiteren Aufbau durch eine mehrfach geschirmte Mes-

sumgebung reduziert [Jahn 11b]. Der Messaufbau besteht aus einem geschlossenen Gehäuse, das mit akustischen Absorbern ausgekleidet ist, um Vibrationen durch Schallwellen zu vermeiden. Zusätzliche mechanische Störungen werden durch eine schwingungsgedämpfte Granitplatte als Basis vermindert. Um elektrische und magnetische Felder zu vermeiden, die in den Sensor und die Elektronik einkoppeln könnten, werden Sensor und Spulen in einem magnetisch geschirmten Zylinder aus zehn Lagen Mu-Metall positioniert. Weiterhin ist der gesamte Aufbau durch ein Kupfervlies vor hochfrequenten elektromagnetischen Feldern geschützt. Zusätzlich ist der verwendete Ladungsverstärker, der das Sensorsignal proportional zur generierten Ladung verstärkt, durch einen geschlossenen Metallzylinder vor selbigen Feldern geschützt.

Um zusätzliche Rauschquellen durch das Schalten von Netzteilen zu vermeiden, werden der Ladungsverstärker und die Spulen für das statische Magnetfeld durch eine Batterie gespeist.

Während der Messung wird das Anregungsfeld schrittweise verringert, bis das Grundrauschniveau erreicht wird und das Signal-zu-Rausch-Verhältnis 1 entspricht. Diese Messungen wurden am Lehrstuhl für Hochfrequenztechnik von Robert Jahns und Iulian Teliban durchgeführt.

## 4 Ergebnisse und Diskussion

Die folgenden Ergebnisse sind in vier Abschnitte unterteilt. Zunächst wird anhand der Untersuchungen an der Fe-Co Legierung die generelle Möglichkeit der Integration von Haltefeldern in ME Komposite diskutiert. Hierbei werden die entstehenden Herausforderungen aufgezeigt und Methoden beschrieben, wie diese zu umgehen sind.

Der Transfer dieser Erkenntnisse auf das amorphe Material Fe-Co-Si-B erfolgt im Anschluß. Der Vorteil in der Verwendung von amorphen magnetostriktiven Materialien liegt in den hohen piezomagnetischen Koeffizienten [Yang 11]. Da zum Exchange Bias Effekt an amorphen Materialien bisher bis auf einige Untersuchungen im Bereich tunnelmagneto-resistiver (TMR) Sensoren wenig [Card 05] bekannt ist, wird im Zuge der Untersuchungen ein besonderes Augenmerk auf die Grenzfläche zwischen Mn-Ir und Fe-Co-Si-B gelegt. Ferner werden die Anisotropieeigenschaften so beschaffener ME Komposite ausführlich untersucht, da erst durch die Unabhängigkeit von externen Haltefeldern individuell orientierte ME Komposite verwendet werden können.

In einem weiteren Abschnitt werden zwei sich ergänzende Strategien vorgestellt, um den ME Spannungskoeffizienten zu erhöhen. Außerdem wird der Einfluss des Exchange Bias auf die magnetische Suszeptibilität bzw. den piezomagnetischen Koeffizienten diskutiert. Letztlich wird ein Verfahren vorgestellt, das es ermöglichen soll, die Orientierung magnetischer Wechselfelder mittels kombinierter ME Komposite zu bestimmen.

### 4.1 Das Schichtsystem Mn-Ir / Fe-Co

Zur Untersuchung der Auswirkung unterschiedlicher Keimschichten auf die Textur des Mn-Ir wurden glatte, nativ oxidierte Si-Substrate mit variierten Keimschichtabfolgen abgeschieden. Außerdem wurden Exchange Bias Schichtsysteme in einfacher und wiederholter Abfolge abgeschieden, um die reziproke Schichtdickenabhängigkeit des Exchange Bias Feldes für Einzel- und Mehrfach-Schichten magnetostriktiven Material zu evaluieren. Die Proben mit einfacher Wiederholung wurden auf 0,5 cm x 0,5 cm große Si-Substrate abgeschieden, die dem Abstand der Aufnehmerspulen des Vibrationsmagneto-meters angepasst sind, um empfindliche Messungen zu ermöglichen. Biegebalken-Proben

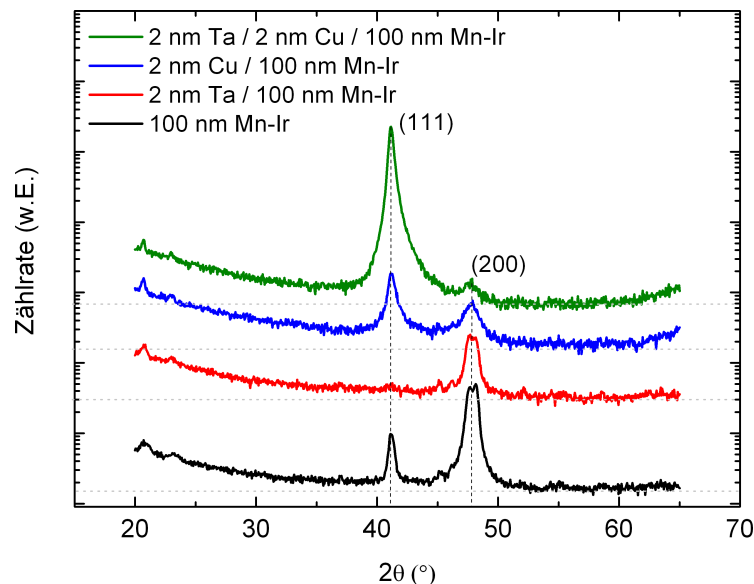
mit magnetostriktiven Viellagensystemen wurden hergestellt, um den Einfluß variierter Exchange Bias Richtungen auf das Magnetostriktionsverhalten zu untersuchen.

Die AlN-Schichten der piezoelektrischen Substrate wurden mit und ohne abschließender Mo-Metallisierung präpariert, so dass die Oberflächenbeschaffenheit beider Behandlungszustände ermittelt werden konnte. Schließlich wurden ME Dünnschichtkomposite durch Abscheidung magnetostriktiver Viellagensysteme auf Si-Substrate mit 2  $\mu\text{m}$  dicken AlN Schichten hergestellt und hinsichtlich der generierten ME Spannung charakterisiert.

#### 4.1.1 Strukturelle Eigenschaften

Da neben der Wahl des Materials auch die Abscheidebedingungen die Mikrostruktur beeinflussen, wurden zunächst die Prozessparameter auf ihre Tauglichkeit zum Erreichen der Mn-Ir (111) Textur evaluiert. Es wurden hierzu Schichtstapel mit den Abfolgen 100 nm Mn-Ir, 2 nm Ta / 100 nm Mn-Ir, 2 nm Cu / 100 nm Mn-Ir und 2 nm Ta / 2 nm Cu / 100 nm Mn-Ir präpariert, um die Möglichkeit einer vereinfachten Keimschicht zu überprüfen.

Die Diffraktogramme in Abbildung 4.1 zeigen die Auswirkung auf die Texturierung einer 100 nm dicken Mn-Ir Schicht für eine Auswahl unterschiedlicher nicht-magnetischer Keimschichten. Mn-Ir abgeschieden auf nativ oxidiertes Silizium zeigt einen Hauptpeak



**Abbildung 4.1:** Diffraktogramme des Antiferromagneten Mn-Ir mit Verschiedenen Keimschichten auf nativ oxidiertem Silizium. Mit der Keimschichtkombination aus Tantal und Kupfer kann eine (111) Textur erreicht werden. Auf Tantal abgeschieden stellt sich eine (100) Textur ein. Wird nur Kupfer oder keine zusätzliche Keimschicht verwendet, stellt sich eine undefinierte Textur ein.

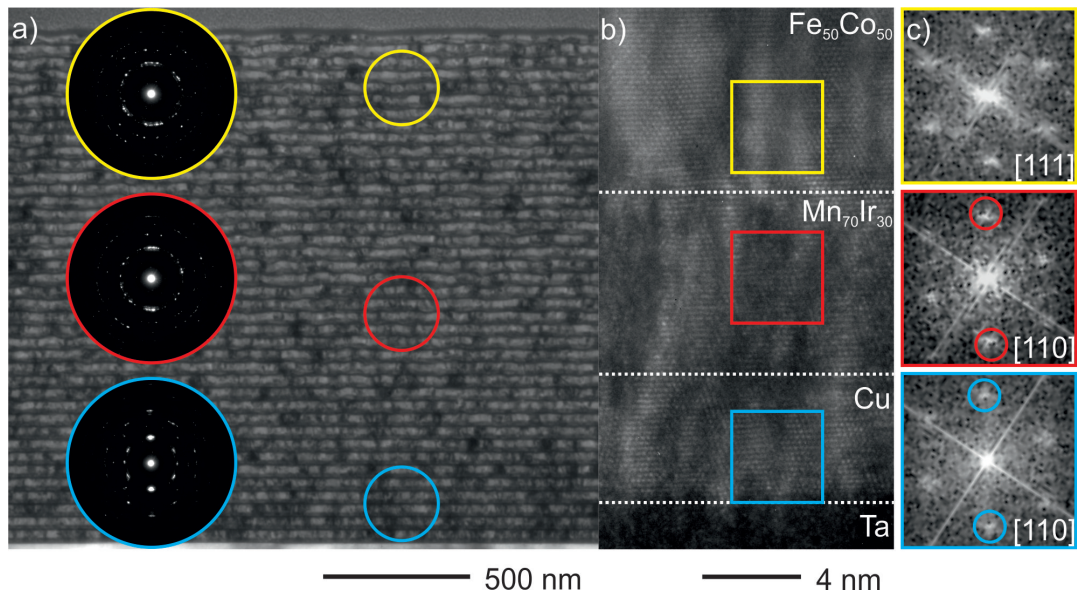


bei  $2\Theta = 47,85^\circ$ , der der (200) Ebene zugeordnet werden kann, und einen kleineren Peak bei  $2\Theta = 41,25^\circ$ , der der (111) Ebene entspricht [Raub 55]. Auf einer Ta Startschicht abgeschieden ist im Diffraktogramm nur der (200) Peak vorhanden.

Den stärksten Grad der Texturierung zeigt das Schichtsystem aus Ta / Cu / Mn-Ir mit nur einem deutlichen (111) Peak bei  $2\Theta = 41,25^\circ$ . Durch das Weglassen der Ta Startschicht sind, wie im Fall der Abscheidung auf nativ oxidiertes Silizium, sowohl der (200) als auch (111) Peak vorhanden. Dies zeigt den Verlust der (111) Texturierung und ist in Übereinstimmung mit der Literatur [Drie 00].

Die für die XRD Untersuchungen benötigten Mn-Ir Schichtdicken von ca. 100 nm sind erheblich größer als die tatsächlichen Schichtdicken im ME Komposit. Um die erfolgreiche Texturierung für Schichtdicken im 10 nm Bereich nachzuweisen, wurden zusätzlich hochaufgelöste TEM Untersuchungen durchgeführt.

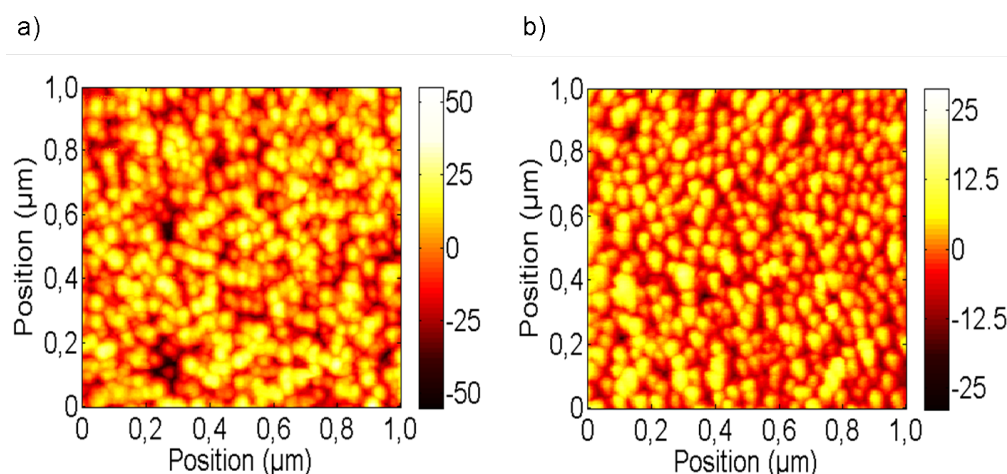
Die TEM-Aufnahme in 4.2 a) zeigt den Querschnitt einer Viellagenschicht aus einer 40-fach wiederholten Sequenz von 5 nm Ta / 3 nm Cu / 8 nm Mn-Ir / 20 nm Fe-Co. Die dunklen, durchgehenden Linien entsprechen den Ta, Cu und Mn-Ir Schichten, während die helleren Linien die Fe-Co Schichten darstellen. Mit Hilfe einer 200 nm großen Blende wurden Beugungsbilder (am linken Rand gezeigt) an ausgewählten Bereichen aufgenommen. Die untersuchten Bereiche entsprechen in ihren Flächen und Positionen den drei Kreisen im Schichtstapel. Das Beugungsbild, das in der Nähe zum Substrat aufgenommen wurde (blauer unterer Kreis), zeigt eine stark ausgeprägte Textur, die sich durch die kleinen, wohl definierten Intensitätsmaxima auszeichnet. Im mittleren und oberen Bereich erkennt man in den Beugungsbildern zunehmend diffusere Intensitätsmaxima, die auf eine geringere Texturierung hinweisen. Abbildung 4.2 b) zeigt eine hochaufgelöste TEM-Querschnittsaufnahme der Ta / Cu Keimschicht, der antiferromagnetischen Mn-Ir Schicht sowie der magnetostriktiven Fe-Co Schicht, die die Erste der 40 Schichtfolgen bilden. Für ausgewählte Bereiche der einzelnen Schichten wurde die Aufnahme des Realraums (entsprechend der Markierungen in Abbildung 4.2 b)) mittels Fouriertransformation in den reziproken Raum (Abbildung 4.2 c)) überführt. In der Aufnahme lassen sich die einzelnen Schichtübergänge durch die unterschiedlichen Kontraste und Kristallstrukturen identifizieren und sind zur Verdeutlichung durch unterbrochene Linien hervorgehoben. Die Cu, Mn-Ir und Fe-Co Schichten weisen alle kristalline Bereiche mit parallel zum Substrat verlaufenden Ebenen auf. Mittels Fouriertransformation konnten diese den (111) Ebenen zugeordnet werden und sind damit für die Mn-Ir Schicht in Übereinstimmung mit den Ergebnissen der Röntgendiffraktometrie. Die Zonenachsen der Fouriermuster konnten als [110] Richtung für Kupfer und Mn-Ir [Kant 67] sowie der [111] Richtung für Fe-Co [Elli 41] identifiziert werden.



**Abbildung 4.2:** TEM Untersuchungen zur Textur an einer Fe-Co Schicht auf Ta / Cu Keimschicht. Abbildung a) zeigt die Schichtfolge des gesamten Schichtstapels  $40 \times (5 \text{ nm Ta} / 3 \text{ nm Cu} / 8 \text{ nm Mn-Ir} / 20 \text{ nm Fe-Co})$  und die zugehörigen Beugungsbilder ausgewählter Bereiche (Kreise). Abbildung b) stellt eine HRTEM-Aufnahme der ersten, substratnahen Ta, Cu, Mn-Ir und Fe-Co Schicht dar. Außer Ta zeigen alle Schichten eine kristalline Struktur, die ebenfalls durch die zugehörigen FFTs in Abbildung c) zu erkennen sind. (Aufnahmen von Viktor Hrkac)

Zur Herstellung eines ME Komposits mit diesem Schichtsystem wurde die Abscheidung auf die piezoelektrisch funktionalisierten Substrate vorgenommen. Durch das kolumnare Wachstum der abgeschiedenen AlN Schicht ist für die vorliegende Schichtdicke von  $2 \mu\text{m}$  eine relevante Höhendifferenz zwischen Zentrum und Rand der gewachsenen Säulen zu erwarten. Die Oberflächenbeschaffenheit wurde hierzu mittels AFM-Messungen charakterisiert. Die Topographien der Substrate mit freigelegtem und Metallisiertem AlN sind in Abbildung 4.3 visualisiert. Die metallisierte Oberfläche hat eine geringere Rauigkeit  $R_{RMS}$  von 5 nm verglichen zum freigelegten AlN mit einem  $R_{RMS}$  von 13 nm. Die räumliche Periodenlänge beträgt in beiden Fällen ca. 75 nm.

Zur Zeit der Präparation dieser Proben beinhaltete die Prozessierung einen Schritt zur Freilegung des AlNs, so dass die Abscheidung des Schichtsystems direkt auf die rauhe piezoelektrische Phase erfolgte. Die Struktur dieses Multilagensystems ist mittels TEM untersucht worden und in Abbildung 4.4 zu sehen. An der rechten Seite der Abbildung 4.4 a) ist die rauhe Grenzfläche zum AlN Substrat zu erkennen. Die maximale Rauigkeit, gemessen am Spitze-zu-Tal Wert, beträgt an der Grenzfläche ca. 50 nm und findet sich in den AFM Messungen in Abbildung 4.3 wieder. In den ersten Lagen des Schichtsystems sind Rauigkeit und Periodenlänge des Substrats wiederzuerken-

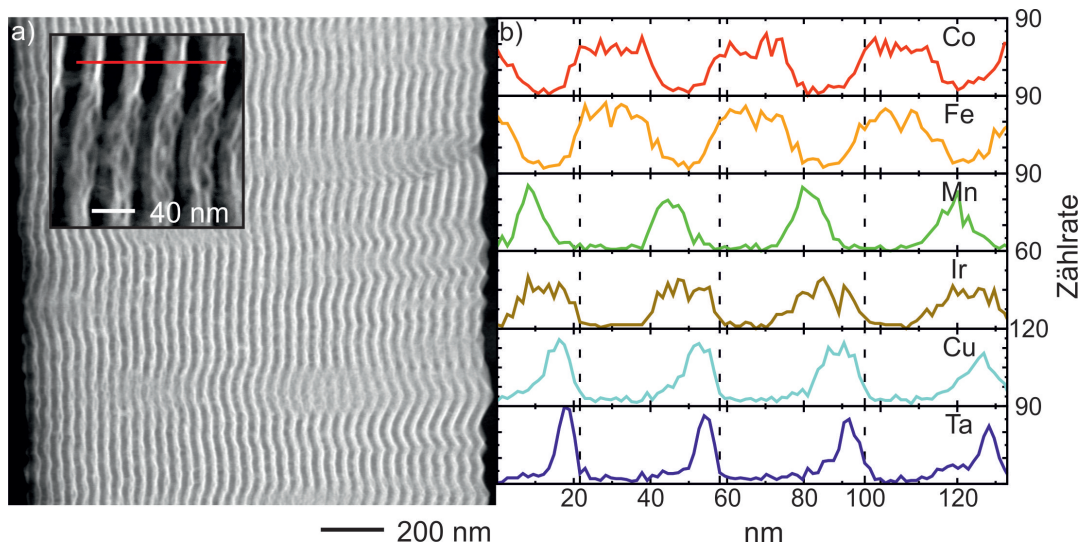


**Abbildung 4.3:** Topographie der AlN-Substrate. a) Oberfläche einer freigelegten AlN Schicht. b) Abbildung der Oberfläche mit einer Metallisierung von 50 nm Molybdän. (Probenpräparation von Christine Kirchof, Messung von Kristina Schlüter)

nen. In Richtung Oberfläche ist das Schichtsystem deutlich sichtbar geglättet, was zu einer deutlich geringeren Rauigkeit führt. Trotz hoher Rauigkeit an der Grenzfläche ist durch die relativ lange räumliche Periodenlänge und der Glättung der Erhalt der Funktionalität der anti-ferromagnetischen Keimschicht wahrscheinlich.

An diesem Schichtsystem wird in einem Linienprofil über vier Wiederholungen der Sequenz eine chemische Analyse mittels EDX aufgenommen. Der eingelassene Ausschnitt in Abbildung 4.4 a) zeigt die Position des Linienprofils. In Abbildung 4.4 b) sind die Zählraten der relevanten Elemente der Schichten Co und Fe; Mn und Ir; sowie Cu und Ta entlang des Linienprofils zu sehen. Die Zählraten kann man hohen und niedrigen Niveaus zuordnen, die sich entsprechend der Schichtfolge abwechseln. Die vertikalen Strichlinien sind zwischen dem Abfall der Ta-Zählrate und dem Anstieg der Zählraten für Fe und Co gelegt und markieren den Beginn der Schichtfolge. Im untersuchten Bereich variiert die gesamte Dicke der Schichtfolgen zwischen 36,5 nm und 37,8 nm. Auch auf rauhem Substrat, wie in diesem Fall bedingt durch das kolumnar gewachsene AlN, bleibt die Schichtfolge erhalten. Weiterhin tritt ein Glättungseffekt auf, der die effektive Rauigkeit reduziert.

**Zwischenfazit:** Beide Methoden (XRD und TEM) zeigen die erfolgreiche Texturierung der Mn-Ir Schicht. Sowohl dicke Mn-Ir Schichten von ca. 100 nm als auch dünne Schichten von ca. (8 nm) zeigen eine (111) Textur. Die Rauigkeit der freigelegten AlN-Oberfläche beträgt ca. 13 nm und ist im Falle einer erhaltenegebliebenen Mo-



**Abbildung 4.4:** Abbildung a) zeigt Fe-Co Multilagenschichten abgeschieden auf AlN mit hoher Oberflächenrauigkeit von  $R_{RMS} = 15$  nm. Die Detailaufnahme zeigt die Schichtfolge in höherer Vergrößerung und die Position des Linienscans. In Abbildung b) ist das Ergebnis der chemischen Analyse in Form von Linienscans zu entnehmen. Die Schichtfolge von Ta / Cu / Mn-Ir / Fe-Co ist vierfach wiederholt in den Intensitäten zu erkennen. (Messungen von Viktor Hrkac)

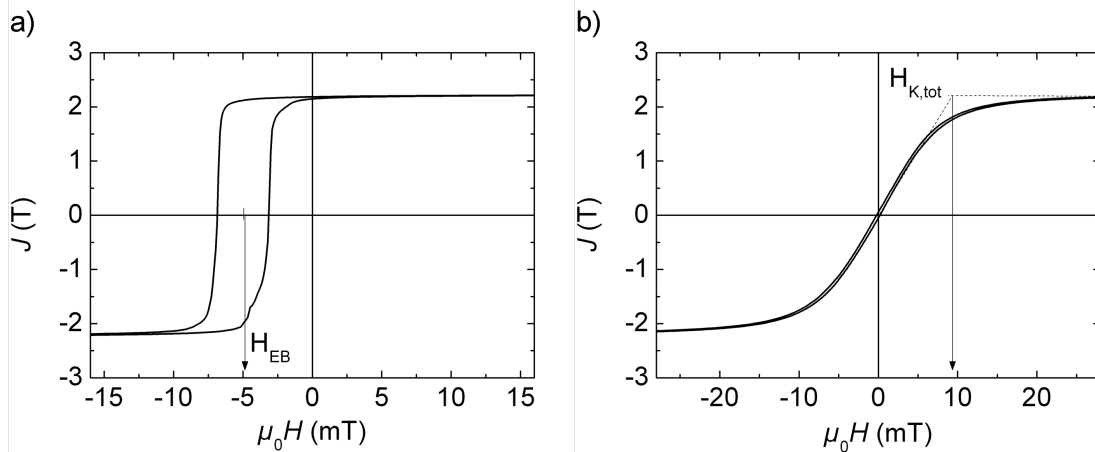
Metallisierung auf 5 nm reduziert. In dem Viellagensystem ist durch die Aufnahme von Beugungsbildern an ausgewählten Bereichen eine Verringerung der Textur vom Substrat zur Oberfläche hin zu erkennen. Die Schichtfolge bleibt auch auf rauhen Substraten erhalten, auf denen sich mit steigender Gesamtschichtdicke eine kontinuierliche Glättung in Richtung Oberfläche einstellt.

#### 4.1.2 Magnetisierungsverhalten

In diesem Abschnitt ist die Untersuchung des Magnetisierungsverhaltens eines magnetostriktiven Dehnungselements bestehend aus einer einfachen oder sich mehrfach wiederholenden Sequenz einzelner Exchange Bias Schichten dargestellt. Zur Bestimmung des Exchange Bias und des Anisotropiefeldes wurden die Untersuchungen entlang der leichten und harten Achse durchgeführt.

Die Magnetisierungskurven einer einzelnen, dünnen (6 nm) Fe-Co Schicht sind bereits exemplarisch im Abschnitt 2.2 gezeigt und aufgrund der geringen Schichtdicke für ME Sensoren technologisch irrelevant. In Abbildung 4.5 sind die entsprechenden Ergebnisse gezeigt für eine 40-fach wiederholte Sequenz von 20 nm dicken Fe-Co Schichten, die jeweils an eine (111) texturierte 8 nm dicke Mn-Ir Schicht gekoppelt sind. Diese 1 cm x

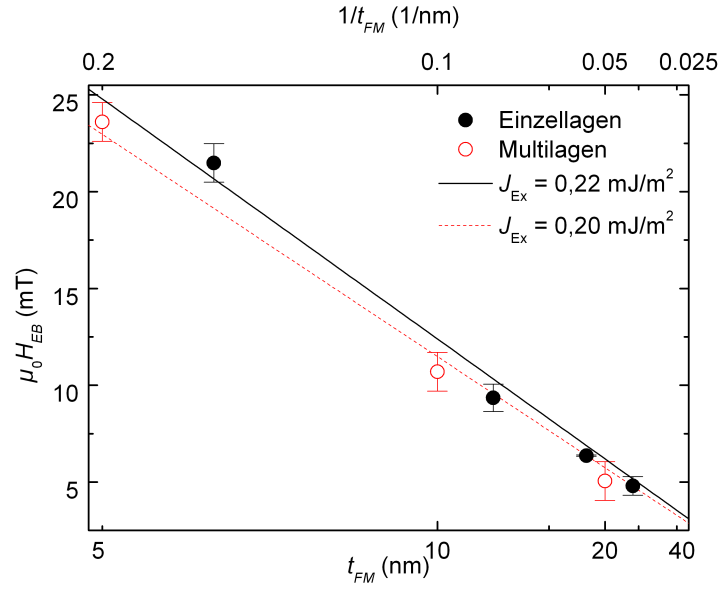
1 cm großen Fe-Co-Proben wurden 1 h bei 350 °C im Vakuum ( $\approx 10^{-5}$  mbar) in einem Magnetfeld einer Flussdichte von 300 mT ausgelagert und in Anwesenheit des Magnetfelds auf Raumtemperatur abgekühlt. Die Sättigungspolarisation  $J_{FM}$  beträgt für diese



**Abbildung 4.5:** Magnetisierungskurven der Sequenz 40x (5 nm Ta / 3 nm Cu / 8 nm Mn-Ir / 20 nm Fe-Co) nach Auslagerung bei 350 °C für 1 h und Abkühlung auf Raumtemperatur in einem Feld einer Flussdichte von 300 mT. Die Abbildungen a) und b) zeigen die Magnetisierungskurven entlang der leichten bzw. harten Achse.

Proben ca. 2,2 mT. Die Magnetisierungskurve entlang der leichten Achse (Abbildung (a)) weist Koerzitivfelder auf, die Flussdichten von  $-6,9$  mT bzw.  $-3,1$  mT entsprechen. Das resultierende Exchange Bias Feld entspricht einer Flussdichte von  $-5$  mT. Entlang der harten Achse gemessen verläuft die Kurve durch den Ursprung und zeigt ein totales Anisotropiefeld, das einer Flussdichte von etwa 9,7 mT gleich kommt. Das Sättigungsfeld gleicht einer Flussdichte von ca. 25 mT.

Um den Volumenanteil des magnetostriktiven Materials im Komposit zu erhöhen, sind dickere Schichten vorzuziehen. Der Einfluss der Schichtdicke auf den Betrag des Exchange Bias Feldes ist in Abbildung 4.6 zu erkennen. Die schwarzen Punkte ( $\bullet$ ) zeigen den Betrag des Exchange Bias Feldes für Einzellagen aus Fe-Co abgeschieden auf 8 nm dicke (111) texturierte Mn-Ir-Schichten. Diese Proben wurden ebenfalls bei 350 °C für 1 h in einem Magnetfeld der Stärke 300 mT im Vakuum ausgelagert und auf Raumtemperatur im Magnetfeld abgekühlt. Die Skalierung der Achse ist reziprok gewählt, um die antiproportionale Abhängigkeit zwischen dem Betrag des Exchange Bias und der Schichtdicke zu verdeutlichen. Die roten Kreise ( $\circ$ ) im Diagramm stellen den Betrag des Exchange Bias in Abhängigkeit der Schichtdicke der einzelnen Fe-Co Schichten in einem Multilagensystem dar. Die Linien entsprechen dem Verlauf der



**Abbildung 4.6:** Betrag des Exchange Bias Feldes in Abhängigkeit der Schichtdicke  $t_{FeCo}$ . Für einzelne Schichten von Fe-Co und mehrfach wiederholt abgeschiedenen Abfolgen ist eine reziprokproportionale Abhängigkeit zur Schichtdicke zu erkennen.

