

Röntgenmikroskopische Untersuchungen magnetischer Strukturen in Hochtemperatursupraleitern

Stephen Ruoß

**Dissertation zur Erlangung des akademischen Grades
Doktor-Ingenieur**

Vorgelegt dem Rat der Physikalisch-Astronomischen Fakultät der
Friedrich-Schiller-Universität Jena

von M. Sc. Stephen Ruoß

geboren am 27. März 1987 in Waiblingen

Gutachter

1. Prof. Dr. rer. nat. habil. Paul Seidel (FSU Jena - Deutschland)
2. Prof. Dr. rer. nat. Michael Siegel (KIT Karlsruhe - Deutschland)
3. Dr. Christof W. Schneider (Paul Scherrer Institut - Schweiz)

Tag der Disputation: 12.April 2018

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	4
2	Supraleitung und Magnetismus	7
2.1	Der stromtragende Zustand	7
2.1.1	Entdeckung	7
2.1.2	London-Theorie	8
2.1.3	Ginzburg-Landau-Theorie	9
2.1.4	Supraleiter zweiter Art	11
2.1.5	Mikroskopische Theorie der Supraleitung	12
2.1.6	Flusslinien in Supraleitern	13
2.1.7	Das Flusslinienensemble	15
2.1.8	Verankerungsmechanismen	16
2.1.9	Das Bean-Modell	18
2.1.10	Dünne supraleitende Filme	19
2.2	Magnetische Ordnung in Ferromagneten	23
2.2.1	Energie eines Ferromagneten	23
2.2.2	Ferromagnetische Hysteresen	24
2.2.3	Domänen und Domänenwanddicken	25
2.2.4	Anisotropie	26
3	Messmethoden	27
3.1	SQUID-Magnetometrie	27
3.2	Magnetooptischer Faraday-Effekt	28
3.2.1	Ferrimagnetische Eisengranate	30
3.2.2	Messaufbau Faraday-Mikroskop	31
3.2.3	Auswertungsprinzip Magnetooptik	31
3.3	Röntgendiffraktion	35
3.3.1	Synchrotronstrahlung	36
3.3.2	Röntgenmikroskop - MAXYMUS	37

3.3.3	Helium Kryostat	39
4	Probencharakterisierung und Herstellung	43
4.1	Yttrium Barium Kupferoxid - $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$	43
4.1.1	Supraleitung in YBCO	44
4.1.2	Dünne Schichten	47
4.2	Ferromagnetische Schichten	49
4.2.1	Herstellung	49
4.2.2	Magnetische Eigenschaften	50
4.3	Probenstrukturierung	52
4.3.1	Photolithographie	52
4.3.2	Das Probensystem	54
5	Ergebnisse	57
5.1	Charakterisierung des Probensystems	57
5.1.1	Einfluss von YBCO auf die Sensorschicht	58
5.1.2	Einfluss der Sensorschicht auf YBCO	59
5.1.3	Vergleich der magnetischen Momente	64
5.2	Vergleich magnetooptischer und SXM Ergebnisse	67
5.2.1	Magnetooptik	67
5.2.2	Rasterröntgenmikroskopie	70
5.3	Eigenschaften der Röntgenmikroskopie	73
6	Neue Möglichkeiten mittels Röntgenmikroskopie	77
6.1	Korrelation von Mikrostruktur und magnetischer Flussdichteverteilung	77
6.2	Einfluss der Temperatur auf das Messsignal	82
7	Von TEY zu Transmission	83
7.1	Herausforderungen der Transmissionsmessung	83
7.1.1	Focused Ion Beam Dünnen	83
7.1.2	Messsignal in Transmission	85
7.2	Ergebnisse Röntgentransmissionsmessungen	87
7.2.1	Struktureller Kontrast in Transmission	87
7.2.2	Magnetischer Kontrast in Transmission	90
7.2.3	Korrelation von struktureller und magnetischer Information	92
8	Potential und Ausblick	94

9 Zusammenfassung	97
Literaturverzeichnis	99

Abstract

The magnetic flux distribution in superconductors is of fundamental interest when regarding the electric transport properties of superconducting structures. The local current path is directly correlated to a magnetic stray field distribution in superconductors. Therefore it is possible to utilize the flux density distribution to directly diagnose the supercurrent flow [1]. To visualize this distribution many methods have been developed. The method used in this work is scanning X-ray microscopy (SXM) with polarized X-rays. Where two measurement modes can be used. On the one hand the total electron yield (TEY), a measurement of the sample current in dependence on the absorbed circular polarized X-rays. On the other hand one can measure in transmission with a separate detector behind the sample. This method provides access to magnetic ordering phenomena by dichroic absorption of polarized X-rays (X-ray magnetic circular dichroism - XMCD)[2]. This method opens up the possibility to image real superconducting structures and provides information about the surface structure as well as magnetic information. The method itself provides the opportunity to image single flux lines which can only be done by a few other methods under laboratory conditions. These other methods are for example scanning SQUID microscopy[3], magnetic force microscopy [4] and scanning Hall microscopy [5]. Single flux lines have also been detected by magnetometry based on nitrogen-vacancies [6] or using scanning tunneling microscopy [7]. To image the flux density distribution magneto-optical imaging is a widely used method [1, 8].

The method used in this work can be seen as an evolution of magneto-optical imaging to shorter wavelengths namely X-rays. Comparable to magneto-optics a sensor layer is used to map the magnetic stray field distribution of the superconductor. The idea of imprinting the stray field into the sensor layer has been used in X-ray photoelectron emission microscopy (X-PEEM)[9, 10] or scanning X-ray microscopy [11] to visualize the stray field distribution of superconducting structures.

Improvements for scanning X-ray microscopy:

To enhance the technique of scanning X-ray microscopy the existing X-ray microscopy was upgraded with a helium cryostat. This new cryostat opens up the possibility to measure magnetic materials at temperatures down to 20 K. In the case of superconductors this allows for the possibility to use different materials than $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ in the future. For YBCO lower temperatures means higher currents and therefore higher magnetic in-plane fields which are needed to saturate the ferromagnetic sensor layer.

Lower temperatures do come with their own unique challenges. Gases which are still remaining in the measurement chamber do freeze onto the sample which reduces the signal significantly over time for total electron yield (TEY) measurements. To eliminate this problem the samples were prepared for transmission experiments.

This means the single crystalline sample substrate has to be thinned down to thicknesses below 700 nm. Several steps to achieve such a sample thickness are needed. The whole sample preparation process covers structuring of the YBCO using spin-coating and laserwriting of the geometries. Followed by ion beam etching and sputtering of the ferromagnetic material. The thinning process is started with mechanical thinning of the substrate down to roughly 20 μm which is then followed by ion beam etching of the substrate material behind the YBCO structures to the end thickness.

Results of scanning X-ray microscopy:

The before mentioned TEY-Mode provides, due to its surface sensitivity, direct information of the surface structures as well as the magnetic information by XMCD. This is used to correlate the structural properties of YBCO with the alignment of the magnetic domain wall generated by the stray field of the superconductor. Furthermore, with YBCO and its signature a-axis outgrowths and high surface roughness it is possible to get this structural information in transmission as well. This is possible due to the extremely large thickness variation which change the amount of absorbed photons.

This method uses ferromagnetic sensor layers to visualize the magnetic flux distribution of the superconductor. Therefore, a focus has been set on characterizing this sensor layers in regards of their domain wall thicknesses. These domains itself and their domain walls limit the available magnetic resolution of this technique. Only if these are small enough small magnetic structures like fluxlines can be resolved.

Outlook:

In this work a helium cryostat has been successfully implemented into a scanning X-ray microscope with a base temperature of 20 K. Additionally, first steps to establish a method to structure and thin superconducting thin films on single crystalline substrate have been done. This process is needed to achieve transmission measurements which are essential for measurements at low temperatures.

Still there are challenges connected to these kinds of measurements. YBCO itself is a material sensitive to processes which change its stoichiometry. Especially, in the structuring and thinning process this has to be carefully observed. Mainly the last step, the thinning with a focused Gallium ion beam, can harm the superconducting structure in several ways. The thinner the substrate gets the higher the risk of Gallium implantation into the sample as well as the implantation of substrate atoms like Titanium, Strontium and Oxygen due to secondary collisions. Additionally with thinner substrates the thermal load for the superconducting structure increases, which can change the oxygen doping and increase diffusion of foreign atoms from the ferromagnetic layer.

While measuring these thinned sample the risk of thermal stress and crack formation increases with lower substrate thickness. On the other hand lower STO substrates are needed to increase the signal amount while measuring these samples. Lower STO thickness is directly correlated to a reduced dwell time per pixel and can therefore reduce measurement time or increase the pixel amount per image while remaining at the same measurement time per image. This can be useful if a process like relaxation is being investigate on small length scales.

Kapitel 1

Einleitung

Supraleitung beschreibt das Verhalten von Materialien ihren Gleichstromwiderstand unterhalb einer kritischen Temperatur T_c zu verlieren. Dieser Effekt wurde erstmals von Heike Kammerlingh Onnes im April 1911 an Quecksilber [12] beobachtet. Heutzutage wird viel zur Anwendbarkeit von supraleitenden Materialien geforscht und teilweise schon kommerziell genutzt.

Zu den wichtigsten Eigenschaften der Supraleiter für den anwendungsbezogenen Einsatz zählen die Möglichkeit hohe Stromdichten zu transportieren, die Erzeugung hoher Magnetfelder und auch die scharfe Begrenzung des elektrischen Stromtransportes. Jedoch sind diese Einsatzbereiche stark von den materialspezifischen mikro- und makroskopischen Eigenschaften der Supraleiter abhängig. Zu einer der wichtigsten Eigenschaften eines Supraleiters zählt die Verankerung des quantisierten magnetischen Flusses im Supraleiter. Sie ist hauptsächlich für die Fähigkeit verantwortlich hohe elektrische Ströme transportieren zu können, wie sie beispielsweise für Kabel und Magneten notwendig ist. Die Forschung an Supraleitern bewegt sich zwischen der Anwendung und der Grundlagenforschung. Supraleitende Kabel werden beispielsweise im Pilotprojekt AmpaCity in Essen verwendet um zwei Umspannstationen zu verbinden. Auch wenn es schon viele Anwendungen von Supraleitern gibt, ist der physikalische Mechanismus, welcher zum supraleitenden Zustand in Hochtemperatursupraleitern führt, noch nicht vollständig verstanden. Der Fokus liegt hierbei bei der Anwendung wie auch bei der Grundlagenforschung darauf, das Verhalten der Flusslinien und die damit verbundene Information über Stromtransport charakterisieren zu können. Für diese Charakterisierung gibt es verschiedene Methoden, welche alle Ihre Vor- und Nachteile besitzen.

Viele dieser Methoden setzen voraus, dass Proben verwendet werden, welche eine optimale einkristalline Struktur aufweisen. Zu diesen Methoden zählen die SQUID Mikroskopie [3], die magnetische Rasterkraftmikroskopie [4] und die Raster Hall Mikroskopie [5]. Die-

se Methoden bieten jedoch nicht die Auflösung um einzelne Flusslinien darzustellen. Für die Auflösung einzelner Flusslinien sind Methoden wie die auf Stickstofffehlstellen basierende Magnetometrie [6] oder die Rastertunnelmikroskopie [7] notwendig. Die Faraday-Mikroskopie [1, 8], eine weitere weit etablierte Methode zur Abbildung der magnetischen Flussdichteverteilung sowie einzelner Flusslinien unter besonders präparierter Bedingungen, findet ebenfalls Anwendung in dieser Arbeit.

Des Weiteren wird eine neuartige Methode zur Visualisierung der magnetischen Flussdichteverteilung verwendet. Diese kann als Weiterentwicklung der magnetooptischen Methode betrachtet werden, welche vom sichtbaren Licht in den Röntgenbereich transferiert wurde [13]. Vergleichbar zu dieser Methode wird auch hier eine Sensorschicht verwendet, um die Flussdichteverteilung darzustellen. Diese Methode, die Flussdichteverteilung in eine ferromagnetische Schicht einzuprägen, wurde auch bei Photoemissionselektronenmikroskopie (X-PEEM - x-ray photoelectron emission microscopy) [9, 10] verwendet.

Erweiterungen zur Röntgenmikroskopie:

Das Hauptaugenmerk dieser Arbeit ist die Erweiterung der Röntgenmikroskopiemethode zu tieferen Temperaturen. Hierfür wurde für das bestehende Röntgenmikroskop MAXYMUS am Synchrotron Bessy II des Helmholtz Zentrum in Berlin ein neuartiger Heliumkryostat entwickelt. Dieser ermöglicht es, Materialien bis zu einer Temperatur von 20 K zu vermessen. Gerade im Falle von Supraleitern bietet dies die Möglichkeit auch andere supraleitende Materialien verwendet werden können, welche eine tiefere Sprungtemperatur besitzen. Allgemein eröffnet sich damit die Möglichkeit auch andere magnetische Phänomene bei tiefen Temperaturen zu untersuchen.

Bezogen auf den hier verwendeten Supraleiter $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$, ermöglichen tiefere Temperaturen höhere Stromdichten und damit auch ein höheres Magnetfeld in der Ebene, welches benötigt wird, um die ferromagnetische Sensorschicht zu sättigen.

Tiefere Temperaturen stellen die Rasterröntgenmikroskopie jedoch vor neue Herausforderungen. Das vorhandene Röntgenmikroskop ist nicht für tiefe Temperaturen ausgelegt, was bedeutet, dass das Vakuum in der Messkammer dafür sorgt, dass sich eine gefrorene Restgasschicht auf der Probe ablagert. Diese führt im Falle der Messung des Probenstromes (TEY-Modus) dazu, dass es rasch zum Verlust des Signales kommt. Aus diesem Grund wurde eine neue Methode entwickelt um transmissionsfähige Proben für die Röntgenmikroskopie herzustellen.

Inhaltsübersicht:

In dieser Arbeit wird zu Beginn ein Überblick über die theoretischen Grundlagen zum Stromtransport in Supraleitern und zum Ferromagnetismus gegeben. Im darauffolgenden Kapitel werden die verwendeten Messmethoden, SQUID-Magnetometrie, magnetooptische Faraday-Mikroskopie und Mikroskopie unter Verwendung des Röntgendiffraktionsgesetzes mit dem neuen Heliumkryostaten erläutert. Diese beiden Mikroskopiemethoden beruhen auf der Wechselwirkung von polarisiertem Licht mit magnetischer Materie, welche zur Abbildung magnetischer Domänen und magnetischer Flussdichte Anwendung findet.

Die verwendeten Probensysteme und ihre Herstellung werden in Kapitel 4 diskutiert. Hier wird auch die Präparation der Transmissionsmessungen genau dargestellt, welche essentiell ist für die Röntgenmikroskopiemessungen bei tiefen Temperaturen ist.

Der Ergebnisteil ist in Kapitel 5 zu finden. Hier wird zunächst das Probensystem charakterisiert. Darunter fällt der Einfluss des Supraleiters auf den Ferromagneten, der Einfluss des Ferromagneten auf den Supraleiter und ein Vergleich der magnetischen Momente dieser Materialien. Anschließend werden die Ergebnisse der Röntgenmikroskopiemessungen mit den entsprechenden Ergebnissen aus der Magnetooptik verglichen. Darauf folgt eine Darstellung der Eigenschaften der Röntgenmikroskopiemethode.

Im Kapitel 6.1 werden nun die neuen Möglichkeiten durch die Röntgenmikroskopie aufgezeigt. Das abschließende Ergebniskapitel 7.2 beschreibt den Übergang von der Messung des Probenstroms zur Transmission in der Röntgenmikroskopie. Hierunter fällt auch die Betrachtung der Probenpräparation, welche für Transmissionsmessungen essentiell ist. Die Arbeit wird abgeschlossen mit einem Ausblick und der Diskussion der Herausforderungen zu dieser Mikroskopiemethode.

Zusammenfassend kann diese Arbeit als Erweiterung einer neuen Mikroskopiemethode gesehen werden, in welcher die Disziplinen Materialwissenschaften, Physik, Chemie und Technik vereint werden. Die wissenschaftlichen Themen Magnetismus, Supraleitung, die Wechselwirkung von Licht mit Materie werden verbunden mit Kryotechnik, Röntgenmikroskopie und ausgefeilter Probenpräparation und resultieren in der Erweiterung einer erfolgreichen Methodik zur Visualisierung von Flussdichteverteilungen in Supraleitern.

Kapitel 2

Supraleitung und Magnetismus

Zur Abbildung der Stromverteilung in Supraleitern werden in dieser Arbeit die magnetischen Eigenschaften einer ferromagnetischen Schicht genutzt. Daher werden der stromtragende Zustand eines Supraleiter in Abschnitt 2.1 beschrieben und in Abschnitt 2.2 der Ferromagnetismus in dünnen Schicht.

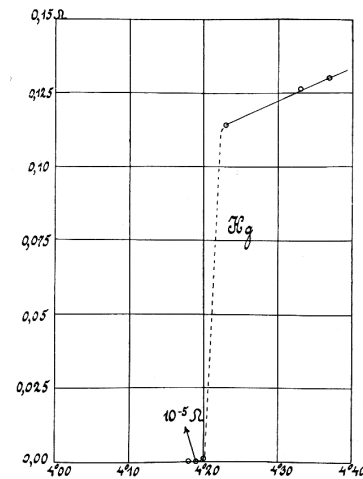
2.1 Der stromtragende Zustand

Da es sich in der vorliegenden Arbeit um Supraleiter zweiter Art handelt, wurde im folgenden Kapitel der Fokus auf den Stromtransport dieser festgelegt. In den ersten Abschnitten ab 2.1.1 sollen die supraleitenden Eigenschaften kurz erläutert werden. Die Ansammlung und Verteilung von Flusslinien soll ab Abschnitt 2.1.4 genauer betrachtet werden. Abschließend soll die Physik in dünnen supraleitende Schichten in Abschnitt 2.1.10 beschrieben werden.

2.1.1 Entdeckung

Mit der Errungenschaft von Heike Kammerlingh Onnes 1908 Helium erstmals zu verflüssigen, folgte die Entdeckung, dass Quecksilber [12] seinen elektrischen Widerstand bei 4,2 K verliert. Abbildung 2.1 zeigt die Originalmesskurve des Widerstandes von Quecksilber aus dem Jahr 1911. Diese zeigt, dass Quecksilber unterhalb von 4.2 K keinen messbaren, elektrischen Widerstand hat. Infolge dessen untersuchte Kammerlingh Onnes auch weitere Materialien auf den Verlust des elektrischen Widerstandes und entdeckte auch die Supraleitung von Blei und Zinn. Neben dem Verlust des elektrischen Widerstandes unterhalb einer kritischen Temperatur T_c ist auch die Eigenschaft des idealen Diamagnetismus eine fundamentale Eigenschaft von Supraleitern. Dieser sogenannte Meissner-Ochsenfeld-

Abbildung 2.1: Originalmesskurve aus der Veröffentlichung von Kammerlingh Onnes (1911) [12]. Diese zeigt den Verlauf des elektrischen Widerstandes gegen die Temperatur für Quecksilber.



Effekt [14] beschreibt die vollständige Verdrängung der magnetischen Flussdichte aus dem Innern des Supraleiters. Dieser Effekt ist von der Vorgeschichte unabhängig, dies bedeutet, egal ob im Feld gekühlt worden ist oder erst bei tiefen Temperaturen ein Feld angelegt wurde, die magnetische Flussdichte wird aus dem Supraleiter verdrängt. Hieraus folgt, dass der supraleitende Zustand thermodynamisch wohl definiert werden und mittels der Gleichgewichtsdynamik beschrieben werden kann.

2.1.2 London-Theorie

Zunächst wurde der supraleitende Zustand mit den Maxwell-Gleichungen beschrieben, welche uneingeschränkt gelten. Diese Gleichungen wurden von Fritz und Heinz London [15, 16] um zwei phänomenologische Materialgleichungen erweitert. Diese zwei Gleichungen beschreiben die oben genannten Eigenschaften, die ideale Leitfähigkeit und den idealen Diamagnetismus.

Die 1. London'sche Gleichung beschreibt die ideale Leitfähigkeit und kann verglichen werden mit dem Ohm'schen Gesetz in Normalleitern $j_n = \sigma E$ oder dem Newton'schen Gesetz $F = ma$. Für die Beschleunigung von Elektronen in einem elektrischen Feld E bei verschwindendem Widerstand gilt $m\dot{v} = eE$, mit m und e der Masse und Ladung von Elektronen. Da die Elektronen durch das elektrische Feld immer weiter beschleunigt würden, muss das elektrische Feld im Inneren des Supraleiters verschwinden. Die Stromdichte ist gegeben durch $j = n \cdot e \cdot v$ wobei n die Ladungsträgerdichte ist. Dies führt zur

1. London'schen Gleichung:

$$\frac{\partial}{\partial t}(\Lambda j_s) = E \text{ mit } \Lambda = \frac{m}{ne^2} \quad (2.1)$$

Durch Einsetzen der Rotation von Gleichung 2.1 in die Maxwell-Gleichung ($\text{rot}E = \frac{\partial}{\partial t}B$) ergibt sich die Gleichung ($\frac{\partial}{\partial t}[\text{rot}(\Lambda j_s) + B]$). Da dies zu jeder Zeit gelten muss, erhält man die 2. London'sche Gleichung, welche den idealen Diamagnetismus beschreibt:

$$\text{rot}(\Lambda j_s) = -B \quad (2.2)$$

Hiermit hat man einen vollständigen Satz an Gleichungen (Maxwell-Gleichungen und materialspezifische London'sche Gleichungen) zur Verfügung um den supraleitenden Zustand zu beschreiben. Der Verlauf der magnetischen Flussdichte kann mittels der beiden London'schen Gleichungen und den Maxwell-Gleichungen hergeleitet werden. Aus dem Ampère'schen Gesetz ($\text{rot}B = \mu_0 j_s$) mit μ_0 als Vakuumpermeabilität wird bei statischen Bedingungen ($\frac{\partial}{\partial t}E = 0$) die Rotation gebildet und in die 2. London'sche Gleichung eingesetzt werden. Dies ergibt ($\text{rot} \text{rot} B - \frac{\mu_0}{\Lambda} B = 0$). Mit der Maxwell-Gleichung ($\text{div} B = 0$) und der Beziehung ($\text{rot} \text{rot} = \text{grad} \text{div} - \Delta$) erhält man die Differentialgleichung

$$\Delta B + \frac{1}{\lambda^2} B = 0 \text{ mit } \lambda = \sqrt{\frac{m}{\mu_0 n e^2}} \quad (2.3)$$

Für den eindimensionalen Fall erhält man die Lösung

$$B_z(x) = B_a e^{-\frac{x}{\lambda}} \quad (2.4)$$

λ ist die charakteristische Länge in der sich die Flussdichte im Supraleiter ändern kann, Sie wird London'sche Eindringtiefe genannt und ist stark material- und temperaturabhängig. Die London-Theorie erklärt den perfekten Diamagnetismus und die perfekte Leitfähigkeit des supraleitenden Zustands, sie erklärt jedoch nicht das Eindringen von magnetischem Fluss bei Supraleitern 2. Art. Daher wurde die Theorie erweitert und geht in die Ginzburg-Landau-Theorie als Grenzfall kleiner Kohärenzlängen ein.

2.1.3 Ginzburg-Landau-Theorie

Nach der Ehrenfest'schen Klassifizierung ist der thermodynamische Übergang von Normalleiter zu Supraleiter ein Phasenübergang zweiter Ordnung, da erst in der zweite Ab-

leitung der thermodynamischen Potentiale Unstetigkeiten auftreten. Hierdurch kann der Ordnungsparameter Ψ eingeführt werden. Hierbei entspricht $|\Psi|^2$ der Dichte der supraleitenden Ladungsträger n_s . Dieser Parameter verschwindet für $T > T_c$ und steigt für $T < T_c$ stetig an. Daher kann das thermodynamische Potential, die magnetische freie Enthalpiedichte g_s , um die kritische Temperatur T_c nach Potenzen des Ordnungsparameters entwickelt werden:

$$g_s(B) = g_n + \alpha|\Psi|^2 + \frac{\beta}{2}|\Psi|^4 + \frac{1}{2m}|(-i\hbar\vec{\nabla} - 2e\vec{A})\Psi|^2 + \frac{1}{2\mu_0}(B - H_{ext})^2 \quad (2.5)$$

Die Indizes n und s stehen für die normaleitende bzw. supraleitende Phase. Die ersten drei Summanden beschreiben die freie Enthalpiedichte des homogenen Supraleiters ohne angelegtes äußeres Magnetfeld. Der vierte Summand beschreibt die kinetische Energie der Ladungsträger mit der Masse m , Ladung $2e$ und Vektorpotential \vec{A} . Der letzte Summand beschreibt den magnetischen Energieanteil durch ein von außen angelegtes Magnetfeld H_{ext} . Die Integration von Gleichung (2.5) über das Volumen des Supraleiters ergibt die freie Enthalpie, deren Variation nach den Variablen Ψ und A ergibt die Ginzburg-Landau-Gleichungen:

$$\alpha\Psi + \beta|\Psi|^2\Psi + \frac{1}{2m}(-i\hbar\vec{\nabla} - 2e\vec{A})^2\Psi = 0 \quad (2.6)$$

$$j_s = \frac{i\hbar e}{m}(\Psi^*\vec{\nabla}\Psi - \Psi\vec{\nabla}\Psi^*) - \frac{4e^2}{m}\vec{A}|\Psi|^2 \quad (2.7)$$

Mit der Vereinfachung für den eindimensionalen Fall ohne Ströme oder Felder und mit einer geeigneten Eichung für das Potential, in der Ψ reell wird, folgt:

$$-\frac{\hbar^2}{2m\alpha}\frac{d^2}{dx^2}\Psi + \alpha\Psi + \beta\Psi^3 = 0 \quad (2.8)$$

Nach Übergang zur dimensionslosen Größe f durch $\Psi = f\Psi_0$ mit dem Gleichgewichtswert des Ordnungsparameters $|\Psi_0|^2 = -\frac{\alpha}{\beta}$ erhält man:

$$-\frac{\hbar^2}{2m\alpha}\frac{d^2}{dx^2}f - f + f^3 = 0 \quad (2.9)$$

Hier wird eine weitere wichtige Länge für Supraleiter eingeführt mit $\xi = \sqrt{\frac{\hbar^2}{2m|\alpha|}}$. Die Kohärenzlänge ξ ist die Längenskala auf der die Ladungsträgerdichte im Supraleiter variiert. Aus dem Verhältnis der beiden charakteristischen Längen λ und ξ , welche das wesentliche Verhalten eines supraleitenden Materials beschreiben, lässt sich der Ginzburg-

Landau-Parameter definieren:

$$\kappa = \frac{\lambda}{\xi} \quad (2.10)$$

Mittels diesen Parameters werden Supraleiter in zwei Klassen eingeteilt. Für $\kappa < \frac{1}{\sqrt{2}}$ handelt es sich um Supraleiter 1. Art und die Oberflächenenergie ist positiv. Für $\kappa > \frac{1}{\sqrt{2}}$ handelt es sich um Supraleiter 2. Art und negativer Oberflächenenergie. Somit kann magnetischer Fluss in Supraleitern 2. Art eindringen, dies passiert in Form von quantisierten Flusslinien. Jede dieser Flusslinien trägt ein elementares Flussquant $\Phi_0 = \frac{h}{2e} = 2,0679 * 10^{-15} \text{ Tm}^2$.

2.1.4 Supraleiter zweiter Art

Schubnikow [17] lieferte die Erklärung für Supraleiter zweiter Art. Wie schon in Abschnitt 2.1.2 angemerkt, dringt bei Supraleitern zweiter Art magnetischer Fluss in Form von Flusslinien in das Material ein. Diese Phase wird als Schubnikow-Phase bezeichnet. Abrikosov zeigte 1957, dass Supraleiter zweiter Art von der Ginzburg-Landau-Theorie beschrieben werden können [18]. Abbildung 2.2 zeigt die Magnetisierungskurven für (a) Supraleiter erster Art und (b) Supraleiter zweiter Art. Für einen Supraleiter erster Art (angenommen wird eine unendlich lange Zylindergeometrie parallel zur Feldrichtung) zeigt sich durch den idealen Diamagnetismus ein linearer Anstieg in der Magnetisierungskurve und ein schlagartiges Zusammenbrechen der Supraleitung bei H_c . Für Supraleiter zweiter Art sieht man auch einen linearen Anstieg bis $H_{c,1}$ oberhalb diesen Magnetfeldes dringt nun magnetischer Fluss in den Supraleiter ein. Die Supraleitung im Volumen bricht hier ab einem zweiten kritischen Feld H_{c2} zusammen. Im Feldbereich von H_{c2} und H_{c3} findet Supraleitung noch an der Oberfläche statt. Die meisten Supraleiter erster Art sind reine Elemente und haben eine niedrige Sprungtemperatur, Ausnahmen bilden hier Niob, Technetium und Vanadium. Supraleiter zweiter Art sind daher so gut wie immer Verbindungen und damit auch in wesentlich höherer Anzahl vorhanden. Unter Supraleiter zweiter Art fallen zum Beispiel die Niobverbindungen Nb_3Sn ($T_c = 18 \text{ K}$), Nb_3Ge ($T_c = 23 \text{ K}$) und NbTi ($T_c = 10 \text{ K}$). Technologisch interessanter sind die Hochtemperatursupraleiter aus der Gruppe der Keramiken wie zum Beispiel Yttrium-Barium-Kupferoxid ($\text{YB}_2\text{C}_3\text{O}_{7-\delta}$ $T_c = 92 \text{ K}$) welche Supraleitung bei Flüssigstickstofftemperaturen ermöglichen.