Funktion gemäß Gleichung 2.16

$$\mu_0 H_{EB} = \mu_0 \frac{J_{Ex} \cos(\gamma)}{J_{FM} t_{FM}}$$

mit Werten von  $J_{Ex} = 0,22 \text{ mJ m}^{-2}$  für die einfachen Schichten (durchgezogene schwarze Linie) und  $J_{Ex} = 0,2 \text{ mJ m}^{-2}$  für die mehrfach wiederholte Schichtabfolge (rote gestrichelte Linie). Die Austauschenergiedichten wurden mittels Fitfunktionen ermittelt und sind in guter Übereinstimmung mit den Literaturwerten von  $0,2\text{-}0,23 \text{ mJ m}^{-2}$  für vergleichbare Systeme [Drie 00]. Die, für Einzelschichten bekannte, reziproke Abhängigkeit kann auch für mehrfach wiederholte Sequenzen belegt werden. Die verringerte (effektive) Austauschenergiedichte ist auf die geringere Textur der oberen Lagen des mehrfach wiederholten Schichtsystems zurückzuführen.

**Zwischenfazit:** Das Schichtsystem Ta / Cu / Mn-Ir / Fe-Co zeigt nach der Temperaturbehandlung im Magnetfeld ein ausgeprägtes Exchange Bias. Der Betrag des Exchange Bias Feldes verhält sich aufgrund der Eigenschaft als Grenzflächeneffekt reziprok proportional zur Schichtdicke des Fe-Co, da das magnetische Moment der ferromagnetischen Schicht linear mit der Schichtdicke steigt. Wird zur Erhöhung des Volumens des magnetostriktiven Materials die Abscheidung des Schichtsystems wiederholt, so bleibt der reziprok proportionale Zusammenhang erhalten.

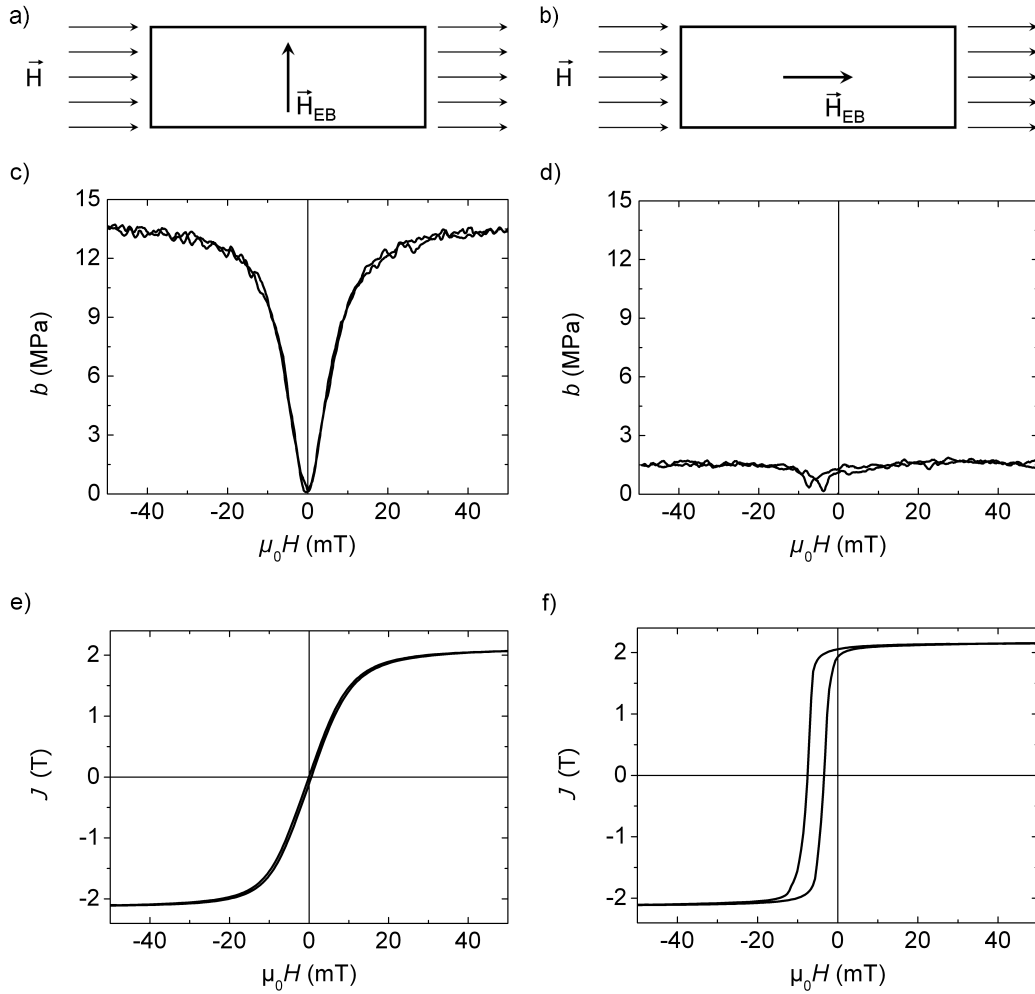
### 4.1.3 Magnetostriktive Eigenschaften

Die magnetostriktiven Eigenschaften des Schichtsystems 40 x (Ta / Cu / Mn-Ir / 20 nm Fe-Co), abgeschieden auf 300  $\mu\text{m}$  x 2 mm x 20 mm große Siliziumbiegebalken, wurden mit dem Aufbau aus Kapitel 3.4.2 charakterisiert. Es wurden Proben untersucht, wie in Abbildung 4.7 (a) und (b) skizziert, deren durch Exchange Bias etablierte *unidirektionale* Anisotropiefelder zum einen senkrecht und zum anderen parallel zur langen Achse des Biegebalkens ausgerichtet waren. Abbildung 4.7(c) zeigt eine typische Magnetostriktionskurve der Proben, die ein *unidirektionales* Anisotropiefeld senkrecht zur langen Achse des Balkens aufweisen. Der maximale magnetoelastische Kopplungskoeffizient beträgt ca. 13,6 MPa. Die Kurve zeigt keine Verschiebung entlang der Feldachse, was sich in der zugehörigen entlang der harten Richtung aufgenommenen Magnetisierungskurve in Teil (e) widerspiegelt.

Anders in Abbildung 4.7(d), in der die Magnetostriktionskurve einer Probe mit einem Exchange Bias parallel zur Längsachse eingepägt zu sehen ist. Insgesamt ist der magnetoelastische Kopplungskoeffizient mit einem Maximum von ca. 1 MPa deutlich reduziert. Zusätzlich ist eine Hysterese erkennbar, da die Minima des magnetostriktiven Kopplungskoeffizienten bei ca.  $-7,5$  mT, für fallende Feldstärken, und bei  $-3,7$  mT, für steigende Feldstärken, auftreten. Diese sind identisch mit den Flussdichten der Koerzitivfelder, die in der Magnetisierungskurve der Probe in Teil (f) wiederzufinden sind.

Das in diesem Fall fast vollständige Verschwinden des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten ist durch die Indifferenz der Magnetostriktion bezüglich der Orientierung der Magnetisierung begründet. In Abwesenheit eines Magnetfeldes sowie im positiven und negativen Sättigungsfeld liegt die Magnetisierung parallel zur Längsachse und verursacht somit keine Längenänderung der magnetostriktiven Schicht. Der fehlende Versatz der Magnetostriktionskurve im Falle der Ausrichtung des *unidirektionalen* Anisotropiefeldes senkrecht zur Balkenachse hat wiederum zur Folge, dass die Längenänderungen beim Anlegen kleiner Felder minimal sind. Als Konsequenz ist ein Zustand zwischen diesen beiden Extremen anzustreben. Die Richtung des Exchange Bias muss in einem Winkel  $\Phi_{EB}$  zur Längsachse im Bereich zwischen dem parallelen  $0^\circ$  und senkrechten  $90^\circ$  Fall eingepägt werden.

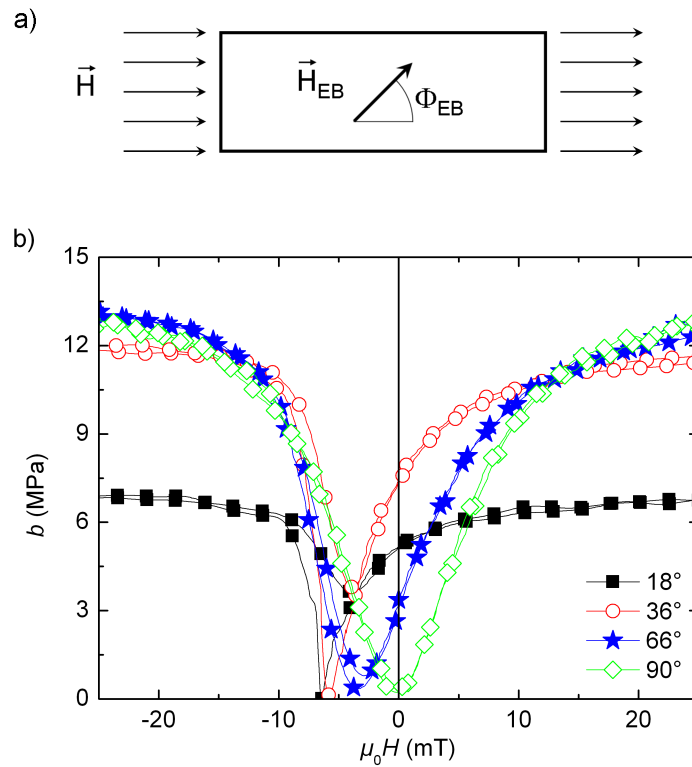
Ziel ist es nun durch die Zerlegung des Vektors des Exchange Bias Feldes in seine Komponente senkrecht ( $H_{EB, \text{senkrecht}}$ ) und parallel ( $H_{EB, \text{parallel}}$ ) zur langen Balkenachse die Magnetostriktionskurven gezielt so zu verschieben, dass sie eine maximale Steigung ( $\partial b / \partial H$ ) im Nullfeld aufweisen. Die Magnetostriktionskurven für ausgesuchte  $\Phi_{EB}$  in einem Bereich von  $18^\circ$  bis  $90^\circ$  sind in Abbildung 4.8(b) zu sehen.



**Abbildung 4.7:** Magnetostruktionskurven eines Fe-Co Multilagensystems  $40 \times (5 \text{ nm Ta} / 3 \text{ nm Cu} / 8 \text{ nm Mn-Ir} / 20 \text{ nm Fe-Co})$  mit verschiedenen Orientierungen des Exchange Bias Feldes. In den Abbildungen a) und b) sind die Orientierungen des Exchange Bias senkrecht und parallel zur Längsachse des Biegebalkens skizziert und die resultierende Ausrichtung zum angelegten Magnetfeld verdeutlicht. Die Magnetostruktionskurve in Abbildung c) ist nicht verschoben, da das Magnetfeld senkrecht zum Exchange Bias steht. Die zugehörige Magnetisierungskurve in Abbildung e) zeigt ein typisches Verhalten entlang der schweren Achse und ist ebenfalls nicht verschoben. Liegen Magnetfeld und Exchange Bias parallel zueinander zeigt Abbildung d), dass die magnetostruktive Dehnung erheblich reduziert ist. Die entsprechende Magnetisierungskurve in Abbildung f) weist einen deutlichen Versatz auf.

Der Versatz der Hysteresekurve als Folge der Projektion des Exchange Bias Feldes entlang der Längsachse des Biegebalkens  $H_{EB,parallel}$  nimmt für steigende Winkel einer  $\cos(\Phi_{EB})$ -Abhängigkeit folgend ab (vgl.  $\circ$  in Abbildung 4.9) und ist somit in Übereinstimmung mit Experimenten und Theorie von einfacheren antiferromagnetischen-

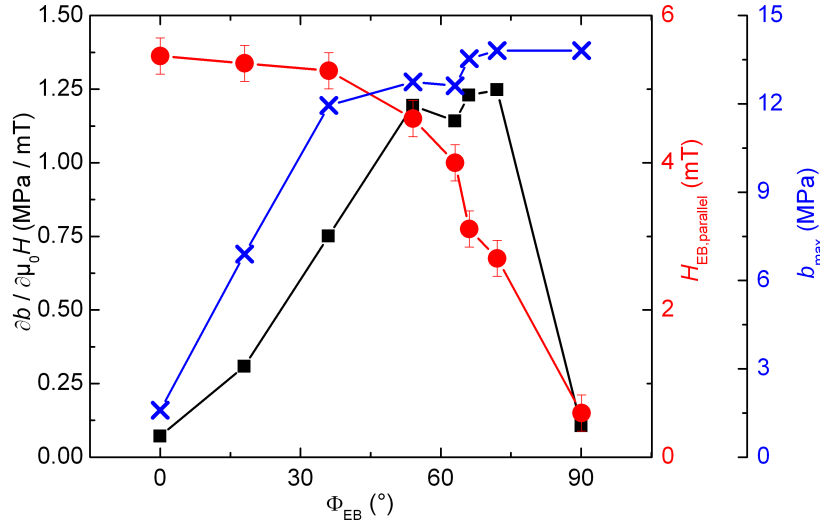




**Abbildung 4.8:** Magnetostruktionskurven für variierte Winkel  $\Phi_{EB}$  im Schichtsystem 40 x (5 nm Ta / 3 nm Cu / 8 nm Mn-Ir / 20 nm Fe-Co). Abbildung a) zeigt eine Skizze zur Orientierung des Exchange Bias Feldes mit dem Winkel  $\Phi_{EB}$  zur Längsachse. Abbildung b) zeigt Magnetostruktionskurven von Proben verschiedener Exchange Bias Richtungen. Für kleinere Winkel  $\Phi_{EB}$  zwischen langer Biegebalkenachse und Exchange Bias Feld ist der Versatz der Magnetostruktionskurven zunehmend stärker ausgeprägt. Für kleine Winkel ist die, in diese Richtung gemessene, magnetostruktive Dehnung herabgesetzt.

ferromagnetischen Doppelschichten [Cama 05, Hu 02]. Der magnetoelastische Koeffizient in Sättigung  $b_{max}$  ist für den Winkelbereich von  $72^\circ$  bis  $90^\circ$  mit ca. 13,8 MPa am höchsten (siehe Abbildungen 4.8(b) und 4.9). Eine drastische Verringerung ist für Winkel unterhalb  $36^\circ$  zu sehen. Die piezomagnetischen Koeffizienten in Abhängigkeit des statischen Haltefeldes werden durch numerische Ableitung der Magnetostruktionskurven berechnet. Sein Wert für ein statisches Feld von 0 mT in Abhängigkeit vom Winkel  $\Phi_{EB}$  ist durch die schwarzen Quadrate in Abbildung 4.9 gezeigt. Für die Extrema bei  $0^\circ$  und  $90^\circ$  ist der Koeffizient kleiner als  $0,1 \text{ MPa mT}^{-1}$ , was mit den obigen Beobachtungen und Abbildung 4.7 übereinstimmt.

Der Winkel  $\Phi_{EB}$  wurde dahingehend optimiert, dass das Maximum des piezomagnetischen Koeffizienten im Nullfeld liegt. Abbildung 4.10 zeigt den Verlauf des piezomagne-

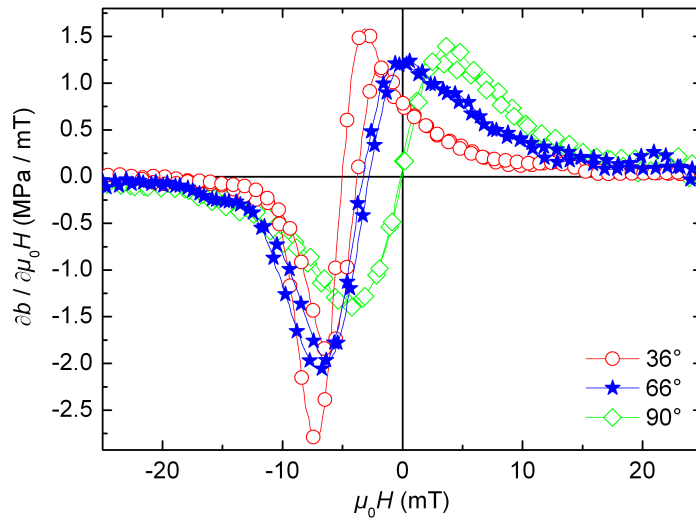


**Abbildung 4.9:**  $H_{EB,parallel}$  (•), maximaler magnetoelastischer Kopplungskoeffizient ( $b_{max}$ ) (x) und  $\partial b / \partial H$  (□) im Nullfeld für verschiedene Winkel. Das Magnetfeld ist parallel zur langen Biegebalkenachse angelegt. Während  $H_{EB,parallel}$  für steigende Winkel  $\Phi_{EB}$  abnimmt, wächst  $b_{max}$  an. Für  $\Phi_{EB}$  um  $60^\circ$  ist  $\partial b / \partial H$  im Nullfeld am größten.

tischen Koeffizienten in Abhängigkeit des statischen Magnetfeldes. Die verschiedenen Kurven sind passend zu den Winkeln  $\Phi_{EB} = 36^\circ$  (◦),  $66^\circ$  (★) und  $90^\circ$  (◊) in Abbildung 4.8(b) gewählt.

Der Fall  $\Phi_{EB} = 66^\circ$  in Abbildung 4.10 zeigt, dass ein Maximum von  $1,24 \text{ MPa mT}^{-1}$  im Nullfeld vorliegt, neben dem zweiten größeren lokalen Extremwert mit einem Betrag von ca.  $-2,07 \text{ MPa mT}^{-1}$  bei  $-6,9 \text{ mT}$ . Das Vorzeichen des piezomagnetischen Koeffizienten resultiert aus der Methode der numerischen Ableitung. Das Verhältnis von mechanischer Spannung zu magnetischem Feld ist, insbesondere für Wechselgrößen, vorzeichenunabhängig. Auf eine Darstellung des Betrags des piezomagnetischen Koeffizienten wurde verzichtet, um den Zusammenhang zu den Magnetostruktionskurven in Abbildung 4.8(b) zu verdeutlichen. Die lokalen Extremwerte der piezomagnetischen Koeffizienten für die Fälle  $\Phi_{EB} = 36^\circ$  und  $90^\circ$  sind mit  $-2,81$ ,  $-1,40$ ,  $1,51$  und  $1,40 \text{ MPa mT}^{-1}$  ebenfalls größer, treten aber bei Flussdichten von  $-7,26$ ,  $-4,36$ ,  $-3,16$  und  $3,84 \text{ mT}$  auf.

**Zwischenfazit:** Aus dieser Untersuchung geht hervor, dass man durch die Abhängigkeiten des Winkels der induzierten, *unidirektionalen* Anisotropie eine hohe Kontrolle über den Versatz der Magnetisierungskurve erhält. Infolgedessen kann für eine ge-



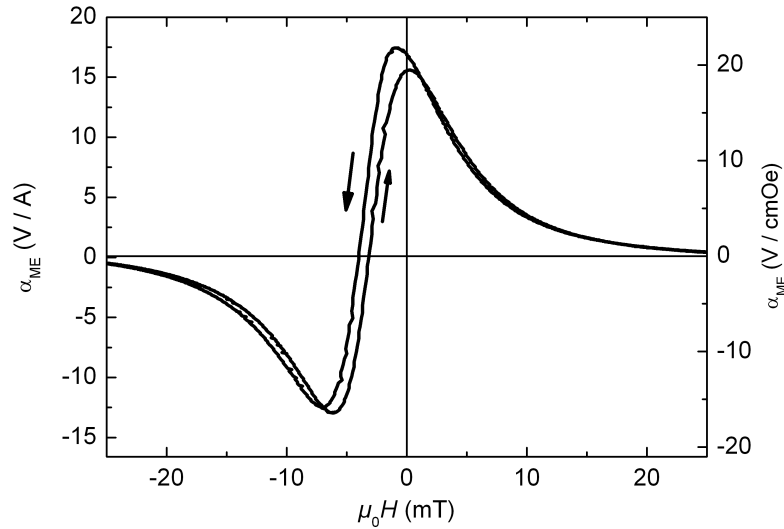
**Abbildung 4.10:** Errechneter Verlauf der piezomagnetischen Antwort  $\partial b/\partial H$  in Abhängigkeit des Haltefeldes für  $\Phi_{EB} = 36^\circ$ ,  $66^\circ$  und  $90^\circ$ . Für  $\Phi_{EB} = 66^\circ$  wird ein lokales Maximum im Nullfeld erreicht.

bene Schichtdicke  $H_{EB,parallel}$  so angepasst werden, dass der piezomagnetische Koeffizient einer magnetostriktiven Schicht ein lokales Maximum im Nulleld aufweist.

#### 4.1.4 Magnetoelektrische Eigenschaften

Durch die Erweiterung des Schichtsystems um eine piezoelektrische Phase soll der magnetoelektrische Spannungskoeffizient eines ME Komposits ebenfalls ein Maximum bei 0 mT zeigen. Hierzu wird das Schichtsystem, der Elektrodengeometrie A entsprechend strukturiert, auf partiell gedünnte Biegebalken abgeschieden, die mit AlN piezoelektrisch funktionalisiert wurden. Das Exchange Bias wird anschließend der vorher beschriebenen Prozedur folgend ebenfalls mit dem ermittelten Winkel  $\Phi_{EB} = 66^\circ$  eingepägt.

Für die Messung in Abbildung 4.11 waren die lange Balkenachse, das Haltefeld und das Wechselfeld einer Flussdichte von 0,1 mT mit einer Frequenz von 1011,5 Hz parallel zueinander ausgerichtet. Durch die Verschiebung der Magnetostriktionskurve und damit des piezomagnetischen Koeffizienten liegt auch für das elektrische Signal ein Maximum im Nullfeld vor. Die Ergebnisse zeigen weiterhin, dass es möglich ist, eine *unidirektionale* Anisotropie vermittels des Exchange Bias Effektes auf relativ rauen AlN-Substraten zu etablieren. Der so erreichte magnetoelektrische Spannungskoeffizi-



**Abbildung 4.11:** Fe-Co basiertes ME Komposit mit maximalem ME Spannungskoeffizienten im Nullfeld. Die Flussdichte des anregenden Wechselfelds beträgt 0,1 mT mit einer Frequenz von 1011,5 Hz. Das Schichtsystem 40 x (5 nm Ta / 3 nm Cu / 8 nm Mn-Ir / 20 nm Fe-Co) führt zu einem lokalen Maximum des ME Koeffizienten im Nullfeld von  $16,8 \text{ V A}^{-1}$  bzw.  $21 \text{ V cm}^{-1} \text{ Oe}^{-1}$ .

ent  $\alpha_{ME}$  hat bei 0 mT einen Wert von  $16,8 \text{ V A}^{-1}$  bzw.  $21 \text{ V cm}^{-1} \text{ Oe}^{-1}$ . Verglichen zu ME Dünnschichtkompositen ohne Exchange Bias, deren ME Koeffizienten zu dieser Zeit bei über  $560 \text{ V A}^{-1}$  bzw.  $700 \text{ V cm}^{-1} \text{ Oe}^{-1}$  lagen, ist der Effekt mit einem Faktor 33 erheblich verringert.

Durch die unterschiedlichen Resonanzfrequenzen von 1011,5 Hz und 753 Hz ergibt sich aufgrund der bekannten  $1/f$  Abhängigkeit [Grev 10a] ein Faktor 1,3. Die Gesamtschichtdicke des magnetostriktiven Materials ist mit  $0,8 \mu\text{m}$  gegenüber dem verglichenen Komposit mit  $1,75 \mu\text{m}$  einen Faktor von 2,2 reduziert. Der Quotient aus maximalem magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten  $b$  und dem (totalen) Anisotropiefeld  $H_{K(tot)}$  stellt in erster Näherung ein gutes Maß für das piezomagnetische Koeffizienten dar. Für das Fe-Co-basierte Komposit ergibt sich ein Verhältnis von  $13,6 \text{ MPa} / 9,7 \text{ mT}$  (vgl. Abbildungen 4.5 b) und 4.7 c)). Die magnetostriktive Phase des Vergleichssystems weist mit  $8,4 \text{ MPa} / 0,9 \text{ mT}$  (vgl. Anhang und [Lage 13]) einen Faktor 6,7 höheren Wert auf. Da die Messung entlang der langen Balkenachse erfolgt, fällt das anregende Wechselfeld ca.  $25^\circ$  verkippt zur schweren Achse ein (siehe auch Kapitel 4.2.4). Hierdurch ergibt sich eine weitere Reduktion um einen Faktor von ca. 1,1. Multipliziert man all diese Faktoren auf, liegt der resultierende Gesamtfaktor von 21 in der richtigen Größenordnung. Zur

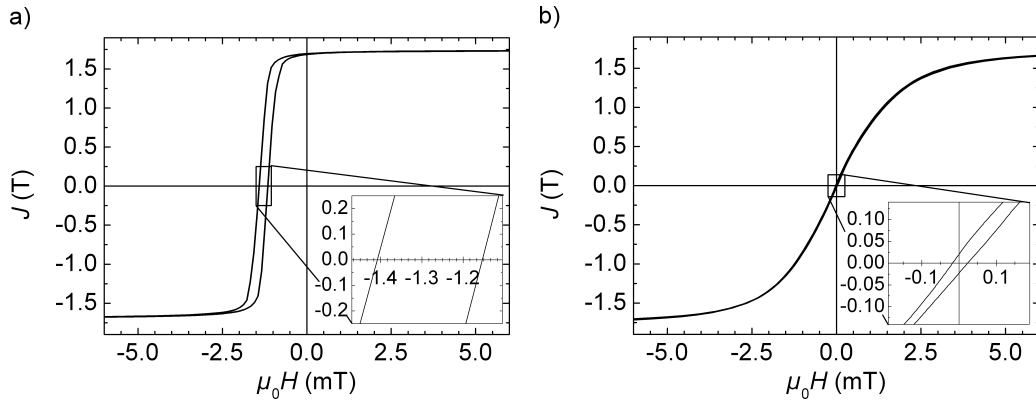
Steigerung des ME Koeffizienten wurde daher die Verwendung eines anderen magnetostruktiven Materials untersucht, wie im folgenden Abschnitt erläutert wird.

## 4.2 Das Schichtsystem Mn-Ir / Fe-Co-Si-B

In diesem Abschnitt wird der Transfer der vorangegangenen Ergebnisse mit kristallinem Fe-Co als ferromagnetische Phase auf das amorphe ferromagnetische Fe-Co-Si-B behandelt. Für dieses Material wurden ebenfalls Schichtsysteme mit variierten Dicken der ferromagnetischen Phase präpariert, um den reziproken Zusammenhang zu evaluieren. Es wurden einzelne und mehrfach wiederholte Sequenzen der Abfolge 5 nm Ta / 3 nm Cu / 8 nm Mn-Ir / x nm Fe-Co-Si-B ( $5 \leq x \leq 500$ ) hergestellt und untersucht. Im Folgenden werden zunächst die Ergebnisse der magnetischen Charakterisierung sowie die Weiterführung zum magnetoelektrischen Verbundsensor behandelt.