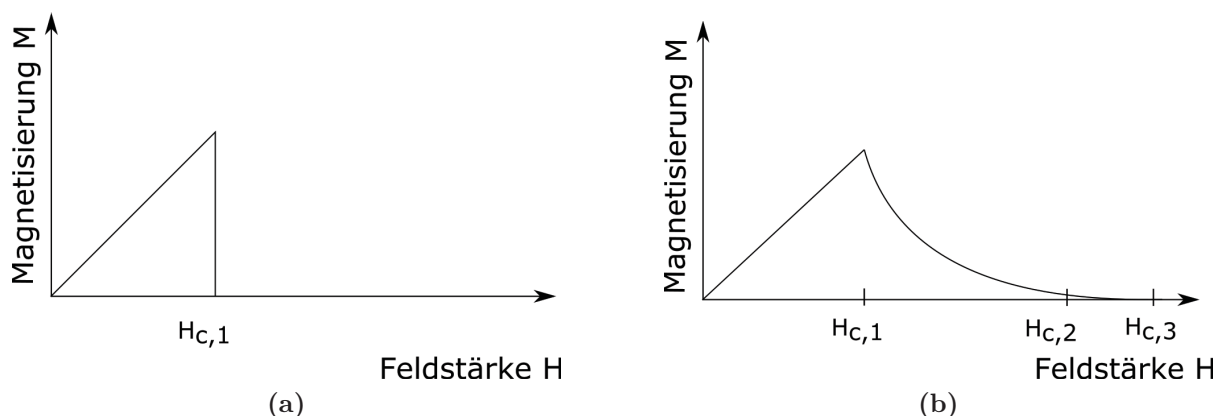


Abbildung 2.2: Magnetisierungskurven für (a) Supraleiter erster Art und (b) zweiter Art.

2.1.5 Mikroskopische Theorie der Supraleitung

Die Ginzburg-Landau-Theorie lieferte ein weitreichendes Verständnis zur Supraleitung, allerdings gab es noch ungeklärte Punkte. Beispielsweise lassen sich dazu benennen, dass damit kein Wert der Sprungtemperatur bestimmt werden und die verlustfreie Stromleitung nicht erklärt werden kann. Die BCS-Theorie, benannt nach den drei Autoren Bardeen, Cooper und Schrieffer, beschreibt die mikroskopische Theorie der Supraleitung. Die Grundidee hinter dieser Theorie ist, dass es zwischen den Elektronen zu einer attraktiven Wechselwirkung im Festkörper kommt und diese sich zu einem neuen quantenmechanischen Teilchen zusammen schließen können. Diese neuen Teilchen werden Cooperpaare genannt. Die halbzahligen Spins der Elektronen addieren sich zu einem ganzzahligen Spin auf, wodurch das neue Cooperpaar ein Boson ist. Bosonen müssen nicht dem Pauli-Prinzip [19] genügen und können bei hinreichend geringer Temperatur in denselben Grundzustand kondensieren und eine gemeinsame Wellenfunktion bilden. Dies führt dazu, dass sich um die Fermienergie eine Energielücke der Größe der doppelten Bindungsenergie Δ der Cooper-Paare bildet. Somit steht kein freier Zustand zur Verfügung in den die Cooper-Paare gestreut werden können und es findet verlustfreier Stromtransport statt. Dieser ist jedoch nur stabil, solange nicht eine Grenzstromdichte (Paarbrechungsstromdichte 2.11) überschritten wird. In Abhängigkeit des Flussquants Φ_0 lässt sich die Paarbrechungsstromdichte mittels:

$$j_{pb} = \frac{1}{3\sqrt{2}} \frac{\Phi_0}{\pi\mu_0\xi\lambda^2} \quad (2.11)$$

berechnen, wobei μ_0 die Vakuumpemreabilität, ξ die Kohärenzlänge und λ die Eindringtiefe ist. Für YBCO ergibt sich damit eine Paarbrechungsstromdichte ($T = 0$ K) von $j_{pb} \approx 3,2 \cdot 10^{12}$ A/m². Oberhalb dieser kommt es zur Bewegung der Flusslinien und da-

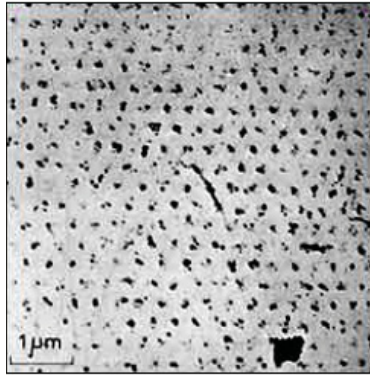


Abbildung 2.3: Visualisierung des Flussliniengitters in Blei bei $T = 1,1 \text{ K}$ mittels der Dekorationsmethode von Essmann und Träuble [21].

mit zu einer Abführung von Energie wodurch der widerstandslose Stromtransport verloren geht [20]. Damit dies erst bei sehr hohen Stromdichten stattfindet, werden die Flusslinien verankert, wodurch man diese Supraleiter auch "harte" Supraleiter nennt.

2.1.6 Flusslinien in Supraleitern

Wie schon zuvor gezeigt, können in Supraleiter zweiter Art Flusslinien eindringen. Diese sollen nun genauer beschrieben werden. Zum ersten Mal wurden Flusslinien von Essmann und Träuble [21] 1967 mittels der Dekorationsmethode abgebildet. In Abbildung 2.3 ist das Flussliniengitter von Blei bei $T = 1,1 \text{ K}$ dargestellt. Reines Blei ist ein Supraleiter erster Art, weswegen er für die Aufnahmen mit 4% Indium dotiert und damit ein Supraleiter zweiter Art wurde. Im Folgenden soll kurz auf die Struktur einer einzelnen, isolierten Flusslinie eingegangen werden. Abbildung 2.4 zeigt eine schematische Darstellung einer Flusslinie. Diese besteht aus einem normalleitenden Kern mit einem Durchmesser von 2ξ , der supraleitenden Ladungsträgerdichte n_s sowie der magnetischen Flussdichte B mit einem Durchmesser von 2λ und der Kreisstromdichte j_ϕ . Die supraleitende Ladungsträgerdichte ist im Zentrum minimal, die magnetische Flussdichte ist hier maximal. Dies führt dazu, dass sich die Flusslinien untereinander abstoßen und gleich verteilt anordnen. Diese Gleichverteilung wird als Abrikosovgitter [18] bezeichnet.

Bei kleinen Feldern nahe $H_{c,1}$ ist die Dichte der Flusslinien im Supraleiter gering. Dies bedeutet, dass der Abstand zwischen den einzelnen Flusslinien groß ist [22]. Betrachtet man Typ-2 Supraleiter mit großem κ , kann hier die London-Theorie angewandt werden. Für solche Supraleiter kann angenommen werden, dass der Bereich des normalleitenden Kerns sehr klein ist, verglichen mit der Gesamtausdehnung der Flusslinien. Der Durchmesser des Kerns liegt hier in der Größenordnung von ξ . Hierdurch kann die magnetische Struktur

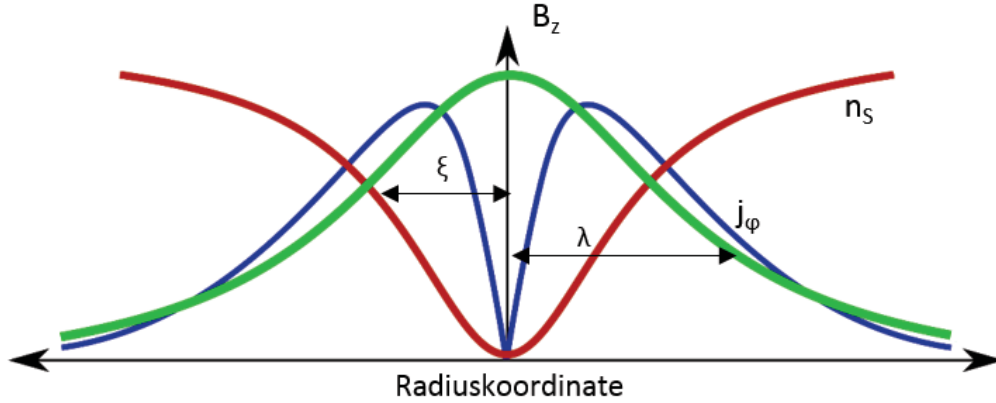


Abbildung 2.4: Schematische Darstellung einer Flusslinie mit n_s dem Bereich der Ladungsträgerdichte, j_ϕ der Zirkularkomponente des supraleitenden Stroms, B der Magnetfeldverteilung um eine Flusslinie, der London'schen Eindringtiefe λ und der Kohärenzlänge ξ .

außerhalb des Kerns beschrieben werden durch:

$$\vec{b} + \lambda^2 \vec{\nabla} \times \vec{\nabla} \times \vec{b} = \vec{i}_z \Phi_0 \delta(\vec{r}) \quad (2.12)$$

Es wird angenommen, dass das Magnetfeld in z-Richtung angelegt wird, \vec{i}_z ist hier ein Einheitsvektor in diese Richtung. Der Vektor \vec{r} ist ein Vektor in der x-y Ebene und der Kern der Flusslinie ist bei $\vec{r} = 0$. Unter der Voraussetzung, dass eine Flusslinie maximal den magnetischen Fluss Φ_0 tragen kann, wird dieser Koeffizient auf der rechten Seite verwendet. Diese Gleichung ist die London-Gleichung. Die Lösung dieser Gleichung ergibt

$$b(r) = \frac{\Phi_0}{2\pi\lambda^2} K_0\left(\frac{r}{\lambda}\right) \quad (2.13)$$

Nun kann die Wechselwirkungsenergie zweier Flusslinien beschrieben werden nach deGennes [23].

$$E_{IA} = \frac{\Phi_0^2}{2\pi\lambda_{eff}^2\mu_0} K_0\left(\frac{r}{\lambda_{eff}}\right) \quad (2.14)$$

Hierbei ist $\lambda_{eff} = \sqrt{\lambda_a\lambda_b}$ als die effektive London'sche Eindringtiefe definiert. Bei einer Temperatur von $T = 5\text{K}$ hat der Kern einer Flusslinie in YBCO einen Durchmesser von $d = 1\text{nm}$ und die effektive London'sche Eindringtiefe ist etwa $\lambda_{eff} = 130\text{nm}$. Der Flusslinienabstand kann nun mit

$$a_f = \left(\frac{2\Phi_0}{\sqrt{3}B}\right)^{-\frac{1}{2}} \quad (2.15)$$

und

$$B \sim \frac{2\Phi_0}{\sqrt{3}\lambda^2} \left[\log\left(\frac{\Phi_0}{\mu_0(H_{ext} - H_{c,1})\lambda^2}\right) \right]^{-2} \quad (2.16)$$

berechnet werden. Es ergibt sich hier für einen Zustand bei $H_{ext} \approx H_{c,1}$ bei $T = 0$ K und $H_{c,1} = 30$ mT ein Flusslinienabstand von $a_f \approx 240$ nm. Dies zeigt, dass bei Feldern um $H_{c,1}$ die Flusslinien weiter auseinander sind, als die effektive Ausdehnung von λ .

2.1.7 Das Flusslinienensemble

Nachdem im vorherigen Kapitel die einzelnen Flusslinien sowie die Anordnung im Abrikosovgitter beschrieben wurde, soll nun dargelegt werden, wie der Volumenstrom entsteht. Für den Fall der gleichmäßigen Anordnung der Flusslinien addieren sich die Kreisströme um jede einzelne Flusslinie mit dem Kreisstrom einer benachbarten Flusslinie auf und heben sich auf. Damit es nun zu einem Volumenstrom kommt, muss es einen Gradienten der Flussliniendichte geben. Dieser entsteht wenn Flusslinien sich nicht im Abrikosovgitter anordnen können. Hinzu kommt, dass die Flusslinien bei einem nicht verschwindenden Transportstrom j durch die Lorentzkraft F_L bewegt werden. Diese Bewegung der Flusslinien führt durch das Induktionsgesetz dazu, dass ein elektrisches Feld ($-\vec{B} = \text{rot}\vec{E}$) erzeugt wird. Dieses führt zur Dissipation der ungepaarten Elektronen und damit zu einer lokalen Erwärmung. Folglich müssen die Flusslinien daran gehindert werden sich zu bewegen. Dieses Behindern der Flusslinien sich zu bewegen wird Verankerung (Pinning) genannt. Flusslinien können an verschiedensten Haftzentren verankert werden. Unter diese Haftzentren fallen Fehlstellen, Unterschiede in der Schichtdicke, Ausscheidungen, Versetzungen und Korngrenzen. Die Variation der Linienenergie über einen Supraleiter kann als Potentiallandschaft $U(x)$ modelliert werden. In Abbildung 2.5 ist ein Potentialminimum dargestellt mit der Tiefe U_0 und der räumlichen Ausdehnung r_0 . Damit eine Flusslinie bewegt werden kann, muss die Energie der Tiefe des Potentials aufgebracht werden oder die Haftkraft F_{pin} überwunden werden. Im stromlosen Fall hat das Verankerungspotential eine Tiefe von U_0 . Stromfluss führt zu einer Verkipfung des Verankerungspotentials wie rechts in Abbildung 2.5 zu sehen. Der Stromfluss führt zu einer Lorentzkraft, welche auf die Flusslinie wirkt. Dies führt dazu, dass ein geringeres Potential überwunden werden muss für eine Bewegung der Flusslinie. Die durch den Stromfluss induzierte Lorentzkraft führt zu einer Verkipfung des Verankerungspotentials. Hierdurch wird die Bewegung der Flusslinien in einen benachbarten Verankerungsplatz vereinfacht. Da gleichzeitig der Feldgradient sinkt, sinkt auch die Stromdichte. Nach und nach baut sich der Gradient vollständig ab

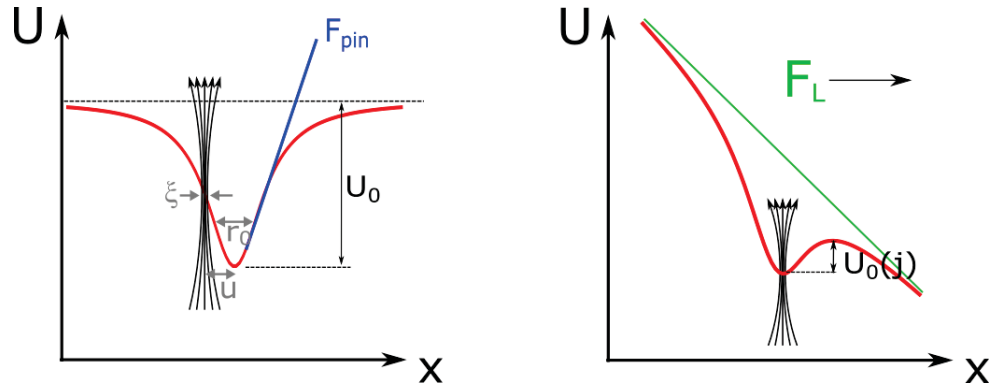


Abbildung 2.5: Links: Potentialminimum (Durchmesser r_0 und Tiefe U_0) mit Flusslinienabstand u vom Minimum und Kohärenzlänge ξ der Flusslinie. Das Maximum der Verankerungskraft F_{pin} ist die maximale Steigung des Potentials. Rechts: Flusslinie im durch die Lorentzkraft verkipptem Potential.

und somit auch der maximale Strom.

2.1.8 Verankerungsmechanismen

2.1.8.1 Kernwechselwirkung

Verankerung erfolgt bei Kernwechselwirkungen auf Längenskalen der Kohärenzlänge ξ . Um die maximale Pinningkraft zu erhalten, muss eine Flusslinie hierbei über ihre komplette Länge in der Schicht an einem Defekt in dieser Größenordnung verankert werden. Diese Defekte müssen parallel zum externen Magnetfeld ausgerichtet sein um als Verankerungsplatz dienen zu können. Die Kraft, die auf eine Flusslinie wirkt, ist durch die Lorentzkraft gegeben und maximal, wenn der Paarbrechungsstrom fließen würde. Diese Kraft ist gegeben durch:

$$f_d = J_d \phi_0 = \frac{4B_c \phi_0}{3\sqrt{6}\mu_0 \lambda} \quad (2.17)$$

Ist eine Flusslinie an einem idealen Defekt für diese Kernwechselwirkung gepinnt, ergibt sich eine Ersparnis der Kondensationsenergie von:

$$\epsilon_{core} = -\frac{1}{2} \frac{B_c^2}{\mu_0} \pi \xi^2 \quad (2.18)$$

Dies ergibt einen Potenzialtopf über die Längenskala von ξ . Damit ergibt sich eine Pinningkraft pro Flusslinie von:

$$f_p^{core} = -\nabla \epsilon_{core} \approx \frac{1}{2} \frac{B_c^2}{\mu_0} \pi \xi \quad (2.19)$$

Die kritische Flussdichte ist gegeben mit

$$B_c = \frac{\phi_0}{2\sqrt{2}\pi\lambda\xi} \quad (2.20)$$

Und es kann hierdurch das Verhältnis von Paarbrechungslorentzkraft und Kernpinningkraft berechnet werden:

$$\frac{f_p^{core}}{f_d} = \frac{1}{2} \frac{B_c^2}{\mu_0} \pi \xi \frac{3\sqrt{6}\mu_0\lambda}{4B_c\phi_0} = \frac{3\sqrt{3}}{16} = 0,32 \quad (2.21)$$

Dies zeigt, dass nur durch Kernpinning die maximale Stromdichte auf ca. 30% der Paarbrechungsstromdichte begrenzt ist. Die angenommene ideale Mikrostruktur ist hierbei jedoch nicht für anwendungsbezogene Supraleiter erreichbar. Mit ausschließlich Kernpinning sind maximal Stromdichten von ca. 9 MA/cm² für Hochtemperatursupraleiter experimentell nachgewiesen worden [24].

2.1.8.2 Magnetische Wechselwirkung

Der Kern einer Flusslinie ist von einem Magnetfeld umgeben, welches exponentiell mit der London'schen Eindringtiefe λ abfällt. Für die magnetische Interaktion von Flusslinien geschieht dies für inhomogene Regionen welche ausreichend größer als λ sind. Ausscheidungen im supraleitenden Material können als normalleitende Phase betrachtet werden. Die supraleitende Phase kann als diamagnetischer als die normalleitende Phase angenommen werden, was dazu führt, dass ein Magnetisierungsstrom fließt, welcher dazu führt, dass auf eine Flusslinie eine abstoßende Lorentzkraft wirkt [22]. Andererseits, ergibt sich durch die magnetische Ausdehnung der Flusslinie in der supraleitenden Phase eine imaginäre Flusslinie mit inversem Vorzeichen in der normalleitenden Phase. Zwischen diesen Flusslinien besteht eine anziehende Kraft, welche durch

$$f'_p = \frac{\phi_0 |M_r|}{\lambda} = \frac{\phi_0 H_c^2}{[(2\kappa^2 - 1)\beta_a + 1]\lambda} \left(1 - \frac{B}{\mu_0 H_{c,2}}\right) \quad (2.22)$$

beschrieben werden kann. Daraus folgt, dass die normalleitende Phase auch als anziehendes Pinningzentrum wirkt.

2.1.8.3 Elastische Wechselwirkung

In diesem Kapitel wird die Wechselwirkung der Flusslinien mit eindimensionalen Defekten besprochen. Versetzungen bieten für Elektronenstreuung nur einen kleinen Wirkungs-

querschnitt. Aus diesem Grund erwartet man nur eine geringe Pinningkraft durch diese. Jedoch kommt es durch die Versetzung zu einem Spannungsfeld im Material und gerade diese Wechselwirkung zwischen dem Spannungsfeld und den Flusslinien führt zum Verankerungsprozess [22]. Der normalleitende Kern einer Flusslinie ist im Vergleich zu dem supraleitenden Außenraum sehr klein. Es kommt um den normalleitenden Kern zu einer Eigenspannung. Die Wechselwirkung zwischen dieser Eigenspannung und dem Spannungsfeld wird ΔV Effekt genannt. Im Gegensatz dazu ist die elastische Energie des normalleitenden Kerns größer, als die der umliegenden supraleitenden Region. Die elastische Energie ist größer wenn die Flusslinie in der Nähe des Defekts ist. Die Verankerungswechselwirkung findet durch die Variation dieser Energie statt. Für eine Stufenversetzung parallel zur Flusslinie kann die Verankerungskraft durch

$$f' \propto \Gamma \xi^2 \frac{b_0}{r_0^2} \quad (2.23)$$

beschrieben werden. Hierbei ist b_0 der Burgersvektor, r_0 der Abstand zwischen Flusslinie und Versetzung und Γ der Spannungstensor. Es zeigt sich, dass die Verankerungskraft mit sinkendem Abstand zur Versetzung steigt. Diese Berechnung kann für elementare Supraleiter angewandt werden. Die elastische Wechselwirkung entsteht durch Veränderungen der Supraleiter Parameter. Diese Variationen sind jedoch klein genug, um als Störungen behandelt zu werden. Dies bedeutet, dass die Berechnungen mittels der Ginzburg-Landau Theorie durchgeführt werden können [25].

2.1.9 Das Bean-Modell

Für das Verhalten des Volumenstroms im Supraleiter verfasste Bean 1962 [26] eine phänomenologische Beschreibung, die im Folgenden dargestellt werden soll. Für die Beschreibung führt Bean ein, dass:

1. Die Stromdichte im Supraleiter eine Obergrenze j_c hat
2. Die kritische Stromdichte j_c eine Funktion des magnetischen Feldes ist. Sie ist null, wenn das obere kritische Feld erreicht ist. Für die folgenden Betrachtungen sei diese jedoch unabhängig vom Magnetfeld
3. Wird ein Supraleiter einem externen Magnetfeld ausgesetzt, fließt eine Stromdichte j_c nur in dem Bereich der von diesem Feld durchdrungen ist, der innere Teil bleibt feldfrei

Hieraus ergibt sich, dass bei einem externen Magnetfeld, welches größer als $H_{c,1}$ ist, nicht sofort überall Flusslinien verteilt sind, sondern diese von außen in den Supraleiter bis zu einer bestimmten Eindringtiefe eindringen. Der feldfreie Teil stellt sich gerade so ein, dass der benötigte felddurchdrungene Teil minimal ist um den Strom zu tragen. Damit dieser Zustand stabil ist, müssen Flusslinien verankert werden. Wie schon in Abschnitt 2.1.7 beschrieben, wirken auf die Flusslinien eine Lorentzkraft. Die maximale Stromdichte ist damit gegeben durch die Wechselwirkung zwischen Verankerungskraft und Lorentzkraft. Eine beispielhafte Anwendung des Bean-Modells ist in Abbildung 2.6 für einen supraleitenden Stab von unendlicher Länge, Breite w und Dicke D dargestellt. Das externe Feld ist in Vielfachen von $H^* = J_c \cdot q$ angegeben, wobei $J_c = j_c \cdot D$ der Schichtstrom ist und q ein Geometriefaktor. Für den Fall $H_{ext} \geq H^*$ fließt im gesamten Volumen der Probe der kritische Strom J_c . Im linken oberen Bild von Abbildung 2.6 sind die Feldprofile im steigenden Feld abgebildet. Wird das externe Magnetfeld ausgeschaltet, ergeben sich die Profile im oberen rechten Bild. Wenn das externe Feld größer als $2H^*$ ist, ist die gesamte Probe noch von Strom durchflossen. Dieser Zustand, bei welcher im gesamten Volumen im Nullfeld Strom in der Probe fließt, wird als remanenter Zustand bezeichnet. Zu den Feldprofilen in Abbildung 2.6 sind unterhalb die zugehörigen Stromdichten dargestellt.

Abbildung 2.7 zeigt eine schematische Hysteresekurve für "harte" Supraleiter nach dem Bean-Modell. Die Kurve startet im Ursprung nach Nullfeldkühlung. Mit steigendem externen Feld steigt der Betrag des magnetischen Moments bis zu H^* an. An diesem Punkt ist das Feld komplett eingedrungen. Wird das Feld weiter erhöht, bleibt das magnetische Moment konstant. Wird das Magnetfeld wieder reduziert, fangen am Rand der Probe Ströme in umgekehrter Richtung an zu fließen und das magnetische Moment nimmt ab bis in der komplette Probe die Ströme in die neue Richtung fließen. Dieser Strom in die neue Richtung ist so lange konstant, bis die Magnetfeldrichtung wieder gedreht wird. Der Ursprung kann nicht wieder erreicht werden ohne den Supraleiter aufzuwärmen.

2.1.10 Dünne supraleitende Filme

Der folgende Abschnitt soll den Spezialfall dünner, supraleitender Schichten detaillierter beschreiben. Als dünne Schichten werden hier Supraleiter verstanden, deren Schichtdicke geringer als die London'sche Eindringtiefe λ ist. Hier ist es notwendig eine Vereinfachung für die Beschreibung des Schichtstromes einzuführen, durch welche angenommen werden soll, dass die Stromdichte sich nur aus dem in der Ebene fließenden Strom zusammensetzt und Stromfluss parallel zur Schichtnormalen vernachlässigt wird. Gerade bei den verwendeten c -Achsen orientierten YBCO-Schichten ist dies eine vertretbare Näherung. Denn

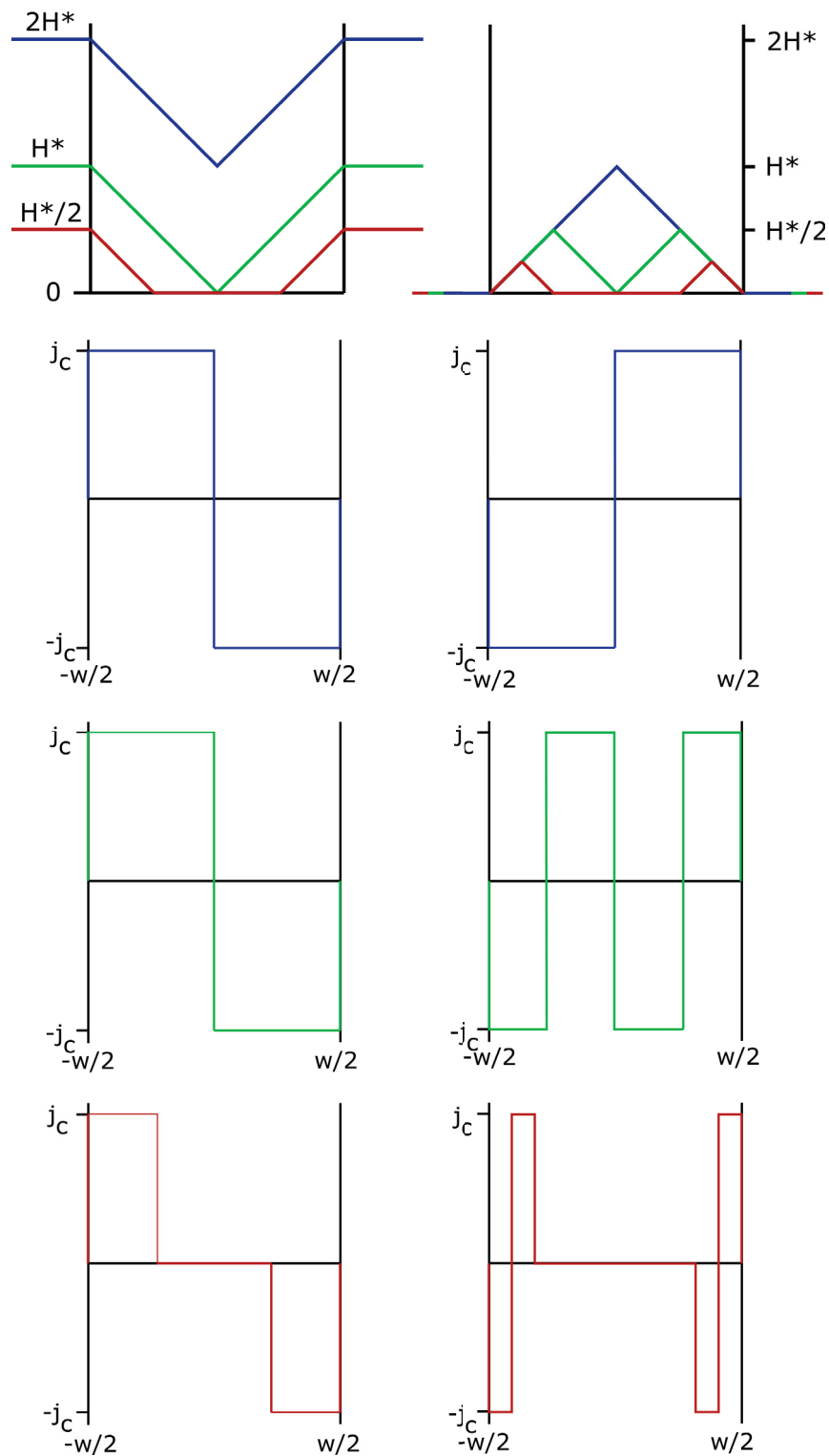


Abbildung 2.6: Bean-Modell: Obere Profile zeigen das magnetische Feld, darunter sind die kritischen Stromdichten in einem supraleitenden Stab bei verschiedenen externen Feldern aufgetragen. Auf der linken Seite sind die Profile im steigenden äußeren Feld, auf der rechten Seite sind die entsprechenden Profile bei sinkendem Feld.

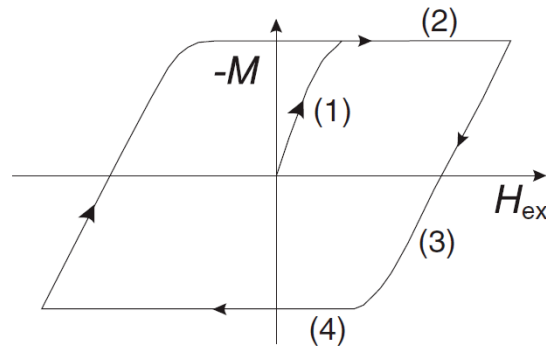


Abbildung 2.7: Beispielhafte magnetische Hysteresekurve für harte Supraleiter entsprechend des Bean-Modells entnommen aus [1].

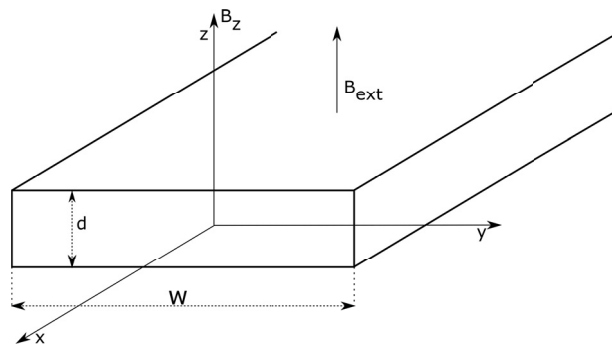


Abbildung 2.8: Geometrie für eine dünne Steg mit verwendetem Koordinatensystem.

gerade bei diesen Schichten findet der supraleitende Stromfluss nahezu nur in den CuO-Ebene statt. In Richtung der Schichtnormalen ist der Stromfluss hier um zwei bis drei Größenordnungen reduziert. Trotz dieser Einschränkung ist es nur möglich diese Geometrie unter der Annahme zu beschreiben, dass es sich um einen eindimensionalen unendlich langen Steg handelt [27].

Die Fluss- und Stromdichteverteilung für einfache Geometrien kann mit Hilfe des in Abschnitt 2.1.9 vorgestellten Bean-Modells beschrieben werden. Es wird eine räumlich und zeitlich konstante kritische Stromdichte j_c angenommen und das untere kritische Feld H_{c1} wird null gesetzt. Abbildung 2.8 zeigt die Geometrie und die zugehörigen Koordinaten. Die analytische Beziehungen für die Flussdichte und Stromdichteverteilung für einen unendlich langen dünnen Steg sind im Folgenden aufgeführt. Für die z -Komponenten ergibt

sich:

$$B_z(y) = \begin{cases} \frac{j_c \mu_0}{\pi} \operatorname{arctanh} \left(\frac{|y|c}{\sqrt{y^2 - b^2}} \right) & |y| > a \\ \frac{j_c \mu_0}{\pi} \operatorname{arctanh} \left(\frac{\sqrt{y^2 - b^2}}{|y|c} \right) & b < |y| < a \\ 0 & |y| < b \end{cases} \quad (2.24)$$

$$j_x(y) = \begin{cases} j_c \frac{y}{|y|} & b < |y| < a \\ \frac{2j_c}{\pi} \operatorname{arctanh} \left(\frac{yc}{\sqrt{y^2 - b^2}} \right) & |y| < b \end{cases} \quad (2.25)$$

Mit $(c = \sqrt{1 - b^2/a^2})$. Die Nullposition des Koordinatensystems wird in die Mitte des Stegs gelegt. Die Dimension des Stegs sind von $-a$ bis a in der y -Richtung und unendlich in x -Richtung. Diese Gleichungen gehen davon aus, dass die Proben Dicke d verschwindend gering ist und gelten damit nur an der Probenoberfläche. Dabei ist die Flussdichte von $|a|$ bis zu einer Größe $|b|$ eingedrungen. Damit die Flussdichte beziehungsweise Stromdichte mit dem Experiment verglichen werden kann, wird das Biot-Savart-Gesetz verwendet, welche die Flussdichte in einer Höhe h über der Probe beschreibt.

$$B_z(y, h) = \mu_0 H_{ext} + \frac{\mu_0}{2\pi} \int_{-a}^a \int_{-d/2}^{d/2} \frac{j_x(y')(y - y')}{(y - y')^2 + (h - z')^2} dy' dz'. \quad (2.26)$$

In Abbildung 2.9 ist die Flussdichte- und Stromdichteverteilung für einen $200 \mu\text{m}$ breiten und unendlich langen Steg dargestellt. Mit der Dicke $d = 250 \text{ nm}$ ergibt sich eine kritische Stromdichte von $2,9 \cdot 10^{11} \text{ A/m}^2$. In 250 nm Abstand zur Oberfläche erhält man die in Abbildung 2.9 dargestellte Flussdichteverteilung für verschiedene äußere Magnetfelder.

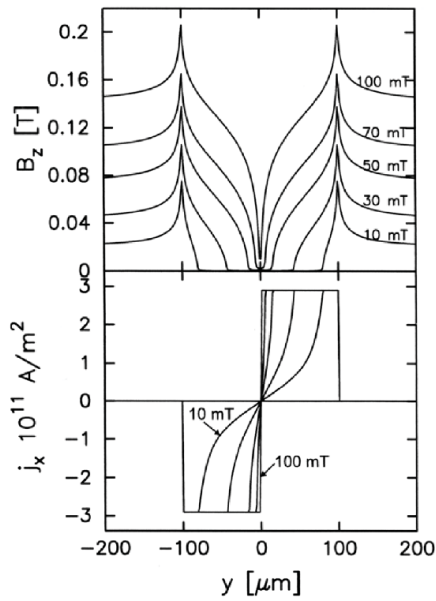


Abbildung 2.9: Oben: Flussverteilung, Unten: Stromdichteverteilung in einem dünnen Steg. Berechnet nach Gleichungen (2.26) und (2.25). Die Breite des Stegs beträgt $b = 200 \mu\text{m}$ und einer Dicke $d = 250 \text{ nm}$ daraus folgt eine kritische Stromdichte $j_c = 2,9 \cdot 10^{11} \text{ A/m}^2$. Das Profil für die Flussdichteverteilung wurde 250 nm oberhalb der Oberfläche berechnet. Grafik entnommen aus [28].

2.2 Magnetische Ordnung in Ferromagneten

Für die Visualisierung des magnetischen Flusses in Supraleitern mittels Röntgenmikroskopie wird eine ferromagnetische Sensorschicht verwendet. Hierfür wurden weichmagnetische Schichten aus $\text{Co}_{40}\text{Fe}_{40}\text{B}_{20}$ und Permalloy ($\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$) verwendet. Im Folgenden Kapitel sollen kurz die für die Abbildung wichtigen Teilkapitel des Ferromagnetismus darstellen.

2.2.1 Energie eines Ferromagneten

Die Beschreibung des Magnetisierungszustandes kann als direktes Resultat der Minimierung der gesamten freien Energie erfolgen. Die Gesamtenergie des Systems besteht aus folgenden Energiebeiträgen:

$$E_{\text{Total}} = E_A + E_K + E_S + E_Z \quad (2.27)$$

E_A beschreibt die Austauschenergie, E_K die Kristallenergie, E_S die Streufeldenergie und E_Z die Zeemann-Energie.

Im Grundzustand sind alle Spins im Ferromagneten parallel ausgerichtet. Die Abweichung von dieser Ausrichtung ist durch die Austauschenergie beschrieben. Diese wird als positiver Energiebeitrag berücksichtigt und enthält die makroskopische Austauschkonstante A . Die Austauschenergie wird aus dem kontinuierlichen Magnetisierungsverlauf der Magneti-

sierung \vec{M} berechnet:

$$E_A = A \int_V \sum_{i=1}^3 (\nabla M_i)^2 dV, \text{ mit } A = z \frac{JS^2}{a} \quad (2.28)$$

Wobei a die Gitterkonstante ist und z für die Anzahl der Gitterplätze pro Einheitszelle steht. Für kubisch ist $z = 1$, raumzentriert $z = 2$ und flächenzentriert $z = 4$. Die Kristallgeometrie führt zu einer kristallographischen leichten Richtung der Spins. Um diese aus dieser Richtung herauszudrehen, muss die magnetokristalline Anisotropieenergie aufgebracht werden. Diese Energie hängt vom Winkel Θ zwischen der Magnetisierung und der bevorzugten Achse ab.

$$E_K = \int_V (K_1 \sin^2 \Theta + K_2 \sin^4 \Theta + \dots) dV \quad (2.29)$$

K_1 und K_2 sind die Kristallographiekonstanten. Durch die Magnetisierung des Ferromagneten wird ein magnetisches Streufeld kreiert, welches wiederum mit der Magnetisierung wechselwirkt. Hieraus ergibt sich eine Dipol-Dipol Wechselwirkung, welche durch die Streufeldenergie beschrieben ist.

$$E_S = - \int_V \vec{H}_S \cdot \vec{M} dV \quad (2.30)$$

Diese Energie begünstigt eine Ausrichtung der Magnetisierung entlang des Streufeldes. Die Streufeldenergie kann durch die Bildung von Domänen minimiert werden. Jedoch muss für die Bildung von Domänen die Domänenwandenergie, welche sich aus der Austauschenergie und der Kristallenergie zusammensetzt, aufgebracht werden. Die Wechselwirkung der Magnetisierung des Ferromagneten mit dem äußeren Magnetfeld wird durch die magnetostatische Energie/Zemann-Energie beschrieben.

$$E_Z = - \int_V \vec{H}_{ext} \cdot \vec{M} dV \quad (2.31)$$

Durch diese Energie wird die Ausrichtung der Spins in Richtung des externen Feldes begünstigt.

2.2.2 Ferromagnetische Hysteresen

Die atomaren magnetischen Momente sind durch quantenmechanische Austauschkräfte parallel ausgerichtet. Auf ein äußeres Magnetfeld reagiert die Magnetisierung in Form einer Hysterese. In Abbildung 2.10 ist eine beispielhafte Hysterese dargestellt, an der die

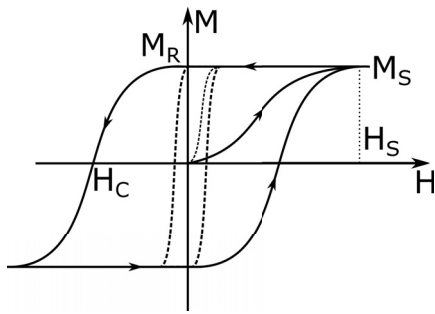


Abbildung 2.10: Skizze einer ferromagnetischen Hysterese. Die durchgängige Linie zeigt den typischen Verlauf einer Hysterese für einen Harten und weichen (unterbrochene Linie) Ferromagneten

wichtigsten Kenngrößen erläutert werden sollen. Die Hysterese startet mit der Neukurve aus dem Ursprung. Dieser entmagnetisierte Zustand ist durch Entmagnetisieren durch ein Wechselfeld mit sinkender Amplitude erreichbar. Die Magnetisierung erreicht bei einem Sättigungsfeld H_S seine Sättigungsmagnetisierung M_S . Wird das äußere Feld wieder auf null reduziert, bleibt eine Restmagnetisierung übrig, die Remanenz M_R . Eine negative Felderhöhung in Höhe des Koerzitivfeldes H_C ist nötig um die Magnetisierung auf null zu bringen. Ein weiterer Anstieg des Feldes führt zur negativen Sättigung. Die in dieser Arbeit verwendeten ferromagnetischen Schichten fallen in die Kategorie der weichen Magnete, welche sich durch kleine Koerzitivfelder und eine hohe Permeabilität $\mu = \frac{\mu_0(H+M)}{H}$ auszeichnen [29].

2.2.3 Domänen und Domänenwanddicken

Die einheitliche Magnetisierung in einer Probe ist nur innerhalb einer einzelnen magnetischen Domäne gegeben. Als Domäne wird ein Bereich homogener Magnetisierung bezeichnet. Wie schon in Abschnitt 2.2 erwähnt, bilden sich Domänen zur Minimierung der Streufeldenergie. Die energetisch günstigste Konfiguration für eine Domäne ist ein Ring. In rechtwinkligen Probengeometrien bilden sich jedoch vier Domänen im 90° Winkel aus. Die Domänenwand zwischen den einzelnen Domänen ist der Bereich in dem sich die Richtung der Magnetisierung ändert. Die Länge auf der die Änderung der Magnetisierungsrichtung stattfindet, wird als Dicke der Domänenwand bezeichnet.

Es sind zwei Typen von Domänenwänden zu unterscheiden, die Néel-Wand und die Blochwand, diese sind in Abbildung 2.11 dargestellt. Bei beiden Typen ändert sich die Orientierung der Magnetisierung um 180° . Bei der Néel-Wand ist die Rotation orthogonal zur Wandebene, wohingegen bei der Bloch-Wand die Rotation innerhalb der Wandebene stattfindet. Für dünne magnetische Filme, wie in dieser Arbeit verwendet, sind Néel-Wände die energetisch günstigeren, da das Streufeld aus der Ebene heraus minimal ist.

Im remanenten Zustand liegen im Ferromagneten Domänen vor. Wird ein Magnetfeld an-

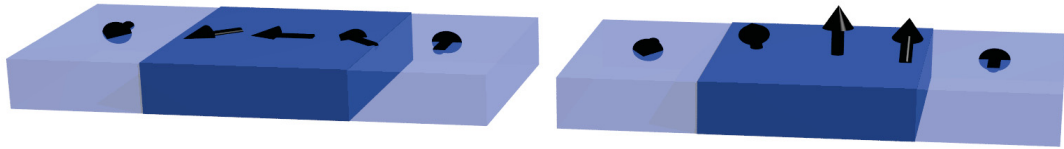


Abbildung 2.11: Darstellung einer 180° Néel-(links) und einer Bloch-(rechts)Domänenwand.

gelegt, richten sich die Domänen nach dem äußeren Magnetfeld aus, bis die Sättigung erreicht ist. Verschiedenste Ummagnetisierungsprozesse führen dann dazu, dass sich die Domänenwand zugunsten der energetisch bevorzugtesten Domäne verschieben. Diese Prozesse sind die Wandverschiebung zugunsten der energetisch bevorzugte Domäne und die Rotation der ganzen Domäne. Die Größe der Domänen und der Domänenwand ist von großer Bedeutung wenn Strukturen im Nanometerbereich aufgelöst werden sollen.

2.2.4 Anisotropie

Nicht alle Richtungen sind in magnetischen Materialien energetisch entartet. Es kommt zu einer Begünstigung einer oder mehrerer kristallographischer Achsen im Festkörper. Die begünstigte Richtung ist die sogenannte leichte Richtung (easy-axis) und die weniger begünstigte Richtung ist die schwere Richtung (hard-axis). Die magnetische Anisotropieenergie beschreibt die Energie die notwendig ist, um die Magnetisierung von der leichten Richtung in die schwere Richtung zu drehen.

Die Ursache der magnetischen Anisotropie liegt an zwei physikalischen Wechselwirkungen. Zum Einen die Dipol-Dipol Wechselwirkung und die damit zusammenhängende Formanisotropie und Kristallanisotropie. Zum Anderen die Spin-Bahn-Kopplung welche auch mit einen Einfluss auf die Kristallanisotropie und die Oberflächenanisotropie hat. Die leichte Richtung wird durch die Konkurrenz der Kristallanisotropie und Formanisotropie bestimmt. In dünnen Filmen liegt deshalb die Magnetisierung bevorzugt in der Ebene. In Multilagen-Strukturen kann diese durch Kristallanisotropie aus der Ebene heraus gedreht werden. Bei amorphen Schichten, wie sie hier verwendet werden, mit einem Kontinuum an magnetischen Momenten, ist die Kristallanisotropie vernachlässigbar.

Die Anisotropie wird meist durch das Anisotropiefeld H_A repräsentiert. Dieses Feld ist parallel zur leichten Richtung und kann zum angelegten Magnetfeld vektoriell addiert werden. Das Anisotropiefeld ist definiert als das Feld, welches benötigt wird, um die Magnetisierung in der harten Richtung zu sättigen.

Kapitel 3

Messmethoden

Das folgende Kapitel enthält die Grundlagen zu den in dieser Arbeit verwendeten Messmethoden. Darunter fallen SQUID-Magnetometer (Superconducting Quantum Interference Device), Faraday-Mikroskopie sowie die Röntgenmikroskopie mit den Erweiterungen des Helium Kryostaten und Transmissionmessungen.

3.1 SQUID-Magnetometrie

Das magnetische Moment eines Supraleiters oder eines Ferromagneten kann mittels eines SQUID Magnetometers (**S**uperconducting **Q**uantum **I**nterference **D**evice) bestimmt werden. Für Supraleiter ist die Stromdichte im remanenten Zustand proportional zum magnetischen Moment der Probe, sofern j_c über die Probe konstant ist. Im Folgenden soll kurz die Funktionsweise eines SQUID-Magnetometers erläutert werden. Die in dieser Arbeit verwendeten Proben wurden mittels eines MPMS3 der Firma Quantum Design vermessen. Es wird das magnetische Moment einer Probe in Abhängigkeit der Temperatur oder eines externen Magnetfelds gemessen. Der Messung zu Grunde liegt der Josephson-Effekt [30] und die Flussquantisierung.

Abbildung 3.1 zeigt einen supraleitenden Ring, der durch zwei Josephson Kontakte unterbrochen ist. Es ist zu beachten, dass ein RC-SQUID zwei Josephson Kontakte hat. Der magnetische Fluss kann im Ring nur ganzzahlige Vielfache des Flussquants Φ_0 annehmen. Das externe Magnetfeld unterliegt nicht dieser Einschränkung, woraus folgt, dass die Differenz $|H_{ext} - n\Phi_0|$ in Form eines supraleitenden Stroms im Ring kompensiert wird. Hieraus folgt, dass eine kontinuierliche Änderung des externen Feldes zu einer periodischen Änderung des Suprastroms führt. Die periodische Bewegung einer Probe durch den Ring führt zu einer Änderung des Suprastroms. Durch den Josephson-Kontakt können dabei kleinste Änderungen im Suprastrom detektiert werden. Der Suprastrom oszilliert

Abbildung 3.1: Skizze eines SQUID-Rings entnommen aus [31]. In blau ist der supraleitende Ring dargestellt, der durch zwei Josephson Kontakte (rot) unterbrochen ist. Die Änderung des magnetischen Flusses führt zu einem periodischen Signal dargestellt in Abbildung 3.2.

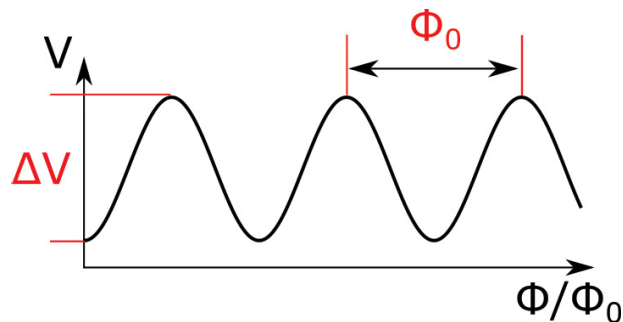
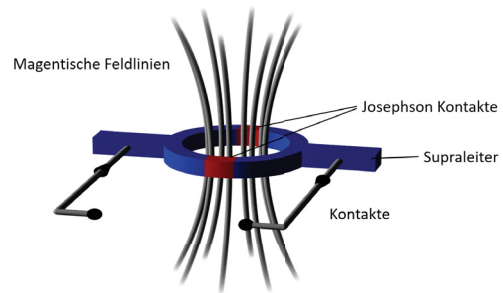


Abbildung 3.2: Spannungsantwort einer SQUID-Schleife auf Grund des magnetischen Flusses. Eine Periode entspricht einem Flussquant.

in Abhängigkeit der äußeren Flussdichte. Ist der Eingangsstrom größer als die kritische Josephson Stromdichte I_c , arbeitet das SQUID im resistiven Modus. In diesem Fall ist die Spannung, wie in Abbildung 3.2 gezeigt, eine Funktion des angelegten Magnetfeldes und eine Periode gleich dem Flussquant. Das magnetische Moment wird vom SQUID in *emu* "electromagnetic unit" (CGS-System) angegeben und kann mittels der Formel (3.1) in SI-Einheiten umgerechnet werden.

$$1 \text{ emu} = 10^{-3} \text{ Am}^2 \quad (3.1)$$

3.2 Magnetooptischer Faraday-Effekt

Eine wichtige Methode dieser Arbeit beruht auf dem 1846 von Michael Faraday entdeckten Effekt, welcher später nach ihm benannt worden ist. Dieser beschreibt die Drehung der Polarisationsachse von linear polarisiertem Licht, wenn dieses ein Medium parallel zu dessen Magnetisierung durchläuft. Der Drehwinkel α hängt hierbei von der Flussdichte B

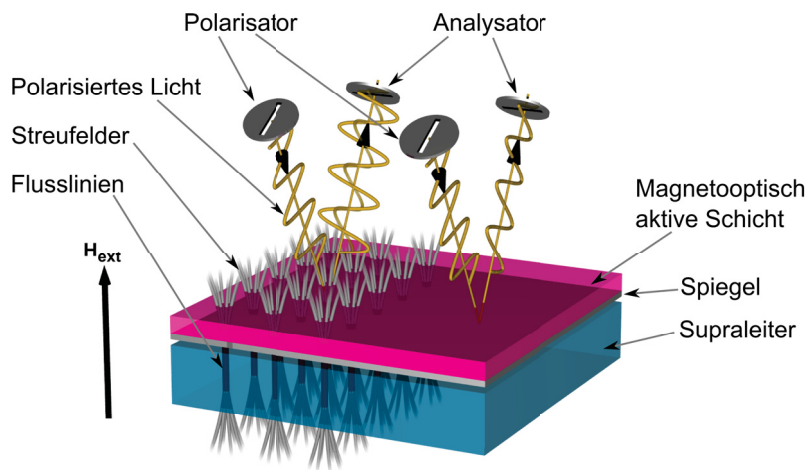


Abbildung 3.3: Schematische Darstellung des Messprinzips der Magnetooptik

im Medium, der Durchgangsstrecke d und der Verdet-Konstanten (materialspezifisch) V ab:

$$\alpha = V \cdot d \cdot B \quad (3.2)$$

Die Verdet-Konstante ist im allgemeinen Abhängig von der Wellenlänge des verwendeten Lichts und der Temperatur. Die Flussdichte B ist zusammengesetzt aus der Magnetisierung des Material und der Stärke des externen Magnetfeldes H :

$$B = \mu_0(H + B) \quad (3.3)$$

Zu Grunde liegt dem Effekt die Zeemann Aufspaltung der Energieniveaus im magnetooptisch aktiven Medium. Hierdurch kommt es zu einer unterschiedlichen Absorptions- und Emissionswahrscheinlichkeit der beiden zirkular polarisierten Teilwellen des linear polarisierten Lichts, woraus eine Drehung der Polarisationsene resultiert. Im Falle der hier verwendeten ferrimagnetischen Eisengranate ist dies jedoch nicht der Fall. Hier wird eine Kalibrierkurve der Lichtintensität gegen das Magnetfeld gebraucht. Genauer wird dies in Abschnitt 3.2.3 erläutert.

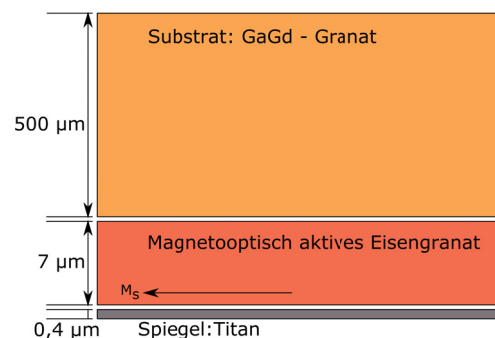
Abbildung 3.3 zeigt einen schematischen Aufbau des Messprinzips. Der Supraleiter ist in blau dargestellt. Darüber befindet sich die magnetooptische Schicht (rot) mit einem Spiegel auf der Unterseite (grau). Die rechte Hälfte des Supraleiters sei flußfrei, die linke Hälfte befindet sich in der Shubnikov-Phase. Das Streufelder der Flusslinien durchdringt die auf dem Supraleiter aufgelegte magnetooptisch aktive Schicht. Auf Grund der Übersichtlichkeit

wird der einfallende Strahl (gelb) unter einem Winkel zur Schichtnormalen dargestellt. Im Experiment ist dieser Winkel null. Das einfallende Licht wird am Spiegel reflektiert. In Abhängigkeit des Magnetfeldes wird nun die Polarisationssebene des einfallenden Lichtstrahls gedreht. Dies bedeutet, dass die Polarisationssebene auf der linken Seite gedreht wird und auf der Rechten nicht. Polarisator und Analysator sind senkrecht zueinander ausgerichtet. Dies hat zur Folge, dass Licht, welches nicht gedreht wurde, den Analysator nicht passieren kann. Dagegen kann Licht, dessen Polarisation durch ein örtliches Magnetfeld gedreht wurde, den Analysator passieren. Je größer das örtliche Magnetfeld, desto höher die gemessene Lichtintensität. Die Magnetisierung der magnetooptisch aktiven Schicht, im speziellen ferrimagnetische Eisengranate, liegt in der Ebene und trägt dadurch nicht zum Faraday-Effekt bei. Die magnetooptische Schicht wird in 3.2.1 detaillierter beschrieben.

3.2.1 Ferrimagnetische Eisengranate

Für die orts aufgelöste Abbildung der magnetischen Flussdichteverteilung sind Materialien geeignet, die eine hohe Verdet-Konstante, über den gesamten Temperaturbereich, und die damit verbundene hohe Faraday-Rotation aufweisen. In dieser Arbeit wurden ferrimagnetische Eisengranate verwendet, deren Magnetisierung in der Ebene liegt [32]. In Abbildung 3.4 ist der Schichtaufbau dieses Indikators dargestellt. Dieser besteht aus einem $500\ \mu\text{m}$ dicken einkristallinen Gallium-Gadoliniumgranat, einer $7\ \mu\text{m}$ dicken magnetooptisch aktive ferrimagnetischen Eisengranatschicht und einem $0,4\ \mu\text{m}$ dünnen Titanspiegel. Die Auflösung die mit solchen Indikatorschichten erreicht werden kann, ist durch den Abstand zwischen Probe und Eisengranat begrenzt. Zusätzlich dazu ist die Schichtdicke sowie die verwendete Lichtwellenlänge ein entscheidender Faktor, welcher die Auflösung begrenzt.

Abbildung 3.4: Querschnitt des Indikators mit Spiegel, magnetooptisch aktiver Schicht und Substrat.



3.2.2 Messaufbau Faraday-Mikroskop

Folgend soll kurz der Messaufbau in Abbildung 3.5 für magnetooptische Messungen erläutert werden. Die Probe wird mit aufgelegtem Indikator auf den Kühlfinger eines Heliumdurchflusskryostaten gelegt und thermisch angekoppelt. Der Kryostat besitzt einen hohen Durchfluss und kann somit innerhalb von wenigen Minuten von Raumtemperatur auf 7 K abgekühlt werden. Die Temperatur kann über einen Durchflussregler sowie einen Heizdraht geregelt werden. Für die Temperaturmessung ist ein Cernox Thermowiderstand direkt neben der Probe auf dem Kühlfinger angebracht. Zur thermischen Isolation von der Umgebung wird die Probenkammer mittels einer Turbopumpe abgepumpt. Der Probenraum ist zur Optik hin mit einem Suprasilglas, welches eine sehr geringe Faraday-Rotation aufweist, verschlossen. Zur Generierung eines Magnetfeldes senkrecht zur Schichtebene wird eine Kupferspule um den Probenraum gelegt. Diese Spule kann ein Maximalfeld von 240 mT erzeugen.