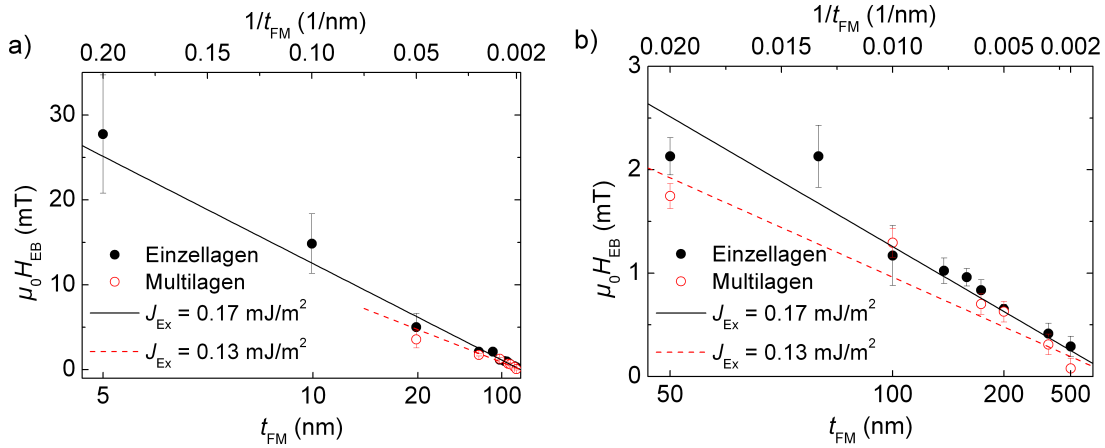
### 4.2.1 Magnetisierungskurven und Magnetostriktion

Wie bei Einzellagen aus Fe-Co-Si-B [Grev 10a] wurden die Schichtsysteme mit der amorphen magnetostruktiven Phase nach der Abscheidung für 30 min bei 250 °C im Magnetfeld ausgelagert. Die Temperatur ist so gewählt, dass das Exchange Bias definiert wird [Fuke 97], aber das Fe-Co-Si-B nicht auskristallisiert, wie es für ähnliche amorphe Materialien, wie Fe-Co-B, bekannt ist [Guti 03]. Sowohl die einzelne als auch die wiederholten Schichtsequenzen zeigten ein deutliches Exchange Bias, wie in Abbildung 4.12 a) zu erkennen ist. In Abbildung 4.12 sind exemplarisch die Magnetisierungskurven der wiederholten Sequenz 10x (5 nm Ta / 3 nm Cu / 8 nm Mn-Ir / 100 nm Fe-Co-Si-B) in leichter und harter Richtung zu sehen. Die verschobenen Koerzitivfelder gleichen Flussdichten von  $-1,41$  mT bzw.  $-1,15$  mT, was einem Exchange Bias Feld einer Flussdichte von  $\mu_0 H_{EB} = -1,28$  mT entspricht. Im Kurvenverlauf sind keine Stufen zu erkennen, so dass man auf ein kontinuierliches Ummagnetisierungsverhalten der Schichten rückschließen kann. Entlang der harten Achse zeigt die Magnetisierungskurve einen Nulldurchgang und weist Sättigung bei Flussdichten von etwa 6 mT auf. Das totale Anisotropiefeld  $H_{K,tot}$  entspricht einer Flussdichte von 1,6 mT. Die Ergebnisse zeigen, dass die durchgeführte Temperaturbehandlung, die zur Definition der *uniaxialen* Anisotropie des Fe-Co-Si-B verwendet wird, ebenfalls geeignet ist, die mittels Exchange Bias etablierte *unidirektionale* Anisotropie zu definieren. Die Prozessparameter für Anlissdauer und Haltezeit (30 min bei 250 °C) werden daher für die Temperaturbehandlung mit einem Magnetfeld verwendet. Die Flussdichte von 90 mT ist erheblich höher als das entsprechende Sättigungsfeld des Fe-Co-Si-B. Zur Untersuchung der Schichtdickenabhängig-



**Abbildung 4.12:** Abbildung a) und b) zeigen jeweils die Magnetisierungskurven des Schichtsystems 10 x (5 nm Ta / 3 nm Cu / 8 nm Mn-Ir / 100 nm Fe-Co-Si-B, die parallel bzw. senkrecht zum Exchange Bias aufgenommen wurden. Nach der Temperaturbehandlung im Magnetfeld (30 min bei 250 °C) ist ein wohl definiertes Exchange Bias entlang der leichten Richtung zu erkennen. Senkrecht hierzu gemessen ist ein typisches Magnetisierungsverhalten entlang der schweren Richtung zu identifizieren.

keit wird die Dicke der Fe-Co-Si-B Schicht für die einfache Sequenz von 5 nm bis 500 nm variiert. Die wiederholten Sequenzen variieren in der Schichtdicke von 20 nm bis 500 nm. Abbildung 4.13 zeigt die Flussdichte des Exchange Bias Felds in Abhängigkeit der Fe-Co-Si-B Schichtdicke. Abbildung 4.13 a) zeigt die Ergebnisse des gesamten untersuchten Intervalls, während in Abbildung 4.13 b) detailliert die Ergebnisse für höhere Schichtdicken von 50 nm und 500 nm darstellt. Die Ergebnisse zeigen, dass auch das amorphe magnetostruktive Material Fe-Co-Si-B in dem dargestellten Bereich von 5 nm bis 500 nm eine reziproke Abhängigkeit des Exchange Bias Feldes zu der Schichtdicke der ferromagnetischen Schicht  $t_{FM}$  aufweist. Für Schichten bis 75 nm sind der Betrag und die Streuung der Exchange Bias Felder relativ hoch, da der Exchange Bias Effekt über die Grenzfläche vermittelt wird und die Dicke der ferromagnetischen Schicht einen höheren Einfluss auf dünne Einzellagen, verglichen zu dickeren Multilagen, bewirkt. Die dickeren ferromagnetischen Schichten oberhalb 100 nm, die von höherer technischer Relevanz sind, zeigen eine geringere Streuung der Messwerte. Zudem ist zu erkennen, dass die Exchange Bias Felder der Multilagensysteme, die mit ferromagnetischen Lagen ab 50 nm Schichtdicke präpariert wurden, ebenfalls ein reziprokes Verhalten aufweisen. Die Austauschenergiedichte  $J_{Ex}$  der Einzelsequenzen wurde mittels Fit bestimmt und beträgt bei einer Sättigungspolarisation des Fe-Co-Si-B von 1,7 T (vgl. Abbildung 4.12)  $0,17 \text{ mJ m}^{-2}$ . In den mehrfach wiederholten Schichtabfolgen ergibt sich  $J_{Ex} = 0,13 \text{ mJ m}^{-2}$ . Somit sind die Austauschenergiedichten gegenüber dem kristallinen Fe-Co um 23% bzw. 35% verringert. Es fällt außerdem auf, dass die Exchange Bias



**Abbildung 4.13:** Betrag der Exchange Bias Felder in Abhängigkeit von der Dicke der Fe-Co-Si-B-Schicht  $t_{FM}$ . Für Einzellagen und wiederholte Sequenzen ist eine reziproke Abhängigkeit von der Schichtdicke zu beobachten. Abbildung a) verdeutlicht, dass diese Abhängigkeit für die untersuchten Schichtdicken des Fe-Co-Si-B von 5 nm bis 500 nm erhalten ist. Abbildung b) zeigt die reziproke Schichtdickenabhängigkeit im Detail für Dicken von 50 nm bis 500 nm.

Felder der amorphen Multilagensysteme ebenfalls eine Tendenz zeigen geringfügig kleiner zu sein. Dies kann an der geringeren Texturierung der oberen Schichten liegen, was bereits in den strukturellen Untersuchungen des Fe-Co Multilagensystem in Kapitel 4.1.1 erkenntlich wurde.

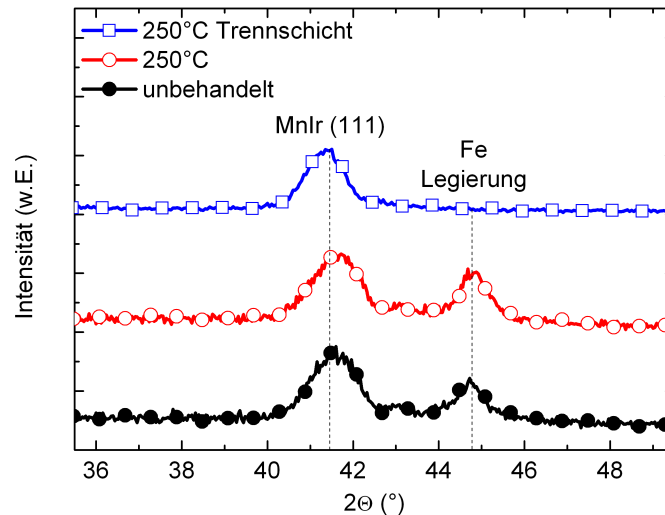
Verglichen mit der Literatur ist durch das Weglassen einer kristallinen Vermittlerschicht eine Verminderung des Exchange Bias Feldes von ca. 75% zu erwarten [Suzu 04]. Die vorliegenden Ergebnisse des Fe-Co-Si-B zeigen jedoch deutlich höhere Exchange Bias Felder. Da die Textur der unterliegenden Schicht die Pinningeigenschaften des amorphen Ferromagneten stark beeinflusst, ist die Grenzfläche zwischen dem Mn-Ir und Fe-Co-Si-B von besonderem Interesse und wird im folgenden Abschnitt untersucht und diskutiert.

#### 4.2.2 Strukturelle Eigenschaften und Einfluss der Keimschicht

Zur Untersuchung der Grenzfläche zwischen dem texturierten Mn-Ir und dem Fe-Co-Si-B wurden Systeme mit direkter Kopplung zwischen diesen Schichten mit entkoppelten Schichtsystemen verglichen. Das erste System besteht aus einer Sequenz aus 10x (6 nm Ta / 3 nm Cu / 9 nm Mn-Ir / 100 nm Fe-Co-Si-B) mit direkter Kopplung zwischen Mn-Ir und Fe-Co-Si-B. Das andere System mit der Schichtfolge 10x (6 nm Ta / 3 nm Cu / 9 nm Mn-Ir / 3 nm Ta / 100 nm Fe-Co-Si-B) beinhaltet eine zusätzliche 3 nm Zwischenschicht aus Ta, die das texturierte Mn-Ir vom amorphen Fe-Co-Si-B trennt.

Beide Systeme wurden im Magnetfeld bei 250 °C für 30 min ausgelagert.

Die Systeme wurden per Röntgendiffraktometrie in einer Theta-Theta Geometrie untersucht. In den gezeigten Diffraktogrammen in Abbildung 4.14 sind die Ergebnisse

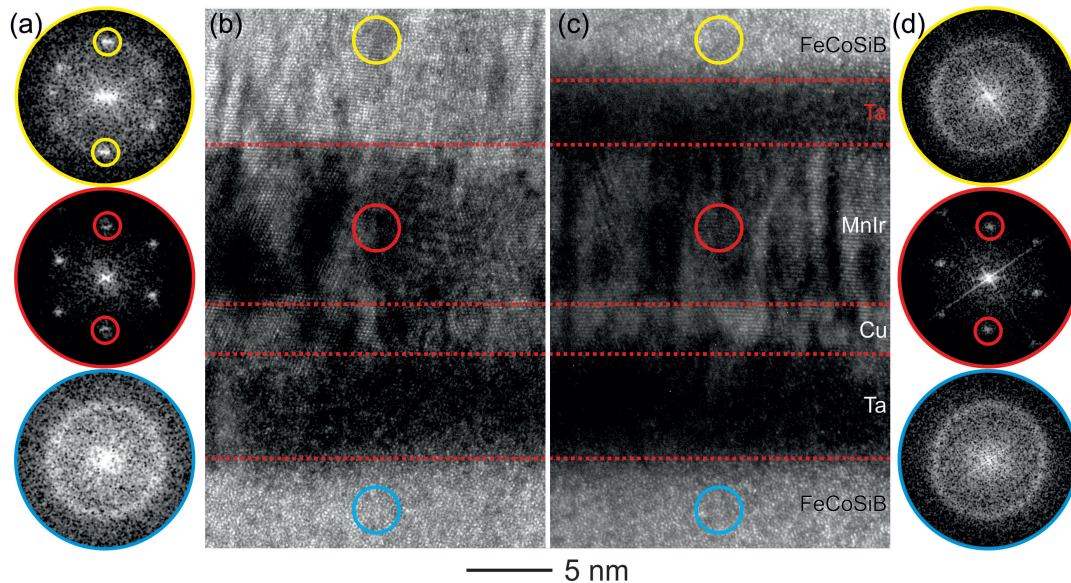


**Abbildung 4.14:** Diffraktogramme des Schichtsystems 10x (6 nm Ta / 3 nm Cu / 9 nm Mn-Ir / 100 nm Fe-Co-Si-B) im unbehandelten Zustand und nach einer Temperaturbehandlung bei 250 °C für 30 min. Es sind keine signifikanten Unterschiede zwischen diesen Zuständen zu erkennen. Das Diffraktogramm des Schichtsystem 10x (6 nm Ta / 3 nm Cu / 9 nm Mn-Ir / 3 nm Ta / 100 nm Fe-Co-Si-B) zeigt den Zustand nach der gleichen Temperaturbehandlung. Die Abwesenheit des Peaks bei 45° deutet auf eine begünstigte Kristallisation durch Grenzfläche zwischen Mn-Ir und Fe-Co-Si-B hin.

dreier unterschiedlich behandelte Systeme gezeigt. Die schwarze Kurve (markiert mit ●) zeigt die Messung des Schichtsystems 10x (6 nm Ta / 3 nm Cu / 9 nm Mn-Ir / 100 nm Fe-Co-Si-B) nach der Abscheidung. Hier sind zwei charakteristische Intensitätserhöhungen zu erkennen. Der Peak bei dem Winkel  $2\theta = 41,25^\circ$  ist, wie in den vorher gezeigten Diffraktogrammen, den Mn-Ir (111) Ebenen zuzuordnen. Der Zweite im Winkelbereich um  $45^\circ$  herum kann einer Legierung des Eisens mit Kobalt bzw. seinen intermetallischen Silizid-Phasen zugeordnet werden. Die rote Kurve (○) zeigt die Messung der selben Probe nach der Temperaturbehandlung. Es sind keine auffälligen Unterschiede zur ungeheizten Probe zu erkennen, im Gegensatz zur dritten, blauen Kurve (□). Diese zeigt die Messung des 10x (6 nm Ta / 3 nm Cu / 9 nm Mn-Ir / 3 nm Ta / 100 nm Fe-Co-Si-B) Schichtsystems nach der Temperaturbehandlung. Hier ist nur der Mn-Ir (111) Peak zu beobachten. Da die gezeigte Probe mit Ta-Zwischenschicht trotz ihrer Tempe-



raturbehandlung, die die Kristallisation begünstigen sollte, keine weiteren Peaks zeigt, wird auf die Darstellung der Messung der ungeheizten Probe verzichtet, da durch diese keine neue Erkenntnis zu erwarten ist. Die zusätzliche Ta Zwischenschicht verhindert offensichtlich die Kristallisation der eisenhaltigen Phase. Das Vorkommen des Mn-Ir Peaks in allen Messungen ist durch die Präsenz von Mn-Ir Lagen mit gleichen Schichtdicken in allen untersuchten Systemen begründet. Da sich in der Röntgendiffraktometrie



**Abbildung 4.15:** Die HRTEM Aufnahmen der Schichtsysteme 10x (6 nm Ta / 3 nm Cu / 9 nm Mn-Ir / (3 nm Ta) / 100 nm Fe-Co-Si-B) zeigen Unterschiede in den FeCoSiB Schichten. Während die Fe-Co-Si-B Schicht mit Grenzfläche zum Mn-Ir kristalline Bereiche aufweist, die auch durch deutliche Intensitätsmaxima in der zugehörigen FFT zu erkennen sind, ist die Fe-Co-Si-B Schicht, die auf Tantal aufwächst, amorph. (Aufnahmen von Viktor Hrkac)

das erfasste Probenvolumen über die gesamte Schicht mitsamt Substrat erstreckt, kann keine Aussage darüber getroffen werden, in welchem Maße das Fe-Co-Si-B im kristallinen Zustand vorliegt. Daher wird auch hier die Mikrostruktur lokal mittels hochauflösender TEM-Aufnahmen untersucht. Die TEM Proben wurden für beide Schichtsysteme im ungeheizten Zustand präpariert. Im linken Teil der Abbildung 4.15 a,b) sind ein Ausschnitt des Schichtsystems ohne die Ta-Zwischenschicht sowie Fouriertransformationen der markierten Bereiche zu sehen. Auf der rechten Seite in Abbildung 4.15 c,d) ist dies für das Schichtsystem mit der zusätzlichen Ta-Trennschicht abgebildet. Die unterste Schicht ist in beiden Fällen amorphes Fe-Co-Si-B. Neben der fehlenden Fernordnung im Realraum (Abbildung 4.15 b) und c)) zeigen auch die Fouriertransformationen (blaue Kreise) keine identifizierbaren Intensitätsmaxima. Jedoch sieht man in beiden Fällen im Detail, dass die Abscheidung von Ta / Cu auf amorphes Fe-Co-Si-B ein texturiertes Wachstum des

Mn-Ir ermöglicht. Die Fouriertransformierten der Mn-Ir Schicht (rote mittlere Kreise) ermöglichen die Identifizierung der Wachstumsrichtung entlang der (111) Ebenen. In den oberen Fe-Co-Si-B Schichten erkennt man deutliche Unterschiede zwischen den Proben mit und ohne Ta-Zwischenschicht.

In der linken Abbildung (ohne die Zwischenschicht aus Tantal) sind mehrere kristalline Bereiche im Fe-Co-Si-B ersichtlich. Diese sind ebenfalls in der Fouriertransformierten (Abbildung 4.15 a) gelber Kreis) zu entnehmen. Hier sind mehrere diffuse Punkte zu erkennen, die verschiedenen Ebenen und Orientierungen zum Substrat im Realraum entsprechen. In der rechten Abbildung ist die Schicht an der Grenzfläche weiterhin amorph. Hier zeigt die Fouriertransformation mangels Fernordnung keine identifizierbaren Punkte.

Der polykristalline Bereich der Fe-Co-Si-B Phase weitet sich weniger als 20 nm (beginnend von der Mn-Ir Schicht) aus und geht dann in ein amorphes Gefüge über. Der amorphe Anteil ist in beiden HRTEM-Abbildungen 4.15 b und c) an der Grenzfläche zum Ta zu erkennen. Die fehlenden markanten Punkte in den zugehörigen Fouriertransformationen (blaue untere Kreise) bestätigen ebenfalls den amorphen Charakter.

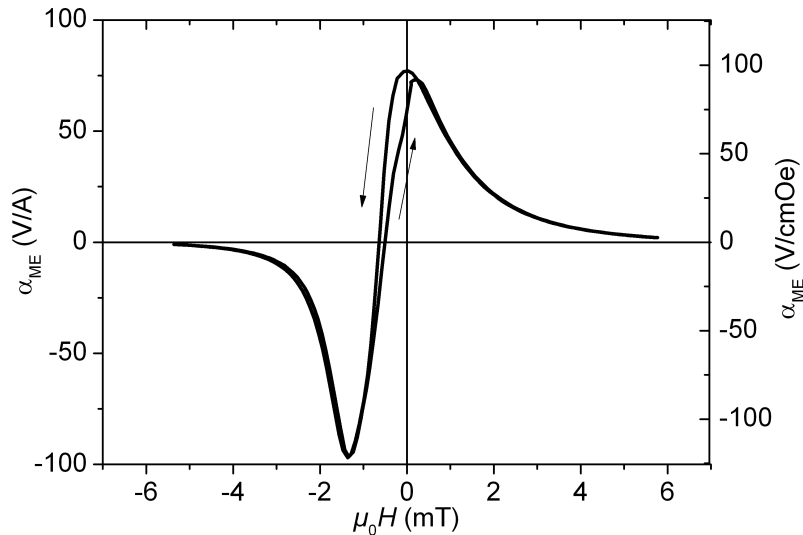
**Zwischenfazit** Die strukturellen Untersuchungen zeigen mit beiden Methoden bereits nach der Abscheidung die Präsenz von kristallinen Bereichen im Fe-Co-Si-B an der Grenzfläche zum darunterliegenden Mn-Ir. Wird eine dünne Schicht aus Tantal vor der Fe-Co-Si-B Schicht abgeschieden, sind keine Kristallite im Material vorhanden. Die vorliegende beginnende Kristallisation ist bei vergleichbaren amorphen magnetostriktiven Materialien von einer Erhöhung der Sättigungsmagnetostriktion und des piezomagnetischen Koeffizienten begleitet [Quan 98]. Nach fortgeschrittener Kristallisation dieser Materialien wurde eine Erhöhung der Koerzitiv- und Sättigungsfelder beobachtet, was sich in einer Reduktion des piezomagnetischen Koeffizienten auswirkt. Die Ähnlichkeit der gezeigten Diffraktogramme vor und nach dem Ausklagern lässt schließen, dass die gewählte Art der Temperaturbehandlung (im Gegensatz zu den Eigenschaften des Exchange Bias) nur wenig Einfluss auf das Gefüge der Fe-Co-Si-B Schicht und hat. Somit ist durch die gewählten Parameter des Auslagerungsschrittes keine unerwünschte Reduktion des piezomagnetischen Koeffizienten zu erwarten.

### 4.2.3 Magnetoelektrische Eigenschaften

Um die magnetoelektrischen Eigenschaften dieses Materials zu bestimmen, wurde wie bei den vorhergehenden Ergebnissen an dem Schichtsystem Mn-Ir / Fe-Co ein Schichtsystem der Abfolge 8x (5 nm Ta / 3 nm Cu / 8 nm Mn-Ir / 130 nm Fe-Co-Si-B) auf

piezoelektrisches AlN (2  $\mu\text{m}$  dick) abgeschieden. Analog zur Prozedur im vorhergehenden Abschnitt wurde das Exchange Bias bei einer Temperatur von 250  $^{\circ}\text{C}$  für 30 min mit einem Winkel von  $\Phi_{EB} = 70^{\circ}$  eingeprägt.

Die ME Kurve dieses Systems ist in Abbildung 4.16 zu sehen. Diese Probe zeigt

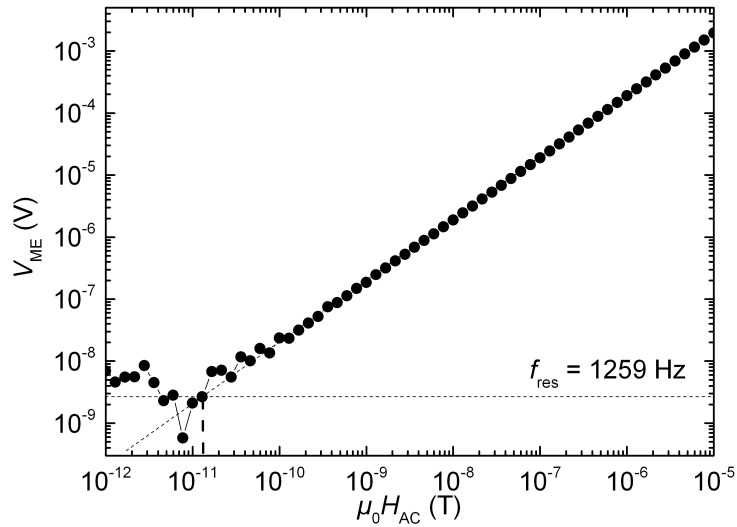


**Abbildung 4.16:** Fe-Co-Si-B Probe mit einer maximalen ME Antwort im Nullfeld. Das magnetostruktive Schichtsystem bestand aus 8x (5 nm Ta / 3 nm Cu / 8 nm Mn-Ir / 130 nm Fe-Co-Si-B) abgeschieden auf 2  $\mu\text{m}$  AlN. Der ME Koeffizienten im Nullfeld beträgt 77,4  $\text{V A}^{-1}$  bzw. 96,7  $\text{V cm}^{-1} \text{Oe}^{-1}$  in mechanischer Resonanz von 1197 Hz.

ebenfalls ein Spannungmaximum im Nullfeld und weist hier einen ME Koeffizienten von 77,4  $\text{V A}^{-1}$  bzw. 96,7  $\text{V cm}^{-1} \text{Oe}^{-1}$  in mechanischer Resonanz von 1197 Hz auf. Die höhere Effektgröße, die sich gegenüber dem Fe-Co-Schichtsystem um einen Faktor von 4,6 unterscheidet, kann auf drei Ursachen zurückgeführt werden. Zum Ersten unterscheiden sich die piezomagnetischen Koeffizienten, die in erster Näherung durch den Quotienten aus magnetoelastischem Kopplungskoeffizient  $b$  und dem totalen Anisotropiefeld  $H_{K,tot}$  beschrieben werden können. Das Fe-Co-Si-B-Schichtsystem weist einen magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten von 8,4 MPa (vgl. Anhang) und eine Flussdichte des totalen Anisotropiefeldes  $\mu_0 H_{K,tot}$  von 1,5 mT ([Lage 12]) auf. Der Quotient errechnet sich folglich zu 8,4 MPa/1,5 mT und ist somit gegenüber dem Schichtsystem aus Fe-Co mit 13,6 MPa/9,7 mT (vgl. Abschnitte 4.1.3 und 4.1.2) um einen Faktor 4,0 erhöht. Zum Zweiten ist die Dicke der magnetostruktiven von 800 nm auf 1040 nm erhöht und ergibt somit einen Faktor von 1,3. Der dritte Aspekt ist die Resonanzfrequenz die von 1011,5 Hz auf 1197 Hz erhöht wurde und so (durch die  $1/f$ -Abhängigkeit [Grev 10a])

einen Faktor 0,9 bewirkt. Der sich ergebende Gesamtfaktor von 4,7 entspricht somit in guter Näherung dem beobachteten Faktor von 4,6.

Weiterhin wurde die Detektionsgrenze dieses Sensors untersucht (vgl. Kapitel 3.5.1). Abbildung 4.17 zeigt die zugehörige Messung. Das Anregungsfeld ist auf die mechani-



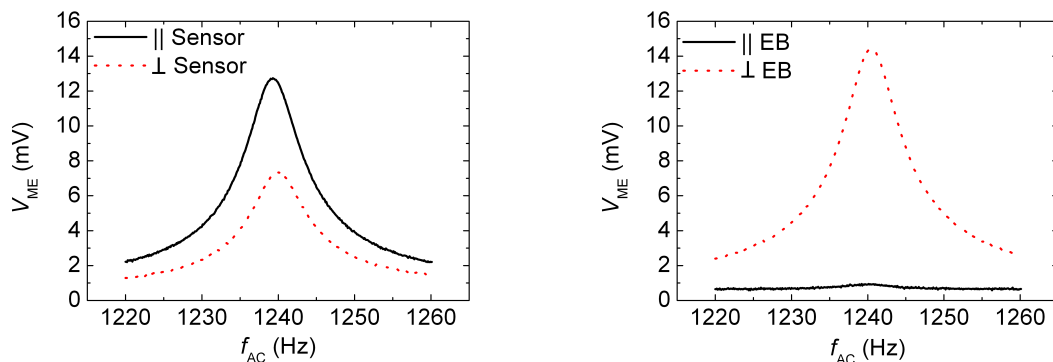
**Abbildung 4.17:** Messung der Detektionsgrenze eines Fe-Co-Si-B basierten Sensors mit dem Schichtsystem 8x (5 nm Ta / 3 nm Cu / 8 nm Mn-Ir / 130 nm Fe-Co-Si-B). Das Anregungsfeld entspricht der mechanischen Resonanzfrequenz des Sensors von 1259 Hz. Die Streuung der Messwerte setzt bei ca. 100 pT ein. Unterhalb von 10 pT ist das Sensorsignal von Rauschen überdeckt. (Messung von Robert Jahns)

sche Resonanzfrequenz des Biegebalkensensors angepasst und beträgt nach der festen Montage auf dem Probenhalter 1259 Hz. Bei Verringerung der Anregungsamplitude verhält sich der Sensor über (die hier gezeigten) sechs Größenordnungen linear. Ab ungefähr 100 pT setzt die Streuung des Signals ein, bis unterhalb der Detektionsgrenze von 10 pTHz<sup>-1/2</sup> das Signal schließlich vollständig vom Rauschen überdeckt ist. Vergleichbare ME Dünnschichtkomposite, die zu dieser Zeit hergestellt wurden und über keine integrierten Haltefelder verfügen, wiesen geringfügig niedrigere Detektionsgrenzen von 5,4 pTHz<sup>-1/2</sup> bis 7,1 pTHz<sup>-1/2</sup> auf [Jahn 11, Jahn 13a]. Diese Detektionsgrenzen liegen somit in der selben Größenordnung. Jedoch konnten diese nur in Anwesenheit eines Stützfeldes einer Flussdichte von ca. 0,7 mT erreicht werden.

#### 4.2.4 Anisotropieeigenschaften

Durch die Empfindlichkeit im Nullfeld, die durch das Exchange Bias erreicht wurde, kann der ME Sensor ohne statische Haltefelder beliebig zum Anregungsfeld ausgerichtet werden. Dies ermöglicht die Bestimmung der Empfindlichkeit in Abhängigkeit von der Orientierung des Sensors zum magnetischen Wechselfeld. Durch eine Verdrahtung, die neben dem Probenhalter und seiner Klemmvorrichtung fixiert ist, ist die Montage so gewählt, dass der Einfluss der Verkabelung auf die Klemmvorrichtung durch Bewegung während der Messung vermindert wird. Somit ist auch gewährleistet, dass sich die Verschiebung der mechanischen Resonanz des Sensors durch die Neupositionierung während der Messung verringert und für die im Folgenden gezeigte Probe nur ca. 0,2% beträgt.

Abbildung 4.18 zeigt den Frequenzverlauf eines ME Sensors, mit einem Schichtsystem aus 8x (5 nm Ta / 3 nm Cu / 8 nm Mn-Ir / 130 nm Fe-Co-Si-B). Das Wechselfeld mit einer Flussdichte von 0,1 mT ist in Abhängigkeit von der Orientierung zwischen Sensor und Anregungsfeld aufgetragen. Liegen Längsachse des Sensors und Anregungsfeld parallel



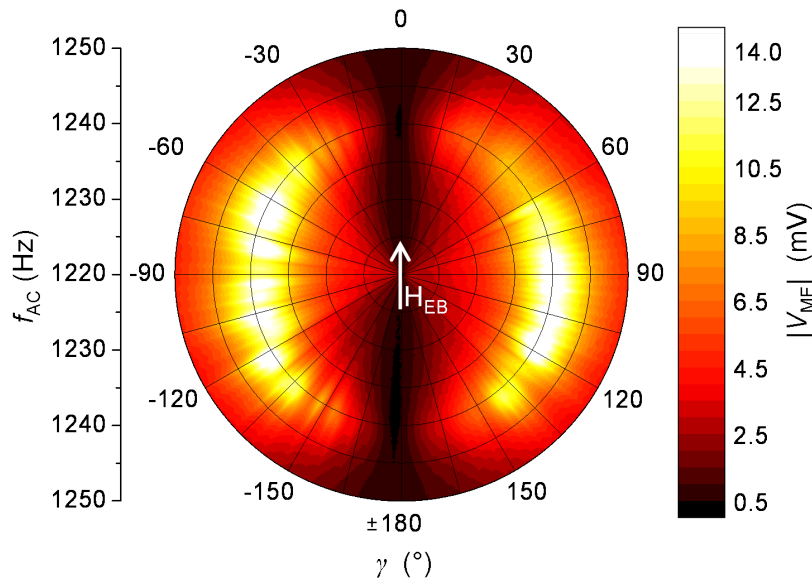
**Abbildung 4.18:** Frequenzverlauf im Nullfeld mit verschiedenen Orientierungen des Anregungsfeldes zum Sensor. In Abbildung a) wird die Form des Biegebalkensensors als Referenzrichtung betrachtet, während in Abbildung b) die Lage des Exchange Bias als Referenzrichtung betrachtet wird.

zueinander, beträgt die maximale Spannung bei einer Frequenz von 1240 Hz ungefähr 12,5 mV, was bei einer 2  $\mu\text{m}$  dicken AlN Schicht einem ME Spannungskoeffizienten von  $50 \text{ V A}^{-1}$  bzw.  $62,5 \text{ V cm}^{-1} \text{ Oe}^{-1}$  entspricht. Ist der Sensor senkrecht zum Wechselfeld angeordnet, beträgt die Spannungsantwort bei gleicher Frequenz ca. 7,5 mV ( $30 \text{ V A}^{-1}$  bzw.  $37,5 \text{ V cm}^{-1} \text{ Oe}^{-1}$ ). Die Signalstärken unterscheiden sich also für diese Richtungen um einen Faktor 0,6.