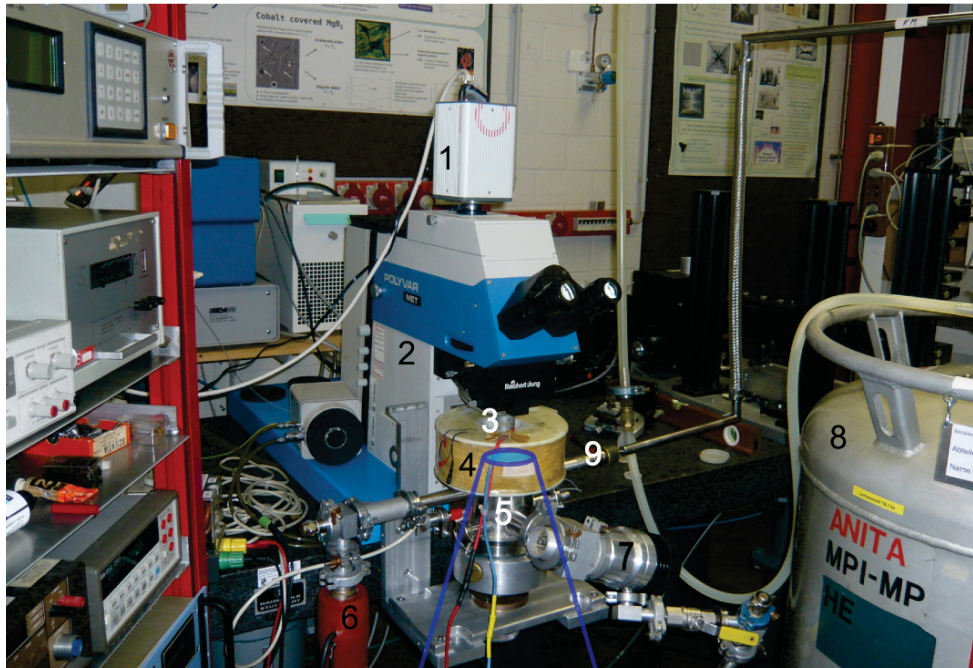
Das Mikroskop ist vom Typ Polyvar Met der Firma Reichert-Jung. Als Lichtquelle dient eine 200 W Quecksilberdampfampe deren Wellenlängenbereich durch Filter auf 400–500 nm eingeschränkt wird. Die Vergrößerung reicht von 20-fach bis 1000-fach. Die Bilder werden mit einer CMOS-Kamera Orca-Flash 4.0 der Firma Hamamatsu aufgenommen. Diese hat eine Auflösung von 2048 x 2048 Pixel.

3.2.3 Auswertungsprinzip Magnetooptik

Die aufgenommenen Bilder zeigen eine Intensitätsverteilung, welche in die Flussdichteverteilung überführt werden muss. Hierfür muss eine Kalibrierung zwischen der Flussdichte und der Intensität durchgeführt werden. Dazu wird die Intensität in Abhängigkeit des äußeren Feldes $\mu_0 H_{ext}$ an einem Ort ohne Supraleiter aufgenommen. Dies ergibt eine Kalibrierkurve $\mu_0 H_{ext}(I)$ wodurch jedem Helligkeitswert eines Pixel ein Flussdichtewert $\mu_0 H_{ext} = B_{\perp}$ zugeordnet werden kann. Im folgenden soll die Kalibrierfunktion hergeleitet werden [34]. Der Winkel α der Faraday-Rotation ist proportional zu der Magnetisierungs-komponente senkrecht zur Schichtebene. Siehe Formel (3.2). Diese Komponente kann aus der spontanen Magnetisierung in der Schichtebene M_s und dem Winkel Φ unter dem sich die Magnetisierung unter einem externen Magnetfeld aus der Schichtebene herausdreht, berechnet werden. Der Winkel Φ ist auch über die Komponenten der Flussdichte in der Ebene B_K und senkrecht zur Ebene B_{\perp} , wie in Abbildung 3.6 dargestellt, zugänglich. Mit

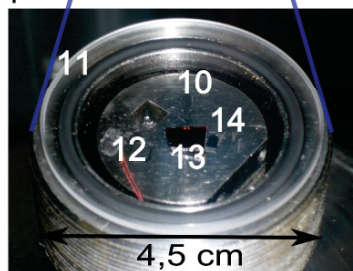
$$\phi = \arctan \frac{B_{\perp}}{B_K} \quad (3.4)$$

- 1 Kamera 3 Okular
 2 Mikroskop 4 Magnetfeldspule 9 Heliumzufuhr



- 5 Kryostat 7 Vakuumpumpe
 6 zur Heliumpumpe 8 Heliumkanne

- 10 Kühlfinger
 11 Deckglas
 12 Temperatursensor



- 13 Indikatorschicht
 14 Probe

Abbildung 3.5: Aufbau des Magnetooptik Labors mit Detailaufnahme des Kühlfingers. Entnommen aus [33].

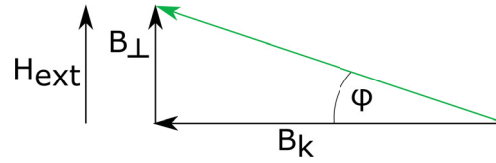


Abbildung 3.6: Visualisierung der Magnetisierungskomponenten in der magnetooptischen Schicht.

ergibt sich die Faraday-Rotation in Abhängigkeit des angelegten Magnetfeldes

$$\alpha = cM_s \sin\left(\arctan\frac{B_\perp}{B_k}\right) \quad (3.5)$$

c ist hier eine Proportionalitätskonstante und B_K die Anisotropiefeldstärke des Mediums. Mittels der Gesetze von Malus lässt sich nun Feldstärke mit der Intensität verknüpfen:

$$I = I_{off} + I_0 \sin^2(\alpha + \alpha_0) \quad (3.6)$$

Es wird hierbei berücksichtigt, dass Analysator und Polarisator nie genau senkrecht zueinander sind. Der Winkel α_0 gibt an, um wieviel diese aus der gekreuzten Stellung heraus gedreht sind.

$$B_\perp = B_k \tan\left[\arcsin\left(\frac{1}{cM_s}\left[\arcsin\left(\sqrt{\frac{I - I_{off}}{I_0}}\right) + \alpha_0\right]\right)\right] \quad (3.7)$$

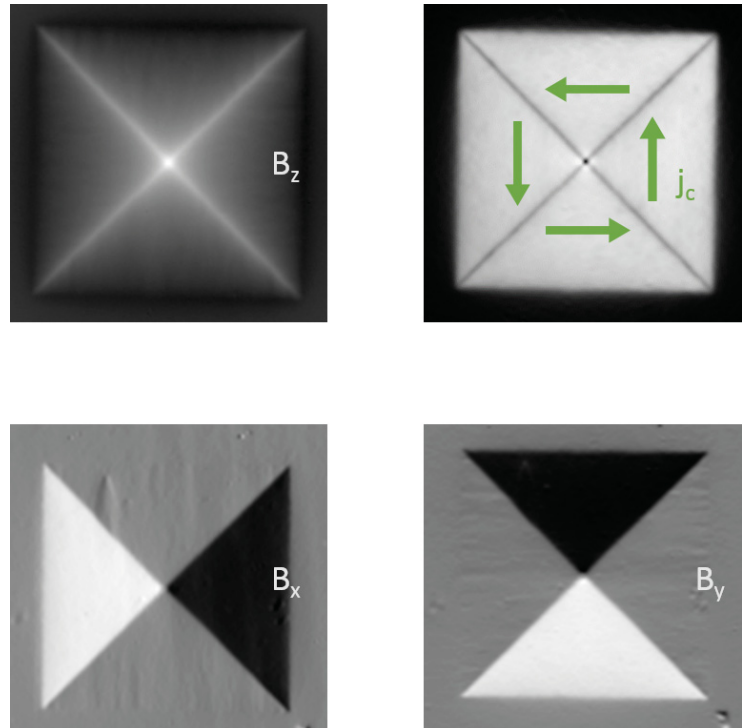
I_{off} beschreibt die Intensität für die gekreuzte Stellung von Polarisator und Analysator und I_0 die einfallende Intensität. Die einfallende Intensität I_0 ist von den Helligkeitseinstellungen des Mikroskops abhängig, weswegen bei der Auswertung Differenzbilder verwendet werden. Weiterhin werden Kalibrierbilder an derselben Stelle aufgenommen, an der auch die Probe charakterisiert wird.

Die Magnetooptik ist in der Lage, orts aufgelöst die kritische Stromdichte von Supraleitern zu liefern. Dazu muss die Flussdichte in die Stromdichte umgerechnet werden. Das numerische Verfahren wird in [35] beschrieben. Ausgangspunkt ist das Gesetz von Biot-Savart, das die Flussdichte und Stromdichte in Beziehung setzt.

$$B(r) = \mu_0 H_{ext} + \int_V \frac{j(r') \cdot (R - R')}{4\pi|r - r'|} d^3r' \quad (3.8)$$

Um von der gegebenen Flussdichteverteilung die Stromdichte zu berechnen, muss diese Gleichung invertiert werden. Wie in Abschnitt 3.2.1 gezeigt, kann nur die z-Komponente der Flussdichte $B_z(x,y)$ gemessen werden und daher keine Aussage über die z-Komponenten der Stromdichte \mathbf{j} gemacht werden. Diese ist auch für dünne Schichten vernachlässigbar

Abbildung 3.7: Oben links: Magnetooptikbild der Flussdichteverteilung im remanenten Zustand. Rechts oben: Berechnete Stromdichteverteilung, die grünen Pfeile deuten die Richtung des Stromflusses an. Unten: Flussdichteverteilung in der Ebene für die x- und y-Richtung.



gering [26]. Im Experiment ist das Skalarfeld $B_z(x, y)$ zugänglich, für die Bestimmungsgleichung ist das Vektorfeld $j(r)$ gesucht, was bedeutet, dass Gleichung 3.8 nach \mathbf{j} aufgelöst werden muss. Für die eindeutige Bestimmung wird ausgenutzt, dass $\text{div} j = 0$. Dies bedeutet, dass die Stromdichte quellen- und senkenfrei ist. Die Invertierung des Gesetzes von Biot-Savart muss numerisch durchgeführt werden. Für die Bestimmung des Integrals wird ausgenutzt, dass die Faltung im Fourierraum in eine Multiplikation übergeht. Damit das Rauschen der Messwerte nicht verstärkt wird, wird ein Hanning-Fenster eingeführt, das hohe Frequenzen im k-Raum abschneidet. Die Fouriertransformation und anschließende Rücktransformation ermöglicht aus der Flussdichteverteilung die orts aufgelöste kritische Stromdichteverteilung zu berechnen. In Abbildung 3.7 ist oben links eine beispielhafte magnetooptische Aufnahme der z-Komponenten der magnetischen Flussdichteverteilung einer dünnen YBCO-Schicht gezeigt. Jedem Grauwert kann hier nach einer Kalibrierung ein Flussdichtewert zugeordnet werden. Rechts daneben ist die berechnete kritische Stromdichteverteilung dargestellt in welchem beispielhaft in grün der Strompfad eingezeichnet ist. Darunter sind die Flussdichteverteilungen der x- und y-Komponenten in der Ebene dargestellt.

3.3 Röntgendiffraktion

Transmissionsmessungen mit harten Röntgenstrahlen an der K-Kante von Eisen wurden 1987 erstmal von Gisela Schütz et al. veröffentlicht [36]. Hier wurde die Absorptionsabhängigkeit der Polarisation von zirkular polarisiertem Licht gemessen. Hierauf folgte die Entwicklung der quantenmechanischen Summenregeln zur Bestimmung des Spin- und Bahnmoments und deren experimenteller Nachweis in den 3d-Übergangsmetallen wenig später [37, 38, 39]. Der XMCD-Effekt (**X**-ray **M**agnetic **C**ircular **D**ichroism) liefert elementspezifische Bahn- und Spinmomente [40, 41].

Abbildung 3.8 zeigt schematisch die Grundlage des XMCD-Effekts am Beispiel von Eisen. Es ist das Einteilchenanregungsschema der 2p-Elektronen und der besetzten und unbesetzten magnetischen 3d-Zuständen dargestellt. Diese sind durch die Austauschenergie spinpolarisiert aufgespalten. Die Dipolauswahlregeln lassen nur den Übergang aus dem 2p-Niveau in die unbesetzten 3d-Zustände zu. Zirkular polarisiertes Licht, dessen Energie genau der Energiedifferenz zwischen dem 2p-Niveau und der Fermienergie entspricht, kann absorbiert werden. Die Absorption des zirkular polarisierten Lichts führt dazu, dass spinpolarisierte Photoelektronen erzeugt werden, die abhängig von den unbesetzten Zuständen der aufgespaltenen Zustandsdichte des 3d-Bandes absorbiert werden. Je nach Spinrichtung ändert sich die Absorption μ und ist damit ein Maß für die freien Zustände. Die Differenz zwischen der Absorption von rechts und links polarisiertem Licht ist somit ein Maß für das magnetische Moment. Abbildung 3.9 zeigt den Verlauf der Absorption in Abhängigkeit von der Photonenenergie und -polarisation. Die Intensität der Maxima der L_3 - und L_2 -Kante ist von der parallelen oder antiparallelen Orientierung der Polarisation zur Magnetisierung abhängig. Die Differenz aus den Spektren der jeweiligen Polarisation oder Magnetisierung ergibt die sogenannten XMCD-Spektren mit den für 3d-Übergangsmetalle typischen negativen und positiven Peaks. Der Abstand zwischen diesen Peaks (ΔE_{2p}) ist die Energie der 2p-Spin-Bahn-Wechselwirkung. Für den XMCD-Effekt ist es unabhängig, ob bei konstanter Polarisation das Vorzeichen der Magnetisierung, oder bei gleicher Magnetisierung die Richtung der zirkularen Polarisation geändert wird. Die magnetisierungsbedingte Änderung der Absorption ist proportional zum Skalarprodukt zwischen Magnetisierung \vec{M} und Polarisationsvektor \vec{P} .

$$\mu^+ - \mu^- = \Delta\mu \propto \Delta(\vec{M} \cdot \vec{P}) \quad (3.9)$$

Hiermit bietet der XMCD-Effekt die Möglichkeit elementspezifische Informationen durch die Energieseparation der charakteristischen Röntgenabsorptionskanten zu liefern. Die re-

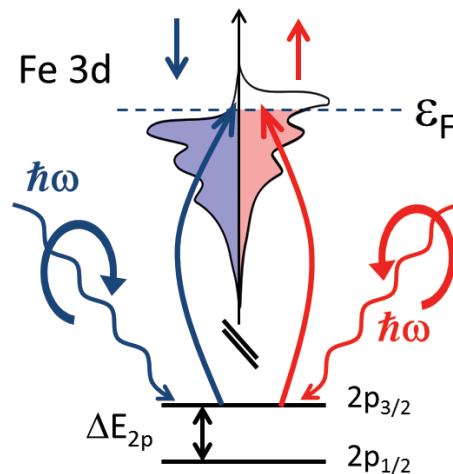


Abbildung 3.8: Skizze zur Absorptionsdifferenz von polarisierten Röntgenstrahlen am Beispiel des 2p nach 3d Übergangs von Eisen. Zirkular polarisiertes Licht wird in Abhängigkeit der Helizität unterschiedlich stark absorbiert. Die Absorption sondiert die Zustandsdichte im 3d-Band des Elements. Skizze entnommen aus [33].

sonante Feinstruktur an der Absorptionskante gibt Auskunft über die chemische Zusammensetzung.

3.3.1 Synchrotronstrahlung

Die in dieser Arbeit verwendete Röntgenstrahlung entsteht, wenn Elektronen durch Magneten auf eine Kreisbahn gelenkt werden. Die dabei entstandene Röntgenstrahlung wird tangential abgestrahlt. Die Energie dieser Strahlung wird durch die Stärke des Magnetfeldes, sogenannten "Bending Magnete" bestimmt. Das Röntgenmikroskop, das in dieser Arbeit verwendet wurde, steht an einer Beamline, welche ihre Strahlung durch einen Undulator bekommt. Ein Undulator kann an den geraden Teilstücken des Synchrotrons eingebaut werden. Er besteht aus zwei Reihen periodisch angereichten Permanentmagneten, die jeweils oberhalb und unterhalb der Elektronenbahn angeordnet sind. Diese Reihen an Permanentmagneten können gegeneinander verschoben werden. Dabei führt eine Verschiebung um eine Viertelperiode dazu, dass die Elektronen auf eine Spiralbahn gelenkt werden und das emittierte Licht überlagert sich kohärent zu zirkular polarisiertem Licht. Eine relative Verschiebung der Magnete gegeneinander führt zu rechts oder links zirkular polarisiertem Licht. Der Abstand zwischen den oberen und unteren Magneten bestimmt die Energie der erzeugten Strahlung. Je geringer dieser Abstand ist, desto höher ist das

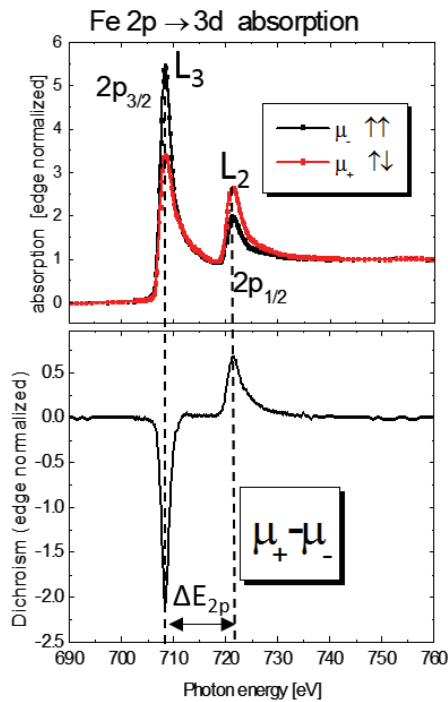


Abbildung 3.9: Oben: Absorptionsspektren des 2p nach 3d-Übergangs in Eisen. Das untere Spektrum ergibt sich aus der Differenz der zwei Spektren, die durch die Absorptionsdifferenz zustande kommen.

Magnetfeld. Die Auslenkung der Elektronen wird höher, wodurch es zu einer geringeren Energie kommt. Die Wellenlänge der emittierten Strahlung liegt im Nanometer Bereich, da die Periode der Permanentmagnete im Zentimeter-Bereich ist und die Elektronen sich mit nahezu Lichtgeschwindigkeit bewegen. Ein Undulator ermöglicht es, Röntgenstrahlung mit hoher Brillanz, durchstimmbarer Energie, einem schmalen Linienspektrum und freier Wahl der Polarisation zu erzeugen. Ein Monochromator im nachfolgenden Strahlrohr ermöglicht die Selektion der Wellenlänge. Die Brillanz liegt für Undulatoren im Bereich von $10^{21} \frac{\text{Photonen}}{\text{s} \cdot \text{mm}^2 \cdot \text{mrad}^2}$ innerhalb eines schmalen Wellenlängenbereichs. Das Synchrotron BESSY II am Helmholtz-Zentrum Berlin arbeitet im sogenannten Top-up Modus, bei welchem kontinuierlich Elektronen in den Speicherring injiziert werden. Dies ermöglicht, dass der Strom im Ring konstant bei maximal 300 mA gehalten werden kann. Dabei beträgt die Elektronenenergie 1,72 GeV.

3.3.2 Röntgenmikroskop - MAXYMUS

In diesem Abschnitt wird nun das Röntgenmikroskop MAXYMUS (**M**agnetic **X**-ray **M**icroscope with **U**HV **S**pectroscopy), an welchem alle röntgenmikroskopischen Messungen durchgeführt wurden, kurz beschrieben werden.

Eine detaillierte Darstellung ist in der Dissertationsschrift von Markus Weigand [42]

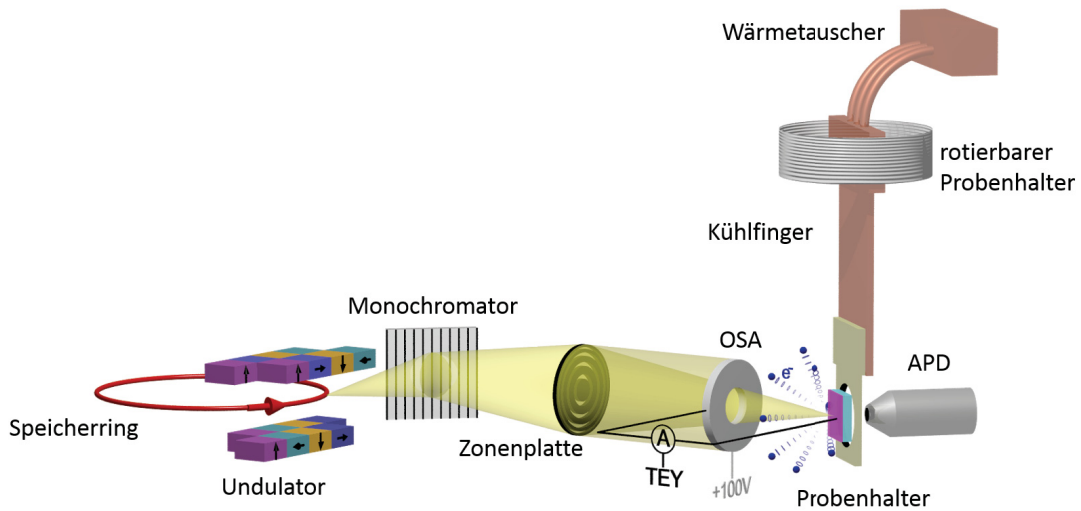


Abbildung 3.10: Schematische Darstellung des Synchrotrons von Speicherring bis zum Probenhalter auf dem Helium-Kryostatkühlfinger.

und in von Daniela Nolle [43] zu finden. Das Mikroskop wird seit 2009 von der Abteilung Schütz an der Beamline UE46-PGM2 am Synchrotron BESSY II am Helmholtz-Zentrum Berlin betrieben. Zu Beginn dieser Arbeit wurden die Tieftemperaturmessungen mit einem Stickstoff-Kryostaten bei einer Basistemperatur von 80 K durchgeführt, um direkt im supraleitenden Zustand die Flussdichteverteilung messen zu können. Im Rahmen dieser Arbeit wurde der Aufbau des Mikroskops um einen Helium Durchflusskryostaten erweitert. Dieser wird in Abschnitt 3.3.3 genauer beschrieben. Das Mikroskop hat zwei Messmethoden: zum einen die TEY (**T**otal **E**lectron **Y**ield) Messmethode und zum anderen die Messung in Transmission. Für beide Messmethoden und vor Allem für den Betrieb bei tiefen Temperaturen ist eine UHV-Atmosphäre essentiell. Abbildung 3.10 zeigt die schematische Darstellung (nicht maßstabsgetreu) des Strahlengangs bis zum Kryostaten. Das Mikroskop ist an einer Undulator-Beamline angebracht. Der verwendete Undulator gehört zu dem Typ APPLE II (**A**dvanced **P**lanar **P**olarized **L**ight **E**mitter). Dieser besteht aus 72 periodisch angeordneten, magnetischen Elementen und kann linear und zirkular polarisierte Strahlung im Energiebereich von 109 eV bis 1900 eV erzeugen. Das Licht trifft über den Monochromator und ein Schlitzsystem auf die Zonenplatte, die das Licht fokussiert. Die Zonenplatte besteht aus nach außen hin schmaler werdenden Ringen, welche abwechselnd transparent und intransparent für weiche Röntgenstrahlen sind. Diese Art von Optik wird Fresnel-Linse genannt. Die Breite des äußersten Ringes bestimmt die Größe des Fokuspunktes und damit das örtliche Auflösungsvermögen [44, 45]. Die darauf folgende OSA (**O**rders **S**eparation **A**perture), die wenige 100 μm Abstand zur Probenoberfläche

hat, besteht aus einem Metallplättchen mit einer Öffnung von $500\ \mu\text{m}$. Für die Messung des Probenstroms (TEY-Modus) wird diese auf eine Spannung von $+100\ \text{V}$ gegenüber der Probe gelegt. Durch die Absorption der zirkular polarisierten Röntgenstrahlung werden Augerelektronen emittiert, die dazu führen, dass ein Probenstrom messbar ist. Dieser Messmodus ist daher sehr oberflächensensitiv, da diese Elektronen aus den ersten $10\ \text{nm}$ der Probe emittiert. Für die Messung in Transmission muss, wie in Abbildung 3.10 gezeigt, ein Detektor hinter der Probe angebracht werden. Als Detektor wird eine Lawinendiode (Avalanche Photodiode/APD) verwendet. Standard $500\ \mu\text{m}$ Substrate sind für weiche Röntgenstrahlen nicht transparent. Deshalb muss für Transmissionsmessungen die Probe gedünnt werden. Dies bedeutet einen erhöhten Aufwand in der Probenpräparation. Genauer wird die Probenpräparation in Abschnitt 4.3 beschrieben.

3.3.3 Helium Kryostat

Mit dem zunächst verwendeten Stickstoff-Kryostaten wurde eine Basistemperatur von $80\ \text{K}$ erreicht. Diese Temperatur war für einkristalline Supraleiterproben sowie für einige supraleitende Schichten ausreichend. Tiefere Temperaturen ermöglichen andere Supraleiter als nur YBCO (Yttrium-Barium-Kupferoxid) wie zum Beispiel Eisenarsenide oder Magnesiumdiborid zu untersuchen. Bei der Konstruktion des Kryostaten mussten zahlreiche

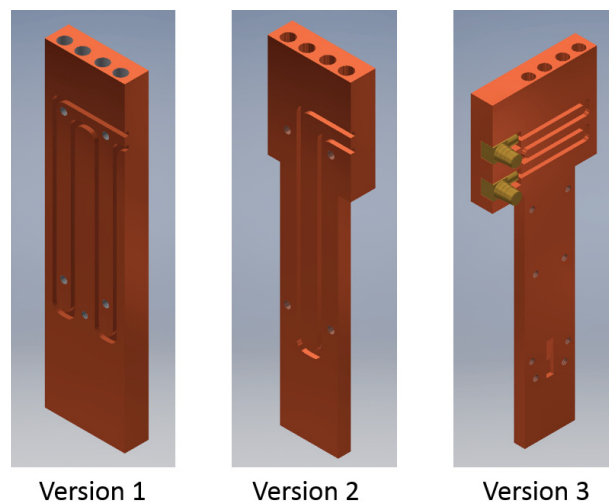


Abbildung 3.11: CAD-Render der drei Versionen des Helium-Kryostaten.

Einflussfaktoren berücksichtigt werden. Hierfür muss der Kryostat in den vorhandenen Drehprobenhalter passen und darf nicht in thermischen Kontakt mit anderen Teilen des Mikroskops kommen. Für die Messung der *in-plane* beziehungsweise *out-of-plane* Magne-

tisierung ist dieser Drehprobenhalter essentiell. Aus diesem Grund wurde der Kryostat so konzipiert, dass die Probe in der Drehachse des Drehprobenhalters sitzt, damit die Messposition beim Wechsel von 0° auf 30° sich nicht verändert.

Die Heizschleife für die Temperaturregelung muss mindestens 1 cm von der Probenposition entfernt sein, um magnetische Streufelder auszuschließen. Da es sich um ein Rasterröntgenmikroskop handelt, muss die thermische Anbindung an den Wärmetauscher flexibel gelöst werden, damit Bewegungen in die drei Raumrichtungen x, y und z gewährleistet sind. Abbildung 3.11 zeigt die verschiedenen Versionen des Heliumkryostaten bis zur Endfassung Version 3. Version 1 war der erste Prototyp und diente als Testkörper für die verwendete thermische Anbindung über Kupferdrähte. Version 2 des Kryostaten wurde drastisch im Gewicht reduziert, da die erste Version bei der Temperaturregulierung sehr träge war. Dieser Kryostat wurde mit einer Basistemperatur von 30 K betrieben. In der dritten Version des Kryostaten wurde die Temperaturanbindung durch die Verwendung von sauerstofffreien Kupferdrähten nochmals verbessert. Die führt zu einer Basistemperatur von 20 K. Weiterhin wurde die Heizung in den oberen Teil des Kryostaten verlegt und der Anschluss der Heizkabel flexibel gestaltet. Beim Heizdraht handelt es sich um ein Thermokoaxialkabel mit einem Durchmesser von 1 mm. Weiterhin wurde auf der Rückseite eine Nut für einen Temperatursensor in der Nähe der Probenposition eingebracht. Die Temperatur wird über eine Siliziumdiode des Typs DT-670 der Firma *Lake Shore Cryotronics* bestimmt und kann einen Temperaturbereich von 2 K - 500 K abdecken. Der Kryostat hat die Maße $26 \times 29 \text{ mm}^2$ im oberen Bereich und $14 \times 64 \text{ mm}^2$ im unteren Bereich. Alle Kryostaten wurden in der am Max-Planck-Institut für Intelligente Systeme vorhandenen feinmechanischen Abteilung gefertigt.

Abbildung 3.12 zeigt den Kryostaten eingebaut im Drehprobenhalter des Mikroskops. Der Kryostat wird thermisch entkoppelt an ein 1 mm dickes Titanblech geschraubt und im Drehprobenhalter befestigt. Rechts im Bild ist der Wärmetauscher zu erkennen. Es handelt sich hierbei um einen Kupferblock aus sauerstofffreiem Kupfer durch den flüssiges Helium fließt. Der Wärmetauscher ist zur Schwingungsdämpfung auf einem Abstandshalter aus PEEK (**P**olyether-**E**ther-**K**eton Kunststoff) befestigt. Helium wird mittels eines Überhebers von der Heliumkanne in die Vakuumdurchführung geleitet. Auf der Austrittsseite ist ein Ventil angebracht, das es ermöglicht den Heliumgasfluss zur Pumpe zu regeln. Der Wärmetauscher ist über Kupferdrähte aus sauerstofffreiem Kupfer mit dem Kühlfinger verbunden. Sowohl am Wärmetauscher als auch am Kühlfinger sind Thermokoaxialkabel und Temperatursensoren angebracht. Der Drehprobenhalter ermöglicht es sowohl in 0° als auch in 30° zum Strahlrohr zu messen. Für die Messung der *in-plane* Magnetisierung ist

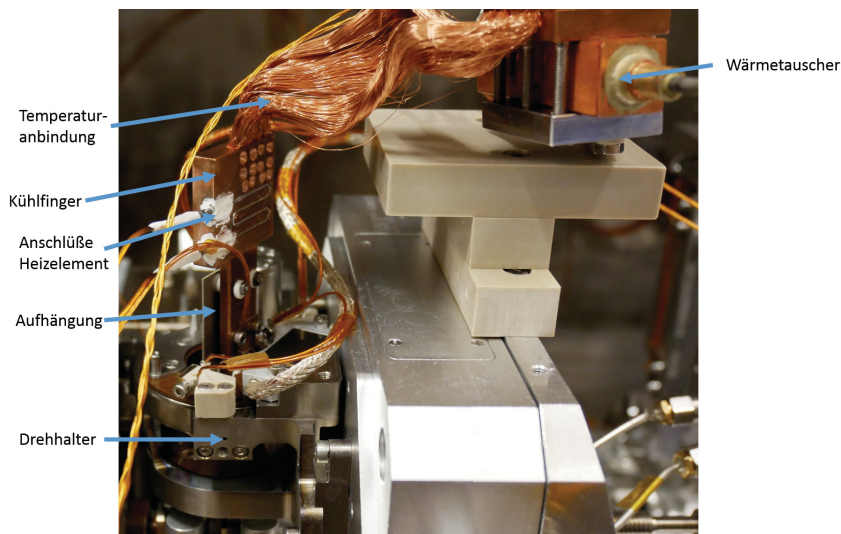


Abbildung 3.12: Kryostat mit Wärmetauscher eingebaut im Drehprobenhalter des Röntgenmikroskops.

die 30° Position notwendig.

Abbildung 3.13 zeigt eine Nahaufnahme der Probenposition im Transmissionsmessbetrieb mit eingebautem Magnetsystem. Im oberen Bereich des Bildes ist der Drehprobenhalter zu sehen. Links ist die Halterung der OSA zu sehen. Das Magnetsystem besteht aus vier zylindrischen Permanentmagneten. In der Mitte dieser ist die Probe positioniert. Der Probenhalter besteht aus einem 1 mm dicken Saphirhalter, der zwei übereinander angeordnete Löcher mit einem Durchmesser von 2 mm besitzt. Hinter den Proben, in einem Abstand von 2 mm ist der Detektor positioniert. In der gezeigten Anordnung ist der Probenhalter auf 0° zur Strahlachse gedreht. Das Magnetsystem ermöglicht es, Felder von ± 275 mT an der Probenposition anzulegen. Der homogene Feldbereich innerhalb des Magnetsystems reicht von -1 mm bis zu $+1$ mm in y -Richtung [46]. Abbildung 3.14 zeigt einen Abkühlzyklus und einen Aufwärmzyklus des Kryostaten. Der Kryostat ist nach ungefähr 15 Minuten bei seiner Basistemperatur von 20 K angelangt. Um wieder auf Raumtemperatur aufzuheizen dauert es 30 Minuten. Während eines Abkühlvorgangs verändert sich die Probenposition um $150 \mu\text{m}$ in y -Richtung. Die Temperatur des Kryostaten lässt sich über eine *LabView* Steuersoftware in einem Temperaturbereich von 20 – 100 K über die Heizdrähte und den Heliumdurchfluss regulieren. Ultrahochvakuum ist zwingend für Messungen mit dem Kryostaten notwendig, um die Kondensation von Restgasen an der Probe zu verhindern. Das Mikroskop verfügt über eine Turbopumpe, eine Ionenpumpe, eine Titan-Sublimationspumpe und drei Kryofallen, welche auf Flüssigstickstofftemperatur (77 K) gekühlt werden, um einen Basisdruck von $3 \cdot 10^{-8}$ mbar zu erreichen. Die Aus-

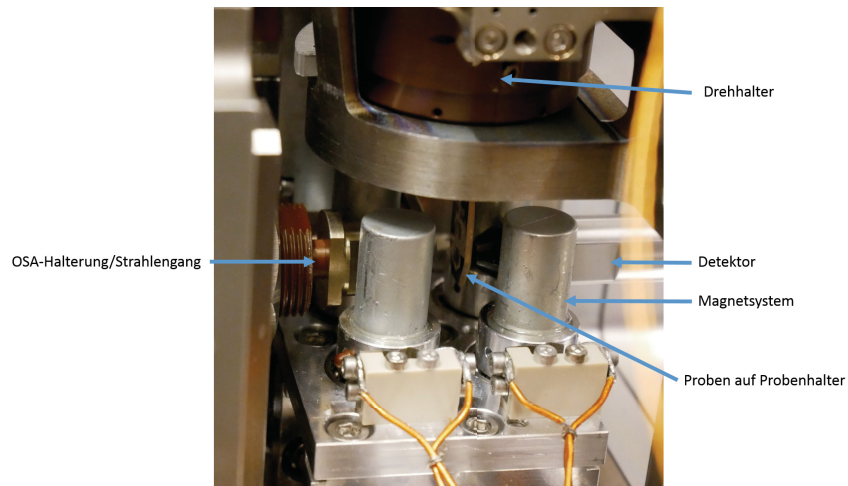


Abbildung 3.13: Nahaufnahme der Probenposition im Magnetsystem und Strahlengang des Röntgenmikroskops.

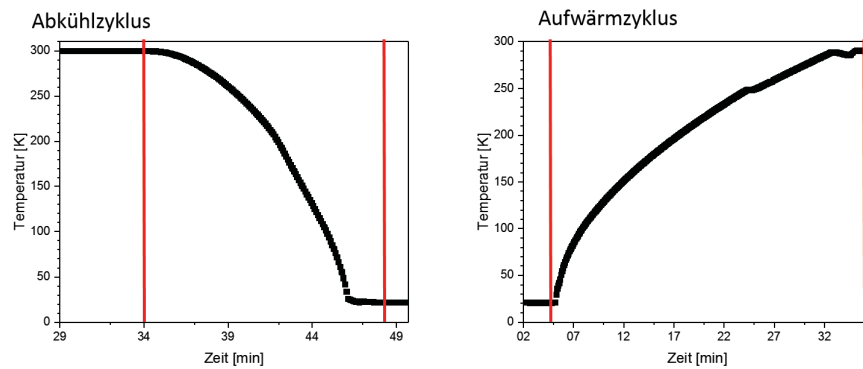


Abbildung 3.14: Links: Zeigt eine Abkühlkurve von 300 K auf 20 K. Rechts: Zeigt einen Aufwärmvorgang.

wirkungen von Eiswachstum auf der Probenoberfläche wird in Kapitel 6.2 anhand von Mikroskopiebildern und dem zeitlichen Verlauf der Signalstärke genauer betrachtet.

Kapitel 4

Probencharakterisierung und Herstellung

Im folgende Kapitel soll das Probensystem, die Probenherstellung und deren Verfahren dargelegt werden. Das Probensystem besteht aus einkristallinem STO [100] (Strontiumtitanat), darauf wird mittels PLD (Pulsed Laser Deposition/Laserablation) eine supraleitende Schicht aus $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ (YBCO - Yttrium Barium Kupferoxid) abgeschieden. Auf den Supraleiter wird mittels RF-Sputtern eine Schicht $\text{Co}_{40}\text{Fe}_{40}\text{B}_{20}$ (CoFeB - Kobalt Eisen Bor) oder $\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$ (Py - Permalloy) aufgebracht. Die Proben werden alle mit einer 2 nm Schicht Aluminium vor Oxidation geschützt. Das Probensystem wird durch Laserphotolithographie, mechanisches Schleifen und Dünnen mittels FIB (Focused Ion Beam) für die Transmissionsmessungen präpariert.

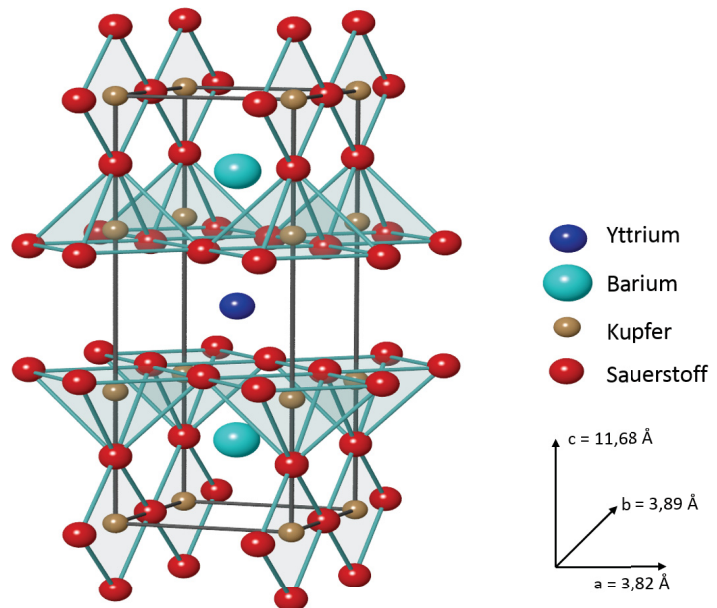
4.1 Yttrium Barium Kupferoxid - $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$

Der Supraleiter $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ gehört zu der Familie der oxidischen Hochtemperatursupraleiter. Diese wurden 1986 durch Bednorz und Müller entdeckt, welche erstmals von einer Sprungtemperatur von 30K in Ba-La-Cu-O-Systemen berichteten [47]. 1987 wurde von M. Wu und Mitarbeitern [48] Yttrium Barium Kupferoxid mit einer Sprungtemperatur von 92K entdeckt. Bis dahin waren nur Supraleiter mit geringeren Sprungtemperaturen wie Nb_3Ge ($T_c = 23\text{K}$) [49] bekannt. Aktuell ist die Familie der FeP[50] und FeAs[51] Supraleiter von weitem Interesse. In diesen Materialien konkurriert Ferromagnetismus mit Supraleitung innerhalb der Verbindungen und eröffnet neue Eigenschaften und Phänomene. Die Eigenschaften von YBCO, wie seine hohe Sprungtemperatur, die hohe kritische Stromdichte und das hohe kritische Feld $\mu_0 H_{c2}$ [52, 53] machen diesen Supraleiter zu einem geeigneten Material für röntgenmikroskopische Messungen.

4.1.1 Supraleitung in YBCO

Die Kristallstruktur von YBCO ist in Abbildung 4.1 dargestellt. Diese weist ein System von Kupferoxid-Ebenen, die zwischen Barium und Yttrium-Atomen liegen, auf. In diesen Kupferoxid-Ebenen findet die Supraleitung statt. Damit die Zusammensetzung

Abbildung 4.1: Skizze einer Einheitszelle von YBCO. In dieser Skizze sind alle Sauerstoffplätze besetzt.



$\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$ supraleitend ist, muss die Einheitszelle dieser Kupferoxid-Struktur um ungefähr 2% rhomboedrisch verzerrt sein, damit diese eine orthorhombische Gestalt annimmt [54]. Die Einheitszelle der undotierten und isolierenden Phase von $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_6$ besitzt eine tetragonale Struktur, wobei sich das Kupferatom in dieser pyramidalen Struktur befindet [55, 56]. Für die Struktur von YBCO spielt die Lochdotierung δ , welche mit der Sauerstoffdotierung x zusammenhängt, eine entscheidende Rolle. Für $\delta = 1$ ist das Material elektrisch isolierend. Ab einem $\delta = 0,6$ findet ein struktureller Phasenübergang von tetragonal zu orthorhombisch statt und damit in die supraleitende Phase. Die optimale Dotierung von YBCO liegt bei $\delta = 0,07$ und führt zu einer Sprungtemperatur von 92 K [57, 58]. Betrachtet man die Kupferoxid-Struktur, erkennt man die symmetrische Anordnung der Kupferoxid-Ebenen zum Yttrium³⁺-Ion und die Kupferoxid-Ketten zwischen den Barium²⁺-Ionen. In der vollständig dotierten Variante $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$ sind alle Sauerstoffplätze in der Kupferoxid-Ebene und den Kupferoxid-Ketten besetzt. Ein Anwachsen von δ führt dazu, dass Sauerstoffatome aus der Kupferoxid-Kette entfernt werden, wäh-

rend die Kupferoxid-Ebene vollständig besetzt bleibt. Die starke Elektronegativität von Sauerstoff führt zu einem Elektronentransfer von den Kupferoxid-Ebenen in die Kette. Dies bedeutet wiederum, dass es in der Kupferoxid-Ebene zu einer anwachsenden Lochdotierung kommt, welche für die supraleitenden Ladungsträger relevant ist [59]. In Abbildung 4.2 A) ist das Phasendiagramm der Sauerstoffdotierung von YBCO dargestellt. [57]. Für x gleich 0 fehlen die Sauerstoffionen in den Kupferoxid-Ketten vollständig und für $x = 1$ sind die Kupferoxid-Ketten vollständig besetzt. Es sind in dem Phasendiagramm zwei Phasengrenzen eingetragen. Zum einen, die zur tetragonalen, antiferromagnetischen Phase (AF), unterhalb der Néel-Temperatur von ca. 500 K, in welcher die antiferromagnetische Ordnung vorliegt. Zum anderen, die Phasengrenze zur orthorhombischen, supraleitende Phase (SC), deren Sprungtemperatur stark von der Sauerstoffdotierung abhängt.

Unter Berücksichtigung der Verankerung von Flusslinien kann das Verhalten von YBCO in einem Magnetfeld parallel zur c -Achse in einem Phasendiagramm dargestellt werden. Dieses ist in Abbildung 4.2 B) gezeigt (angelehnt an [60]). Bei tiefen Temperaturen und niedrigen Magnetfeldern sind die Flusslinien fest an Verankerungsstellen gebunden (Vortex-Glas-Phase). In diesem Zustand steht nicht genügend Energie zur Verfügung (thermisch und elektromagnetisch), um diese von den Verankerungsstellen zu lösen. Diese Phase ist dominiert von Flusslinienwechselwirkungen welche eine Anordnung in einem Gitter und den an den vorhandenen Verankerungsstellen bevorzugen. Bei steigenden Temperaturen sorgt der Energieeintrag dazu, dass das Flussliniengitter schmilzt. Diese Phase wird als Vortex-Flüssig-Phase bezeichnet. Nach [61] ist das Schmelzen des Flussliniengitters verbunden mit dem Verschwinden des Schermoduls c_{66} aufgrund der thermischen Energie. Dies muss jedoch sehr kritisch betrachtet werden, da die elastische Konstante c_{66} nur für ein regelmäßiges Flussliniengitter definiert ist, und nicht für einen Flussliniengradienten wie er in den hier verwendeten Systemen vorliegt. Dies ist ein statistischer Prozess, in welchem das System versucht in den energetisch günstigeren Gleichgewichtszustand zu kommen, in welchem eine Gleichverteilung der Flusslinien vorliegt. Durch die thermische, beziehungsweise elektromagnetische Energie können sich die Flusslinien frei bewegen. Die Irreversibilitätslinie trennt diese zwei Bereiche. Oberhalb dieser ist das Material noch im supraleitenden Zustand, in dem Sinne, dass es einen endlichen Ordnungsparameter besitzt. Durch die Lorentzkraft bewegen sich die Flusslinien senkrecht zur Stromrichtung, was zu einem bedeutenden elektrischen Widerstand führt. Unterhalb der Irreversibilitätslinie ist der elektrische Widerstand durch das Verankern der Flusslinien null. Die Irreversibilitätslinie definiert damit einen Übergang von einem irreversiblen System (Vortex-Glas-Phase) zu einem reversiblen System (Vortex-Flüssig-Phase). Oberhalb von H_{c2} kommt es zum

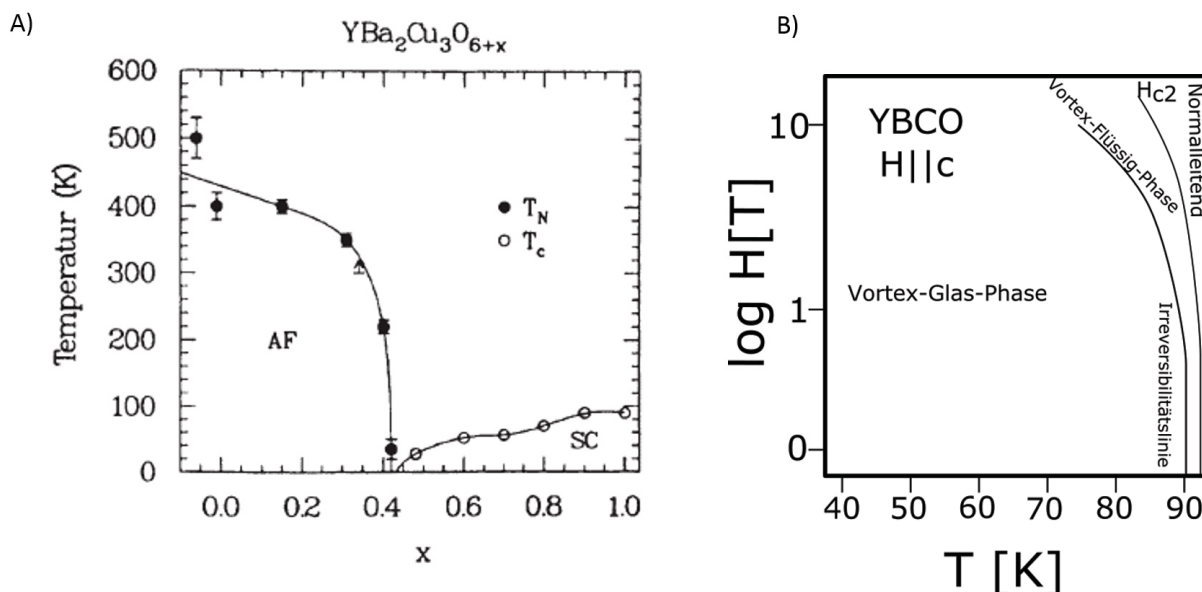


Abbildung 4.2: A) Phasendiagramm der Sauerstoffdotierung von YBCO [57]. B) Schematisches Vortexphasendiagramm für YBCO nach [60].

Übergang in die normalleitende Phase.

Tabelle 4.1: Supraleitende Kenngrößen für optimal dotiertes YBCO

λ_{ab}	150 nm
λ_c	800 nm
ξ_{ab}	1,6 nm
ξ_c	0,3 nm

Nachdem der Fall des Magnetfeldes parallel zur c -Achse behandelt wurde, wird nun der senkrechte Fall betrachtet. Dies bedeutet, dass die Flusslinien parallel zu den Kupferoxid-Ebenen angeordnet sind. Die Lorentzkraft greift nun in c -Richtung an. Die Verankerung der Flusslinien ist auf die Veränderung des Ordnungsparameters in c -Richtung zurückzuführen. Der Abstand der Kupferoxid-Ebenen von 4 \AA , ist vergleichbar mit der Kohärenzlänge $\xi_c = 3 \text{ \AA}$. Dies führt dazu, dass die maximale Verankerungskraft erreicht wird, wenn die Flusslinien zwischen den Kupferoxid-Ebenen platziert sind [62].

Auf die Kristallparameter und deren Auswirkungen auf Defektstrukturen soll nun eingegangen werden. Die orthorhombische Einheitszelle von YBCO hat eine Grundfläche von $a = 3,82 \text{ \AA}$, $b = 3,89 \text{ \AA}$ und in c -Richtung von $11,68 \text{ \AA}$ [57]. Dies führt dazu, dass die supraleitenden Eigenschaften für YBCO anisotrop sind. In Tabelle 4.1 sind die Kenngrößen für optimal dotiertes YBCO aufgelistet und zeigen diese Anisotropie deutlich. Die Anisotropie der supraleitenden Eigenschaften ist ein Grund dafür, dass vorhandene Korngrenzen

einen starken Einfluss auf den Suprastrom haben, auf welchen im Folgenden eingegangen wird.

Korngrenzen führen zu einer stark limitierenden Wirkung auf den kritischen Strom [35]. Vor allem der Winkel dieser Korngrenze hat einen signifikanten Einfluss [63, 64]. Hier sollen nur Kleinwinkelkorngrenzen mit einem Fehlorientierungswinkel von $< 10^\circ$ betrachtet werden. Diese tragen noch genug Strom, um diese mit Magnetooptik wie auch Röntgenmikroskopie abbilden zu können. Eine Korngrenze führt zu Abweichungen des orthorhombischen Gitters, was Konsequenzen auf die Stromtragfähigkeit hat:

- Entlang einer Korngrenze kommt es zu Stufenversetzungen, welche ein Verzerrungsfeld ϵ mit sich bringen. Diese Verzerrungen führen dazu, dass sich normalleitende Gebiete bilden [65].
- Beim Wachstum von YBCO auf einem bikristallinen Substrat kommt es zur Bildung von Kristalliten mit unterschiedlichen Orientierungen. Diese führen zu einem zusätzlichen Fehlorientierungswinkel von bis zu $\pm 4^\circ$ [66], welcher die Stromdichte verringert.
- Abschließend soll betrachtet werden, dass es sich bei YBCO um einen d-Wellen Supraleiter handelt. Der Fehlorientierungswinkel an der Korngrenze führt dazu, dass Ordnungsparameter mit unterschiedlichem Vorzeichen aufeinander treffen [67]. Die nicht vorhandene Überlappung der Supraleiterwellenfunktion über die Korngrenze hinweg, ist ein weiterer Grund für die drastische Reduzierung der Stromdichte [67].

4.1.2 Dünne Schichten

Das vorherige Kapitel beleuchtete die Eigenschaften des Supraleiters YBCO. In diesem Kapitel soll nun die Herstellung von dünnen supraleitenden YBCO-Filmen genauer betrachtet werden. Die gängigste Methode für die Herstellung dieser Schichten ist die Laserablation (PLD - Pulsed Laser Deposition). Abbildung 4.3 zeigt schematisch den Aufbau einer solchen PLD-Anlage welcher aber der zu Vereinfachung nicht dem realen Aufbau gleicht. Hierbei wird ein Laserstrahl auf das Target gerichtet. Das Target besteht aus ungefähr ideal dotiertem, polykristallinen YBCO. Die exakte Sauerstoffdotierung spielt hier nur eine untergeordnete Rolle, da die Proben im Normalfall nach dem Ablationsprozess oxidiert werden. Das Target ist auf einem rotierbaren Halter angebracht, um einen gleichmäßigen stöchiometrische Abscheidung zu gewährleisten. Sowohl Target als auch das Substrat befinden sich in einer Vakuumkammer. Der gepulste Laserstrahl trifft schräg durch ein

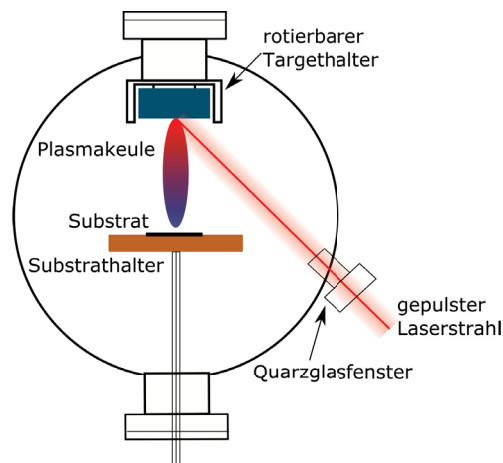


Abbildung 4.3: Skizze der Beschichtungskammer einer Pulsed Laser Deposition Kammer. Im oberen Bereich ist in blau das Target dargestellt. Durch den einfallenden Laserstrahl bildet sich unterhalb des Targets eine Plasmakeule aus. Das Material scheidet sich auf dem darunter liegenden Substrat ab.

Quarzfenster auf das Target. In der Regel werden hierfür Excimer-Laser im ultravioletten Wellenlängenbereich verwendet. Der Laserstrahl wird von dem dunklen Target stark absorbiert und es bildet sich eine Plasmakeule aus, welche sich bis zum Substrat ausdehnt. Bei der Abscheidung mittels PLD kommt es zur Bildung von "droplets" auf dem Substrat, diese können durch Verschiebung der Position des Targets zum Substratachse reduziert werden [68]. Als Substrat wurde in dieser Arbeit ausschließlich Strontiumtitanat (100) (SrTiO_3) verwendet. Mit einer Gitterkonstante von $a = 3,91 \text{ \AA}$ wächst YBCO mit einer sehr geringen Gitterfehlpassung. Das Substrat wird während des Ablationsprozesses auf $800 \text{ }^\circ\text{C}$ geheizt und anschließend in 1000 mbar Sauerstoffatmosphäre auf $300 \text{ }^\circ\text{C}$ abgekühlt. Tiefere Depositionstemperaturen führen zu einem erhöhtem Wachstum von a-achsenorientierten Körner [69]. Die Depositionsrate beträgt $0,31 \text{ \AA/Puls}$. Die Schichten wachsen epitaktisch nach dem Stranski-Krastanov Wachstum [70, 71, 72] auf. Dies führt dazu, dass es in der supraleitenden Schicht zu einer relativ hohen Defektdichte kommt, da die einzelnen Wachstumsinseln zusammenwachsen (Koaleszenzbereiche) müssen. Schraubenversetzungen, welche sich beim Kristallwachstum bilden erhöhen die Defektdichte bei YBCO Schichten weiter [73, 74]. Für diese Arbeit sind Schichten mit hohen Stromdichten, welche jedoch trotzdem sehr glatt sind, gewünscht. Die Rauigkeit der Schicht hat direkten Einfluss auf das Koerzitivfeld der magnetischen Sensorschicht für die Röntgenmikroskopiemessungen. Die Schichtdicke der verwendeten YBCO-Schichten variiert zwischen 50 nm und 250 nm . Die Stromdichte dieser Schichten beträgt etwa $j_c = 2,5 \cdot 10^{11} \text{ A/m}^2$ bei 20 K , welche direkt auf die hohe Defektdichte dieser Schichten zurück zu führen ist.

4.2 Ferromagnetische Schichten

4.2.1 Herstellung

Für die Applikation der ferromagnetischen Schichten wurde die Schichtherstellungsmethode Ionenstrahlsputtern verwendet. Es handelt sich hierbei um ein PVD-Verfahren (Physical Vapor Deposition), bei dem das Ausgangsmaterial (Target) mittels physikalischer Effekte (Verdampfen, Zerstäuben) in die Gasphase überführt wird.

Im Unterschied zu den herkömmlichen Sputterverfahren wie DC-Sputtern, HF-Sputtern oder Magnetron-Sputtern wird beim Ionenstrahlsputtern das Substrat bzw. das Target räumlich vom Plasma getrennt. Die räumliche Trennung führt dazu, dass das Substrat nicht den hochenergetischen Ionen ausgesetzt ist. Dies ermöglicht einen geringeren Gasdruck am Target und Substrat wodurch es zu einer verringerten Verunreinigung der Schichten kommt, da weniger Atome des Ionisationsgases eingebaut werden und die freie Weglänge der gesputterten Ionen höher ist. Die damit verbundene hohe kinetische Energie ermöglicht eine hohe Oberflächenmobilität, welche zu dichteren, glatteren und defektärmeren Schichten führt.

Das Ionisationsgas (Argon) wird in einem hochfrequenten Wechselfeld durch eine RF-Quelle erzeugt. Die Argonionen und die Elektronen folgen in entgegengesetzter Richtung dem Wechselfeld. Bei höheren Frequenzen führt die Trägheit der Argonionen dazu, dass diese nicht mehr dem Wechselfeld folgen können. Gleichzeitig kommt es zu Zusammenstößen zwischen Argonatomen und Elektronen. Hierdurch wird die Ionisationsrate erhöht, was zu einer erhöhten Sputterrate führt. Die Argonionen werden auf mit einer Energie von 1 keV beschleunigt, was dazu führt, dass die aus dem Target herausgeschlagenen Atome hohe Energien besitzen. Diese hohen Teilchenenergien können zur Beschädigung, beziehungsweise einer Erhöhung der Defektdichte im Substrat führen. Da der Supraleiter, welcher hier als Substrat dient, empfindlich auf Fremdatomimplantation und Erwärmung reagiert, müssen die Sputterparameter sorgfältig eingestellt werden.

Für das System YBCO/CoFeB wurde eine Reduktion der Stromdichte von 20% – 30% im Temperaturbereich unterhalb von 60 K auf Grund des Sputterprozesses gefunden[13]. Es kann hier davon ausgegangen werden, dass dies an einer Reduktion der Schichtdicke des Supraleiters durch den Sputterprozess liegt.

Die hier verwendete Sputteranlage (Skizze 4.4) besteht aus zwei durch eine Schleuse getrennte Kammern. In der Hauptkammer (Kammer II) werden die Substrate beschichtet. In ihr befindet sich ein Würfel auf dem bis zu vier Materialien (Targets) befestigt werden können. Dieser Aufbau ermöglicht es Schichtaufbauten mit bis zu vier verschiedenen

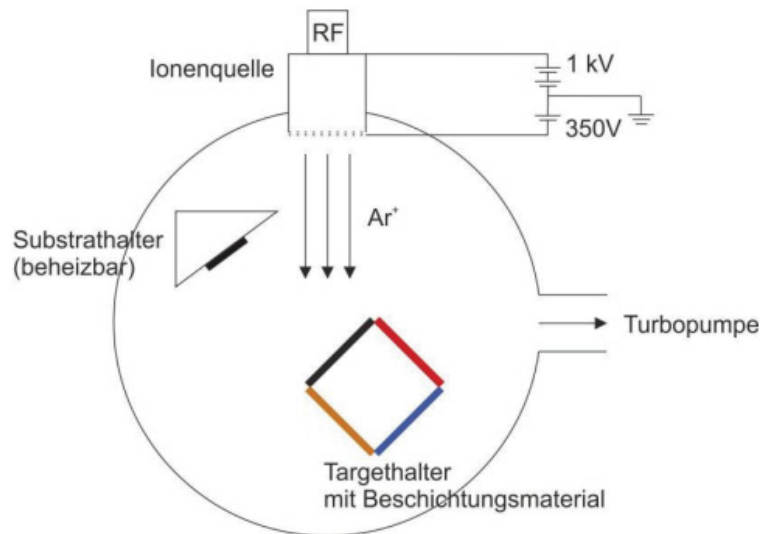


Abbildung 4.4: Schematischer Aufbau der Sputterkammer (Kammer II)

Schichten in unterschiedlichsten Abfolgen herzustellen. Kammer I ist die Transferkammer, welche dem Ein- und Ausbau der Proben dient.