Wird statt der Form des Sensors die Richtung der induzierten Anisotropie als Referenzrichtung verwendet, zeigen die Messungen parallel und senkrecht zum Exchange Bias

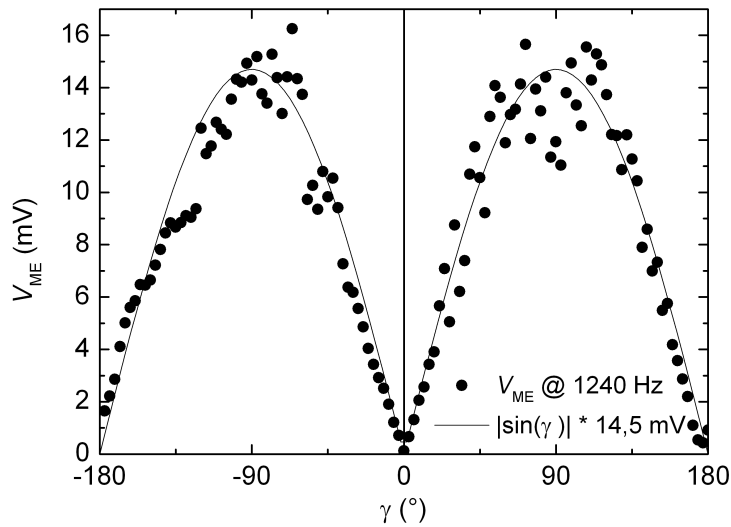
bei gleicher Frequenz magnetolektrische Spannungen von ca. 1 mV, bzw. 14,5 mV (vgl. Abbildung 4.18 b)). Die richtungsabhängige Antwort unterscheidet sich also um den wesentlich höheren Faktor 14,5. Folglich eignet sich diese Anordnung, um die Richtung des magnetischen Anregungsfeldes zu identifizieren.

Eine vollständige Messung der Richtungsempfindlichkeit des Sensors ist in Abbildung 4.19 zu sehen. In dem Graphen ist der Winkel zwischen der Richtung des Exchange Bias



**Abbildung 4.19:** 360° Charakterisierung eines ME Sensors mit Exchange Bias aus 121 Einzelmessungen. Mit  $\gamma$  wird der Winkel zwischen der Richtung des Exchange Bias und dem externen magnetischen Wechselfeld bezeichnet. Liegt das Anregungsfeld parallel zum Exchange Bias ist die Sensorantwort minimal. Sind Exchange Bias und Anregungsfeld senkrecht zueinander, ist die Antwort maximal.

und der Achse des Wechselfelds als  $\gamma$  definiert. Die Winkeldifferenz zwischen den einzelnen Messungen beträgt 3°. Das Frequenzintervall des Anregungsfeldes von 1220 bis 1250 Hz ist in der Polardarstellung von Innen nach Außen aufgetragen. Die ME Spannung  $V_{ME}$  ist farblich, der nebenstehenden Skala entsprechend, kodiert. In Übereinstimmung zu den oben gezeigten Ergebnissen ist die Sensorantwort für  $\gamma = 0^\circ$  und  $180^\circ$  minimal, also wenn das Anregungsfeld parallel zum Exchange Bias liegt. Senkrecht hierzu ist die Antwort maximal. Die ME Spannungen zwischen diesen Extrema folgt dem Betrag einer sin-Funktion, wie es ebenfalls Abbildung 4.20 zu entnehmen ist, die einen Ausschnitt der Messung in Form der gemessenen ME Spannung bei einer fixen Frequenz von 1240 Hz in Abhängigkeit des Winkels  $\gamma$ . Durch die Lage der Spannungsmaxima ist zu erkennen, dass die Resonanzfrequenz für jede Richtung um 1240 Hz liegt mit einer Abweichung von  $\pm 2$  Hz. Trotz der Streuung der gemessenen ME Spannungen ist der Verlauf der



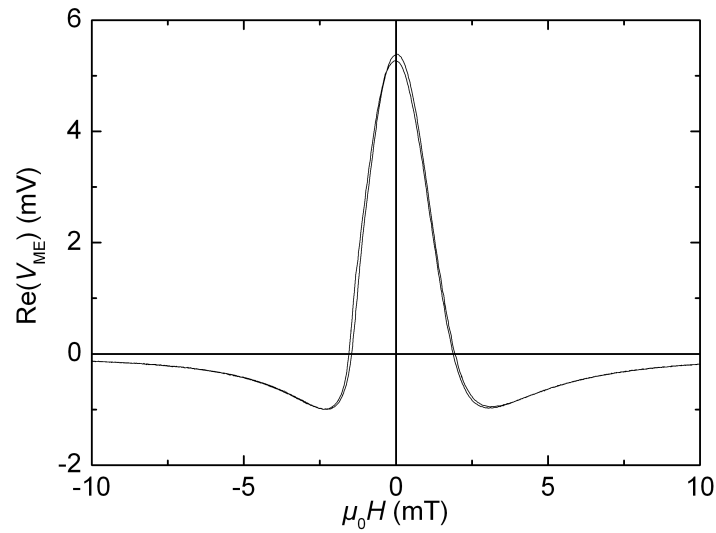
**Abbildung 4.20:** Winkelabhängige Antwort des oben gezeigten ME Sensors bei einer festen Frequenz von 1240 Hz.

sin-Funktion ersichtlich.

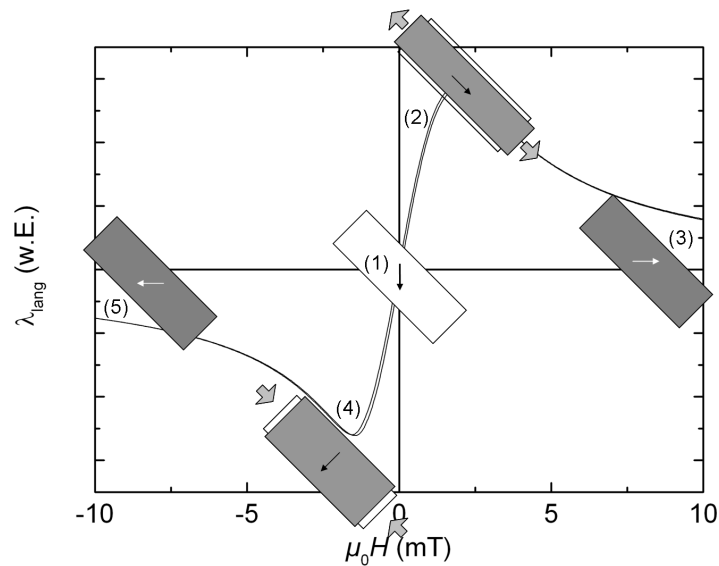
Die ME Spannung in Abhängigkeit des statischen Haltefeldes mit dem Anregungsfeld senkrecht zur *unidirektionalen* Anisotropierichtung ist für einen ähnlichen Sensor mit einem Schichtsystem aus 10x (5 nm Ta / 3 nm Cu / 8 nm Mn-Ir / 100 nm Fe-Co-Si-B) in Abbildung 4.21 gezeigt. Zur Vereinfachung der Geometrie wird die durch Exchange Bias induzierte Anisotropie  $45^\circ$  zur Längsachse etabliert. Das angelegte Wechselfeld mit einer Amplitude von  $10 \mu\text{T}$  und einer Frequenz, passend zur mechanischen Resonanz, von 669 Hz, ist hierfür parallel zum variierten Haltefeld überlagert.

Die ME Spannungskurve zeigt ebenfalls ein Maximum im Nullfeld, verläuft aber, abgrenzend zu den vorherigen Beobachtungen in den Abbildungen 4.11 und 4.16, annähernd achsensymmetrisch und zeigt zwei Minima gleichen Niveaus bei jeweils  $-2,5 \text{ mT}$  und  $3 \text{ mT}$ . Für höhere Feldbeträge nähert sich die ME Spannung asymptotisch einer Spannung von  $0 \text{ V}$ .

Da sich die ME Spannung proportional zum piezomagnetischen Koeffizienten verhält, ist demzufolge die Integration des ME Spannungsverlaufs proportional zur Magnetostruktionskurve. Abbildung 4.22 zeigt den Verlauf der numerischen Integration der ME Spannung und spiegelt daher ein Maß der mechanischen Spannung bzw. der Magnetostruktion entlang der Balkenachse wider. Die Gestalt der ME Kurve bzw. ihrer Integration lässt sich mit Hilfe der Skizzen in Abbildung 4.22 erklären. Man betrachtet im Folgenden die Dehnung des magnetostruktiven Materials  $\lambda_{\text{lang}}$  entlang der



**Abbildung 4.21:** Realteil der ME Spannung in Abhängigkeit des statischen Haltefeldes. Der Sensor weist das Schichtsystem 10x (5 nm Ta / 3 nm Cu / 8 nm Mn-Ir / 100 nm Fe-Co-Si-B) abgeschieden auf 2  $\mu\text{m}$  AlN. Das Anregungsfeld wurde senkrecht zur *unidirektionalen* Anisotropierichtung mit einer Amplitude von 10  $\mu\text{T}$  und einer Frequenz passend zur mechanischen Resonanz von 669 Hz angelegt.



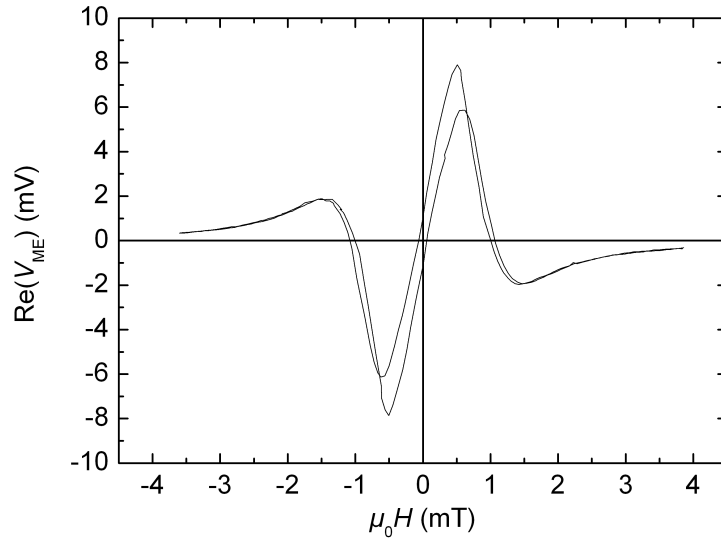
**Abbildung 4.22:** Integration des Kurvenverlaufs der ME Spannung. Das Anregungsfeld und das Biasfeld wurden senkrecht zur *unidirektionalen* Anisotropierichtung angelegt.



langen Biegebalkenachse. Die neutrale Phase liegt außerhalb des Komposits, so dass die mechanische Spannung in der piezoelektrischen Phase demzufolge proportional zu  $\lambda_{lang}$  ist. Der Fall der Abwesenheit eines statischen Feldes (1) legt die ursprüngliche, ungedehnte Abmessung des Komposits fest. Wird dieses Komposit einem positiven, statischen Magnetfeld ausgesetzt, wird in der Modellvorstellung angenommen, dass die Magnetisierung in Richtung der langen Biegebalkenachse rotiert und verursacht so entlang dieser eine Expansion. Wird das Feld erhöht, steigen  $\lambda_{lang}$  und somit die mechanische Spannung bis zum Maximum (2), in dem die Magnetisierung parallel zur Längsachse des Biegebalkens liegt, an. Nach Überschreitung dieses Zustands kippt die Magnetisierungsrichtung für noch höhere Feldstärken weiter in Richtung der Achse des statischen Feldes, was eine Annäherung an die Ausgangslänge bewirkt (3).

Für den Fall negativer Magnetfelder rotiert die Magnetisierung in die entgegengesetzte Richtung, begleitet von einer Kontraktion der Schicht. Ein Minimum (4) tritt auf, wenn die Magnetisierung senkrecht zur Biegebalkenachse liegt. Analog zu starken positiven Feldern, bewirken starke negative Felder eine Annäherung an die Ursprungslänge (5).

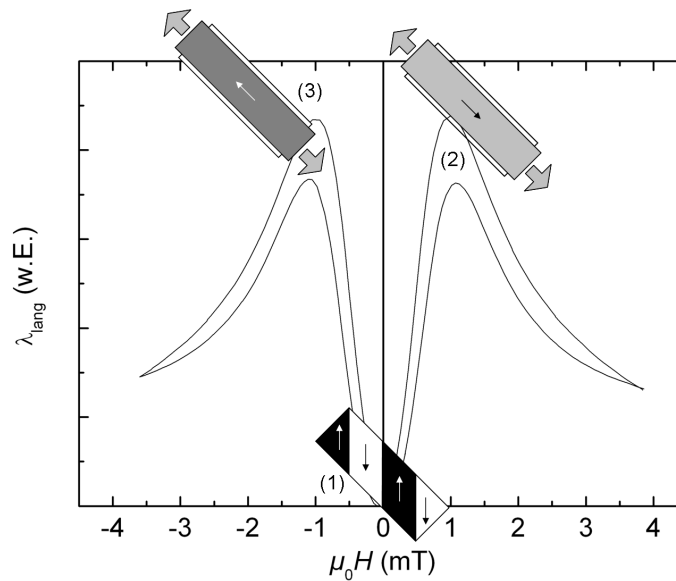
Um einen Vergleich zu ME Kompositen ohne Exchange Bias ziehen zu können, zeigt Abbildung 4.23 den Verlauf des Realteils der ME Spannung eines Komposits mit einer magnetostriktiven Schicht bestehend aus 3x (3 nm Cu / 8 nm Mn-Ir / 5 nm Ta / 333 nm Fe-Co-Si-B). Durch die Umkehrung der Keimschichten ist gewährleistet, dass keine Grenzfläche zwischen Mn-Ir und Fe-Co-Si-B und folglich kein Exchange Bias auftritt. Dieses magnetostriktive Schichtsystem weist mit insgesamt 1  $\mu\text{m}$  die gleiche Schichtdicke magnetostriktiven Materials auf, wie das System mit Exchange Bias. Durch die gleiche Temperaturbehandlung von 250 °C für 30 min, gefolgt von Feldkühlen in einem Magnetfeld einer Flussdichte von 90 mT wurde die Achse der *uniaxialen* Anisotropie ebenfalls mit einem Winkel von 45° zur Längsachse des Biegebalkens etabliert. Der Kurvenverlauf zeigt vier Extremwerte. Die dominanten Minima und Maxima mit Spannungen von ca.  $\pm 7$  mV treten bei Flussdichten von ungefähr  $\pm 0,5$  mT auf. Nach Nulldurchgängen bei 1,0 mT und  $-1,1$  mT folgen für Flussdichten von 1,4 mT und  $-1,5$  mT ein kleineres Maximum bzw. Minimum mit Spannungen um die  $\mp 2$  mV. Schließlich führt die weitere Erhöhung der Feldstärke ähnlich wie in Abbildung 4.21 zu einer asymptotischen Annäherung zur Nulllinie. Dieser annähernd zum Ursprung punktsymmetrische Verlauf der ME Spannung und somit auch des piezomagnetischen Koeffizienten von Kompositen mit 45° verkippter Anisotropieachse unterscheidet sich von den klassischen ME Dünnschichtkompositen mit ihrer Anisotropieachse senkrecht zur Längsachse im Vorkommen weiterer Extremwerte.



**Abbildung 4.23:** Realteil der ME Spannung für ein Komposit ohne Exchange Bias. Der Sensor weist das Schichtsystem 3x (3 nm Cu / 8 nm Mn-Ir / 5 nm Ta / 333 nm Fe-Co-Si-B) abgeschieden auf 2  $\mu\text{m}$  AlN. Das Anregungsfeld wurde senkrecht zur *uniaxialen* Anisotropierichtung mit einer Amplitude von 10  $\mu\text{T}$  und einer Frequenz von 669 Hz angelegt.

Durch die Integration des Kurvenverlaufs, dessen Ergebnis in Abbildung 4.24 zu sehen ist, wird erneut deutlich, dass sich durch die Magnetostriktion die Ausdehnung entlang der Längsachse  $\lambda_{lang}$  für große Feldstärken der Ursprungslänge annähert. Auffällig ist in dem Kurvenverlauf für  $\lambda_{lang}$ , dass trotz der 45° zur Längsachse verkippten induzierten magnetischen Anisotropieachse für Flussdichten um 0 mT keine Kontraktion zu beobachten ist, sondern ausschließlich Expansion. Durch die Abwesenheit der *unidirektionalen* Anisotropie (bzw. des Exchange Bias) sind beide Magnetisierungsorientierungen entlang der Anisotropieachse energetisch gleich günstig. Es kann daher, wie im Koordinatenursprung (1) in Abbildung 4.24 durch ein Streifendomänenmuster angedeutet, zur Streufeldminimierung in einer Ausbildung von Domänen mit lokalen Magnetisierungen parallel zur Anisotropieachse ausgegangen werden. Ein Maximum von  $\lambda_{lang}$  liegt vor, wenn die Magnetisierung der magnetostriktiven Phase unabhängig ihres Vorzeichens parallel zur Längsachse der Schicht ausgerichtet ist (vgl. Abbildung 4.22 Markierung (2+3)). Zur Untersuchung der Domänenkonfiguration dieses Schichtsystems wurden MOKE Aufnahmen getätigt, die in Abschnitt 4.2.5 gezeigt sind.

Um Magnetostruktionsmessungen an solchen Biegebalken aufzunehmen, die senkrecht zur Richtung des Exchange Bias Feldes stattfinden, ist es notwendig die Biegebalken-



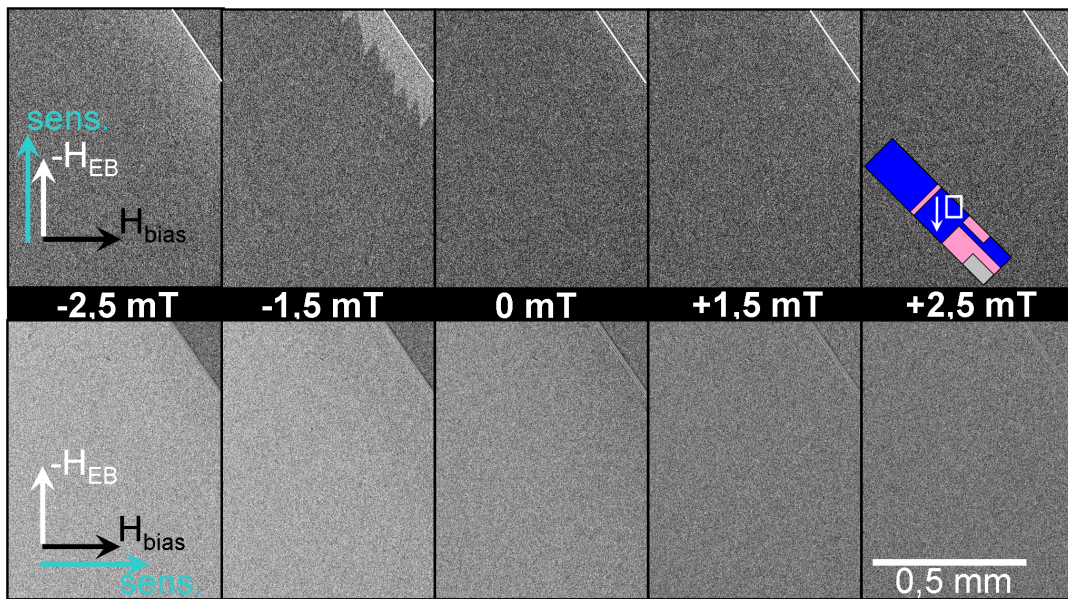
**Abbildung 4.24:** Integration des Kurvenverlaufs der ME Spannung des Systems ohne Exchange Bias. Das Anregungsfeld wurde senkrecht zur *uniaxialen* Anisotropieachse angelegt.

proben hochkant und um einen Winkel von  $45^\circ$  verkippt zu vermessen. Diese Art der Messung ist durch den in Kapitel 3.4.2 vorgestellten Messaufbau nicht gestattet und der apparative Aufwand zur Adaption konnte im Rahmen dieser Arbeit nicht geleistet werden. Die im folgenden Abschnitt gezeigten Magnetisierungskonfigurationen werden stattdessen zur Charakterisierung der Ummagnetisierungsprozesse der ME Dünnschichtkomposite untersucht und diskutiert.

#### 4.2.5 Verhalten der Magnetisierungskonfiguration

Das lokale Magnetisierungsverhalten wurde mit Hilfe von KERR-Mikroskopie ermittelt. Hierzu wurden ME Komposite mit einem magnetostriktiven Schichtsystem aus  $10\times$  (5 nm Ta / 3 nm Cu / 8 nm Mn-Ir / 100 nm Fe-Co-Si-B), gefolgt von einer 10 nm dicken Ta-Deckschicht als Oxidationsschutz, untersucht. Die Richtung der *unidirektionalen* Anisotropie ist hier um  $45^\circ$  zur Längsachse der Probe verkippt. Durch die Verwendung der Deckschicht kann eine Temperaturbehandlung im Magnetfeld an Atmosphäre ohne Beeinträchtigungen durch Oxidation der Oberfläche des Fe-Co-Si-B geschehen.

Die MOKE Aufnahmen, die in Abbildung 4.25 gezeigt sind, wurden während einer kontinuierlichen Veränderung der Flussdichte von  $-10$  mT über  $10$  mT zurück zu  $-10$  mT aufgenommen. Die gezeigten Aufnahmen sind im Randbereich eines ME Komposits ge-

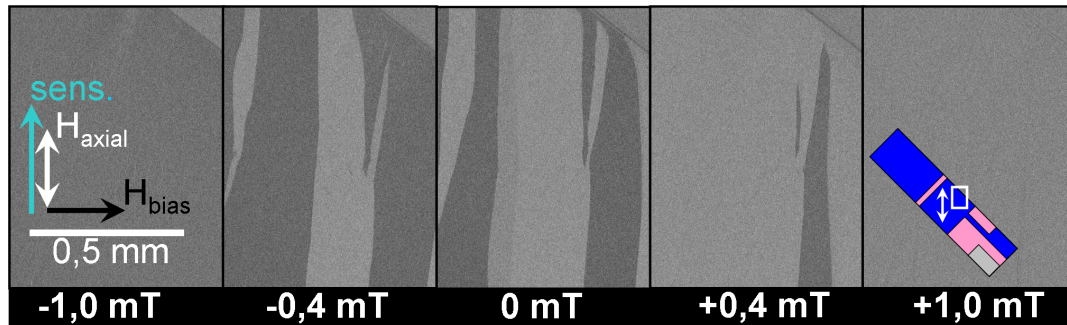


**Abbildung 4.25:** MOKE Untersuchungen an einem Exchange Bias ME Komposit mit 10x (5 nm Ta / 3 nm Cu / 8 nm Mn-Ir / 100 nm Fe-Co-Si-B) Fe-Co-Si-B. Der untersuchte Ausschnitt ist, wie rechts oben markiert, aus dem Randbereich des Sensors. Das Anregungsfeld wird senkrecht zum Exchange Bias Feld angelegt. In der oberen Reihe ist der Kontrast empfindlich auf Magnetisierungen parallel zum Exchange Bias Feld, in der unteren Reihe ist die Empfindlichkeit parallel zum Anregungsfeld ausgerichtet. (Aufnahmen von Necdet Onur Urs)

tätigt worden, wie in der Skizze im oberen rechten Teil in Abbildung 4.25 markiert. Die untere Reihe, mit der Empfindlichkeitsrichtung des MOKE-Signals senkrecht zum Exchange Bias Feld, zeigt einen kontinuierlichen Übergang der Magnetisierung ohne Bildung magnetischer Domänen. In der oberen Reihe ist der Kontrast insgesamt geringer und zeigt im Nullfeld ebenfalls keine Domänen. Für Flussdichten um  $-1,5\text{ mT}$  sind in der oberen Reihe im Randbereich Domänen zu erkennen, die etwa  $100\text{ }\mu\text{m}$  in das Zentrum der Schicht hineinreichen. In der unteren Reihe sind diese nicht zu erkennen. Folglich liegen die Hauptkomponenten der Magnetisierungsrichtungen parallel zur Achse des Exchange Bias Feldes.

Durch die kontinuierliche Veränderung des Kontrastes parallel zum Feld und der Begrenzung der Domänen auf den Randbereich wird das Schichtsystem näherungsweise als eindomänig betrachtet. Es folgt, dass der Ummagnetisierungsprozess für dieses System hauptsächlich durch Rotation der Magnetisierung geschieht. Die damit verbundene Verformung der magnetostriktiven Phase kann folglich qualitativ durch den berechneten Verlauf von  $\lambda_{\text{lang}}$  in Abbildung 4.22 beschrieben werden. Im Kontrast hierzu stehen die Komposite ohne Exchange Bias. Die Aufnahmen an dem Vergleichs-

system (3x (3 nm Cu / 8 nm Mn-Ir / 5 nm Ta / 333 nm Fe-Co-Si-B)) ohne Exchange Bias sind in Abbildung 4.26 gezeigt. Diese Untersuchungen fanden ebenfalls im Randbereich



**Abbildung 4.26:** MOKE Untersuchungen an einem ME Komposit mit 3x (3 nm Cu / 8 nm Mn-Ir / 5 nm Ta / 333 nm Fe-Co-Si-B) ohne Exchange Bias. Der untersuchte Ausschnitt ist, wie rechts markiert, aus dem Randbereich des Sensors. Die Anisotropieachse verläuft in der Abbildung hochkant, während das Anregungsfeld senkrecht hierzu angelegt wird. Der Kontrast ist empfindlich auf Magnetisierungen parallel zur Anisotropieachse. (Messungen von Necdet Onur Urs)

der Probe statt, wie in der Skizze rechts in Abbildung 4.26 zu entnehmen ist. Die gezeigten Aufnahmen wurden während einer kontinuierlichen Rampe der Flussdichte von  $-10\text{ mT}$  bis  $10\text{ mT}$  aufgenommen. Die Polarisationsrichtung wurde so eingestellt, dass der maximale Kontrast durch antiparallele Magnetisierungen entlang der induzierten Anisotropieachse erreicht wird.

Entsprechend den Beobachtungen und Überlegungen des errechneten Feldverlaufs von  $\lambda_{lang}$  aus Abbildung 4.24 sind die Domänenkonfigurationen für Flussdichten von  $-1\text{ mT}$  bis  $1\text{ mT}$  im Detail gezeigt. Im Nullfeld sind Streifendomänen zu erkennen. Obwohl das Anregungsfeld senkrecht zur *uniaxialen* Anisotropieachse angelegt ist und somit für beide Domärentypen idealerweise eine Ummagnetisierung durch Rotation bewirken sollte, ist ein feldrichtungsabhängiges Wachstum der Domänen zu erkennen (vgl. Domänenkonfiguration bei  $-0,4\text{ mT}$  und  $0,4\text{ mT}$  in Abbildung 4.26). Dies kann durch die Formanisotropie der strukturierten Fe-Co-Si-B Schicht ( $2\text{ mm}$  zu  $7\text{ mm}$ ) erklärt werden. Sie bewirkt eine Verzerrung des Magnetfeldes in der hochpermeablen Schicht, die in Komponenten parallel bzw. antiparallel zur lokalen Magnetisierung resultiert.

Für Flussdichten von  $-1\text{ mT}$  und  $1\text{ mT}$ , die mit den jeweiligen Maxima von  $\lambda_{lang}$  verknüpft sind, sind jeweils eindomänige Zustände erkennbar, die durch unterschiedliche Kontraste unterschiedliche Orientierungen aufweisen.

**Zwischenfazit:** In der präsentierten Anordnung gelingt es durch die Anregung senkrecht zum Exchange Bias den Wendepunkt der Magnetostruktionskurve in das Nullfeld zu verschieben. Dies spiegelt sich in der Lage des Maximum der ME Spannungskurve in Abbildung 4.21 wider. Bei Abwesenheit verschieden ausgerichteter magnetischer Domänen (vgl. Abbildung 4.25) erfolgt der Ummagnetisierungsprozess direkt durch Rotation der Magnetisierung. Diese bewirkt in der vorliegenden Geometrie eine direkte Änderung des Spannungszustands, dessen Vorzeichen durch die Feldrichtung bestimmt ist (vgl. Abbildung 4.22). Ferner tritt bei einer Ummagnetisierung, die ausschließlich durch Rotation der Magnetisierung geschieht, keine Domänenwandbewegung auf. Als Folge sind die damit verbundenen BARKHAUSEN-Sprünge eliminiert, die eine wichtige Rauschquelle in ME Kompositen darstellen. Dies ist insbesondere in der Nutzung des Frequenzumsetzungsverfahrens relevant, da das hierfür genutzte wechselnde Haltefeld die magnetostriktive Phase des ME Komposits ständig ummagnetisiert [Jahn 13a].

In den Kompositen ohne Exchange Bias stellt sich für kleine Felder eine Ausbildung von Domänen ein. Dies verursacht eine Ummagnetisierung durch Domänenwandbewegung und führt zur Präsenz von BARKHAUSEN-Rauschen. Außerdem bewirken Magnetfelder, die senkrecht zu den unterschiedlich orientierten Magnetisierungen der Domänen angelegt werden, ausgehend vom Nullfeld in Kombination mit der Formanisotropie eine feldrichtungsunabhängige Ausdehnung der magnetostriktiven Schicht entlang der Längsachse. Als Folge tritt der maximale piezomagnetische Koeffizient außerhalb des Nullfeldes auf.

Wird der Winkel zwischen der mittels Exchange Bias induzierten Anisotropie und dem anregenden Wechselfeld variiert, folgt die im Nullfeld abgegriffene ME Spannung dem Verlauf einer sin-Funktion, wie in Abbildung 4.20 zu erkennen ist. Diese Richtungsabhängigkeit kann zur Berechnung der Orientierung des Wechselfeldes zum Sensor genutzt werden. Das Verfahren hierzu wird in Abschnitt 4.4 näher beschrieben.

## 4.3 Erhöhung des ME Spannungskoeffizienten

Die erfolgreichen Bemühungen, den magnetoelektrischen Kopplungskoeffizienten zu steigern, beruhten im wesentlichen auf dem Einsatz von Kompositmaterialien [Spal 05]. Zusätzlich führte die Ausnutzung der mechanischen Resonanzverstärkung zu einem weiteren sprunghaften Anstieg der veröffentlichten Koeffizienten. Mit diesem Schritt verschiebt sich der Fokus stärker auf die Designaspekte des Bauelements als auf die Materialeigenschaften. Im Folgenden werden zwei weitere, sich ergänzende Strategien vorgestellt, die eine Steigerung des ME Spannungskoeffizienten für gegebene Materialien bewirken.

Durch die Betrachtung der ME Dünnschichtkomposite als Plattenkondensatoren kann mit dem Elektrodendesign die Kapazität und somit das elektrische Verhalten beeinflusst werden. Somit ist das Elektrodendesign, als einer der im Folgenden vorgestellten Aspekte, ein Parameter, der sich maßgeblich mit den Eigenschaften des Bauelements beschäftigt.

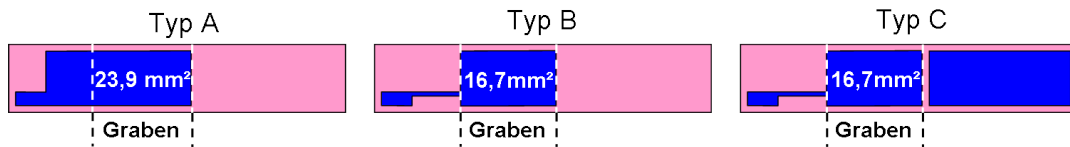
Wie in Kapitel 4.3.2 beschrieben ist die Anisotropieenergie in Form des integrierten Exchange Bias Feldes von der Schichtdicke des magnetostriktiven Materials abhängig. Das magnetische Verhalten, als Materialeigenschaft des gesamten Schichtsystems, kann somit durch Anpassung der Schichtdicken gezielt verändert werden.

### 4.3.1 Einfluss des Elektrodendesigns

Eine Strategie zur Erhöhung der generierten ME Spannung ist die Reduktion der Elektrodenfläche im mechanisch passiven Bereich des Komposits. Da die mechanische Spannung an der Einspannstelle maximal ist und nach Gleichung 2.12 die Substratdicke quadratisch in die Auslenkung eingeht, ist hier die Änderung der Polarisation bzw. die der Ladungsdichte am höchsten. Hierzu werden die ME Komposite hergestellt, deren Elektroden gemäß den Designs A, B und C aus Abschnitt 3.2 strukturiert sind. Das Schichtsystem der Abfolge 10 x (5 nm Ta / 3 nm Cu / 8 nm Mn-Ir / 100 nm Fe-Co-Si-B) wird auf AlN mit einer Rauigkeit  $R_{RMS}$  von 13 nm abgeschieden.

In Design B und C ist die Elektrodenfläche zum Abgriff der generierten ME Spannung auf den Bereich über dem rückseitigen Graben begrenzt. Durch das entfallene Elektrodenmaterial im geklemmten Bereich in den Designs B und C wird die Elektrodenfläche und folglich die Kapazität gegenüber Design A reduziert. Die Elektrodenflächen und die zugehörigen Kapazitäten entsprechen der folgenden Auflistung:

- Typ A Elektrodenfläche:  $23,9 \text{ mm}^2$  Kapazität:  $C_A$  1,18 nF,
- Typ B Elektrodenfläche:  $16,7 \text{ mm}^2$  Kapazität:  $C_B$  0,82 nF sowie
- Typ C Elektrodenfläche:  $16,7 \text{ mm}^2$  Kapazität:  $C_C$  0,82 nF.



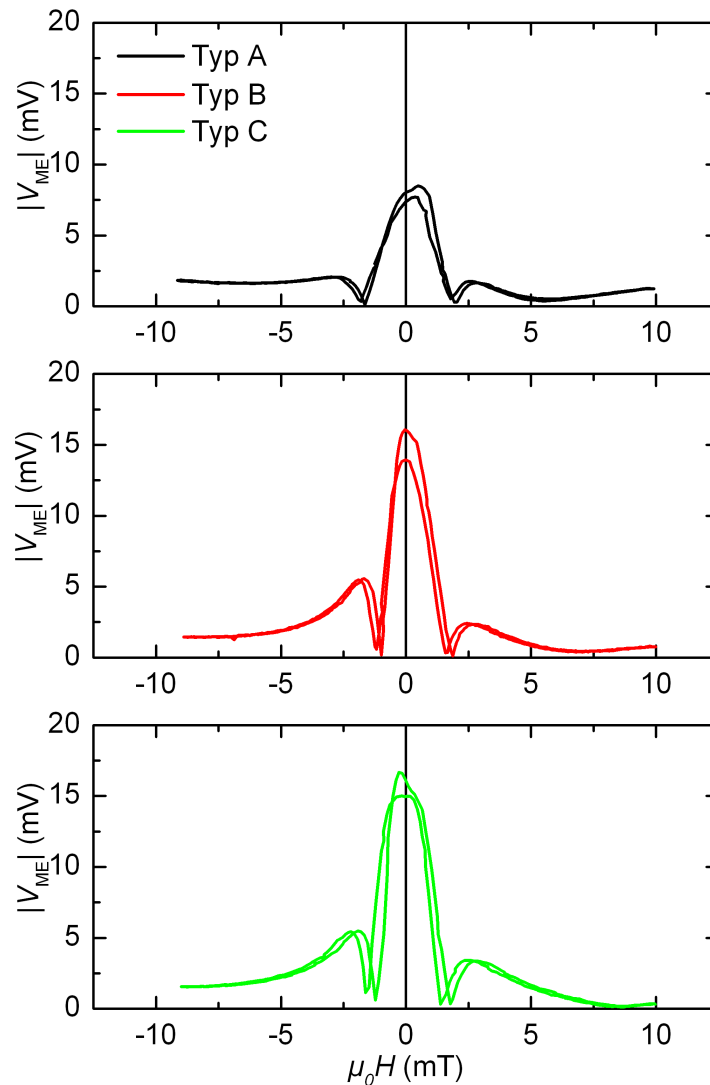
**Abbildung 4.27:** Skizze der drei verglichenen Elektrodendesigns zur Verdeutlichung der Position der Elektrodenflächen und rückseitigen partiell gedünnten Gräben.

Die zusätzliche magnetostruktive Schicht im ungedünnten Bereich der Probe im Typ C ist durch einen Spalt elektrisch isoliert und trägt nicht zur Kapazität bei. Die Kapazität skaliert mit der Fläche und nimmt für die Elektroden, die auf den gedünnten Bereich begrenzt sind, ca. 30% ab.

Analog zu der maximalen Spannung, die in den Untersuchungen zur Anisotropie-eigenschaft in Abschnitt 4.2.4 beobachtet wurde, wird die Messung so durchgeführt, dass das statische Feld und das Wechselfeld senkrecht zum Exchange Bias stehen. Die Frequenz des Wechselfeldes ist der Resonanzfrequenz des jeweiligen Sensors von ungefähr 360 Hz angepasst. Die Amplitude beträgt  $10 \mu\text{T}$ . Durch die Lage des Exchange Bias mit einem Winkel  $\Phi_{EB} = 45^\circ$  in Kombination mit der Anregung senkrecht zum Exchange Bias Feld unterscheidet sich die Gestalt der magnetoelektrischen Kennlinie von der herkömmlichen wie in Abschnitt 2.1.3 gezeigten Form. Alle Kurven zeigen ein globales Maximum bei einem Haltefeld einer Flussdichte von 0 mT und weitere deutlich geringere Nebenmaxima. Der Verlauf weist, wie schon in den Abbildungen 4.11 und 4.16, eine Hysterese auf, die auf die raue Substratoberfläche mit  $R_{RMS}$  von 13 nm zurückzuführen ist [Li 98]. Im Nullfeld führt diese Hysterese zu Spannungsdifferenzen von ca. 10%. Die Spannung beträgt etwa 8 mV für Typ A und ca. 16 mV für Typ B und C, entsprechend berechnen sich die ME Koeffizienten zu  $320 \text{ V A}^{-1}$  bzw.  $640 \text{ V A}^{-1}$ .

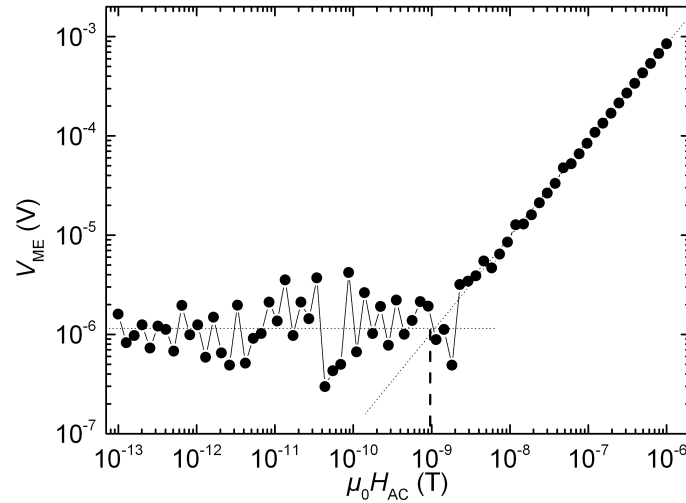
Die Ergebnisse zeigen, dass das zusätzliche magnetostruktive Material im Entwurf C vernachlässigbar gering zur Gesamtspannung beiträgt. Die generierten Spannungen unterscheiden sich bei vergleichbaren Messbedingungen um den Faktor zwei zwischen den Entwürfen A zu B und C. Es bleibt zu bedenken, dass der Betrag der abgegriffenen Spannung allein kein Maß für die Detektionsgrenze der ME Kompositsensoren darstellt. Je nach Betriebsart und damit verbundener nachgeschalteter Elektronik sind die ME





**Abbildung 4.28:** Einfluß der Elektrodenfläche auf die ME Spannung. Typ A zeigt eine maximale Spannung von 8 mV bei einer Kapazität von 1,18 nF. Die ME Spannung mit Elektroden designs des Typs B und C zeigen beide Kapazitäten von 0,82 nF ca. 16 mV.

Spannung bzw. die durch den ME Effekt generierten Ladungen zu betrachten. Eine Erhöhung der Spannung durch Verminderung der Kapazität  $C_{ME}$  im aktiven Bereich der piezoelektrischen Schicht bewirkt ebenfalls eine Reduktion der abgegriffenen Ladungen. Die Arbeiten von Robert Jahns und André Piorra haben ergeben, dass das SNR als Folge daraus mit  $\sqrt{C_{ME}}$  skaliert [Pior 13b, Jahn 13a]. Durch die entfaltene Elektrodenfläche im passiven Bereich der Probe, konnte durch die Modifikation der Elektrodengeometrie eine höhere, effektive Ladungsdichte erreicht werden, die zu einem erhöhten SNR führen sollte. Die Resonanzfrequenz von ca. 350 Hz ist von einer redu-



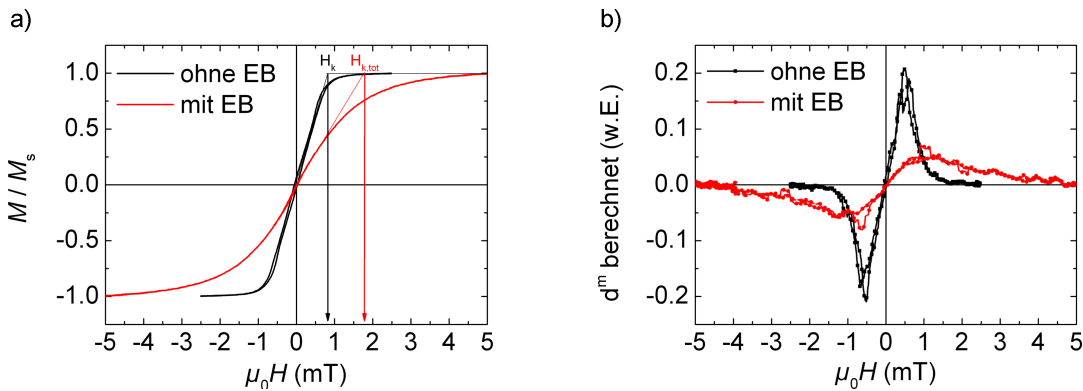
**Abbildung 4.29:** Messung der Detektionsgrenze für einen ME Komposit des Elektrodendesigns C. Das Schichtsystem aus 10 x (5 nm Ta / 3 nm Cu / 8 nm Mn-Ir / 100 nm Fe-Co-Si-B) ist auf 2  $\mu\text{m}$  AlN abgeschieden und weist einen ME Koeffizienten von  $640 \text{ V A}^{-1}$  auf. Die Frequenz entspricht der Resonanzfrequenz von 350,7 Hz. Die Detektionsgrenze beträgt etwa  $900 \text{ pTHz}^{-1/2}$ .

zierten Biegesteifigkeit des ME Komposits begleitet. Dies führt zu einem hohen ME Spannungskoeffizienten, bringt zum anderen aber eine erhöhte Empfindlichkeit auf Einkoppelungen durch Vibrationen mit sich [Jahn 13a, S. 81] und werden durch die hohen, gemessenen Detektionsgrenzen dieser ME Komposite im Bereich von ca.  $900 \text{ pTHz}^{-1/2}$  in Abbildung 4.29 bestätigt. Entsprechend kann eine Aussage über die Auswirkungen des Elektrodendesigns auf das Detektionslimits mit diesen Proben nicht erfolgen.

**Zwischenfazit:** Die abgegriffene Spannung konnte durch einen Wechsel von der Elektrodengeometrie A zu Design B und Design C um den Faktor zwei erhöht werden. Ferner haben die Untersuchungen ergeben, dass die Präsenz von magnetostruktivem Material im ungedünnten Bereich, das elektrisch von der Elektrode isoliert ist, keinen Einfluss auf die gemessene ME Spannung hat. Die ME Kurven zeigen nach dem Anlegen großer externer Magnetfelder eine Hysterese, die auch im Nullfeld ausgeprägt vorliegt. Die Differenz der Spannungen nach dem Anlegen starker Magnetfelder unterschiedlicher Richtung beträgt ca. 10%.

### 4.3.2 Einfluss der Schichtdicke auf den ME Koeffizienten

In magnetostruktiven Schichtsystemen, die ein Exchange Bias Feld aufweisen, sind für den Ummagnetisierungsprozess höhere Feldstärken nötig als in System ohne diese zusätzliche Anisotropie. Um den Einfluss auf die Permeabilität zu überprüfen, wurden zwei Schichtsysteme mit und ohne Exchange Bias aus  $10 \times (5 \text{ nm Ta} / 3 \text{ nm Cu} / 8 \text{ nm Mn-Ir} / (2 \text{ nm Ta}) / 100 \text{ nm Fe-Co-Si-B})$  verglichen. Nach dem Auslagern beider Proben bei  $250^\circ\text{C}$  für 30 min im sättigenden Magnetfeld mit einer Flussdichte von ca. 90 mT wurden Magnetisierungskurven entlang der schweren Achse aufgenommen, die in Abbildung 4.30(a) gezeigt sind. Die resultierenden Anisotropiefelder entsprechen Flussdichten



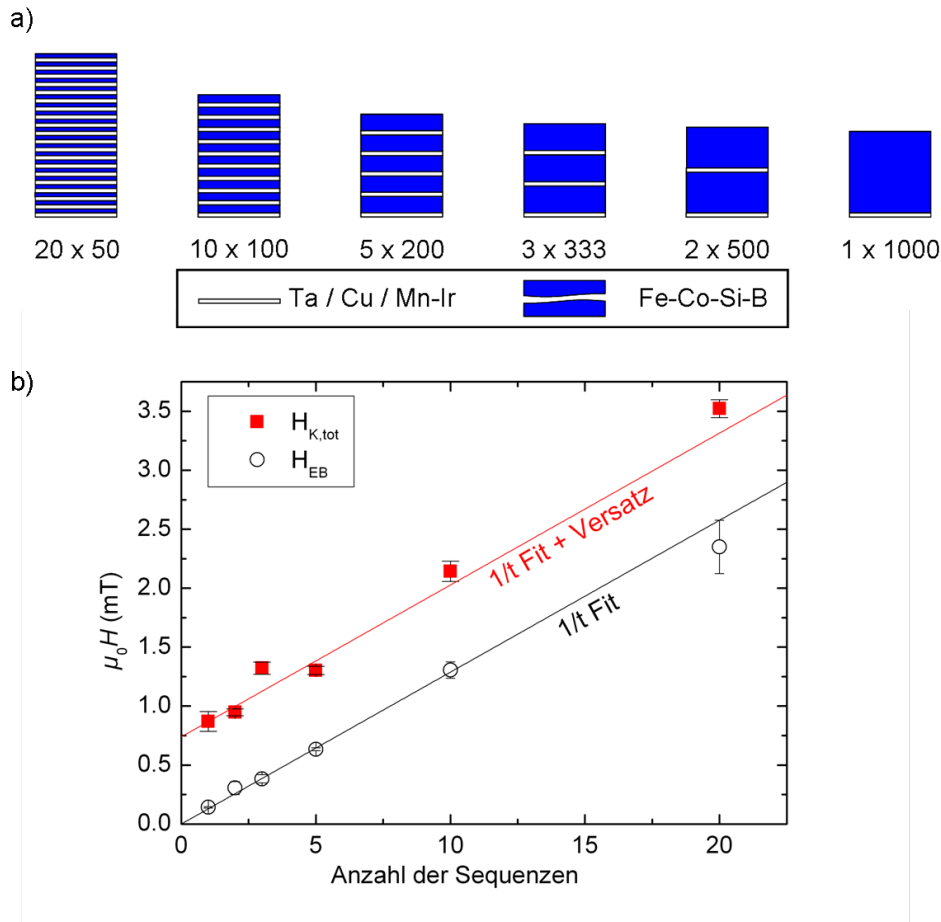
**Abbildung 4.30:** Magnetische Versteifung durch Exchange Bias. Die Graphen zeigen in Abbildung a) die normierten Magnetisierungskurven von Schichtsystemen identischen magnetostruktiven Materials mit und ohne Exchange Bias. Die roten Kurven sind jeweils dem Schichtsystem ohne Exchange Bias mit einer Ta-Schicht zwischen Mn-Ir und Fe-Co-Si-B zugeordnet. Die Flussdichte des totalen Anisotropiefeldes  $\mu_0 H_{K,tot}$  ist mit 1,8 mT gegenüber  $\mu_0 H_K$  mit 0,8 mT deutlich erhöht. In Abbildung b) ist ein aus den Magnetisierungskurven errechneter qualitativer Wert für den piezomagnetischen Koeffizienten gezeigt. Das Exchange Bias bewirkt auf die Extremwerte des piezomagnetischen Koeffizienten sowohl eine signifikante Reduktion als auch einen Versatz zu höheren Feldstärken.

von  $\mu_0 H_K = 0,8 \text{ mT}$  und  $\mu_0 H_{K,tot} = 1,8 \text{ mT}$ . Die Ta-Schicht zwischen dem Mn-Ir und Fe-Co-Si-B verhindert die Kopplung an der Grenzfläche und führt so zum Verschwinden des Exchange Bias Feldes. Da sich das (totale) Anisotropiefeld invers zur Permeabilität der magnetostruktiven Phase verhält, ist der nach Abschnitt 2.1.2 für den errechneten piezomagnetischen Koeffizienten  $d^m$  in Systemen mit Exchange Bias eine Reduktion zu erwarten. Abbildung 4.30(b) zeigt den aus den Magnetisierungskurven errechneten Verlauf des piezomagnetischen Koeffizienten in Abhängigkeit des statischen Feldes. Im Fall des Systems mit Exchange Bias ist eine Reduktion des maximalen piezomagnetischen

Koeffizienten sowie ein Versatz zu höheren Feldstärken zu erkennen. Die Ergebnisse des vorhergehenden Abschnitts haben bereits gezeigt, dass durch die geeignete Wahl der Orientierung des Exchange Bias das Maximum des piezomagnetischen Koeffizienten in das Nullfeld verschoben werden kann. Durch die Abhängigkeit des piezomagnetischen Koeffizienten von der Permeabilität der magnetostriktiven Phase entstanden in Zusammenarbeit mit Jeffrey McCord die Bemühungen eine möglichst hohe Permeabilität für kleine Felder zu erreichen. Durch den reziproken Zusammenhang zwischen Schichtdicke und Exchange Bias Feld und die Summeneigenschaft des totalen Anisotropiefeldes, ist für letzteres eine Reduktion zu erwarten, wenn die Schichtdicke des magnetostriktiven Materials erhöht wird. Somit sollte auch die Permeabilität für kleine Feldstärken, die ein inverses Maß des totalen Anisotropiefeldes darstellt, zunehmen.

Zur Untersuchung dieses Verhaltens werden Schichtsysteme mit Exchange Bias bestehend aus einer insgesamt 1  $\mu\text{m}$  dicken Fe-Co-Si-B Schicht, die für die verschiedenen Systeme gleichmäßig auf je 1, 2, 3, 5, 10 bzw. 20 Wiederholungen aufgeteilt sind, miteinander verglichen. Jede Wiederholung der Schichtfolge beginnt mit einer Startsequenz aus 5 nm Ta, 3 nm Cu und 8 nm Mn-Ir. Um die Beeinflussung durch Bauteileigenschaften auf den ME Spannungskoeffizienten weitgehend auszuschließen, wurden die Komposite durch Abscheidung der Schichtsysteme auf die gleichen partiell gedünnten Substrate präpariert, die mechanische Resonanzfrequenzen um  $700 \pm 15$  Hz aufwiesen. Die Substrate mit 2  $\mu\text{m}$  AlN als piezoelektrische Phase verfügten über eine 50 nm Mo-Metallisierung, die in einer Rauigkeit von ca. 5 nm resultierte. Die Elektroden wurden mit der Geometrie des Typs C strukturiert. Alle Komposite wurden mit einer Deckschicht von 10 nm Ta versiegelt, um der Temperaturbehandlung von 250 °C für 30 min an Atmosphäre standzuhalten. Das Magnetfeld einer Flussdichte von 90 mT wurde während des Abkühlens auf Raumtemperatur so ausgerichtet, dass  $\Phi_{EB}$  der ME Biegebalkenproben 45° beträgt.

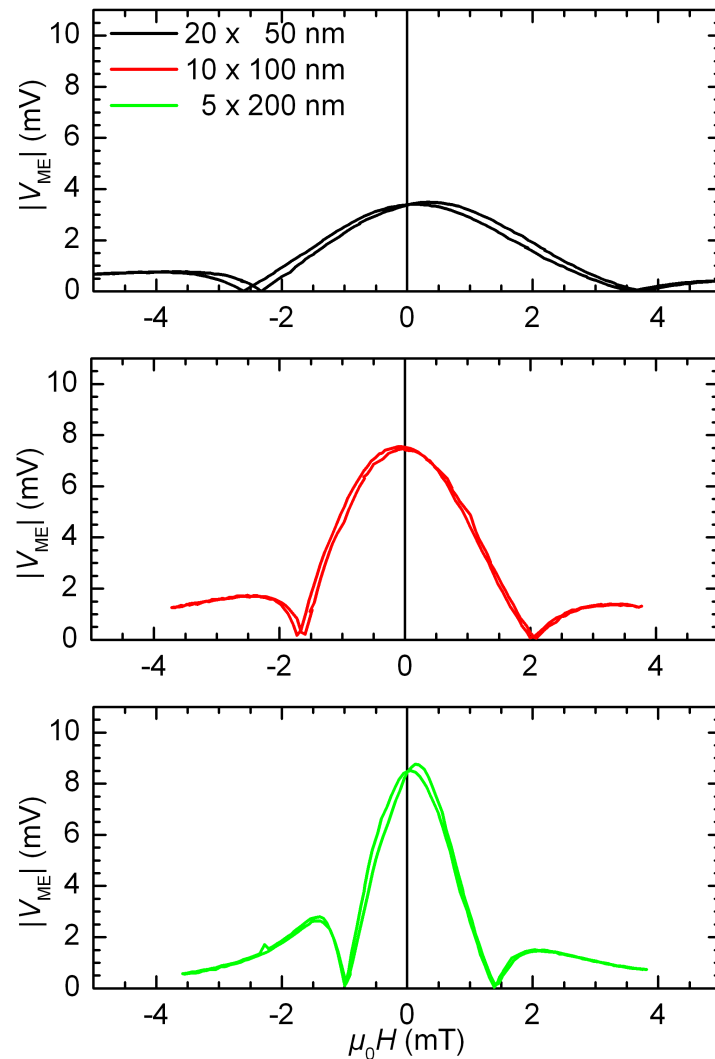
Aus den Magnetisierungskurven entlang der leichten Richtung und der schweren Achse dieser Proben wurden  $H_{EB}$  und  $H_{K,tot}$  extrahiert und sind in Abhängigkeit der Schichtdicke in Abbildung 4.31 aufgetragen. Analog zu den Beobachtungen in den Abbildungen 4.6 und 4.13 ergibt sich für die Exchange Bias Felder ein reziproker Zusammenhang zur Schichtdicke, der ebenfalls durch den weitgehend übereinstimmenden Fit bestätigt wird. Das totale Anisotropiefeld folgt dem gleichen Trend, ist jedoch versetzt. Der Verlauf der roten, oberen Linie repräsentiert die gleiche, um einen konstanten Versatz korrigierte Fitfunktion. Als Parameter für den Versatz ergab sich ein Wert von 0,75 mT. Der Summeneigenschaft des totalen Anisotropiefeldes  $H_{K,tot} = H_K + H_{EB}$  folgend, ist für sehr dicke Schichtdicken eine Konvergenz des totalen Anisotropiefeldes hin zu  $H_K$  zu



**Abbildung 4.31:** Abbildung a) skizziert den Querschnitt der Schichtsysteme. Abbildung b) zeigt die Flussdichten des Exchange Bias und der Anisotropiefelder der Schichtsysteme, in denen 1  $\mu\text{m}$  Fe-Co-Si-B auf 1 bis 20 Schichten aufgeteilt wurde.

erwarten. Der Versatz von 0,75 mT ist in guter Übereinstimmung mit dem Anisotropiefeld des Schichtsystems ohne Exchange Bias in Abbildung 4.30 a), das eine Flussdichte  $\mu_0 H_K$  von ca. 0,8 mT aufweist.