Für die Bestimmung der Schichtdicke im Aufdampfprozess wird in dieser Anlage ein Schwingquarz verwendet. Der Schwingquarz ist in der Anlage so positioniert, dass er genauso ideal beschichtet wird, wie das Substrat selbst. Bei einem Schwingquarz handelt es sich um ein Quarzplättchen, welches in Schwingung versetzt wird. Durch das Abscheiden der Beschichtungsatome auf dem Plättchen ändert sich die Resonanzfrequenz des Quarzes. Die Schichtdicke kann nun über die Quarzdichte, die Frequenzänderung und die Dichte des abgeschiedenen Materials bestimmt werden.

In Tabelle 4.2 sind die Parameter der Sputteranlage während des Sputterprozesses dargestellt. Der angegebene Druck stellt sich nach dem Einlass des Argon-Gases ein. Die Proben werden mit einer 30 nm Schicht an CoFeB und einer Schutzschicht aus 2 nm Aluminium beschichtet.

4.2.2 Magnetische Eigenschaften

Die Sensorschichten wurden nach den technischen Anforderungen der Röntgenmikroskopie-Messungen ausgewählt. Den stärksten XMCD-Effekt liefern die ferromagnetischen 3d-Übergangsmetalle Co, Fe und Ni. Weichmagnetische Legierungen aus diesen Übergangsmetallen lassen sich durch die lokale Steufeldverteilung des Supraleiters magnetisieren. Die zwei verwendeten weichmagnetischen Legierungen sind $\text{Co}_{40}\text{Fe}_{40}\text{B}_{20}$ und Permalloy

Tabelle 4.2: Prozessparameter der Sputteranlage

Sputterdruck		10^{-4} mbar
Ar-Gas		3,7sccm
RF-Leistung		108W
Beschleunigungsspannung		
	pos. Gitter	0,7kV
	neg. Gitter	320V
Sputterrate		1 Å/s

(Ni₈₀Fe₂₀). Beides sind metallische, ferromagnetische Legierung und werden bei Raumtemperatur ohne externes Magnetfeld gesputtert und besitzen eine Anisotropie in der Ebene [75]. Das Ausheizen von CoFeB im externen Magnetfeld führt dazu, dass die Anisotropie in eine Richtung innerhalb der Schichtebene forciert werden kann und aus dem amorphen Zustand in einen kristallinen Zustand übergeht[76]. Für sehr dünne Schichten von CoFeB orientiert sich die Magnetisierung von in der Schichtebene zu senkrecht zur Schichtebene um [77]. Dieser Effekt tritt bei Schichtdicken unterhalb von 2 nm auf. Schichten mit einer Schichtdicke von $d > 5$ nm, wie sie hier verwendet werden, sind weichmagnetisch in der Ebene und zeigen Koerzitivfeldstärken von 30 Oe [78]. Alternativ zu CoFeB wird Permalloy Ni₈₀Fe₂₀ als Sensorschicht verwendet. Permalloy zeichnet sich dadurch aus, dass es sehr weichmagnetisch ist und eine hohe Permeabilität besitzt [79]. Beide Materialien eignen sich für XMCD-Messungen, da die Energien der L_{2,3}-Kante von Eisen, Cobalt und Nickel am Röntgenmikroskop zugänglich sind.

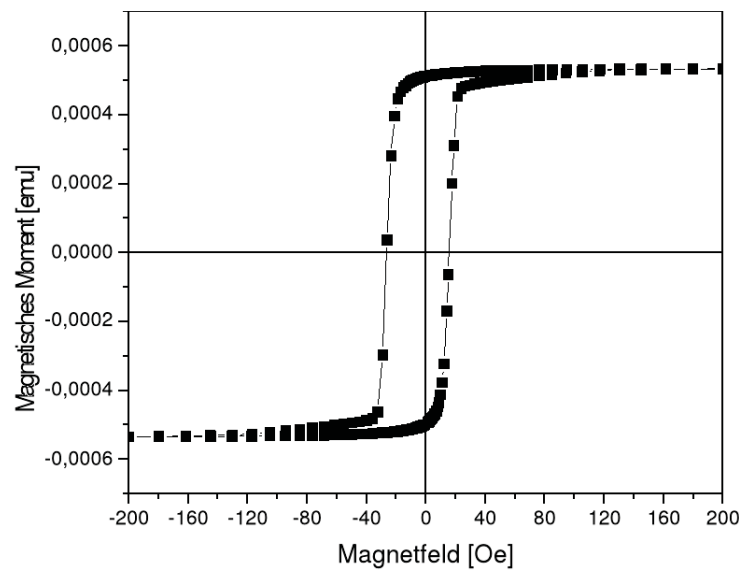


Abbildung 4.5: Hysteresekurve eines Ferromagneten. Hier wurde als Beispiel CoFeB dargestellt.

4.3 Probenstrukturierung

Folgend soll die Strukturierung und Präparation der Proben für Röntgentransmissionsmessungen beschrieben werden. Der Ausgangspunkt für die Strukturierung der supraleitenden Schicht sind einkristalline STO(100)-Substrate mit einer 50–250 nm dicken YBCO-Schicht welche mit einer 5 nm STO-Deckschicht versehen ist. Für die Verwendung von Permalloy als Sensorschicht ist das Einbringen einer Diffusionsbarriere essentiell, da zum einen die Oxidation der Permalloyschicht und zum anderen die Nickeldiffusion in den YBCO verhindert werden muss[80]. Die Prozessschritte sollen nun der Reihe nach dargelegt werden.

4.3.1 Photolithographie

Die Strukturierung der Proben wurde mittels Photolithographie durchgeführt. Dazu wird das Probensystem mit einem Photolack beschichtet. Mittels eines Spin-Coaters kann die Schichtdicke des Lacke genau bestimmt werden und liegt für den verwendeten Lack bei 10 μm Schichtdicke. An den Lack sind verschiedenste Anforderungen gestellt. Zum einen muss das Verhältnis von Schichtdicke zu Aspektverhältnis der Struktur passen zum anderen muss der Lack die zurückbleibenden Strukturen von dem Ätzprozess schützen. Aus diesem Grund wurde für die Strukturierung der Proben hier ein Negativlack verwendet, welcher zusätzlich noch anorganische Silikate enthält. Abbildung 4.6 zeigt schematisch die Prozessschritte für einen Negativlack. Hierbei wird im ersten Schritt Lack auf die Probe

aufgebracht und in Ethanolatmosphäre für 30 Sekunden bei einer Maximalgeschwindigkeit 3000 rpm belackt. Hieraus erhält man eine gleichmäßige Belackung der Probe mit einer Lackschichtdicke von $10 \mu\text{m} \pm 0,5 \mu\text{m}$. Darauf folgend wird die Probe für 180 Sekunden bei 60°C ausgeheizt um Lösemittel zu entfernen. Der Lack wird mit einem UV-Laser mit einer Wellenlänge von $\lambda = 375 \text{ nm}$ belichtet. Der Vorteil an der Belichtung mittels eines UV-Lasers liegt darin, dass die Strukturen variabel gewählt werden können und keine Masken notwendig ist. Der Laserpunkt hat einen Durchmesser von $1 \mu\text{m}$ wodurch die Strukturgröße auf $1 \mu\text{m}$ limitiert ist. Der belichtete Teil des Lackes polymerisiert vollständig und ist im Entwickler unlöslich. Dies bedeutet, dass die belichteten Strukturen erhalten bleiben. Für Proben, die nur aus einem YBCO-Dünnsfilm bestehen, ist es möglich diesen mit konzentrierter Salzsäure zu ätzen. Die verwendete STO-Schutzschicht verhindert jedoch das chemische Ätzen, weswegen der Film mittels Ionenstrahlätzen strukturiert wird. Hierbei werden Argonionen, vergleichbar zum Sputterprozess in Abschnitt 4.2.1, auf die Probe beschleunigt und tragen die Schicht ab. Um die Proben temperatur so niedrig wie möglich zu halten, wird dieser Prozess gepulst durchgeführt. Die Sputterraten liegen für STO bei $7 - 8 \text{ \AA}/\text{min}$ und für YBCO bei $50 - 60 \text{ \AA}/\text{min}$. Organische Lacke haben in der Regel viel höhere Sputterraten wodurch die Schichtdicke des Lackes um einen Faktor 10 höher sein muss als der Probenschichtaufbau. Der restliche Lack wird nach dem Ätzzvorgang mit dem entsprechenden Lösemittel entfernt und es wird die magnetische Sensorschicht auf der gesamten Probe aufgebracht.

4.3.1.1 Dünnpzess für Transmissionssmessungen

Für Transmissionssmessungen muss das einkristalline STO-Substrat auf eine Dicke von weniger als $1 \mu\text{m}$ gedünnt werden. Dazu wird das $500 \mu\text{m}$ dicke STO-Substrat mechanisch planparallel auf eine Gesamtdicke von $20 \mu\text{m}$ vorgedünnt. Anschließend werden diese Proben mit einem Focused Ion Beam (FIB) unter Verwendung eines Galliumionenstrahls nachgedünnt. Es handelt sich hierbei um ein FIB der Firma "FEI" vom Typ "Nova 600 Nanolab", mit welchem das Substrat unterhalb der YBCO-Strukturen auf eine Dicke von $100 - 300 \text{ nm}$ gedünnt wird. Abbildung 4.7 zeigt zwei REM-Aufnahmen der Probenstruktur nach dem Dünnpzess. Das linke Bild zeigt die Struktur unter 0° zum Elektronenstrahl und das Rechte unter 52° . In der linken Transmissionssaufnahme ist die YBCO-Struktur dunkel zu erkennen. Diese befindet sich auf der Rückseite des Fensters. Die STO Restdicke beträgt ungefähr 800 nm . Die rechte Abbildung ist mit dem Sekundärelektronendetektor aufgenommen. Hier ist auf der linken Seite eine helle quadratische Struktur zu erkennen. Es handelt sich bei dieser Struktur um die YBCO Struktur auf der Rückseite.

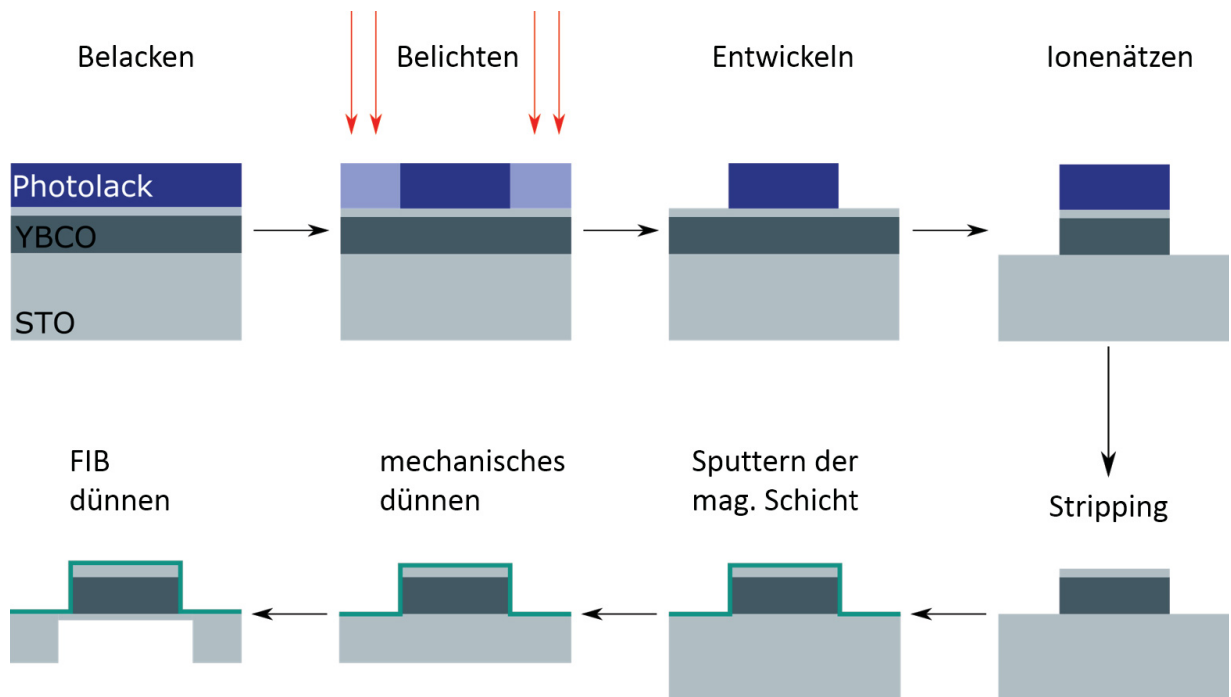


Abbildung 4.6: Darstellung des Strukturierungsprozesses vom Belacken bis zum Dünnungsschritt mit dem FIB.

Die Restdicke des STO hat sollte in einem Dickenbereich von 400-600 nm gehalten werden. Zu dünne STO-Schichten neigen dazu, durch die thermische Belastung beim Abkühlen, zu reißen und sind schlecht thermisch an das restliche Substrat angebunden. Zum anderen kann die thermische Belastung während des Dünnungsprozesses bei geringen STO-Dicken dazu führen, dass die supraleitende Schicht irreversibel geschädigt wird. Hingegen ist für XMCD-Messungen gerade eine sehr dünne Schicht von Vorteil, da dies zu einer höheren Anzahl an transmittierter Photonen führt, wodurch die Messzeit pro Pixel drastisch verringert werden kann.

4.3.2 Das Probensystem

Folgend sollen nun kurz die wichtigsten Eigenschaften der verwendeten Probensysteme dargestellt werden.

Für die Abbildung der magnetische Flussdichteverteilung eines Supraleiters in eine ferromagnetische Sensorschicht ist es essentiell, dass die supraleitende Schicht eine hohe Stromdichte trägt. Dies kann erreicht werden durch hohe Schichtdicken der supraleitenden Schicht oder durch tiefere Temperaturen. Das in dieser Arbeit verwendete Schichtsystem besteht aus dünnen YBCO-Filmen mit Schichtdicken von 50 – 250 nm diese sind auf STO-

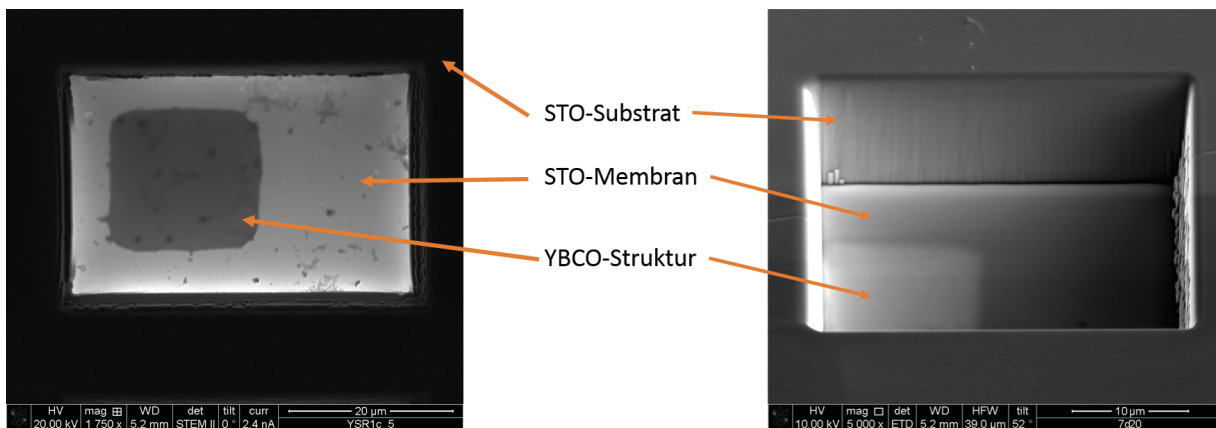


Abbildung 4.7: Rasterelektronenaufnahme der Rückseite einer gedünnten YBCO-Struktur. Links: Aufnahme unter 0° zum Elektronenstrahl in Transmission. Rechts: Aufnahme unter 52° zum Elektronenstrahl mit dem Sekundärelektronendetektor.

Substrate mit $5 \times 5 \text{ mm}^2$ aufgebracht. Dünnere supraleitenden Schichten haben den Vorteil, dass diese eine geringere Oberflächenrauigkeit aufweisen im Vergleich zu dickeren Schichten. Diese verringerte Oberflächenrauigkeit hat einen direkten Einfluss auf die magnetischen Eigenschaften des ferromagnetischen Filmes. Vor allem wird durch die verringerte Oberflächenrauigkeit das Koerzitivfeld der magnetischen Schicht verringert.

Bei den ferromagnetischen Schichten handelt es sich zum einen um CoFeB ($d=30 \text{ nm}$) und zum anderen um Permalloy ($d=50 \text{ nm}$). Diese beiden Materialien sind anisotrop dies bedeutet, sie sind weichmagnetisch in der Schichtebene und hartmagnetisch senkrecht zur Schichtebene. Weiterhin bestehen diese Legierungen aus den Elementen Cobalt, Eisen und Nickel welche ein sehr großes XMCD-Signal aufweisen. Diese Schichtsysteme bringen jedoch auch Nachteile mit sich. Es kann zur Diffusion der einzelnen Elemente in die supraleitende Schicht kommen, dies würde zur Beeinträchtigung der supraleitenden Eigenschaften führen. Aus diesem Grund wird eine Zwischenschicht aus STO ($d=5 \text{ nm}$) auf den Supraleiter aufgebracht. Zusätzlich verhindert diese Zwischenschicht die elektrische Wechselwirkung zwischen dem Supraleiter und dem Ferromagneten [81].

Das Ziel dieser Methode ist die Darstellung der magnetischen Flussdichteverteilung auf Längenskalen im Submikrometerbereich. Aus diesem Grund wird der Supraleiter in Geometrien mit Kantenlängen kleiner $20 \mu\text{m}$ strukturiert. Die magnetische Sensorschicht wird erst nach diesem Strukturierungsprozess auf den Supraleiter aufgebracht. Das komplette Schichtsystem wird mit einer Aluminiumdeckschicht versehen, um dieses vor Oxidation zu schützen.

Die Visualisierungsmethode erfordert es, dass die magnetische Flussdichte und die Strom-

dichte ausreichend groß sind, um die ferromagnetische Sensorschicht zu magnetisieren. Die supraleitenden dünnen Schichten besitzen eine kritische Stromdichte von $j_c = 4 \cdot 10^{11} \text{ A/m}^2$ bei 20 K bei einer Übergangstemperatur von 86 K. Hieraus ergibt sich für eine 250 nm dicke YBCO-Probe eine maximale magnetische Flussdichte von $\mu_0 * H = 200 \text{ mT}$ senkrecht zur Schicht und $\mu_0 * H = 60 \text{ mT}$ in der Ebene bei 20 K. Das Koerzitivfeld für die CoFeB und Permalloy Schichten ist stark von der Oberflächenrauigkeit des YBCO-Schicht abhängig. Für Permalloy beträgt das Koerzitivfeld um die $H_c = 10 \text{ Oe}$ und für CoFeB um die $H_c = 100 \text{ Oe}$.

Kapitel 5

Ergebnisse

5.1 Charakterisierung des Probensystems

Ziel der hier vorgestellten Ergebnisse ist die Abbildung des Stromtransports in supraleitenden Schichten auf kleinen Längenskalen. Dies ermöglicht die Korrelation des Verhaltens des quantisierten Flusses mit der Nanostruktur und damit die Identifizierung und Optimierung des lokalen Pinningverhaltens. Für diese Korrelation gibt es verschiedene Methoden wie Raster-Hall-Effekt Mikroskopie, magnetische Rasterkraftmikroskopie, Lorentzmikroskopie oder auch die dichroitischen Methoden wie zum Beispiel Magnetooptik.

Die Magnetooptik ist ein ausgezeichnetes Werkzeug zur Visualisierung des magnetischen Flusses in Supraleitern, sei es zur Visualisierung des Stromtransports entlang von Korngrenzen [82], den makroskopischen Auswirkungen von nanoskaligen Verankerungsstellen für Flusslinien [83] oder zur Betrachtung von Phänomenen wie Flusslawinen [84]. Die Magnetooptik ist in ihrer Ortsauflösung sowie in der Darstellung der Mikrostruktur beschränkt.

Aus diesem Grund wurde ein Weg gesucht, um die Ortsauflösung zu verbessern. Hierfür wurde diese Methode erfolgreich in den Röntgenbereich transferiert [33], jedoch mit Potential für technische Erweiterungen. Als Erstes soll hier nun die Interaktion der neuen ferromagnetischen Sensorschicht mit dem Supraleiter betrachtet werden. Hierauf folgt die Betrachtung einer Defektstruktur, hier eine Kleinwinkelkorngrenze mit der Magnetooptik und darauf folgend mittels Röntgenmikroskopie. Anschließend sollen die Eigenschaften der Röntgenmikroskopie genau betrachtet werden.

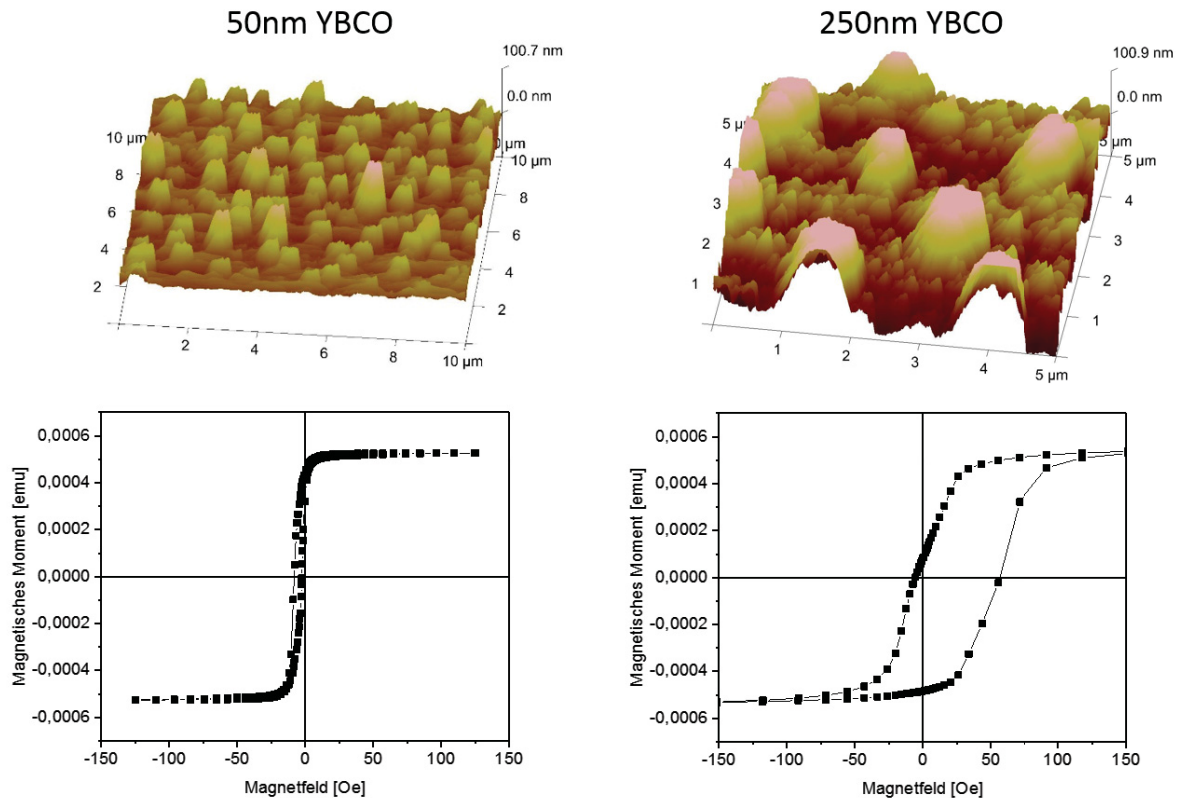


Abbildung 5.1: Links: AFM (Rasterkraftmikroskop) Messung einer 50 nm YBCO-Schicht und Hysteresekurve der Permalloyschicht darauf. Rechts: AFM Messung einer 250 nm YBCO-Schicht und der Hysteresekurve der entsprechenden Permalloyschicht.

5.1.1 Einfluss von YBCO auf die Sensorschicht

Permalloy ist eine erstmalig verwendete magnetische Schicht für die Abbildung der magnetischen Flussverteilung in Supraleitern. Zuvor wurde hierfür ausschließlich CoFeB verwendet. Um die Eignung von Permalloy für diese Aufgabe zu testen, wurden magnetische Messungen dieser Schicht durchgeführt, sowie die Auswirkungen des Schichtmaterials auf den Supraleiter betrachtet. Das Wachstumsverhalten von YBCO führt dazu, dass die Auswirkung der Oberflächenrauigkeit auf den Permalloyfilm betrachtet werden muss.

In Abbildung 5.1 sind für eine 50 nm und 250 nm YBCO-Schicht im oberen Bereich Rasterkraftmikroskopie (AFM) Messungen dargestellt. Unterhalb dieser sind die magnetischen Hysteresekurven der in-plane Magnetisierung, der auf den Proben aufgetragenen Permalloyschichten, dargestellt. Die 50 nm Schicht hat eine geringere Rauigkeit und kleinere Körner. Hier ist der Großteil der Körner 50 nm hoch. Für diese Schicht ergibt sich ein Koerzitivfeld der Permalloyschicht von 13 Oe. Im Gegensatz dazu sind die a-Achsen

orientierten Körner im Fall der 250 nm Schicht, zum einen von der Grundfläche des Kornes größer und sie sind im Durchschnitt über 100 nm hoch. In diesem Fall beobachtet man ein entscheidend höheres Koerzitivfeld von 25 Oe.

Um diesen Unterschied in den Koerzitivfelder und das Pinning der Domänenwände zu verstehen, muss man YBCO als Substrat betrachten. YBCO wächst epitaktisch nach dem Stranski-Krastanov Wachstum, welches dazu führt, dass sich sowohl Lagen als auch Inseln bilden welche zusammenwachsen. Hieraus ergeben sich raue Schichten mit sehr hohen a-Achsen orientierte Körner. Die magnetische Schicht wächst amorph auf dieser auf, was dazu führt, dass bei der Messung einer Magnetisierungsrichtung eine Verteilung verschiedenster Komponenten gemessen wird. Das Koerzitivfeld wird bestimmt durch die Domänenwandverankerung an Defekten oder an der unvollständigen Rotation Magnetisierung. Um nun von der Magnetooptik zur magnetischen Röntgenmikroskopie wechseln zu können, ist es im ersten Schritt notwendig, die magnetische Sensorschicht genauer zu betrachten. Es soll hier das Verhältnis der Signalstärken des Supraleiters zur ferromagnetischen Schicht betrachtet werden.

Die erstmalige Verwendung von Permalloy als Sensorschicht verlangt, dass auch der Einfluss auf die supraleitenden Film betrachtet werden muss, damit entschieden werden kann, ob und in welchem Maß der Supraleiter durch den Ferromagneten beeinflusst wird.

5.1.2 Einfluss der Sensorschicht auf YBCO

Der Einfluss der Permalloyschicht auf den Supraleiter soll nun betrachtet werden. Wie in Kapitel 4.3 angeschnitten führt die Verwendung von Permalloy dazu, dass die supraleitende Schicht geschädigt beziehungsweise beeinflusst wird. Auf diese Auswirkungen soll nun genauer eingegangen werden.

In Abbildung 5.2 ist eine magnetooptische Aufnahme einer Probe, welche mit vier quadratischen YBCO-Strukturen strukturiert ist, dargestellt. An den Ecken der Strukturen sind noch dreieckförmige Reste von YBCO nach der Strukturierung zu sehen. Auf diese Quadrate wurden unterschiedliche Schichtdicken von Permalloy aufgebracht. Die Schichtdicken nehmen gegen den Uhrzeiger hin von 5 nm, 15 nm, 30 nm bis 50 nm zu. Gezeigt ist hier eine Grauwertdarstellung der kritischen Stromdichte, wobei heller dargestellte Bereiche höhere Stromdichten repräsentieren. Das Quadrat, welches mit nur 5 nm Permalloy beschichtet wurde, besitzt die höchste Stromdichte. Diese nimmt drastisch mit der zunehmenden Schichtdicke des Permalloyfilms ab.