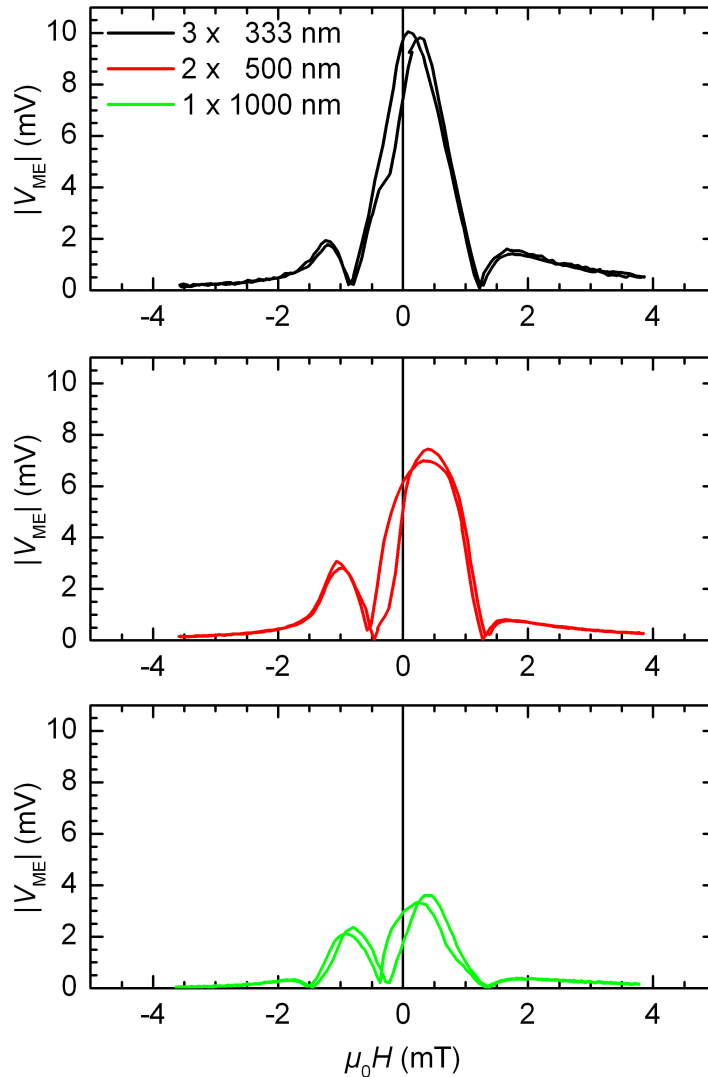
Zur Untersuchung des Einflusses des totalen Anisotropiefeldes auf die ME Spannung, wurde ein wechselndes magnetisches Anregungsfeld mit einer Flussdichte von 10  $\mu\text{T}$  passend zur mechanischen Resonanz des Biegebalkens senkrecht zum Exchange Bias angelegt. In Abbildung 4.32 sind die Feldverläufe des Betrags der ME Spannungen für die Komposite mit den Schichtsystemen 20 x (5 nm Ta / 3 nm Cu / 8 nm Mn-Ir / 50 nm Fe-Co-Si-B), 10 x (5 nm Ta / 3 nm Cu / 8 nm Mn-Ir / 100 nm Fe-Co-Si-B) und 5 x (5 nm Ta / 3 nm Cu / 8 nm Mn-Ir / 200 nm Fe-Co-Si-B) gezeigt. Alle Kurven weisen ein Maximum der ME Spannung im Nullfeld auf und weitere Nebenmaxima, die sich für größere Schichtdicken zu niedrigeren Flussdichten verschieben. Die Beträge der ME Spannun-



**Abbildung 4.32:** ME Kurven gemessen an den Schichtsystemen mit 20 x 50 nm, 10 x 100 nm und 5 x 200 nm Fe-Co-Si-B. Im Nullfeld ist jeweils ein Maximum der ME Spannung zu beobachten. Für ein Wechselfeld der Amplitude von 10  $\mu\text{T}$  bei mechanischer Resonanz von ca. 700 Hz steigt der Betrag der ME Spannung mit Werten von 3, 7 und 9 mV für Schichtdicken von 50, 100 und 200 nm an.

gen steigen mit Werten von 3, 7 und 9 mV für wachsende Schichtdicken von 50, 100 und 200 nm an und entsprechen ME Spannungskoeffizienten von 120, 280 bzw. 360  $\text{V A}^{-1}$ . Weiterhin ist zu beobachten, dass im Nullfeld die Spannung für steigende und fallende Feldstärken während der Messung gleich sind. Die ME Komposite des vorherigen Abschnitts hingegen zeigen eine Hystere mit Spannungsdifferenzen von ca. 10% auf. Der Unterschied in der Präparation der Komposite liegt hier in der Mo-Metallisierung, die eine geringere Rauigkeit bewirkt. Im Gegensatz zu anderen Konzepten, die auf der remanenten Magnetisierung der magnetostriktiven Schicht basieren [Onut 11] und

deren Sensorsignal somit stark von dem vorher eingenommenen Magnetisierungszustand abhängt, verfügen die ME Sensoren mit Exchange Bias Felder über einem definierten Ausgangszustand im Nullfeld.



**Abbildung 4.33:** ME Kurven an den Schichtsystemen: 3 x 333 nm, 2 x 500 nm und 1 x 1000 nm Fe-Co-Si-B. Für ein Wechselfeld der Amplitude von  $10 \mu\text{T}$  bei mechanischer Resonanz von ca. 700 Hz fällt der Betrag der ME Spannung im Nullfeld von 10 mV für eine Einzelschichtdicke von 333 nm Fe-Co-Si-B für höhere Schichtdicken ab. Die Kurven zeigen ein ausgeprägtes Hystereseverhalten und zeigen Maxima bei Flussdichten von 0,3 bis 0,5 mT.

Für die Schichtsysteme mit höheren Dicken der Einzellagen sind die Feldverläufe der ME Spannung in Abbildung 4.33 gezeigt. Das Komposit mit der Schichtfolge 3 x (5 nm

Ta / 3 nm Cu / 8 nm Mn-Ir / 333 nm Fe-Co-Si-B) zeigt im Nullfeld ebenfalls ein Maximum mit einer Spannung von 10 mV. Der entsprechende ME Spannungskoeffizient von  $400 \text{ V A}^{-1}$  stellt das Maximum innerhalb dieser Messreihen dar. Die Kurve zeigt ein ausgeprägtes Hystereseverhalten, so dass für steigende Flussdichten die maximale Spannung (ebenfalls 10 mV) bei ca. 0,3 mT statt 0 mT auftritt.

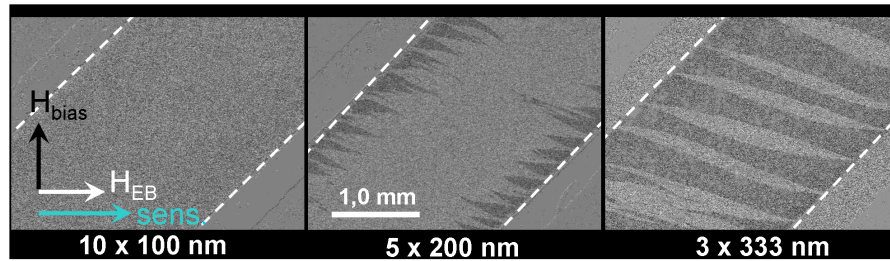
Die Schichtsysteme mit 2 x (5 nm Ta / 3 nm Cu / 8 nm Mn-Ir / 500 nm Fe-Co-Si-B) und 1 x (5 nm Ta / 3 nm Cu / 8 nm Mn-Ir / 1000 nm Fe-Co-Si-B) zeigen eine ausgeprägte Hysterese. Ferner ist die Lage der maximalen ME Spannung verschoben und liegt bei ca. 0,4 mT. Die Spannungen im Nullfeld sind hystereseabhängig und zeigen Werte von 6 und 5 mV bzw. 3 und 1,8 mV.

Für die Untersuchung lässt sich zusammenfassend sagen, dass die ME Spannung im Nullfeld für steigende Einzelschichtdicken ansteigt und Proben mit 3 x 333 nm Fe-Co-Si-B die größte ME Spannung im Nullfeld aufweisen. Diese Proben besitzen aber eine ausgeprägte Hysterese. Für noch höhere Schichtdicken verlagert sich die Lage des Spannungsmaximums zu höheren Feldern (vgl. Abbildung 4.33) und weist eine hohe Streuung der gemessenen ME Spannungen auf (vgl. Abbildung 4.35).

Diese Beobachtungen weisen den Verlust der Kontrolle des Magnetisierungsverhaltens für ME Komposite mit höheren Einzelschichtdicken nach. Die damit verbundene Zunahme der Streuung der ME Spannungen und der Lage der maximalen Empfindlichkeit außerhalb des Nullfelds wirken sich nachteilig für den Einsatz als Sensoren aus.

Zum Verständnis der Domänenstruktur wurden MOKE Untersuchungen an Exchange Bias Schichtsystemen mit 10 x 100 nm, 5 x 200 nm und 3x333 nm Fe-Co-Si-B durchgeführt. Abbildung 4.34 zeigt die Domänenkonfiguration der jeweiligen Probe im Nullfeld, nachdem ein abklingendes magnetisches Wechselfeld senkrecht zum Exchange Bias angelegt wurde. Die Empfindlichkeitsrichtung ist parallel zum Exchange Bias eingestellt. Die Abbildungen zeigen die volle Breite der magnetostriktiven Schicht. Während das Schichtsystem aus 10 x (5 nm Ta / 3 nm Cu / 8 nm Mn-Ir / 100 nm Fe-Co-Si-B) keine Domänen aufweist, sind im Randbereich des Schichtsystem 5 x (5 nm Ta / 3 nm Cu / 8 nm Mn-Ir / 200 nm Fe-Co-Si-B) bereits kleinere Domänen, die ca. 400 nm in das Zentrum der Schicht reichen, zu erkennen. Die Probe mit dem System aus 3 x (5 nm Ta / 3 nm Cu / 8 nm Mn-Ir / 333 nm Fe-Co-Si-B) zeigt bei 0 mT deutlich ausgebildete Domänen, die sich über die volle Breite der Schicht erstrecken. Diese Beobachtung ist in der Größe der Streufeld- und Austauschenergie begründet. Das magnetische Moment einer eindomänigen Schicht nimmt, wie die Streufeldenergie, für dickere Schichten zu. Da die Austauschenergie in den verglichenen Systemen durch die übereinstim-

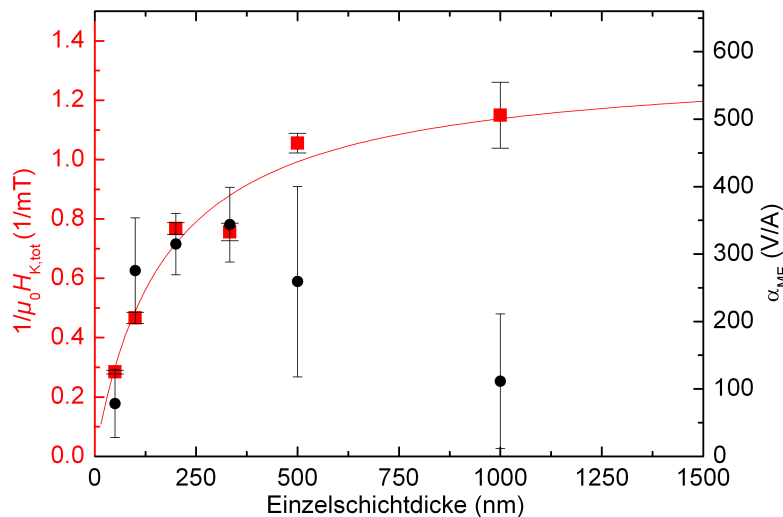




**Abbildung 4.34:** MOKE Untersuchungen an 10 x 100 nm, 5 x 200 nm und 3 x 333 nm Fe-Co-Si-B Schichten mit Exchange Bias. Die Aufnahmen zeigen die Proben im Nullfeld nach dem Anlegen eines abklingenden magnetischen Wechselfeldes senkrecht zum Exchange Bias. Die Empfindlichkeitsrichtung ist parallel zum Exchange Bias eingestellt. Die 10 x 100 nm Probe zeigt einen eindomänen Zustand, während die 5 x 200 nm und die 3 x 333 nm Proben Randdomänen aufweisen, die ca. 400  $\mu\text{m}$  in das Zentrum der Probe reichen bzw. sich über die ganze Breite der Schicht erstrecken. (Aufnahmen von Necdet Onur Urs)

menden Grenzflächen gleich bleibt, gibt es eine Schichtdicke, ab der die Austauschenergie nicht ausreicht einen eindomänen Zustand zu erhalten. Folglich bilden sich ab einer kritischen Schichtdicke Domänen zur Minimierung der Streufelder aus.

Um das totale Anisotropiefeld mit dem ME Spannungskoeffizienten im Nullfeld zu verknüpfen, sind beide Werte in Abbildung 4.35 aufgetragen. Die roten Quadrate markieren



**Abbildung 4.35:** Kehrwert von  $H_{K,tot}$  und generierte ME Spannungen in Abhängigkeit der Einzelschichtdicke der Fe-Co-Si-B Schichten ( die Gesamtdicke beträgt immer 1  $\mu\text{m}$ ). Das Anregungsfeld betrug 10  $\mu\text{T}$  mit Frequenzen von ca. 700 Hz angepasst an die Resonanzfrequenz der Sensoren.

den Kehrwert des totalen Anisotropiefeldes  $H_{K,tot}$  aufgetragen über die Einzelschichtdicke der Fe-Co-Si-B Schichten. Die durchgezogene rote Linie entspricht der versetzten Fitfunktion aus Abbildung 4.31.

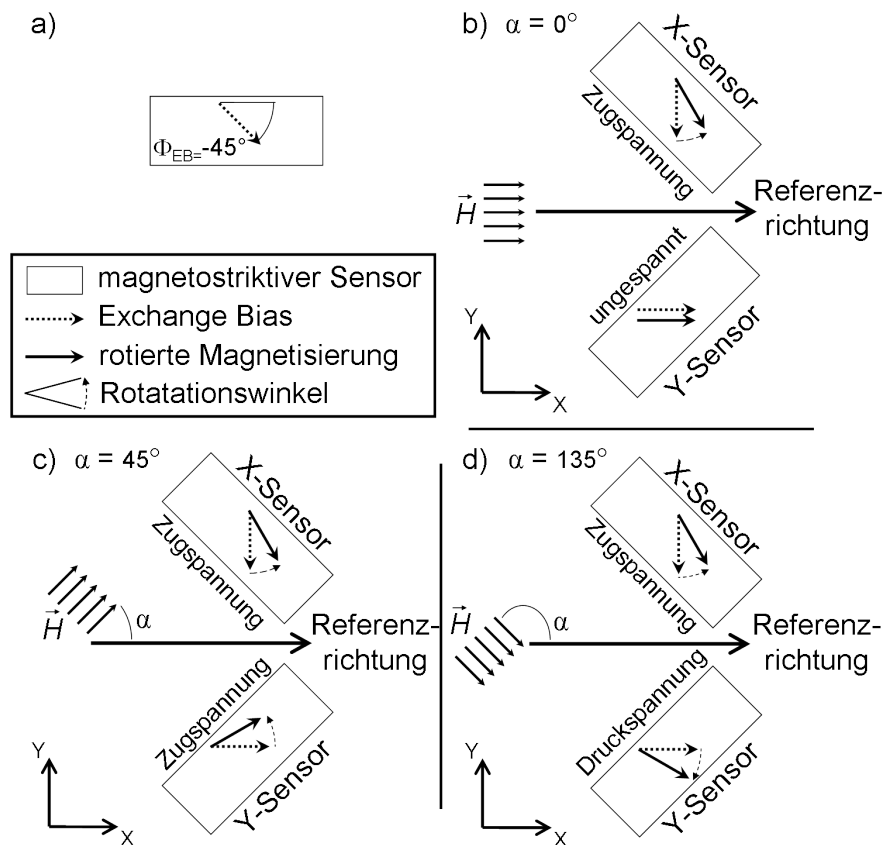
Da die ME Spannung mit dem piezomagnetischen Koeffizienten im Nullfeld skaliert und dieser durch die magnetische Suszeptibilität für kleine Felder bestimmt wird, ist der gleiche Kurvenverlauf wie für Kehrwert von  $H_{K,tot}$  zu erwarten. Für Einzelschichtdicken von 50 nm bis 333 nm ist der Verlauf annähernd übereinstimmend, weicht aber bei höheren Schichtdicken erheblich ab. Die Streuung der gemessenen ME Spannungen ist für die Proben mit 500 nm und 1000 nm Fe-Co-Si-B ebenfalls signifikant erhöht. Die höchsten ME Spannungen im Nullfeld werden für das Schichtsystem 3 x (5 nm Ta / 3 nm Cu / 8 nm Mn-Ir / 333 nm Fe-Co-Si-B) beobachtet.

Dies deutet darauf hin, dass die Höhe des ME Koeffizienten keine direkte Aussage über die Domänenkontrolle zulässt. Durch die relativ geringe Zunahme der ME Spannung für Schichtdicken von 100 bis 333 nm Fe-Co-Si-B und der verstärkten Ausbildung von Domänen im Randbereich sind Schichtdicken von 100 bis 200 nm Fe-Co-Si-B zu bevorzugen. Zudem ist die Präsenz von Domänen nachteilig im Hinblick auf die Rauschcharakteristik durch BARKHAUSEN-Sprünge. So sind für Sensoren mit der angestrebten Detektionsgrenze im Bereich  $< \text{pTHz}^{-1/2}$  eindomänige Magnetisierungszustände zu bevorzugen.

**Zwischenfazit:** Die ME Spannung kann durch Steigerung der Schichtdicke der Fe-Co-Si-B Lage erhöht werden, bis die Kontrolle des Magnetisierungszustands verloren wird. Zusätzlich ist die Streuung der ME Spannung von Sensor zu Sensor für hohe Schichtdicken aufgrund niedrigerer Domänenkontrolle wesentlich höher. Da die Komposite mit Schichtdicken ab 333 nm Fe-Co-Si-B eine ausgeprägte Hysterese aufweisen, sind Schichtdicken im Bereich von 200 nm vorzuziehen. Ferner zeigten die Komposite mit Schichtdicken von 50 nm bis 200 nm, dass auch nach dem Anlegen größerer Magnetfelder ein definierter Ausgangszustand im Nullfeld vorliegt. Am Beispiel des Vergleichs der Schichtsysteme mit 10 x 100 nm Fe-Co-Si-B aus diesem und dem vorangegangenen Abschnitt 4.3.1 wird deutlich, dass die geringere Rauigkeit eine Reduktion des Hystereseverhaltens bewirkt. Der Einsatz von solchen ME Kompositen weist folglich einen definierten Zustand im Arbeitspunkt ME basierter Magnetfeldsensoren auf.

## 4.4 Methode zur Nutzung von ME Kompositen als Vektorfeldsensor

Im vorangegangenen Abschnitt 4.2.4 wurde bereits die richtungsabhängige Antwort eines ME Sensors diskutiert. Bei der Verwendung eines einzelnen Sensors müsste die Feldstärke bekannt sein oder der Sensor im Magnetfeld rotiert werden, um über die Winkelpositionen des Minimums und Maximums die Richtung des Wechselfeldes zu bestimmen. Ein besserer Ansatz ist die Kombination zweier identischer Sensoren, die in einem Winkel von  $90^\circ$  zueinander verdreht sind. Abbildung 4.36 veranschaulicht dieses Messprinzip. Jeder der einzelnen Sensoren verfügt in der magnetostriktiven Schicht

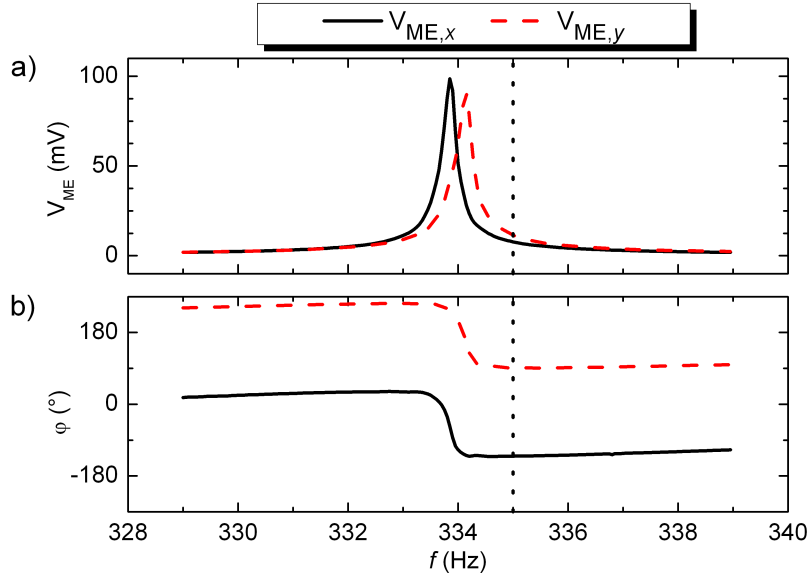


**Abbildung 4.36:** Anordnung zur Messung von Vektorfeldern. a) Magnetische Konfiguration eines einzelnen magnetostriktiven Sensorelements. b-d) Kombination zweier identischer Sensoren und die Spannungszustände der einzelnen Elemente für verschiedene Orientierungen zum Magnetfeld. b)  $\alpha = 0^\circ$ , das externe Magnetfeld enthält nur eine  $x$ -Komponente. c)  $\alpha = 45^\circ$ , das externe Magnetfeld enthält  $x$ - und  $y$ -Komponenten gleicher Vorzeichen. d)  $\alpha = 135^\circ$ , das externe Magnetfeld enthält  $x$ - und  $y$ -Komponenten unterschiedlicher Vorzeichen.

über ein Exchange Bias in einem Winkel  $\Phi_{EB} = -45^\circ$  zur Längsachse (vgl. Abbildung 4.36 a)). Der Sensoranordnung wird anhand der  $x$ -Achse ihres spezifischen Koordinatensystems eine Referenzrichtung zugeordnet, auf die sich der Winkel  $\alpha$  zum Magnetfeld bezieht. Liegt das Magnetfeld, wie in Abbildung 4.36 b) skizziert, entlang der Referenzrichtung und weist somit nur eine  $x$ -Komponente auf, ist die Antwort des  $y$ -Sensors minimal, während der  $x$ -Sensor durch Rotation der Magnetisierung der magnetostriktiven Schicht in Form von Expansion mit maximalem Signal antwortet. Im Falle eines Winkels von  $\alpha = 45^\circ$  (Abbildung 4.36 c)) ist die Feldstärke entlang beider Richtungskomponenten identisch und führt zu Sensorsignalen gleicher Amplitude und Phasenlage, da durch die Lage des Exchange Bias beide magnetostriktiven Schichten mit einer entsprechenden Ausdehnung reagieren. Im Falle eines Vorzeichenwechsels einer einzelnen Richtungskomponente, wie im exemplarischen Fall für  $\alpha = 135^\circ$  in Abbildung 4.36 d) gezeigt, reagieren die magnetostriktiven Schichten durch Expansion des  $x$ - und Kontraktion des  $y$ -Sensors mit unterschiedlichen Spannungszuständen. Das resultierende elektrische Signal ist gegenphasig, im Gegensatz zum gleichphasigen Signal im Fall gleicher Vorzeichen der Richtungskomponenten, wie in Abbildung 4.36 c) dargestellt.

Für den Betrieb als 2D-Vektorsensor ist eine vorangehende Charakterisierung nötig, um Kenntnis über die Empfindlichkeit und Resonanzfrequenz beider Einzelkomponenten zu erlangen. Abbildung 4.37 zeigt den Frequenzgang der Spannungsamplitude und Phase der einzelnen Sensoren des Typs B für eine Orientierung von  $\alpha = 45^\circ$  für ein Anregungsfeld der Flussdichte 0,1 mT. Beide Sensoren halten ME Koeffizienten von ca.  $360 \text{ V A}^{-1}$  bzw.  $450 \text{ V cm}^{-1} \text{ Oe}^{-1}$  mit gleichen Amplituden von ca. 90 mV in mechanischer Resonanz. Die Resonanzfrequenzen der Sensoren  $x$  und  $y$  liegen bei 334,15 Hz und 333,85 Hz. Um die Resonanzfrequenzen tritt ein Phasensprung von  $180^\circ$  auf, wie in Teil b) zu erkennen ist. Die unterschiedlichen Resonanzfrequenzen ergeben sich aus den Toleranzen während des Herstellungsprozesses und der manuellen Montage der Sensoren auf dem Trägerrahmen.

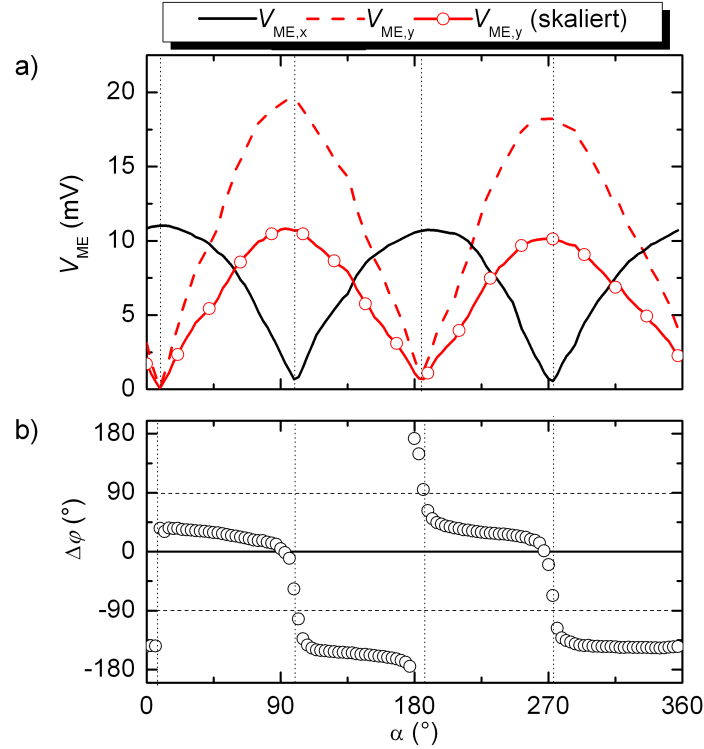
Da die eigentliche Zielsetzung die Tauglichkeit kombinierter Einzelsensoren zur Bestimmung der Feldrichtung ist, soll nur die prinzipielle Anwendbarkeit gezeigt werden. Um sowohl die Phasendifferenz bei Anregung zwischen den Resonanzfrequenzen der einzelnen Sensoren zu umgehen als auch die frequenzabhängige Phasenverschiebung nicht berücksichtigen zu müssen, wird die Frequenz des Anregungsfelds mit 335 Hz gewählt, wie durch die gestrichelte Linie markiert ist. Aufgrund der geringfügig abweichenden Resonanzfrequenzen, unterscheidet sich die Spannung der beiden Sensoren um



**Abbildung 4.37:** Frequenzgang der jeweiligen Sensorkomponenten. a) Die Amplituden beider Sensoren betragen ca. 90 mV bei Resonanzfrequenzen von 334,15 Hz und 333,85 Hz. b) Beide Sensorkomponenten zeigen einen Phasenübergang von 180°.

einen Faktor 1,8. Die Spannungsantwort beider Sensoren  $V_{ME,y}$  und  $V_{ME,x}$  in Abhängigkeit vom Winkel  $\alpha$  ist in Abbildung 4.38 gezeigt. Die Kurven folgen dem Verlauf der Beträge zweier sin-Funktionen, die um 90° verschoben sind. Die maximalen Spannungen der  $y$ -Komponente sind, konsistent zu den obigen Beobachtungen, um den Faktor 1,8 höher, als die der  $x$ -Komponente. Werden die gemessenen Spannungen um den bekannten Faktor korrigiert, erhält man Signale gleicher Amplitude, die linear mit der Feldstärke des Anregungsfeldes skalieren. Die Anwendung der arctan-Funktion auf das Verhältnis der beiden Ausgangsspannungen ermöglicht die Berechnung der Orientierung des Anregungsfeldes zu den Sensoren.