Hieraus ist anzunehmen, dass dickere Permalloyschichten und damit ein längerer Sputterprozess sich negativ auf die Stromdichte des YBCOs auswirkt. Die Ursachen hierfür sind,

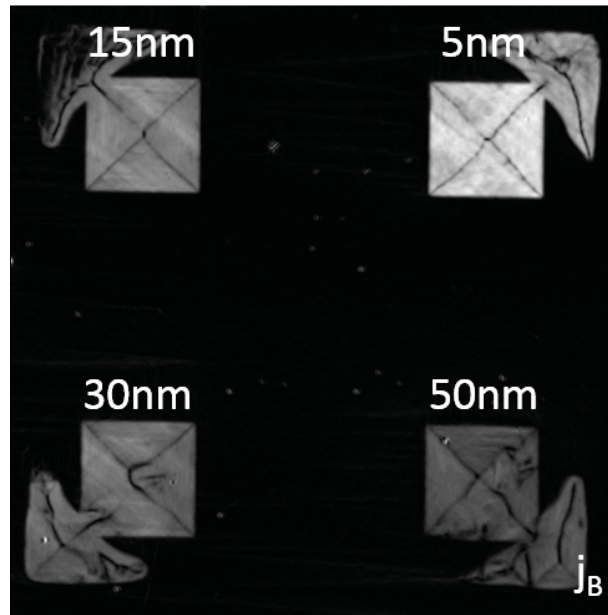


Abbildung 5.2: Grauwertdarstellung der Stromdichte in Abhängigkeit des äußeren Magnetfeldes. Bestimmt durch quantitative magnetooptische Mikroskopie. Hellere Bereiche bedeuten höhere Stromdichte.

zum einen die Zerstörung der YBCO Schicht durch den Teilcheneinschlag und zum anderen, dass bei dickeren Schichten die thermische Belastung höher ist und damit auch die Diffusionsrate von Nickel in den Supraleiter beschleunigt wird. Generell könnte man mit diesem Ergebnis eine 5 nm Schicht für röntgendichroitische Messungen verwenden, Erfahrungswerte zeigen jedoch, dass für Messungen in einem zeitlich angemessenen Rahmen eine solch dünne Schicht nicht ausreicht. Damit die YBCO-Schicht von dem Teilcheneinschlag und der Diffusion von Nickel geschützt ist, wurde nachträglich die Schicht zum einen mit einer dünnen Schicht aus MgO $d = 5$ nm mittels Sputtern beschichtet oder zum anderen in-situ eine 5 nm dicken Strontiumtitanatschicht mittels Pulsed Laser Deposition aufgebracht. Beide Methoden sollen die Nickeldiffusion und damit die Schädigung der YBCO-Schicht verhindern. Die Beschichtung mit MgO verhindert nicht die Beschädigung der YBCO-Schicht durch Teilcheneinschlag. Weiterhin kann es bei Supraleiter/Ferromagnet Heterostrukturen zum Proximityeffekt kommen, welcher verschiedenste Wechselwirkungen zur Folge hat. Durch den Einsatz einer Zwischenschicht kann davon ausgegangen werden, dass sich die Rolle der Wechselwirkungen auf die Interaktion des Streufeldes des Supraleiters mit der ferromagnetischen Schicht reduziert.

Um die Schutzwirkung von STO beziehungsweise MgO zu überprüfen, wurde eine Doppelschicht aus YBCO und STO in zwei kleinen Bereichen mit Permalloy beschichtet. Ein

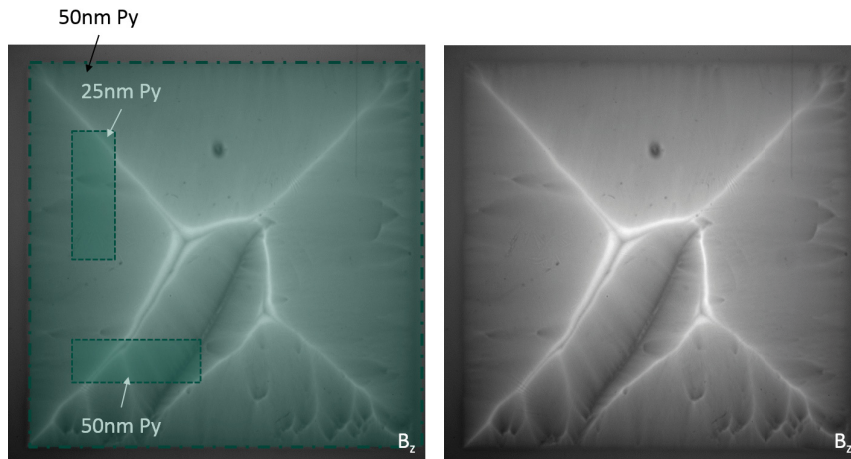


Abbildung 5.3: Magnetooptik Aufnahme einer $5 \times 5 \text{ mm}^2$ Probe einer YBCO/STO-Doppelschicht mit unterschiedlichen Schichtdicken von Permalloy. Links: In den zwei eingezeichneten Bereichen wurden einmal 25 nm und einmal 50 nm Permalloy aufgebracht und anschließend nochmals auf der gesamten Probe 50 nm. Rechts: identisches Bild ohne die Markierungen.

Bereich mit 25 nm einer anderen mit 50 nm und anschließend nochmals die gesamte Probe mit 50 nm. In Abbildung 5.3 ist auf der linken Seite eine magnetooptische Aufnahme dieser Probe zu sehen in welcher die Bereiche mit den verschiedenen Schichtdicken an Permalloy gekennzeichnet sind. Auf der rechten Seite ist das identische Bild nochmals dargestellt ohne die Markierungen. Ein Einfluss der Permalloyschicht auf die magnetische Flussdichteverteilung sollte sich als Änderung im Grauwert bemerkbar machen. Es ist in dieser Aufnahme keine Helligkeitsänderung zu sehen, was zeigt, dass die YBCO Schicht von der aufgetragenen Permalloyschicht nicht negativ beeinflusst wird. Man findet, dass diese Zwischenschichten den Supraleiter schützen.

Magnetooptische Messungen können den Verlauf der Stromdichte in Abhängigkeit der Temperatur für diese vier Schichtdicken von Permalloy charakterisieren. Der Verlauf der Stromdichte über die Temperatur ist in Abbildung 5.4 dargestellt. Die Stromdichte für die dünnste Permalloyschicht ist über den gesamten Temperaturbereich oberhalb der dickeren Permalloyschichten. Die grüne (30 nm) und rote (15 nm) Kurve verlaufen nahezu identisch wohingegen die blaue (50 nm) Kurve die niedrigste Stromdichte zeigt. Es zeigt sich deutlich, dass die Stromdichte mit zunehmender Ferromagnetdicke abnimmt. Die Unterdrückung der supraleitenden Eigenschaft durch eine erhöhte Schichtdicke des Ferromagneten, kann durch die identische Übergangstemperatur für alle Permalloyschichtdicken ausgeschlossen werden [85]. Damit kann der Eintrag von kinetischer Energie durch den Sputterprozess ausgeschlossen werden. Verbleibende Mechanismen sind die Anwesenheit des Ferromagneten oder die hohe Temperatur beim besputtern und damit die Nickeldiffu-

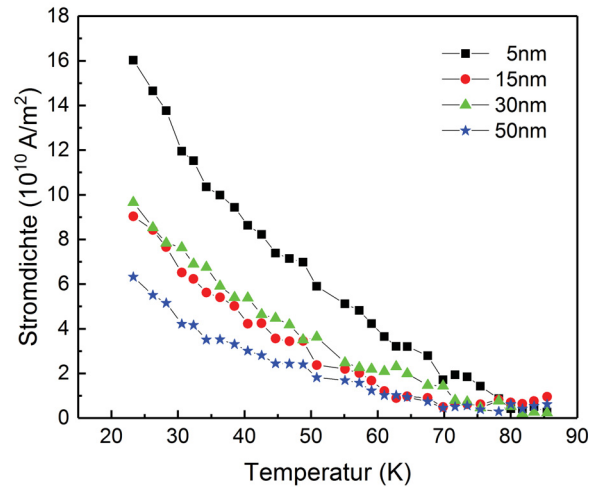


Abbildung 5.4: Verlauf der Stromdichte der Quadrate aus Abbildung 5.2 gegen die Temperatur aufgetragen.

sion in den Supraleiter.

Für die Betrachtung der Auswirkungen der ferromagnetischen Schicht auf den Supraleiter wurde in Abbildung 5.5 die normierte Differenz (normiert auf $T = 40$ K) der Stromdichte der Einzelschicht (nur YBCO) und der Stromdichte der Doppelschicht (YBCO+Py) über die Temperatur für zwei Permalloyschichtdicken aufgetragen. Den Verlauf der Kurve lässt sich in 3 bzw. 4 Bereiche (rechte Grafik) einteilen. Da die Messpunkte der linken Kurve aus der Magneto-optik kommen, können hier nur Messpunkte bis 85 K aufgetragen werden, Werte oberhalb dieser Temperatur fallen unterhalb der Detektionsschwelle der Magneto-optik. Die rechte Grafik ist aus [13] entnommen. Oberhalb von T_c ist die Stromdichte null und das magnetische Signal der ferromagnetischen Schicht bestimmt das Signal. Es ist in Region I und III der Kurven ein Maximum zu erkennen. Im Bereich II ist die Differenz null beziehungsweise im linken Fall negativ, die supraleitende Eigenschaft bleibt nahezu unbeeinflusst. Es lassen sich zwei weitere Regionen erkennen, eine unterhalb von 35 K und einer oberhalb von 67 K für den Permalloyfilm und unterhalb von 15 K und oberhalb von 55 K für CoFeB. In diesen Bereichen ist die Stromdichte durch die magnetische Schicht erhöht. Diese drei Regionen im supraleitenden Temperaturbereich fallen ungefähr mit den unterschiedlichen Verankerungsmechanismen von YBCO zusammen [33]. Im Bereich II, dem mittleren Temperaturbereich, ist die Verankerung der Flusslinien durch das Maximum der Verankerungskraft dominiert. Im Bereich III ist für alle Kurven ein Maximum zu erkennen, welches der magnetischen Verankerung der Flusslinien zugeschrieben werden

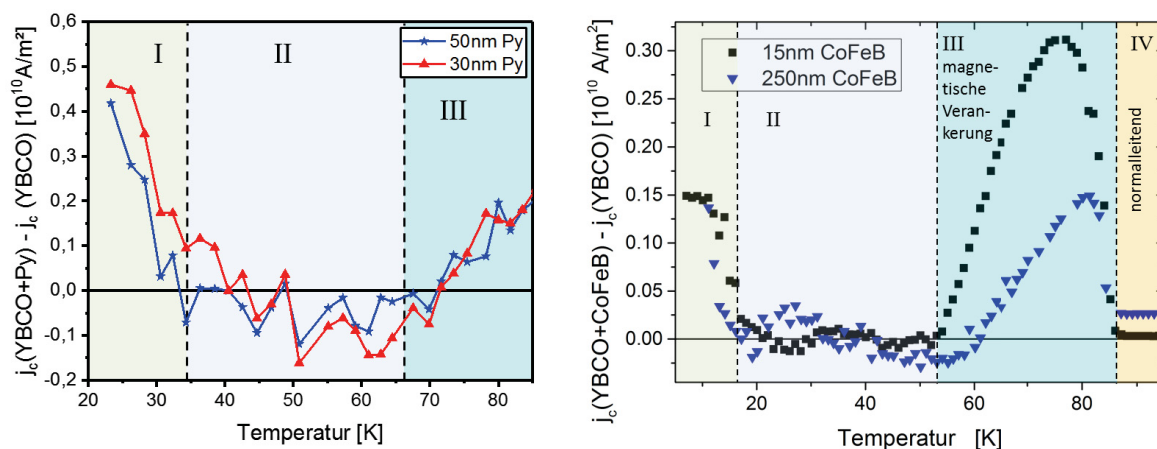


Abbildung 5.5: Schichtstrom der Einzelschicht subtrahiert vom Schichtstrom der Doppelschicht. Links: Für 50 und 30 nm Permalloy. Daten aus magnetooptischer Messung Rechts: Für 15 und 250 nm CoFeB (entnommen aus [13]). Es sind 3 bzw. 4 Temperaturbereiche markiert.

kann. Diese magnetische Verankerung wird durch die laterale Variation der Selbstenergie einer Flusslinie verursacht, welche durch eine inhomogene, externe Magnetfeldverteilung zustande kommt [86]. Der Multi-Domänenzustand des Ferromagneten, welcher sich unterhalb des Koerzitivfeldes einstellt, kann dieses inhomogene Magnetfeldverteilung erzeugen [87]. Diese Erklärung ist sehr wahrscheinlich für die vorliegenden Supraleiter/Ferromagnet Heterostrukturen, denn diese Messungen hier finden ohne externes Magnetfeld statt. Das Streufeld des Supraleiters nimmt mit zunehmender Temperatur ab und kommt, bei den Temperaturen von Region III in den Bereich des Koerzitivfeldes des Ferromagneten. Es zeigt sich, dass für Permalloy der Bereich III bei höheren Temperaturen beginnt als für CoFeB. Die Domänengröße von Weichmagneten hängt zum einen von der Schichtdicke ab sowie vom Koerzitivfeld. Ein geringeres Koerzitivfeld führt zu größeren Domänen. Diese führen dazu, dass der Temperaturbereich ab welchem magnetisches Verankerung stattfindet (Region III) zu höheren Temperaturen verschoben. Dies ist hier schön zu sehen, für Permalloy fängt Region III bei 67 K an und für CoFeB bei 53 K. Detailliert ist diese Betrachtung in [13] erläutert. Für die in dieser Arbeit durchgeführten Messungen ist gerade der Temperaturbereich unterhalb von 70 K bis hin zu 20 K interessant. In diesem Temperaturbereich kann davon ausgegangen werden, dass magnetische Verankerung das Probensystem nur wenig beeinflusst.

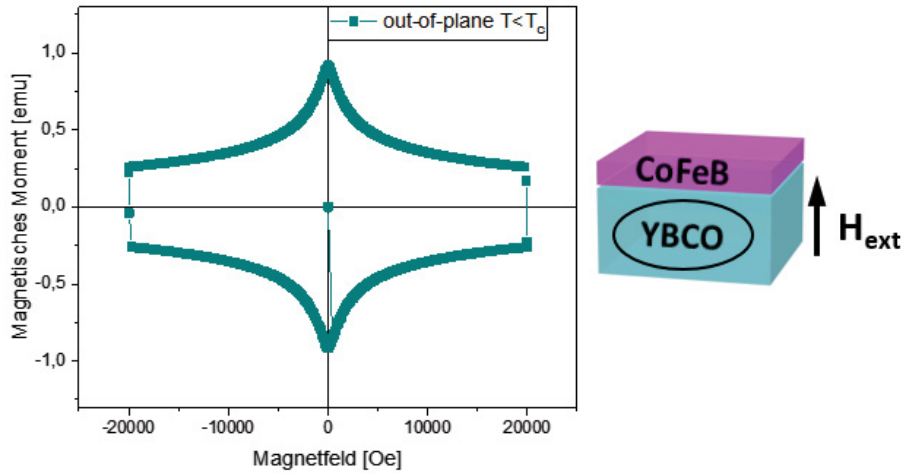


Abbildung 5.6: Hysteresekurve einer 100 nm dicken YBCO-Schicht bei 20K.

5.1.3 Vergleich der magnetischen Momente

In diesem Abschnitt sollen die magnetischen Signale von Supraleiter und ferromagnetischer Schicht genauer betrachtet werden. Dazu sollen hier die magnetischen Signale der YBCO-Schicht und der magnetischen Sensorschicht, in diesem Fall CoFeB, verglichen werden. Diese Betrachtungen sind für Permalloy vergleichbar.

Neben den jeweiligen Hysteresen ist eine Skizze der Probenorientierung zur Richtung des externen Magnetfeldes abgebildet. Abbildung 5.6 zeigt eine typische Hysteresekurve einer 100 nm dicken YBCO Schicht mit einer hohen Dichte an Verankerungsstellen. Diese ist auf STO [100] aufgebracht und auch schon mit der ferromagnetischen Sensorschicht besputtert. Das Magnetfeld wurde senkrecht zur Schicht angelegt. Diese erreicht bei 20 K ein maximales magnetisches Moment in Remanenz von 0,92 emu. Dies entspricht einer Stromdichte von $0,44 \times 10^{12} \text{ A/m}^2$ nach der Formel (5.1). In dieser Formel fließt das magnetische Moment m und die Ausmaße der Probe ein mit Dicke d , Breite a und Länge b [88]. Unterhalb der kritischen Temperatur ist das Signal dieser Doppelschicht vom magnetischen Signal des Supraleiters dominiert.

$$J_c [10^{12} \text{ A/m}^2] = \frac{4m[\text{emu}]}{b[\text{mm}]a^2[\text{mm}^2]d[\mu\text{m}]\left(1 - \frac{a[\text{mm}]}{3b[\text{mm}]}\right)} \quad (5.1)$$

Für die ferromagnetische Schicht sind sowohl die Orientierung senkrecht als auch parallel zur Schichtebene von Bedeutung. Als erstes soll die Hysteresekurve senkrecht zur Schichtebene betrachtet werden. Diese ist in Abbildung 5.7 dargestellt. CoFeB wie auch

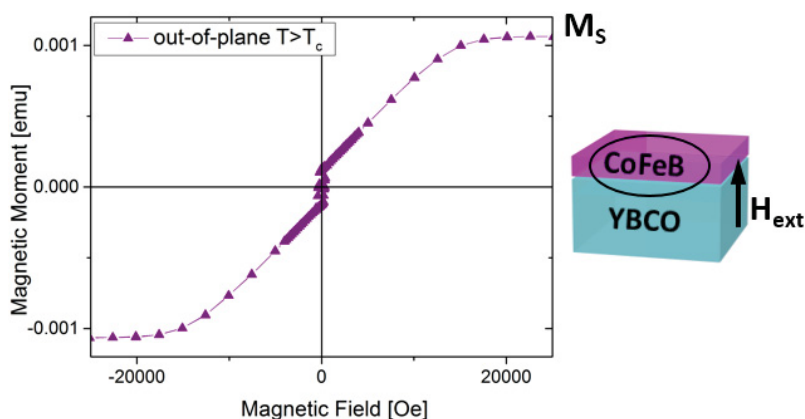


Abbildung 5.7: Out-of-plane (senkrecht zur Schichtebene) Hysteresekurve einer 30 nm dicken CoFeB-Schicht bei Raumtemperatur.

Permalloy sind anisotrop. Hierbei ist die schwere Richtung die out-of-plane Richtung, senkrecht zur Schichtebene und die leichte Richtung in der Ebene (Abbildung 5.8). Die Sättigungsmagnetisierung ist für beide Orientierungen identisch. Das Koerzitivfeld in der in-plane Richtung von CoFeB beträgt 35 Oe. Die magnetischen Eigenschaften von Permalloy wurden in Abschnitt 5.1.1 gezeigt.

Abbildung 5.9 kombiniert die drei Hysteresen aus den Abbildungen 5.6-5.8 in logarithmischer Darstellung. Das Signal des Supraleiters ist bei 20 K um drei Größenordnungen größer als das magnetische Moment der weichmagnetischen Schicht. Dies zeigt, dass die ferromagnetische Schicht nur einen kleinen Einfluss auf den Supraleiter hat [13].

Zusammenfassend lässt sich hier sagen, dass die magnetischen Eigenschaften des Zweischichtsystems bei tiefen Temperaturen als Supraleiter mit einer kleinen magnetischen Störung beschrieben werden kann. Magnetisch gesehen zeichnet sich Permalloy im Unterschied zu CoFeB dadurch aus, dass es ein noch kleineres Koerzitivfeld besitzt.

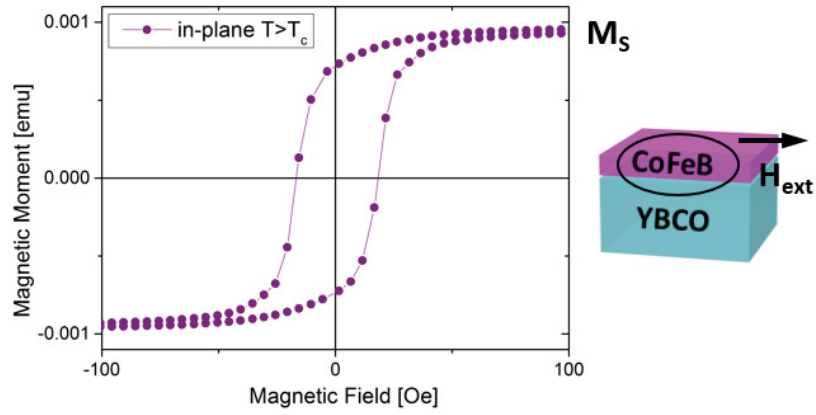


Abbildung 5.8: In-plane (parallel zur Schichtebene) Hystereseurve einer 30 nm dicken CoFeB-Schicht bei Raumtemperatur.

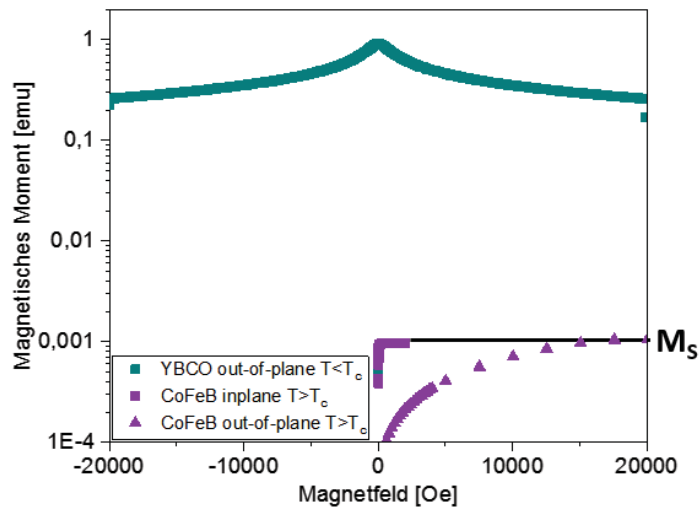


Abbildung 5.9: Kombination der drei Magnetisierungsverläufe in logarithmischer Darstellung.

5.2 Vergleich magnetooptischer und SXM Ergebnisse

Am Beispiel einer Korngrenze wird im Folgenden geprüft, ob die Ergebnisse, die mit Rasterröntgenmikroskopie gewonnen werden können mit den Ergebnissen aus komplementären Messmethoden übereinstimmen. Mit den in den vorherigen Kapiteln betrachteten Wechselwirkungen zwischen der Sensorschicht und dem Supraleiter können diese nun verwendet werden, um einen Defekt wie eine Korngrenze zu beschreiben. Zuerst soll dies mit Hilfe der Magnetooptik getan werden um einen Ausgangs- und Referenzpunkt für die später folgenden röntgenmikroskopischen Messungen zu haben.

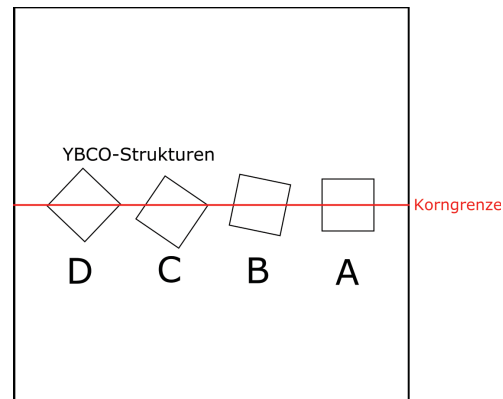
Hierfür wird zuerst einmal das Eindringen von magnetischem Fluss in eine bikristalline Probe mittels Magnetooptik betrachtet. Anschließend wird diese Struktur auch mittels der magnetischen Röntgenmikroskopie betrachtet. Hierbei soll gezeigt werden, dass die Ergebnisse aus dieser neuen Methode konsistent zur Magnetooptik sind und eine Erweiterung für diese sind.

5.2.1 Magnetooptik

Der Stromtransport in Hochtemperatursupraleitern wird stark von Korngrenzen beeinflusst. Im Folgenden soll der Stromverlauf an einer Kleinwinkelkorngrenze mit einem Fehlorientierungswinkel von 5° zum einen mittels Magnetooptik und zum anderen mit Röntgenmikroskopie genau betrachtet werden. Hierzu wurden bikristalline Substrate mit einem Fehlorientierungswinkel von 5° verwendet. Es wurde ein Fehlorientierungswinkel von 5° gewählt, da durch diesen noch ein ausreichend großer Korngrenzenstrom fließt [64] um diesen mittels Magnetooptik visualisieren zu können. Die betrachteten Strukturen haben eine Kantenlänge von 1 mm. Die Schichtdicke des YBCO beträgt 275 nm. Die quadratischen Strukturen sind unter verschiedenen Winkeln von 45° bis 90° zur Korngrenze hin angeordnet. Diese Anordnung der YBCO Strukturen auf dem bikristallinen Substrat ist in Abbildung 5.10 skizziert. Zwei (A und B) dieser Strukturen werden nun zuerst mittels Magnetooptik genauer betrachtet bevor diese auch mittels Röntgenmikroskopie betrachtet werden.

In Abbildung 5.11 sind zwei Orientierungen der Korngrenze dargestellt. Zum einen die oberen beiden Strukturen bei welchen die Korngrenze unter 90° zur Strukturkante verläuft und in den unteren beiden Aufnahmen unter 50° zur Strukturkante. Diese Aufnahmen wurden bei $T = 4\text{ K}$ aufgenommen. In (a) und (c) wurde ein externes Magnetfeld von $H_{ext} = 4.5\text{ mT}$ und in (b) und (d) $H_{ext} = 15\text{ mT}$ angelegt. Es ist zu erkennen, dass ma-

Abbildung 5.10: Skizze der Anordnung der YBCO-Strukturen auf der Korngrenze.



gnetischer Fluss zuerst an der Korngrenze in die Probe eindringt. Der Randbereich der Struktur ist weiterhin flussfrei.

Im unteren Fall, in welchem die Korngrenze um 60° zur Strukturkante gedreht ist, ist die Eindringtiefe geringer verglichen zur senkrecht orientierten Korngrenze. Weiterhin ist hier nur am linken Teil der Korngrenze Fluss eingedrungen. Flusslinien die an der Korngrenze in das Material eindringen müssen die lokale Verankerungskraft überwinden. Diese greift jedoch senkrecht zur Strukturkante an. Das Verankerungspotential der Korngrenze ist jedoch asymmetrisch und die Verankerungskraft entlang der Korngrenze ist geringer als der senkrechte Teil. Bei einer gekippten Korngrenze wirkt nur die parallele Komponente der Lorentzkraft als treibende Kraft wodurch die Eindringtiefe reduziert ist. Weiterhin ist die Eindringtiefe von der lokalen Flussdichte abhängig. Diese ist am höchsten in der Mitte der Seitenflächen der Strukturen und verschwindet zu den Kanten hin. Hieraus resultiert, dass an der rechten oberen Ecke kein Fluss in die die Probe eindringt. Dies ist auch in Abbildung 5.11 c) zu sehen.

In Abbildung 5.12 ist für den Fall bei einem externen Magnetfeld von $H_{ext} = 15 \text{ mT}$ die Stromdichteverteilung dargestellt. Auf der linken Seite ist der Betrag der Stromdichte dargestellt, die rechte Spalte zeigt die Stromdichtekomponente senkrecht zur Korngrenze. Es ist zu erkennen, dass hier Strom entlang der Korngrenze fließt, sowie an den Kanten der Struktur. In den rechten Bildern ist zu sehen, dass es zu einer Änderung der Stromflussrichtung in der Korngrenze kommt. Es ist hier auch zu erkennen, dass es entlang der Korngrenze zu einer zickzack-Struktur der Stromdichteverteilung kommt. Dies liegt daran, dass die magnetische Flussdichteverteilung entlang der Korngrenze Unregelmäßigkeiten zeigt, welche dazu führt, dass der Strom um diese herum fließen muss. Es ist zu beachten, dass diese Unregelmäßigkeiten in der Größenordnung des Auflösungsvermögens der Magnetooptik liegen. Aus diesem Grund soll der Bereich der Korngrenze mittels Röntgenmikroskopie betrachtet werden. Im Folgenden soll nun der Stromverlauf entlang der

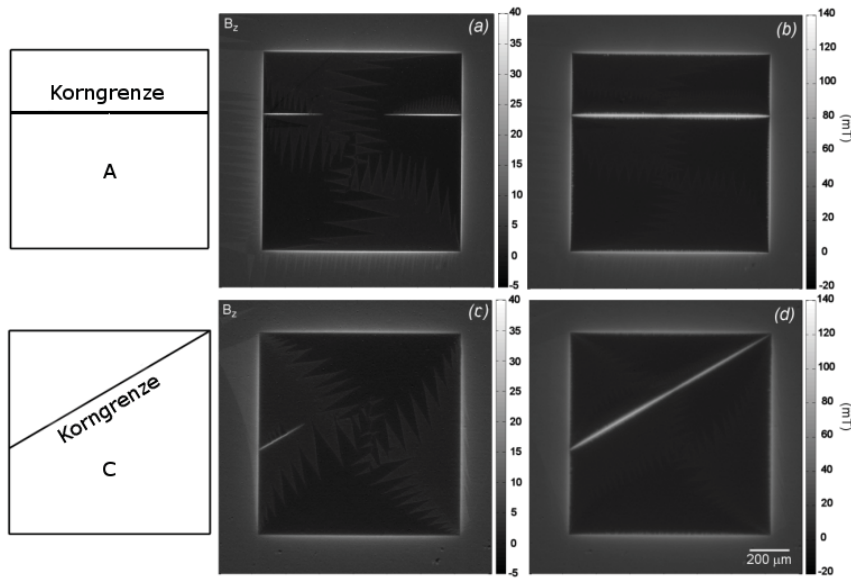


Abbildung 5.11: (a-d) Abbildung der B_z -Komponente. Auf der linken Seite ist die Orientierung der Korngrenze dargestellt.