Weiterhin ist die Phasendifferenz beider Sensoren zueinander, wie in Abbildung 4.38 b) als Funktion des Winkels  $\alpha$  abgebildet, zu beachten. Die Phasendifferenz zeigt zwei Plateaus. Der Übergang zwischen diesen fällt mit den Spannungsminima der Sensoren zusammen. Bei einer Phasendifferenz von  $\pm 90^\circ$  zeigt ein Sensor eine minimale Antwort, während der zweite ein Maximum zeigt. Dieses Verhalten korreliert mit dem Vorzeichenwechsel der Vektorfeldkomponenten  $\vec{H}_x$  und  $\vec{H}_y$ . Da die Effektivwerte der Spannungen, und somit auch ihr Verhältnis, der einzelnen Komponenten stets positiv sind, ergibt die arctan-Funktion nur positive Winkel. Eine Fallunterscheidung basierend darauf, ob die Phasendifferenz innerhalb oder außerhalb  $\pm 90^\circ$  liegt, ermöglicht aber dennoch die Berechnung des Winkels des Wechselfeldes zur Referenzrichtung im vollständigen Inter-

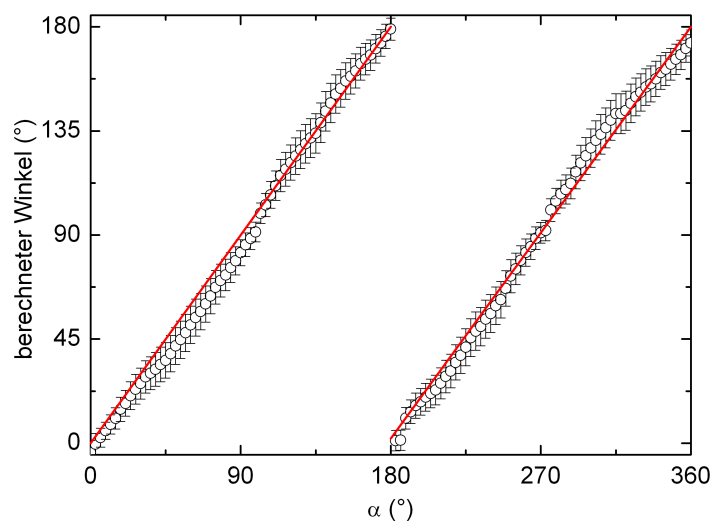


**Abbildung 4.38:** Richtungsabhängige Sensorantwort oberhalb der Resonanzfrequenz. a) Die Amplituden beider Sensoren folgen dem Betrag zweier um  $90^\circ$  verschobener sin-Funktionen. Die Maxima unterscheiden sich um den Faktor 1,8. b) Die Phasendifferenz zeigt Übergänge bei minimaler Amplitude eines Einzelsensors und zeigt zwei charakteristische Werte.

vall von  $0^\circ$  bis  $180^\circ$ . Zur Berechnung des Winkels zwischen Anregungsfeld und Referenzrichtung ergibt sich somit:

$$\alpha = \begin{cases} \arctan\left(+\frac{V_{ME,y}}{V_{ME,x}}\right), & \Delta\varphi \in [-90^\circ; +90^\circ] \\ \arctan\left(-\frac{V_{ME,y}}{V_{ME,x}}\right), & \Delta\varphi \notin [-90^\circ; +90^\circ] \end{cases}. \quad (\text{Gl. 4.1})$$

Das manuelle Anbringen der einzelnen Sensorkomponenten auf den Trägerrahmen führt zu einem geringen Ausrichtungsfehler, der ebenfalls in dem Winkelversatz der Sensorantworten in Abbildung 4.38 a) zu erkennen ist. Dieser konstante Versatz ist im Ergebnis der Berechnung des Winkels  $\alpha$  in Abbildung 4.39 korrigiert. Der lineare Anstieg des errechneten Winkels zwischen  $0^\circ$  und  $180^\circ$  ist in guter Übereinstimmung mit dem tatsächlichen Winkel. Die Wiederholung des Verlaufs für errechneten Winkel zwischen  $180^\circ$  und  $360^\circ$  ist in der Wechselfeldeigenschaft des Anregungsfeldes begründet.



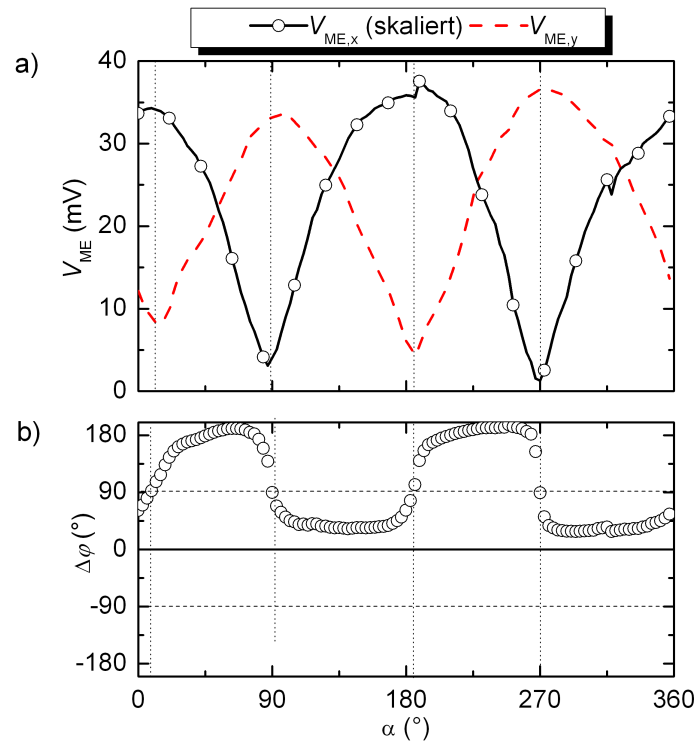
**Abbildung 4.39:** Bestimmung der Orientierung des Sensors zum Feld. Der berechnete Winkel folgt dem tatsächlichen Winkel im Bereich von  $0^\circ$  bis  $180^\circ$  und wiederholt sich von  $180^\circ$  bis  $360^\circ$ .

Genau diese  $180^\circ$  Periodizität bestätigt die Fähigkeit der Sensoranordnung die Richtung von Wechselfeldern relativ zur Referenzrichtung zu detektieren.

Die hier gezeigte Methode zur Bestimmung der Orientierung des Sensors für Wechselfelder mit Frequenzen oberhalb der mechanischen Resonanz beider Einzelelemente ist ebenso für den Fall der Anregungsfrequenz unterhalb beider Resonanzfrequenzen anzuwenden. Der errechnete Winkel liefert dieselbe Größe. Zur vollständigen Charakterisierung wird zusätzlich der spezielle Fall der Anregungsfrequenz zwischen den Resonanzfrequenzen behandelt. Abbildung 4.40 zeigt die winkelabhängigen, korrigierten Amplituden und Phasendifferenz der Einzelsensoren.

Die Lage der Phasendifferenz verhält sich genau entgegengesetzt zu den vorher diskutierten Fällen, wie in Abbildung 4.38 b) gezeigt. In Abbildung 4.41 wird Gleichung 4.1 unverändert angewendet. So resultiert der Verlauf in umgekehrter Tendenz, bedingt durch die Vertauschung der Fälle zur Berechnung des Winkels.

Durch eine vorhergehende Charakterisierung der einzelnen Komponenten, wird Kenntnis über die jeweiligen Frequenzgänge und somit über die Resonanzfrequenzen und das Amplitudenverhältnis gewonnen. Dies ist nötig, um Messungen bei verschiedenen Frequenzen durchführen zu können. Sowohl im Fall völlig identischer Sensoren als auch für Messungen in einem Frequenzbereich weit ober- oder unterhalb der Resonanzfrequenzen, wäre eine solche Vorcharakterisierung nicht erforderlich. Die Ergebnisse zei-



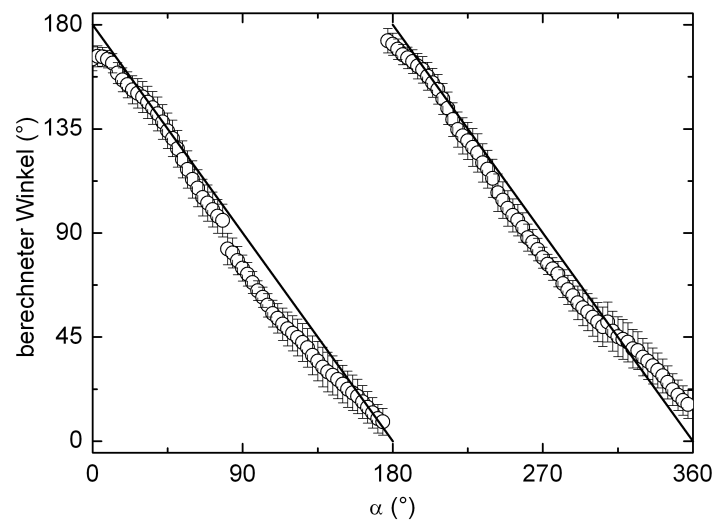
**Abbildung 4.40:** Richtungsabhängige Sensorantwort zwischen den Resonanzfrequenzen. a) Der Verlauf der Amplituden folgt dem Betrag zweier verschobener sin-Funktionen. b) Die Phasendifferenz zeigt charakteristische Niveaus gegensätzlich zum Fall der Anregung ober oder unterhalb beider Resonanzfrequenzen.

gen,

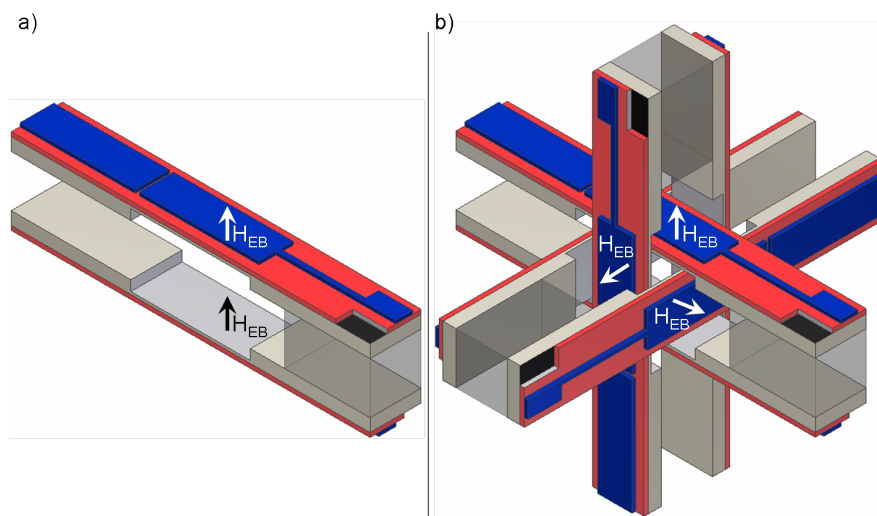
dass die Methode prinzipiell die Möglichkeit der Richtungsbestimmung erlaubt, die nach vorangehender Charakterisierung der Einzelemente Messungen in einem erweiterten Frequenzbereich eröffnet. Da die Ausgangsspannung der ME Komposite über viele Größenordnungen linear mit der Feldstärke des anregenden Magnetfeldes skaliert, ist dieses Verfahren prinzipiell zur Messung von Betrag und Richtung magnetischer Wechselfelder geeignet.

Durch die Verwendung weiterer ME Komposite, die orthogonal zueinander angeordnet sind, ist dieses Verfahren prinzipiell auf die Bestimmung der Orientierung der Felder in drei Dimensionen erweiterbar. Hierbei können durch Verwendung von mindestens zwei Sensoren je Raumrichtung zusätzliche Eigenschaften ausgenutzt werden. Zum einen dient die Verwendung mehrerer ME Komposite zur Kompensation akustisch eingekoppelter Vibrationen [Jahn 13b]. In Abbildung 4.42 a) ist die hierfür notwendige Anordnung skizziert. Zwei einzelne Sensoren sind zueinander gespiegelt an einem gleichen Fußpunkt





**Abbildung 4.41:** Ergebnis des berechneten Winkels für Anregungen zwischen den Resonanzfrequenzen unter Anwendung der unveränderten Gleichung 4.1. Der berechnete Winkel zeigt einen entgegengesetzten Verlauf zum tatsächlichen Winkel.



**Abbildung 4.42:** Anordnung mehrerer Sensoren je Raumrichtung. a) Stimmgabelanordnung, die einzelnen Sensoren sind im selben Fußpunkt montiert. Die Richtung der Exchange Bias Felder der Sensoren ist zueinander gespiegelt. Wird ein Magnetfeld in der Spiegelebene angelegt, stellt sich für beide Sensoren der gleiche Spannungszustand ein. b) 3D-Anordnung, die Stimmgabelanordnungen wird entlang der drei orthogonalen Raumrichtungen ausgerichtet. Alle Einzelsensoren haben in dieser Anordnung das gleiche Symmetriezentrum.

montiert. Die Exchange Bias Felder beider Sensoren zeigen in die selbe Richtung. Wird ein Magnetfeld in der Spiegelebene angelegt, nehmen die piezoelektrischen Phasen beider Sensorseiten den gleichen Spannungszustand ein. Einkoppelte Vibrationen hingegen führen zur Auslenkung der Biegebalken mit entgegengesetzten Spannungszuständen der Piezoelektrika. Bei Betrachtung des Summensignals der Sensoren werden diese störenden Quellen somit kompensiert.

Zusätzlich können drei dieser Stimmgabelanordnungen so zueinander positioniert werden, dass die Exchange Bias Felder orthogonal zueinander stehen und alle Sensoren symmetrisch um den selben Punkt angeordnet sind (4.42 b)). Dies ermöglicht die vektorielle Messung der Magnetfelder in einem Punkt. In der Literatur wird diskutiert, dass das Übersprechen einzelner Elemente in Vektormagnetometern durch eine punktsymmetrische Anordnung verringert werden kann [Gros 10].

Durch die Herstellung der ME Komposite in Dünnschichttechnik ist ein Transfer auf miniaturisierte MEMS ME Sensoren [Mara 12b] ebenfalls möglich. Durch die kleinen Abmessungen der Bauteile wäre somit die Herstellung eines haltefeldunabhängigen ME Vektorfeldsensors mit Abmessungen von ca. 1 cm x 1 cm x 1 cm realisierbar.

## 5 Zusammenfassung und Ausblick

Die Zielsetzung dieser Arbeit bestand darin, den Arbeitspunkt magnetoelektrischer (ME) Komposite so anzupassen, dass diese ihre maximale Empfindlichkeit ohne Anlegen eines zusätzlichen Stützfeldes aufweisen. Um das magnetische Verhalten der magnetostriktiven Schichten dahingehend zu beeinflussen, wurde hierzu der Exchange Bias Effekt genutzt, der durch die magnetische Kopplung zwischen einer antiferromagnetischen und einer ferromagnetischen Schicht auftritt.

Hierzu wurde die einphasige, magnetostriktive Komponente der Dünnschichtkomposite durch eine zusätzliche Schicht aus antiferromagnetischem Mn-Ir erweitert. Die erweiterten magnetostriktiven Schichtsysteme wurden mittels Kathodenzerstäubung abgeschieden und bestanden aus einer Schichtabfolge beginnend mit einer Keimschicht, gefolgt von dem antiferromagnetischen Mn-Ir und schließlich dem magnetostriktiven Material Fe-Co bzw. Fe-Co-Si-B. Diese Sequenz wurde einzeln und mehrfach wiederholt abgeschieden. Zur Herstellung der ME Dünnschichtkomposite wurde das erweiterte magnetostriktive Schichtsystem auf Substrate abgeschieden, die mit einer piezoelektrischen Schicht aus Aluminiumnitrid (AlN) beschichtet waren. Die Verwendung der Fe-Co-Legierung diente zur prinzipiellen Überprüfung des Konzeptes der Ausnutzung des Exchange Bias Effekts in magnetostriktiven Schichten. Schichtsysteme mit Fe-Co-Si-B wurden verwendet, da die derzeitige Literatur zeigt, dass ME Komposite mit diesem Material (durch ihren hohen piezomagnetischen Koeffizienten) besonders hohe Empfindlichkeiten ermöglichen und eine besonders geringe magnetische Hysterese aufweisen.

Die abgeschiedenen Schichtsysteme wurden mittels Röntgendiffraktometrie (XRD) und Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) hinsichtlich ihrer Struktur untersucht. Rasterkraftmikroskopie (AFM) fand zur Charakterisierung der Oberflächenrauigkeit der piezoelektrischen AlN-Schicht statt. Zur Bestimmung des Magnetisierungsverhaltens wurden die Schichtsysteme mittels Vibrationsmagnetometrie (VSM) und KERR-Mikroskopie untersucht. Ein speziell angefertigter Messaufbau wurde für die Messung der magnetostriktiven Eigenschaften verwendet, ebenso dient ein speziell aufgebauter, mehrfach geschirmter Messaufbau zur Charakterisierung des ME Spannungskoeffizienten und der Detektionsgrenze.

Die strukturellen Untersuchungen mittels Röntgendiffraktometrie und Transmissionselektronenmikroskopie zeigen, dass mit den unterschiedlichen Keimschichten eine Einstellung der Textur der Mn-Ir Schicht in (111) und (100) Richtung erfolgt. Die verwendete Keimschicht aus einer Doppellage von 5 nm Tantal und 3 nm Kupfer bewirkt ein (111)-texturiertes Wachstum der Mn-Ir Schicht sowohl für dünne Schichten von ca. 10 nm, als auch für dickere Schichten mit Lagendicken um die 100 nm. Ferner konnte demonstriert werden, dass auch nach wiederholter Abscheidung auf Fe-Co bzw. Fe-Co-Si-B die eingestellte Textur des Mn-Ir erhalten bleibt. Auf diese Weise können magnetostruktive Multilagensysteme mit mehreren gezielt texturierten Mn-Ir-Schichten präpariert werden.

Die Schichtfolge der magnetostruktiven Multilagensequenzen mit Schichtdicken von einigen 10 nm blieb auch auf piezoelektrisch funktionalisierten Substraten trotz einer Rauigkeit von etwa 13 nm, die in der gleichen Größenordnung der Schichtdicke liegt, bei einer räumlichen Periodenlänge von ca. 75 nm erhalten. Weiterhin ist auf der einen Seite eine kontinuierliche Glättung der Schichtrauigkeit vom Substrat zur Oberfläche zu erkennen. Auf der anderen Seite wurde beobachtet, dass der Grad der Texturierung für die oberen Schichten abnimmt.

Im Falle des verwendeten magnetostruktiven Materials Fe-Co-Si-B konnten mittels XRD und TEM kristalline Bereiche im Fe-Co-Si-B identifiziert werden, die sich weniger als 20 nm von der Mn-Ir Grenzfläche in die Fe-Co-Si-B Schicht ausweiten und auf eine beginnende Kristallisation hindeuten. Diese nanokristalline Schicht tritt nicht auf, wenn die Mn-Ir und Fe-Co-Si-B-Lagen durch eine 3 nm dicke Tantalschicht getrennt sind. Ebenfalls konnte kein signifikanter Einfluß der gewählten Temperaturbehandlung von 250 °C für 30 min auf das Gefüge verzeichnet werden.

Beide Materialien, Fe-Co und Fe-Co-Si-B, weisen nach dem Anlassen bei 250 °C ein in Betrag und Richtung definiertes Exchange Bias Feld auf. Dieses trifft sowohl für die Abscheidung auf glatten Siliziumsubstraten, als auch auf AlN-Substraten mit Rauigkeiten von 5 nm bis 13 nm zu. Der Betrag des Exchange Bias Feldes zeigt eine reziproke Abhängigkeit von der Schichtdicke des verwendeten Materials im untersuchten Schichtdickenintervall von 5 nm bis 24 nm Dicke für Fe-Co bzw. 5 nm bis 1 µm für Fe-Co-Si-B. Ferner wurde beobachtet, dass sich der Feldbetrag für die Wiederholung der Abscheidesequenz geringfügig reduziert. Die reziproke Abhängigkeit bleibt jedoch erhalten. Folglich erlaubt der Viellagenansatz die Erhöhung des magnetostruktiven Volumenanteils in ME Kompositen mit definierten Exchange Bias Feldern.

---

Die Einprägung des Exchange Bias Feldes mit einem Winkel  $\Phi_{EB}$  erlaubt bei einer Messung der Magnetisierungskurve entlang der langen Biegebalkenachse eine hohe Kontrolle über den Hysteresekurvenversatz  $\mu_0 H_{EB,parallel}$ . Wird ein ME Dünnschichtkomposit mit einem derartigen Schichtsystem ausgestattet, so kann durch eine geeignete Präparation das Maximum der generierten, feldabhängigen Spannung in das Nullfeld verschoben werden. Die Untersuchungen des Anisotropieverhaltens solcher Komposite dokumentieren eine starke Abhängigkeit der gemessenen ME Spannung von der Orientierung zum Anregungsfeld auf. Die gemessene Spannung ist dann maximal, wenn das magnetische Anregungsfeld senkrecht zum Exchange Bias Feld liegt, und ist minimal, wenn Exchange Bias Feld und Anregungsfeld parallel zueinander liegen. Zwischen diesen Extremwerten folgt die ME Antwort dem Verlauf einer sin-Funktion.

Die MOKE-Aufnahmen zeigen, dass durch die *unidirektionale* Anisotropie eine Ummagnetisierung überwiegend durch Rotation erfolgt. Am Beispiel des Exchange Bias mit einem Winkel  $\Phi_{EB} = 45^\circ$  wird deutlich, dass für Anregungsfelder senkrecht zum Exchange Bias Feld Spannungszustände in Abhängigkeit von der Richtung des Magnetfeldes erreicht werden können.

Der zusätzliche Beitrag durch das Exchange Bias führt zu einer Erhöhung des totalen Anisotropiefeldes  $H_{K,tot}$  und somit zur Verminderung der magnetischen Suszeptibilität für kleine Felder. Als Folge hieraus nimmt der piezomagnetische Koeffizient und somit auch der ME Spannungskoeffizient gegenüber den Systemen ohne Exchange Bias ab. Durch die Schichtdickenabhängigkeit des Exchange Bias Effektes kann das totale Anisotropiefeld mit steigenden Schichtdicken verringert werden. Ab Schichtdicken von ca. 300 nm bilden sich ausgeprägte magnetische Domänen aus, die zu verringerten ME Spannungskoeffizienten führt. Die höchsten, in dieser Arbeit gezeigten ME Koeffizienten im Nullfeld betragen  $640 \text{ V A}^{-1}$  bzw.  $800 \text{ V cm}^{-1} \text{ Oe}^{-1}$  in mechanischer Resonanz von ca. 360 Hz. Diese Komposite weisen eine Grenzfläche mit einer Rauigkeit von 13 nm zwischen piezoelektrischer und magnetostriktiver Phase auf und haben ein ausgeprägtes Hystereseverhalten. Komposite, die im Arbeitspunkt (Nullfeld) keine Hysterese zeigten verfügen über einen ME Koeffizienten von  $420 \text{ V A}^{-1}$  bzw.  $450 \text{ V cm}^{-1} \text{ Oe}^{-1}$ . Diese haben eine mechanische Resonanz um ca. 700 Hz und weisen eine Grenzflächenrauigkeit von 5 nm auf. Die geringste, nachgewiesene Detektionsgrenze von ME Dünnschichtkompositen mit integriertem Haltefeld liegt bei  $10 \text{ pTHz}^{-1/2}$  bei ca. 1,2 kHz.

Die höchsten, veröffentlichten ME Koeffizienten für ME Dünnschichtkomposite ohne Exchange Bias liegen derzeit bei  $16 \text{ kV A}^{-1}$ , gemessen im Vakuum bei einer Resonanzfrequenz von ca. 170 Hz. Unter vergleichbaren Messbedingungen bei Atmosphärendruck und Resonanzfrequenzen von ca. 350 Hz zeigen diese Komposite ohne Exchange Bias ME

Koeffizienten von  $1440 \text{ V A}^{-1}$  und unterscheiden sich nur um den Faktor 2,25 gegenüber den Kompositen mit Exchange Bias. Diese Differenz beruht primär auf den unterschiedlichen Schichtdicken des magnetostriktiven Fe-Co-Si-B von  $2 \mu\text{m}$  im Falle des Systems ohne Exchange Bias und  $1 \mu\text{m}$  für das System mit Exchange Bias. Ein weiterer Grund ist das erhöhte (totale) Anisotropiefeld, das einen reduzierten ME Spannungskoeffizienten bewirkt. Dennoch ergaben sich Vorteile, die aus der höheren Domänenkontrolle resultieren. So konnte durch das Exchange Bias ein eindomäniger Magnetisierungszustand erreicht werden. Dieser ermöglicht einen direkten Ummagnetsierungsprozess durch Rotation der magnetischen Momente. So konnte auch eine direkte Änderung des mechanischen Spannungszustandes, der abhängig von der Richtung des angelegten Magnetfeldes ist, erwirkt werden. Dieses Verhalten ist auch für die Anwendung magnetostriktiver Aktoren relevant, da auf diese Weise eine feldabhängige Expansion bzw. Kontraktion um die Neutrallage im Nullfeld erfolgen kann.

Es wird außerdem eine Methode zur Bestimmung der Orientierung eines magnetischen Wechselfeldes vorgestellt. Hierzu werden zwei in einer Ebene orthogonal zueinander angeordnete ME Komposite verwendet. Durch die richtungsabhängige Antwort beider ME Sensoren entsprechen die Kurvenverläufe zwei zueinander verschobenen sin-Funktionen. Die Analyse des Amplitudenverhältnisses und der Phasendifferenz lässt einen Rückschluss auf die Orientierung der Sensorelemente zum Feld zu. Diese Methode der Richtungsbestimmung erlaubt nur die Erfassung der Feldrichtung in zwei Dimensionen. Es wäre daher zukünftig von Interesse, die Feldrichtung durch eine Erhöhung der Sensorzahl und auch durch Modifikation der Anordnung der Sensorelemente dreidimensional zu erfassen. Des Weiteren ist hierfür die Miniaturisierung der ME Komposite mit Hilfe von vollständiger mikrosystemtechnischer Prozessierung von Vorteil. Neben der Integration des Haltefeldes in ME Kompositen ist die Möglichkeit, eindomänige Magnetisierungszustände zu erreichen, von besonderer Relevanz hinsichtlich der Vermeidung von BARKHAUSEN-Sprüngen, die zu einem Anstieg des Rauschens führen. Es wäre aussichtsreich das Rauschverhalten eines Komposits aus dem entwickelten Schichtsystem in Kombination mit ferroelektrischen Piezoelektrika zu untersuchen, da diese einen weiteren Freiheitsgrad in der Art des Spannungsabgriffs bieten.

Es ist zu erwarten, dass die gezielte Orientierung der *unidirektionalen* Anisotropiefelder eine Anwendung zur Reduktion der magnetischen Streufelder in Sensoren ermöglicht. Eine alternierende Richtung des integrierten Haltefeldes von Komposit zu Komposit oder Schicht zu Schicht (in Multilagensystemen) könnte hier eingesetzt werden, so dass sich von den Sensorelementen ausgehende Streufelder gegenseitig kompensieren.

---

Zusammenfassend wurde mit dieser Arbeit ein wichtiger Hinderungsgrund für die Nutzung von ME Kompositen als Magnetfeldsensoren durch die erfolgreiche Integration eines internen Haltefeldes durch Nutzung des Exchange Bias Effektes in magnetostriktiven Viellagensystemen ausgeräumt.





# Literaturverzeichnis

- [Argy 00] B. E. Argyle und J. G. McCord. “New laser illumination method for Kerr microscopy”. *Journal of Applied Physics*, Vol. 87, No. 9, p. 6487, 2000.
- [Bell 99] L. Bellaiche und D. Vanderbilt. “Intrinsic Piezoelectric Response in Perovskite Alloys: PMN-PT versus PZT”. *Physical Review Letters*, Vol. 83, No. 7, pp. 1347–1350, 1999.
- [Bert 98] G. Bertotti. *Hysteresis in Magnetism: For Physicists, Materials Scientists and Engineers*. Gulf Professional Publishing, 1998.
- [Betz 97] J. N. Betz. *Magnétostriction géante de couches minces et microactionneurs magnétostrictifs pour des technologies intégrées*. Dissertation, Université Joseph Fourier Grenoble I, 1997.
- [Bich 05] M. Bichurin, V. Petrov, O. Ryabkov, S. Averkin und G. Srinivasan. “Theory of magnetoelectric effects at magnetoacoustic resonance in single-crystal ferromagnetic-ferroelectric heterostructures”. *Physical Review B*, Vol. 72, No. 6, p. 060408, 2005.
- [Cama 05] J. Camarero, J. Sort, A. Hoffmann, J. García-Martín, B. Dieny, R. Miranda und J. Nogués. “Origin of the Asymmetric Magnetization Reversal Behavior in Exchange-Biased Systems: Competing Anisotropies”. *Physical Review Letters*, Vol. 95, No. 5, pp. 1–4, 2005.
- [Card 05] S. Cardoso, C. Cavaco, R. Ferreira, L. Pereira, M. Rickart, P. P. Freitas, N. Franco, J. Gouveia und N. P. Barradas. “Characterization of CoFeB electrodes for tunnel junctions”. *Journal of Applied Physics*, Vol. 97, No. 10, p. 10C916, 2005.
- [Clara] Clariant-GmbH. “AZ 1500 Series”. *Datenblatt*.
- [Clarb] Clariant-GmbH. “AZ 6600 Series”. *Datenblatt*.
- [Clarc] Clariant-GmbH. “AZ MIF Developer”. *Datenblatt*.
- [Clard] Clariant-GmbH. “AZ nLOF 2000 Series”. *Datenblatt*, pp. 3–6.
- [Clar 99] A. Clark und K. Hathaway. “Physics of Giant Magnetostriction”. In: G. Engdahl, Ed., *Handbook of Giant Magnetostrictive Materials*, pp. 1–125, Academic Press, 1999.

- [Cohe 03] D. Cohen und E. Halgren. “Magnetoencephalography ( Neuromagnetism )”. *Encyclopedia of Neuroscience*, pp. 1–7, 2003.
- [Cull 09] B. D. Cullity und C. D. Graham. “Magnetostriction and the Effects of Stress”. In: *Introduction to Magnetic Materials*, pp. 241–274, John Wiley and Sons, 2009.
- [Dekk 13] M. Dekkers, H. Boschker, M. van Zalk, M. Nguyen, H. Nazeer, E. Houwman und G. Rijnders. “The significance of the piezoelectric coefficient  $d_{31,\text{eff}}$  determined from cantilever structures”. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, Vol. 23, No. 2, p. 025008, 2013.
- [Dong 03] S. Dong, J. Cheng, J. F. Li und D. Viehland. “Enhanced magnetoelectric effects in laminate composites of Terfenol-D/Pb(Zr,Ti)O<sub>3</sub> under resonant drive”. *Applied Physics Letters*, Vol. 83, No. 23, p. 4812, 2003.
- [Dong 06] S. Dong, J.-F. Li und D. Viehland. “Magnetoelectric coupling, efficiency, and voltage gain effect in piezoelectric-piezomagnetic laminate composites”. *Journal of Materials Science*, Vol. 41, No. 1, pp. 97–106, 2006.
- [Drie 00] J. van Driel, F. R. de Boer, K.-M. H. Lenssen und R. Coehoorn. “Exchange biasing by Ir<sub>19</sub>Mn<sub>81</sub>: Dependence on temperature, microstructure and anti-ferromagnetic layer thickness”. *Journal of Applied Physics*, Vol. 88, No. 2, p. 975, 2000.
- [Dubo 99] M.-A. Dubois und P. Muralt. “Properties of aluminum nitride thin films for piezoelectric transducers and microwave filter applications”. *Applied Physics Letters*, Vol. 74, No. 20, p. 3032, 1999.
- [Elli 41] W. Ellis und E.S. Greiner. “Equilibrium relations in the solid state of the iron-cobalt system”. *Transactions of the American Society for Metals*, Vol. 29, pp. 415–432, 1941.
- [Engd 99] G. Engdahl. “Modeling of Giant Magnetostrictive Materials”. In: G. Engdahl, Ed., *Handbook of Giant Magnetostrictive Materials*, pp. 127–171, Academic Press, 1999.
- [Feci 07] M. Fecioru-Morariu, G. Güntherodt, M. Rührig, A. Lamperti und B. Tanner. “Exchange coupling between an amorphous ferromagnet and a crystalline antiferromagnet”. *Journal of Applied Physics*, Vol. 102, No. 5, p. 053911, 2007.
- [Fuji 77] Y. Fujii, S. Yoshida, S. Misawa, S. Maekawa und T. Sakudo. “Nonlinear optical susceptibilities of AlN film”. *Applied Physics Letters*, Vol. 31, No. 12, p. 815, 1977.

- [Fuke 97] H. N. Fuke, K. Saito, Y. Kamiguchi, H. Iwasaki und M. Sahashi. "Spin-valve giant magnetoresistive films with antiferromagnetic Ir-Mn layers". *Journal of Applied Physics*, Vol. 81, No. 8, p. 4004, 1997.
- [Gloc 95] D. A. Glocker und S. I. Shah. "Physical Deposition Techniques". In: *Handbook of Thin Film Process Technology*, Part A, pp. A3.0:1–18, Institute of Physics Publishing, 1995.
- [Grev 10a] H. Greve, E. Woltermann, R. Jahns, S. Marauska, B. Wagner, R. Knöchel, M. Wuttig und E. Quandt. "Low damping resonant magnetoelectric sensors". *Applied Physics Letters*, Vol. 97, No. 15, p. 152503, 2010.
- [Grev 10b] H. Greve, E. Woltermann, H.-J. Quenzer, B. Wagner und E. Quandt. "Giant magnetoelectric coefficients in  $(\text{Fe}_{90}\text{Co}_{10})_{78}\text{Si}_{12}\text{B}_{10}$ -AlN thin film composites". *Applied Physics Letters*, Vol. 96, No. 18, p. 182501, 2010.
- [Gros 10] A. Grosz, E. Paperno, S. Amrusi und T. Szpruch. "Minimizing crosstalk in three-axial induction magnetometers.". *The Review of scientific instruments*, Vol. 81, No. 12, p. 125106, 2010.
- [Gun 12] D. Gun Lee, S. Man Kim, Y. Kyung Yoo, J. Hyun Han, D. Won Chun, Y.-C. Kim, J. Kim, K. Seon Hwang, T. Song Kim, W. Woo Jo, H. Kim, S.-H. Song und J. Hoon Lee. "Ultra-sensitive magnetoelectric microcantilever at a low frequency". *Applied Physics Letters*, Vol. 101, No. 18, p. 182902, 2012.
- [Guti 03] J. Gutiérrez, J. Barandiarán, P. Minguez, Z. Kaczkowski, P. Ruuskanen, G. Vlasák, P. Svec und P. Duhaj. "Influence of heat treatment on the magnetic and piezomagnetic properties of amorphous and nanocrystalline  $\text{Fe}_{64}\text{Ni}_{10}\text{Nb}_3\text{Cu}_1\text{Si}_{13}\text{B}_9$  alloy strips". *Sensors and Actuators A: Physical*, Vol. 106, No. 1-3, pp. 69–72, 2003.
- [Hu 02] J.-G. Hu, G.-J. Jin und Y.-Q. Ma. "Thickness and angular dependencies of exchange bias in ferromagnetic/antiferromagnetic bilayers". *Journal of Applied Physics*, Vol. 92, No. 2, p. 1009, 2002.
- [Jagl 11] J. Jaglarz. "Description of Topography of Surfaces and Thin Films with the use Fourier Transformation, Obtained from Non-Standard Optical Measurements". In: G. Nikolic, Ed., *Fourier Transforms - New Analytical Approaches and FTIR Strategies*, InTech, 2011.
- [Jahn 11a] R. Jahns, H. Greve, E. Woltermann, E. Quandt und R. H. Knöchel. "Noise Performance of Magnetometers With Resonant Thin-Film Magnetoelectric Sensors". *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, Vol. 60, No. 8, pp. 2995–3001, 2011.

- [Jahn 12] R. Jahns, R. Knöchel und E. Quandt. “Method for Measuring a Magnetic Field Using Magnetoelectric Sensors”. *Patent WO2012097796*, 2012.
- [Jahn 13a] R. Jahns. *Untersuchung und Optimierung von Empfindlichkeit und Rauschverhalten magnetoelektrischer Sensoren*. Dissertation, Christian-Albrechts-Universität zu Kiel, 2013.
- [Jahn 13b] R. Jahns, H. Runkowske, und R. Knöchel. “Magnetfeldmessvorrichtung mit Vibrationskompensation”. *Patent EP13170893*, 2013.
- [Joul 42] J. Joule. “On a new class of magnetic forces”. *Annals of Electricity, Magnetism, and Chemistry*, Vol. 8, pp. 219–224, 1842.
- [Kade 12] D. Kaden, H.-J. Quenzer, M. Kratzer, L. Castaldi, B. Wagner, B. Heinz und R. Mamazza. “Influence of Platinum Bottom Electrodes on the Piezoelectric Performance of PZT Thin Films Hot Sputtered in a High Volume Production Tool”. *MRS Proceedings*, Vol. 1397, 2012.
- [Kant 67] M. Kantola und E. Tokola. “X-ray studies on the thermal expansion of copper-nickel alloys”. *Annales Academiae Scientiarum Fennicae*, Vol. Series A6, No. 223, pp. 1–10, 1967.
- [Kirc 13] C. Kirchhof, M. Krantz, I. Teliban, R. Jahns, S. Marauska, B. Wagner, R. Knöchel, M. Gerken, D. Meyners und E. Quandt. “Giant magnetoelectric effect in vacuum”. *Applied Physics Letters*, Vol. 102, No. 23, p. 232905, 2013.
- [Kitc 09] J. Kitching, S. Knappe, W. C. Griffith, J. Preusser, V. Gerginov, P. D. D. Schwindt, V. Shah und R. Jimenez-Martinez. “Uncooled, millimeter-scale atomic magnetometers with femtotesla sensitivity”. *2009 IEEE Sensors*, pp. 1844–1847, 2009.
- [Kiwi 01] M. Kiwi. “Exchange bias theory”. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 234, No. 3, pp. 584–595, 2001.
- [Kuri 96] K. Kurihara und M. Sekine. “Plasma characteristics observed through high-aspect-ratio holes in plasma”. *Plasma Sources Science and Technology*, Vol. 121, pp. 6–11, 1996.
- [Kwon 13] J. S. W. Kwong, B. Leithäuser, J.-W. Park und C.-M. Yu. “Diagnostic value of magnetocardiography in coronary artery disease and cardiac arrhythmias: A review of clinical data.”. *International journal of cardiology*, Vol. 167, No. 5, pp. 1835–42, 2013.
- [Li 01] H. Li und P. P. Freitas. “Exchange enhancement and thermal anneal in  $\text{Mn}_{76}\text{Ir}_{24}$  bottom-pinned spin valves”. *Journal of Applied Physics*, Vol. 89, No. 11, pp. 6904–6906, 2001.

- [Li 98] M. Li, G.-C. Wang und H.-G. Min. “Effect of surface roughness on magnetic properties of Co films on plasma-etched Si(100) substrates”. *Journal of Applied Physics*, Vol. 83, No. 10, p. 5313, 1998.
- [Ma 11] J. Ma, J. Hu, Z. Li und C.-W. Nan. “Recent progress in multiferroic magnetoelectric composites: from bulk to thin films.”. *Advanced materials*, Vol. 23, No. 9, pp. 1062–87, 2011.
- [Mado 02] M. J. Madou. “Wet Bulk Micromachining”. In: *Fundamentals of Microfabrication*, Kapitel 4, CRC Press, 2002.
- [Malm 95] J. Malmivuo und R. Plonsey. *Bioelectromagnetism: principles and applications of bioelectricity and biomagnetic fields*. Oxford University Press, 1995.
- [Malo 87] A. Malozemoff. “Random-field model of exchange anisotropy at rough ferromagnetic-antiferromagnetic interfaces”. *Physical Review B*, Vol. 35, No. 7, pp. 3679–3682, 1987.
- [Mand 10] S. K. Mandal, G. Sreenivasulu, V. M. Petrov und G. Srinivasan. “Flexural deformation in a compositionally stepped ferrite and magnetoelectric effects in a composite with piezoelectrics”. *Applied Physics Letters*, Vol. 96, No. 19, p. 192502, 2010.
- [Mara 12a] S. Marauska, V. Hrkac, T. Dankwort, R. Jahns, H. J. Quenzer, R. Knöchel, L. Kienle und B. Wagner. “Sputtered thin film piezoelectric aluminum nitride as a functional MEMS material”. *Microsystem Technologies*, Vol. 18, No. 6, pp. 787–795, 2012.
- [Mara 12b] S. Marauska, R. Jahns, H. Greve, E. Quandt, R. Knöchel und B. Wagner. “MEMS magnetic field sensor based on magnetoelectric composites”. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, Vol. 22, No. 6, p. 065024, 2012.
- [Meik 56] W. Meiklejohn und C. Bean. “New Magnetic Anisotropy”. *Physical Review*, Vol. 105, No. 3, pp. 904–913, 1956.
- [Mich 93] L. Michalowsky. *Magnettechnik*. Fachbuchverlag Leipzig, 1993.
- [Mura 76] N. Murayama, K. Nakamura, H. Obara und M. Segawa. “The strong piezoelectricity in polyvinylidene fluoride (PVDF)”. *Ultrasonics*, Vol. 14, No. 1, pp. 15–24, 1976.
- [Nan 13] T. Nan, Y. Hui, M. Rinaldi und N. X. Sun. “Self-Biased 215MHz Magnetoelectric NEMS Resonator for Ultra-Sensitive DC Magnetic Field Detection.”. *Scientific reports*, Vol. 3, p. 1985, 2013.

- [Nogu 99] J. Nogués und I. K. Schuller. “Exchange bias”. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 192, pp. 203–230, 1999.
- [OGra 10] K. O’Grady, L. Fernandez-Outon und G. Vallejo-Fernandez. “A new paradigm for exchange bias in polycrystalline thin films”. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 322, No. 8, pp. 883–899, 2010.
- [Ohri 02] M. Ohring. *Materials science of thin films: deposition and structure*. 2nd Edition, Academic Press, 2002.
- [Okam 90] H. Okamoto. *Binary Alloy Phase Diagrams*. 2nd Edition, ASM International, Ohio, 1990.
- [Onut 11] T.-D. Onuta, Y. Wang, C. J. Long und I. Takeuchi. “Energy harvesting properties of all-thin-film multiferroic cantilevers”. *Applied Physics Letters*, Vol. 99, No. 20, p. 203506, 2011.
- [Park 06] C. Park, J.-G. Zhu, M. T. Moneck, Y. Peng und D. E. Laughlin. “Annealing effects on structural and transport properties of rf-sputtered CoFeB / MgO / CoFeB magnetic tunnel junctions”. *Journal of Applied Physics*, Vol. 99, No. 8, p. 08A901, 2006.
- [Pior 13a] A. Piorra, R. Jahns, I. Teliban, J. L. Gugat, M. Gerken, R. Knöchel und E. Quandt. “Magnetoelectric thin film composites with interdigital electrodes”. *Applied Physics Letters*, Vol. 103, No. 3, p. 032902, 2013.
- [Pior 13b] A. Piorra. *Ferroelektrische Schichten für magnetoelektrische Komposite*. Dissertation, Christian-Alberchts-Universität zu Kiel, 2013.
- [Quan 98] E. Quandt, A. Ludwig, D. G. Lord und C. A. Faunce. “Magnetic properties and microstructure of giant magnetostrictive TbFe/FeCo multilayers”. *Journal of Applied Physics*, Vol. 83, No. 11, p. 7267, 1998.
- [Raub 55] E. Raub und W. Mahler. “Die Legierungen des Mangans mit Platin, Iridium, Rhodium und Ruthenium”. *Zeitschrift für Metallkunde*, Vol. 46, pp. 282–290, 1955.
- [Sait 01] Y. Saito, M. Amano, K. Nakajima, S. Takahashi und M. Sagoi. “Bias voltage and annealing-temperature dependences of magnetoresistance ratio in Ir-Mn exchange-biased double tunnel junctions”. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 223, No. 3, pp. 293–298, 2001.
- [Sand 12] T. H. Sander, J. Preusser, R. Mhaskar, J. Kitching, L. Trahms und S. Knappe. “Magnetoencephalography with a chip-scale atomic magnetometer”. *Biomedical optics Express*, Vol. 3.5, No. 981, pp. 27167–27172, 2012.

- [Schi 03] M. Schilling. “Hochempfindliche, integrierte Magnetfeldsensoren - Ein Überblick”. *XVII. Messtechnisches Symposium des AHMT e. V.*, pp. 43–52, 2003.
- [Scho 10] H. Schönherr und G. J. Vancso. “Scanning Force Microscopy of Polymers”. In: *Atomic Force Microscopy in Practice*, pp. 25–75, Springer, 2010.
- [Smit 95] D. L. Smith. “Glow-Discharge Plasmas”. In: *Thin-film deposition: principles and practice*, Kapitel 9, pp. 470 – 489, McGraw-Hill, 1995.
- [Spal 05] N. A. Spaldin und M. Fiebig. “Materials science. The renaissance of magnetoelectric multiferroics.”. *Science*, Vol. 309, No. 5733, pp. 391–2, 2005.
- [Spie 09] L. Spieß, G. Teichert, R. Schwarzer, H. Behnken und C. Genzel. “Methoden der Röntgenbeugung”. In: L. Spieß, Ed., *Moderne Röntgenbeugung*, Kapitel 5, pp. 155–216, Vieweg+Teubner, 2009.
- [Srin 01] G. Srinivasan, E. Rasmussen, J. Gallegos, R. Srinivasan, Y. Bokhan und V. Laletin. “Magnetoelectric bilayer and multilayer structures of magnetostrictive and piezoelectric oxides”. *Physical Review B*, Vol. 64, No. 21, pp. 1–6, 2001.
- [Stam 00] R. L. Stamps. “Mechanisms of exchange bias with multiferroic BiFeO<sub>3</sub> epitaxial thin films.”. *Journal of Physics D: Applied Physics*, Vol. 33, pp. R247–R248, 2000.
- [Star 02] J. Starzynski, B. Sawicki, S. Wincenciak, A. Krawczyk und T. Zyss. “Simulation of magnetic stimulation of the brain”. *IEEE Transactions on Magnetics*, Vol. 38, No. 2, pp. 1237–1240, 2002.
- [Suzu 04] T. Suzuki und K. Ouchi. “Crystal Orientation of Mn-Ir Antiferromagnetic Films for Exchange-Biased Soft-Magnetic Underlayer in Perpendicular Recording Media”. *IEEE Transactions on Magnetics*, Vol. 40, No. 4, pp. 2347–2349, 2004.
- [Tada 97] K. Tadahiko und S. Isao. “Self Bias Magnetostrictive Material”. *Patent JPH0983037A*, 1997.
- [Tech] Technic. “Chrome Etch No 1”. *Datenblatt*.
- [Thor 74] J. A. Thornton. “Influence of apparatus geometry and deposition conditions on the structure and topography of thick sputtered coatings”. *Journal of Vacuum Science and Technology*, Vol. 11, No. 4, p. 666, 1974.
- [Trol 04] S. Trolier-McKinstry und P. Muralt. “Thin Film Piezoelectrics for MEMS”. *Journal of Electroceramics*, Vol. 12, No. 1/2, pp. 7–17, 2004.
- [Uchi 03] K. Uchino. “Piezoelectric Ceramics”. In: S. Somiya, Ed., *Handbook of Advanced Ceramics II*, Chap. 4.1, pp. 107–159, Academic Press, 2003.

- [Van 72] J. Van Suchtelen. “Product properties: a new application of composite materials”. *Philips Res. Rep.*, Vol. 27, No. 1, pp. 28–37, 1972.
- [Vops 07] M. Vopsaroiu, J. Blackburn und M. G. Cain. “A new magnetic recording read head technology based on the magneto-electric effect”. *Journal of Physics D: Applied Physics*, Vol. 40, No. 17, pp. 5027–5033, 2007.
- [Will 03] K. Williams, K. Gupta und M. Wasilik. “Etch rates for micromachining processing-part II”. *Journal of Microelectromechanical Systems*, Vol. 12, No. 6, pp. 761–778, 2003.
- [Will 09] D. B. Williams und C. B. Carter. *Transmission Electron Microscopy: A Textbook for Materials Science*. 2nd Edition, Springer Science+Business Media, 2009.
- [Will 81] S. Williamson und L. Kaufman. “Biomagnetism”. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, Vol. 22, pp. 129–201, 1981.
- [Wolf 87] E. R. Wölfel. *Theorie und Praxis der Röntgenstrukturanalyse*. 3. Auflage, Vieweg+Teubner, 1987.
- [Xing 13] Z. Xing und K. Xu. “Investigation of low frequency giant magnetoelectric torque effect”. *Sensors and Actuators A: Physical*, Vol. 189, pp. 182–186, 2013.
- [Yaga 01] K. Yagami, M. Tsunoda und M. Takahashi. “Enhancement of exchange bias in Mn-Ir/Co-Fe based spin valves with an ultrathin Cu underlayer and in situ Mn-Ir surface modification”. *Journal of Applied Physics*, Vol. 89, No. 11, p. 6609, 2001.
- [Yang 11] Y. Yang, J. Gao, Z. Wang, M. Li, J.-F. Li, J. Das und D. Viehland. “Effect of heat treatment on the properties of Metglas foils, and laminated magnetoelectric composites made thereof”. *Materials Research Bulletin*, Vol. 46, No. 2, pp. 266–270, 2011.
- [Zhai 06] J. Zhai, S. Dong, Z. Xing, J. Li und D. Viehland. “Giant magnetoelectric effect in Metglas/polyvinylidene-fluoride laminates”. *Applied Physics Letters*, Vol. 89, No. 8, p. 083507, 2006.
- [Zhao 09] P. Zhao, Z. Zhao, D. Hunter, R. Suchoski, C. Gao, S. Mathews, M. Wuttig und I. Takeuchi. “Fabrication and characterization of all-thin-film magnetoelectric sensors”. *Applied Physics Letters*, Vol. 94, No. 24, p. 243507, 2009.
- [Zhua 11] X. Zhuang, C. Cordier, S. Saez, M. Lam Chok Sing, C. Dolabdjian, J. Gao, J. F. Li und D. Viehland. “Theoretical analysis of the intrinsic magnetic noise spectral density of magnetostrictive-piezoelectric laminated composites”. *Journal of Applied Physics*, Vol. 109, No. 12, p. 124512, 2011.



- [Zhua 13] X. Zhuang, M. Lam Chok Sing, C. Dolabdjian, P. Finkel, J. Li und D. Viehland. “Theoretical intrinsic equivalent magnetic noise evaluation for Magneto(Elasto)Electric sensors using modulation techniques”. *IEEE Sensors Journal*, No. c, pp. 1–1, 2013.



# Publikationen mit Eigenbeteiligung

- [Jahn 11b] Robert Jahns, Reinhard Knöchel, Henry Greve, Eric Woltermann, Enno Lage und Eckhard Quandt. Magnetolectric sensors for biomagnetic measurements. *2011 IEEE International Symposium on Medical Measurements and Applications*, pp. 107–110, 2011.
- [Lage 12a] Enno Lage, Christine Kirchhof, Viktor Hrkac, Lorenz Kienle, Robert Jahns, Reinhard Knöchel, Eckhard Quandt und Dirk Meyners. Exchange biasing of magnetolectric composites. *Nature materials*, Vol. 11, No. 6, pp. 523-529, 2012.
- [Lage 12b] Enno Lage, Dirk Meyners und Eckhard Quandt. Magnetostrictive Layersystem *Patent EP13170893*, 2012.
- [Jahn 13c] Robert Jahns, Andre Piorra, Enno Lage, Christine Kirchhof, Dirk Meyners, Jascha Lukas Gugat, Matthias Krantz, Martina Gerken, Reinhard Knöchel und Eckhard Quandt. Giant Magnetolectric Effect in Thin-Film Composites. *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 96, No. 6, pp. 1673-1681, 2013.
- [Lage 13] Enno Lage, Frederik Woltering, Eckhard Quandt und Dirk Meyners. Exchange biased magnetolectric composites for vector field magnetometers. *Journal of Applied Physics*, Vol. 113, No. 17, p. 17C725, 2013.



# Anhang

## Gleichung zur Bestimmung der Auslenkung

Zur Bestimmung der Auslenkung  $D$  an der Stelle  $x$  einer Probe zur Bestimmung der magnetostriktiven Eigenschaften sie diese als einseitig geklemmter Biegebalken der Länge  $l$ , der einem Biegemoment  $M(x)$  ausgesetzt ist, betrachtet. Die Krümmung  $D''$  an der Stelle  $x$ , also der Änderung der Neigungswinkels  $\alpha$ , kann für diese Proben, die kleine Auslenkungen im Vergleich zur Balkengröße aufweisen, durch

$$D''(x) = -\frac{M(x)}{EI}$$

beschrieben werden. Hierbei ist  $E$  der Elastizitätsmodul und  $I$  das Flächenträgheitsmoment, deren Produkt  $EI$  bei konstantem Querschnitt unverändert bleibt. Für die Trägerneigung  $D'$  bzw.  $\tan \alpha$  ergibt sich somit:

$$\tan \alpha = D' = -\int \frac{M}{EI} dx + C_1.$$

Folglich lässt sich die Auslenkung durch

$$D = -\int \int \frac{M}{EI} dx dx + C_1 x + C_2$$

berechnen. Durch die einseitige Einspannung an der Stelle  $x = 0$  ergeben sich für die Trägerneigung und die Auslenkung die Randbedingungen

$$D'(x = 0) = 0, D(x = 0) = 0.$$

So, dass beide für Integrationskonstanten  $C_1 = C_2 = 0$  gilt. Das Biegemoment an der Stelle  $x$  lässt sich für einen Balken unter der homogenen Last  $q_0$  durch mit

$$M(x) = -q_0 \frac{(l-x)^2}{2}$$

ausdrücken. Die Trägerneigung und Auslenkung an der Stelle  $x$  wird durch die Gleichungen

$$D' = \frac{q_0}{2EI} (l^2 x - lx^2 + \frac{1}{3} x^3)$$
$$D = \frac{q_0}{2EI} (\frac{l^2 x^2}{2} - \frac{lx^3}{3} + \frac{x^4}{12})$$

beschreiben. Zur Vereinfachung sei das Balkenende ( $x = l$ ) betrachtet, an dem die Verbiegung gemessen wird, so dass reduzieren sich die obigen Gleichungen zu:

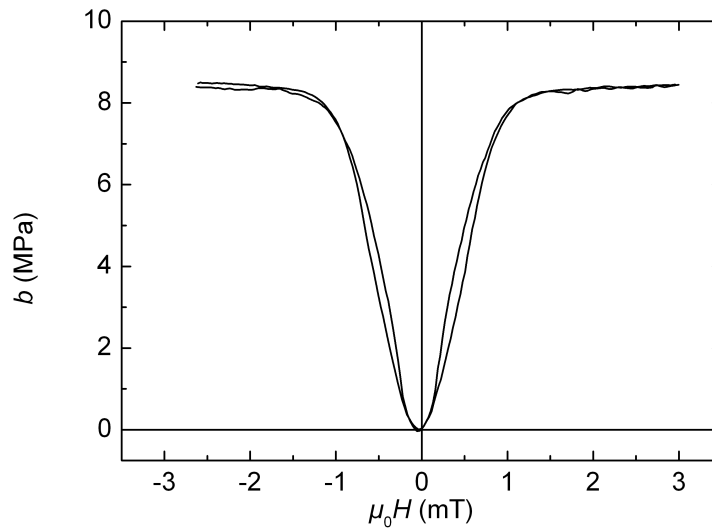
$$\tan \alpha = D' = \frac{q_0}{2EI} (\frac{l^3}{3})$$
$$D = \frac{q_0}{2EI} \frac{l^4}{4}.$$

Es folgt die vereinfachte Beziehung

$$D = \tan \alpha \frac{3}{4} l$$

zwischen Trägerneigung und Auslenkung.

## Magnetostruktionskurve einer Fe-Co-Si-B Schicht ohne Exchange Bias



Verlauf des magnetoelastischen Kopplungskoeffizienten einer Fe-Co-Si-B Schicht ohne Exchange Bias. Das Biegebalkensubstrat mit der magnetostruktiven Schicht wurde in einem Magnetfeld senkrecht zur Längsachse mit einer Flussdichte von 90 mT bei 250 °C für 30 min ausgelagert. Der maximale magnetoelastische Kopplungskoeffizient entlang der Längsachse beträgt 8,4 MPa.





# Danksagung

Herrn Prof. Dr. Eckhard Quandt danke ich ganz herzlich dafür, dass ich als Teil des Sonderforschungsbereichs 855 in seiner Arbeitsgruppe unter den hervorragenden Voraussetzungen über dieses interessante Thema promovieren durfte. Genauso bedanke ich mich bei Prof. Dr. Jeffrey McCord für seine fachliche Beratung und die Bereitschaft, diese Arbeit zu begutachten. Für die Begutachtung möchte ich mich ebenfalls bei Prof. Dr. Günter Reiss bedanken.

Ganz besonders möchte ich mich bei Dr. Dirk Meyners für seine fachlichen und menschlichen Leistungen als Betreuer bedanken, mit denen er mir half, die Freude an meiner Promotion über all die Jahre zu erhalten.

Ich danke den Kollegen des Sonderforschungsbereichs 855 für die ergiebige interdisziplinäre Zusammenarbeit, ohne die diese Arbeit in der Form nicht möglich gewesen wäre. Dies gilt insbesondere den aktuellen und ehemaligen Kollegen innerhalb unserer Arbeitsgruppe Dr. Henry Greve, Christine Kirchhof M.Sc., Dr. Antonio Malavé, Dipl.-Ing. André Piorra, Volker Röbisch M.Sc., Dipl.-Ing. Eric Woltermann und Erdem Yarar M.Sc.

Mein Dank gilt an dieser Stelle auch Dipl.-Phys. Viktor Hrkac, Christin Szillus und Prof. Dr. Lorenz Kienle für die Durchführung der TEM-Untersuchungen. Ebenso war die Zusammenarbeit mit Dr. Robert Jahns, Dr. Iulian Teliban, Holger Runkowske und Prof. Dr. Reinhard Knöchel sehr aufschlussreich, wofür ich mich hiermit bedanken möchte. Bei Necdet Onur Urs M.Sc. möchte ich mich für die bemerkenswerten MOKE-Aufnahmen bedanken.

Danke an meine (ehemaligen) Studenten und Kollegen Patrick Hayes M.Sc., Jannis Lemke M.Sc., Dr. Kristina Schlüter, Ali Tavassolizadeh M.Sc., Dipl.-Phys. Claas Theede, Michael Timmermann B.Sc., Frederik Woltering B.Sc. und allen Mitgliedern der Arbeitsgruppe Anorganische Funktionsmaterialien, die hier nicht namentlich aufgeführt sind, für die gute Zusammenarbeit und das nette Arbeitsklima. Insbesondere möchte ich mich bei unserer Sekretärin Gislinda Schröder bedanken.

Ich danke auch Dr. Christoph Bechthold, Sebastian Czempik B.A., Dr. Ulrich Schürmann, Dipl.-Phys. Julia Trützscher und Dr. Christiane Zamponi für ihre Gefälligkeiten während der Anfertigung meiner Dissertation.

Ebenso möchte ich mich bei dem Team der Werkstatt um Berndt Neumann und Matthias Burmeister für die schnellen und präzisen Umsetzungen meiner Konstruktionen bedanken, die mir viele Untersuchungen erleichtert haben.

Abschließend möchte ich mich bei meiner Familie und meiner Freundin Anne für die dauernde Unterstützung während meines Studiums und meiner Promotion bedanken.