Korngrenze genauer betrachtet werden. Abbildung 5.13 zeigt den Stromdichteverlauf entlang der Korngrenze für verschiedene externe Magnetfelder. Die durchgezogene Linie zeigt den Verlauf für die 60° orientierte Korngrenze, die gestrichelte Linie den der 0° orientierten. Für die 0° orientierte Korngrenze ist zu erkennen, dass die Stromdichte leicht abfällt mit steigendem, äußeren Magnetfeld. Berechnet man das Verhältnis von $R = J_{GB,0}/J_{GB,30^\circ}$ so erhält man einen Sättigungswert zwischen 0,8 und 0,9 für niedrige Felder. Dieser Wert stimmt mit der effektiven Lorentzkraft entlang einer verkippten Korngrenze überein. Für diese gilt $\cos(30^\circ) = 0,866$.

Drei Effekte können beim Stromtransport an Korngrenzen eine Rolle spielen. Zum einen die unterdrückte Transparenz dieser Grenzfläche in Bezug auf den Paarbrechungsstrom [90]. Zum anderen das intrinsische Verankern der anisotropen Flusslinien in der Korngrenze [91] sowie das feldabhängige Verankern an benachbarten Abrikosov Flusslinien welche an den Flanken der Korngrenze angesiedelt sind [92]. Für diesen Fall einer 5° Korngrenze liegt die erhöhte Stromdichte an der Korngrenze an den strukturellen Eigenschaften dieser. Diese unterstützen das intrinsische Verankern von deformierten Abrikosov-Flusslinien [91]. Bei tiefen Temperaturen ist das Verankern von Flusslinien hauptsächlich durch Kernverankerung gegeben [82]. Die Veränderung der kritischen Stromdichte kann direkt in den Zusammenhang mit der Geometrie der angreifenden Lorentzkraft gebracht werden. Hieraus ergibt sich, dass das Gleichgewicht zwischen Lorentzkraft und Verankerungskraft der bestimmende Mechanismus für den Korngrenzenstrom ist. Mit steigendem Feld zeigt sich

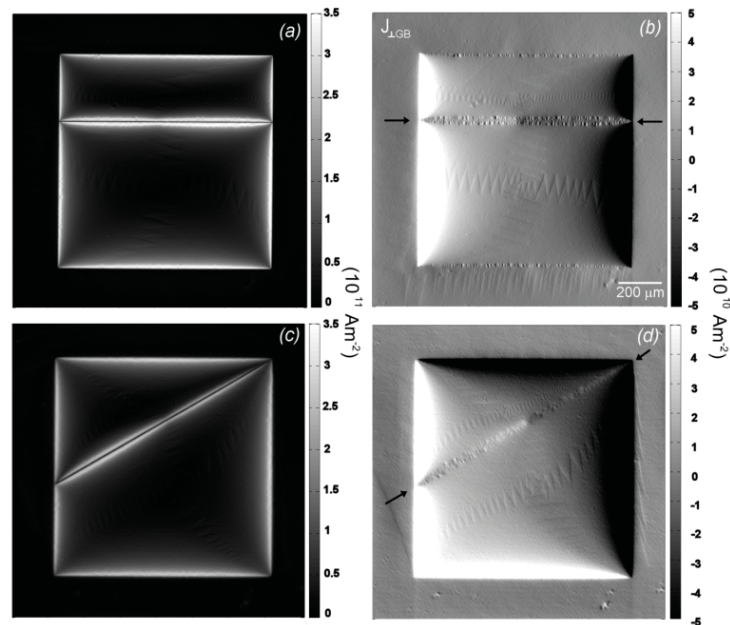


Abbildung 5.12: Stromdichteverteilung für die 0° und 60° orientierte Korngrenze bei 4 K und $H_{ext} = 15$ mT auf der linken Seite. Auf der rechten Seite ist nur die Stromdichtekomponente senkrecht zur Korngrenze dargestellt. Veröffentlicht in [89].

für die 30° Korngrenze eine Steigerung der Stromdichte. Dies liegt am Normalenvektor der Lorentzkraft, welcher dazu führt, dass die Flusslinien in das Abrikosovgitter in der Nähe der Korngrenze gedrückt werden. Dies führt zu einem Reibungskoeffizienten welcher einen Anstieg der lokalen Stromdichte zur Folge hat. Im Falle der 0° Korngrenze verringert sich die Stromdichte, da die Anzahl der Verankerungsplätze an der Korngrenze einen endlichen Wert hat.

Nun soll die Korngrenze, welche in Abbildung 5.11 b) dargestellt ist, detailliert betrachtet werden. Hierfür ist in Abbildung 5.14 der Bereich der Korngrenze nochmals vergrößert dargestellt. Es ist hier zu erkennen, dass es entlang der Korngrenze zu Irregularitäten in der magnetischen Flussdichteverteilung kommt. Diese Irregularitäten können an strukturellen Defekten entlang der Korngrenze liegen, an welchen magnetischer Fluss einfacher in die Probe eindringt. Weiterhin kann die Ansammlung von Flusslinien an der Korngrenze zu einer Abstoßung des Meissnerstroms führen welcher dann zu diesen Irregularitäten in dieser Magnetisierungskomponente führt.

5.2.2 Rasterröntgenmikroskopie

Nachdem im vorherigen Kapitel das magnetische Flusseindringen mit magnetooptischen Methoden betrachtet wurde, soll dies nun für eine höhere Auflösung mit Röntgenmikro-

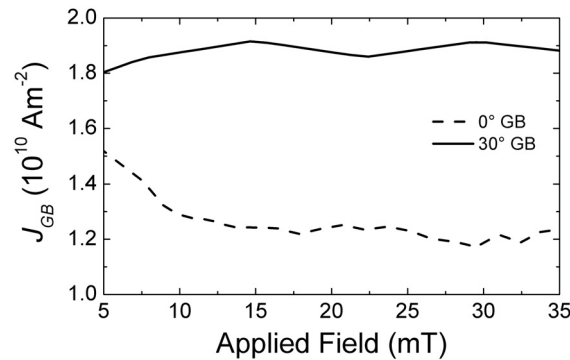


Abbildung 5.13: Mittelwert der Stromdichte entlang der Korngrenze für steigendes externes Magnetfeld. Der Strompfad ist in Abbildung 5.12 mit schwarzen Pfeilen markiert.

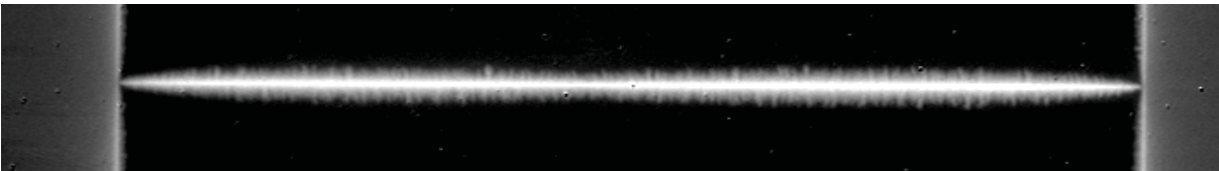


Abbildung 5.14: Magnetooptische Detailaufnahme der out-of-plane Komponente (B_z) der magnetischen Flussdichte an der Korngrenze aus Abbildung 5.11 b). Die magnetische Flussdichteverteilung entlang der Korngrenze ist von Irregularitäten geprägt.

skopie getan werden. Bei den folgenden Ergebnissen ist zu beachten, dass diese im Voraus präpariert wurden. Dies bedeutet, die Probe wurde auf 12 K abgekühlt und es wurde ein externes Magnetfeld von 240 mT senkrecht zur Schichtebene angelegt. Es handelt sich hierbei um eine 275 nm dicke YBCO Schicht mit 30 nm CoFeB. Die Röntgenmikroskopie Aufnahmen wurden bei Raumtemperatur durchgeführt, wie in [93] gezeigt, sind die in CoFeB eingepprägten Strukturen über den Temperaturbereich bis zu Raumtemperatur stabil und relaxieren nicht.

Abbildung 5.15 zeigt die magnetooptischen Aufnahmen der präparierten Probe. Die Skizze a) zeigt die Orientierung der Struktur und Korngrenze. In Abbildung 5.15 b) ist die B_z Komponente der Probe im remanenten Zustand nach 240 mT dargestellt. Die zugehörige Stromdichteverteilung ist in c) zu sehen. In den Röntgenmikroskopiemessungen wird die Magnetisierungskomponente in der Ebene gemessen, welche auch in d) dargestellt ist. In allen Bildern ist zu erkennen, dass der magnetische Fluss komplett in die Probe eingedrungen ist.

Abbildung 5.16 zeigt in a) die Probenorientierung und in b) nochmals einen Ausschnitt des betrachteten Bereiches aus Abbildung 5.15. c) und d) zeigen die ersten Röntgenmikrosko-

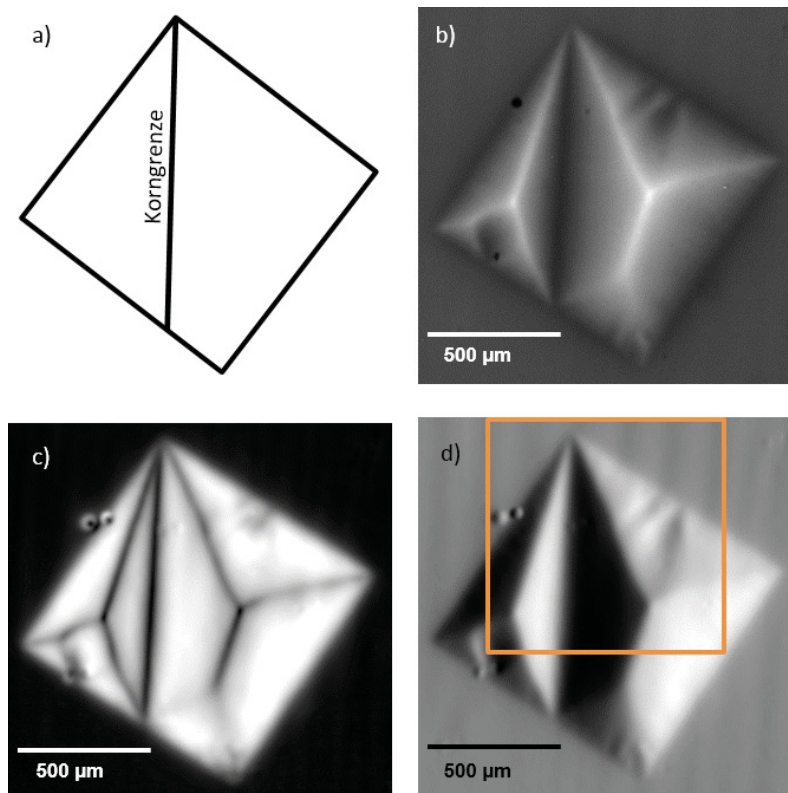


Abbildung 5.15: Magneto-optische Aufnahmen der präparierten YBCO Struktur. a) zeigt die Orientierung der Struktur zur Korngrenze. b) Darstellung der magnetischen Flussdichteverteilung aus der Ebene heraus. c) Berechnete Stromdichteverteilung. d) Zugehörige Flussdichteverteilung in der Schichtebene. Der orange farbene Kasten markiert die Stellen in Abbildung 5.16.

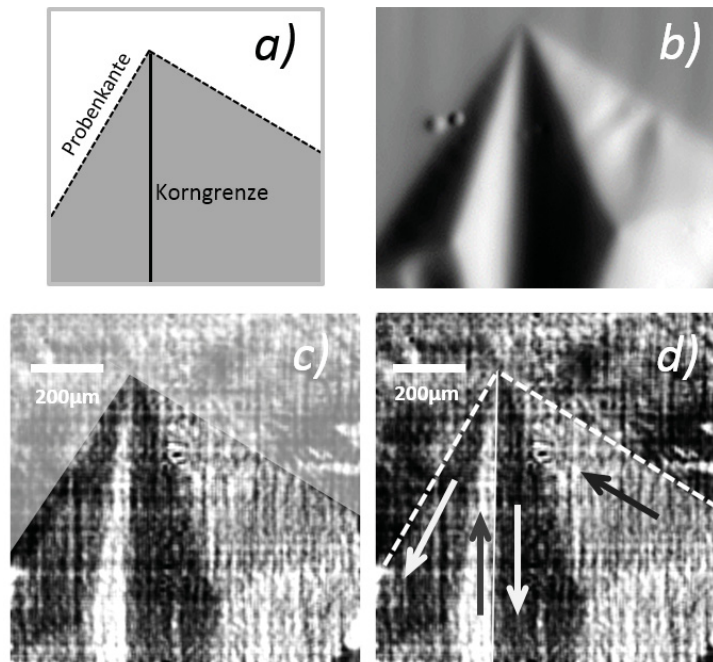


Abbildung 5.16: a) zeigt die Probenorientierung. b) Ausschnitt aus dem Magnetooptikbild 5.15. c) Röntgenmikroskopieaufnahme der gleichen Position der Außenraum ist mit einer weißen Schattierung gekennzeichnet. d) Die Pfeile zeigen den Strompfad zur Veranschaulichung.

pieaufnahmen dieser Struktur. Zur besseren Darstellung wurde in c) der Außenraum mit einem weißen Schleier versehen. In d) ist der Strompfad markiert sowie die Probenkante und die Korngrenze. Im direkten Vergleich zu b) ist zu erkennen, dass in den Röntgenmikroskopieaufnahmen die Magnetisierungskomponente in der Ebene dargestellt wird. Es benötigt hierfür keine Berechnung dieser Komponente im Gegensatz zur Magnetooptik. Diese Ergebnisse zeigen, dass sich diese Röntgenmikroskopiemethode eignet um die magnetische Flussdichteverteilung mittels einer Sensorschicht vergleichbar zur magnetooptischen Methode abzubilden.

5.3 Eigenschaften der Röntgenmikroskopie

Ortsauflösung der Röntgenmikroskopie

Das räumliche Auflösungsvermögen ist für ein bildgebendes Verfahren eine der wichtigsten Kenngrößen. Nominell ist das Auflösungsvermögen bei der Röntgenmikroskopie durch die verwendete Zonenplatte beschränkt. In diesem Fall liegt dieses bei 20 nm. Da die Flussdichteverteilung jedoch nur über eine Sensorschicht dargestellt werden kann, beschränken

die Dicke und der Abstand der Sensorschicht zur Probe die Auflösung. Um diese Faktoren so gering wie möglich zu halten, wurde die Sensorschicht direkt auf die Probe aufgedampft. Weiterhin limitierten die magnetischen Eigenschaften der Sensorschicht das Auflösungsvermögen. Vor allem die Größe der Domänen und der Domänenwand, da diese Größen das Auflösungsvermögen der supraleitenden Strukturen limitiert. Aus diesem Grund soll die Domänenwanddicke für die beiden Sensorschichten betrachtet werden.

Für eine erste Bestimmung der Domänenwanddicke in CoFeB auf YBCO wurden schmelztexturierte YBCO Proben verwendet. Diese haben schon bei Temperaturen um 80 K ein ausreichend großes Magnetfeld, um die Sensorschicht in der Schichtebene zu magnetisieren. Die verwendete schmelztexturierte Probe hat eine Dicke $d=350\ \mu\text{m}$. In Abbildung 5.17 sind drei Aufnahmen von Bereichen dieser Probe gezeigt, welche im TEY-Modus aufgenommen worden sind. Die Schichtdicke der CoFeB-Schicht beträgt 30 nm. Die Probe wurde bei 83 K präpariert, indem ein externes Magnetfeld von $\mu_0 H_{ext} = +2,2\ \text{mT}$ und anschließend von $\mu_0 H_{ext} = -1,0\ \text{mT}$ senkrecht zur Schichtebene angelegt wurde.

Entlang der roten Markierung in Abbildung c) wurde das Profil von d) für die Bestimmung der Domänenwanddicke entnommen. Die Breite der Domänenwand wurde über die 90% - 10%-Methode bestimmt. Es wird die Differenz der konstanten Bereiche berechnet, und die beiden gestrichelten Linien geben die im Profil geben 90% bzw. 10% dieser Differenz an. Hieraus ergibt sich für diese Probe eine Domänenwanddicke von $d = 129\ \text{nm}$.

Diese Domänenwanddicke wurde an einer Fluss/Antifluss-Grenze bestimmt. Dies bedeutet, dass sich die Orientierung der Magnetisierung um 180° ändert. Die Domänenwanddicke ist stark von der Oberflächenrauigkeit des Substrats abhängig. Es wurden für dünne Schichten von YBCO Domänenwanddicken von etwa 100 nm gefunden [33]. Hierbei wurde die Domänenwanddicke an einer D-Linie des Supraleiters bestimmt, dabei handelt es sich um eine 90° Domänenwand, was die geringere Dicke erklärt. Weiterhin muss in Betracht gezogen werden, dass bei der Bestimmung eine Pixelgröße von 30 nm mit in die Bestimmung einfließt. Dies ergibt einen Fehler von $\pm 30\ \text{nm}$. Typischerweise werden für CoFeB, für 180° Domänenwände, Domänenwanddicken in der Größenordnung von 150 nm [94] beschrieben. In Abbildung 5.18 ist ein Bild einer Transmissionsmessung einer 50 nm Permalloyschicht gezeigt, welche auf einen 250 nm dicken YBCO Film gesputtert wurde. Diese Aufnahmen haben eine Kantenlänge von $7\ \mu\text{m}$ bei $200\ \text{pixel}^2$ was einer Pixelgröße von 35 nm entspricht. Im linken Graph in Abbildung 5.18 ist das Profil über die weiße Markierung aufgetragen. Es ergibt sich eine Domänenwanddicke von 84 nm welche durch die Pixelgröße mit einem Fehler von $\pm 35\ \text{nm}$ behaftet ist. Für dünnere Permalloyschichten werden Domänenwanddicken von 100 nm in der Literatur genannt [95, 96]. Die Domänenwanddicke von Permalloy

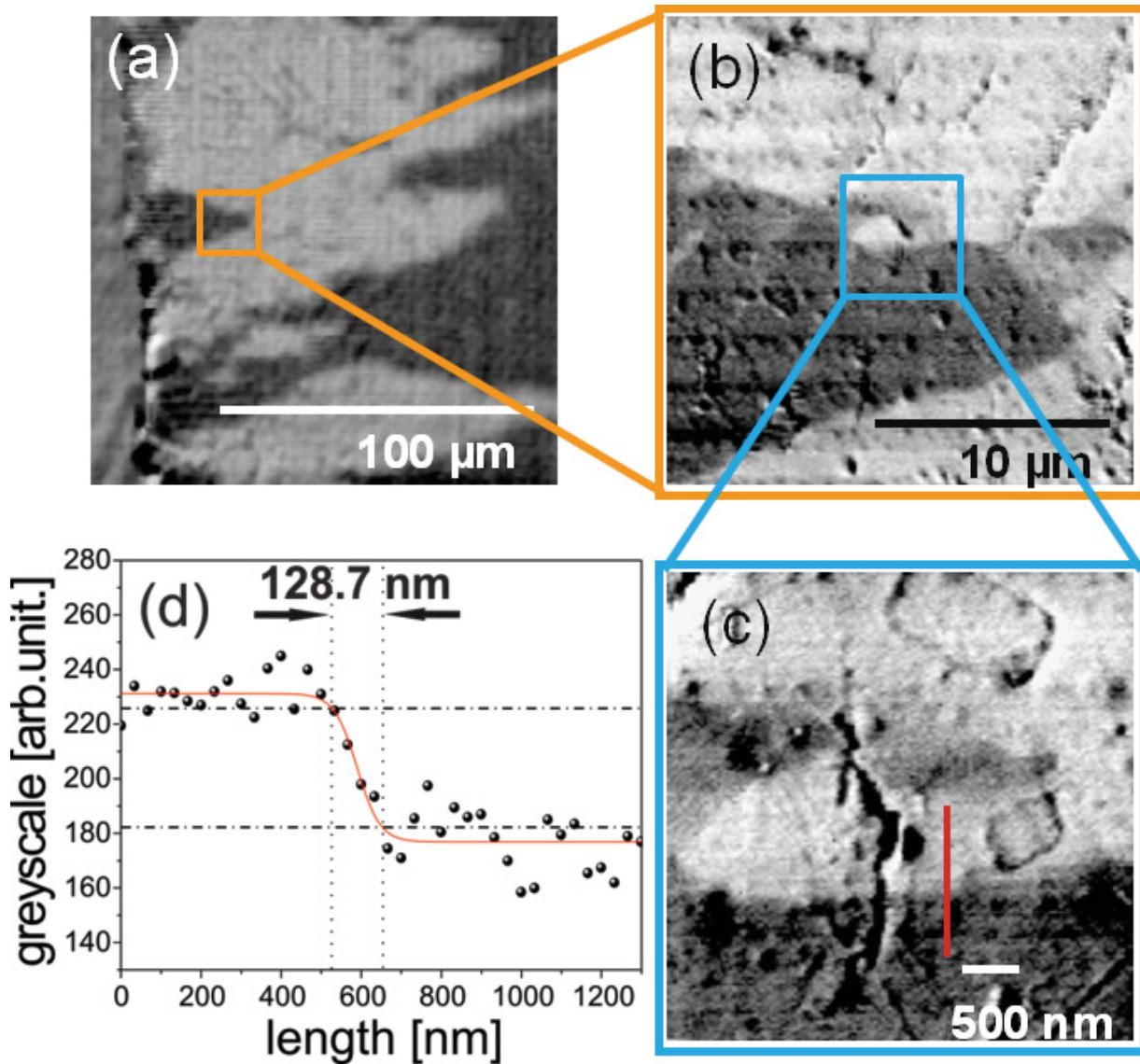


Abbildung 5.17: a-c) Röntgenmikroskopieaufnahmen im TEY-Modus von einer schmelztexturierten YBCO Probe bei Raumtemperatur nachdem bei $T=83\text{ K}$ ein out-of-plane Feld von $+2,2\text{ mT}$ und darauf folgend von $-1,0\text{ mT}$ angelegt wurde. a) Übersichtsscan der Domänenstruktur. b-c) Zoom auf die Domäne. d) Profil über die rot markierte Domäne.

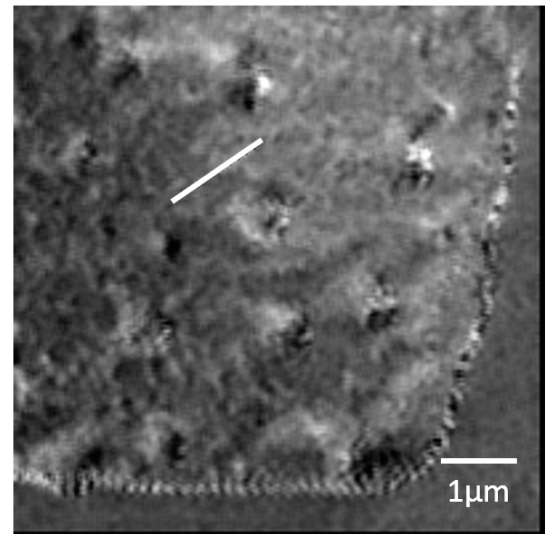
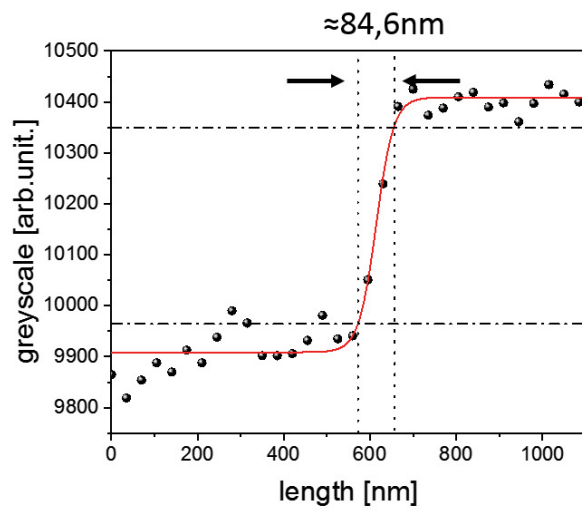


Abbildung 5.18: Röntgentransmissionaufnahme einer 250 nm YBCO-Schicht bei 20 K. Links: Profil über weiß markierte Domänenwand zur Bestimmung der Domänenwanddicke.

wurde an der Position einer d-Linie des Supraleiters bestimmt. Die Domänenwanddicke bestimmt maßgeblich die mögliche Ortsauflösung dieser Methode. Zusammenfassend wurden auf einer schmelztexturierten Probe mit 50 nm CoFeB eine Domänenwanddicke von 129 nm und für Permalloy auf einer Dünnschichtprobe von etwa 100 nm ermittelt.

Kapitel 6

Neue Möglichkeiten mittels Röntgenmikroskopie

6.1 Korrelation von Mikrostruktur und magnetischer Flussdichteverteilung

Nachdem nun im vorherigen Kapitel gezeigt wurde, dass die Röntgenmikroskopie sich eignet um die Flussdichteverteilung in Supraleitern darzustellen, werden nun die einzigartigen Vorteile dieser Methode betrachtet. Zu diesen zählt die wesentlich verbesserte Ortsauflösung, welche schon in den Abbildungen 5.17 und 5.18 gezeigt wurde. Ein weiterer Vorteil dieser Methode ist die direkte Abbildung der Oberflächenstruktur, welche es ermöglicht zwischen dieser und den Verankerungsstellen der Domänen Korrelationen zu ziehen. Die hier gezeigten Ergebnisse sind in [97] veröffentlicht.

Gerade der TEY-Modus eignet sich für die Abbildung der Oberflächenstruktur. Im Folgenden sollen Zusammenhänge zwischen der Oberflächenstruktur des YBCO und der Domänenverankerung in der Sensorschicht aufgezeigt werden. Es handelt sich bei der verwendeten Probe um eine 275 nm dicke YBCO-Schicht mit einer 30 nm CoFeB Sensorschicht. Die Messungen wurden an der Co L_3 -Kante mit zirkular polarisierten Röntgenstrahlen durchgeführt. Aus den Differenzbildern (XMCD) erhält man direkt die magnetische Information [36, 41], hingegen erhält man aus der Summe der Bilder (XA - X-ray absorption) die strukturellen Informationen.

Abbildung 6.1 a) und b) zeigen Rohbilder mit negativer und positiver zirkularer Polarisation. Die Summe der Bilder ist in c) dargestellt und die Differenz in d). Die Bilder zeigen eine $10\ \mu\text{m}$ auf $20\ \mu\text{m}$ Fläche der Supraleiter/Ferromagnet Heterostruktur. In c) tiefer gelegene Bereiche dunkel dargestellt und Höhen hell. In d) repräsentiert der Grauwertverlauf

die Magnetisierungsrichtung der Sensorschicht.

Die Oberflächensensitivität des TEY-Modus von 2 – 5 nm ermöglicht es, detailliert die Oberflächenstruktur abzubilden. Der TEY-Strom ist proportional zum lokalen Absorptionsquerschnitt des Materials welcher stark von der Oberflächenbeschaffenheit der Struktur abhängt. Erhöhungen in der Probenoberfläche zeigen einer erhöhten Absorption und damit einen höheren Strom als flache oder tiefer gelegene Strukturen. Hieraus ergibt sich, dass tiefer liegende Strukturen, wie Koaleszenzbereiche, dunkel dargestellt werden und höher liegende, wie Körner, hell. Die Bildung der Summe dieser zwei Bilder erhöht den strukturellen Kontrast noch weiter. Die Übergangswahrscheinlichkeit vom $2p$ -Zustand zum $3d$ -Zustand hängt von der Polarisierung der zirkularen Strahlung ab. Hieraus resultiert ein gegensätzlicher Kontrast in den beiden Originalbildern. Die Differenzbildung führt dazu, dass der strukturelle Kontrast sich aufhebt und der magnetische verstärkt wird.

Die magnetischen Domänen in Abbildung 6.1 d) zeigen die magnetische Flussdichteverteilung im Supraleiter. Der dargestellte Zustand wurde präpariert, indem bei einer Temperatur von 12 K ein externes Magnetfeld von $H_{ext}\mu_0 = 8,8 \text{ mT}$ senkrecht zur Schichtnormalen angelegt und wieder reduziert wurde. Aus der Magnetooptik ist bekannt, dass das magnetische Streufeld des Supraleiters eine in-plane Komponente von 200 Oe hat, welche hier um eine Größenordnung größer ist als das Koerzitivfeld der CoFeB-Schicht (siehe Abbildung 5.8). Bei diesem Feld ist der Supraleiter nur partiell von magnetischem Fluss durchdrungen, weswegen dieser auf der linken Seite der Strukturkante in die Probe eindringt. Der magnetische Fluss ist in Form von dunklen Domänen in d) zu erkennen. Helle Bereiche sind noch nicht von magnetischem Fluss durchdrungen. Diese Messungen wurden bei Raumtemperatur durchgeführt, dies ist möglich, da der remanente Zustand der Sensorschicht nahe der Sättigungsmagnetisierung ist und die Temperaturabhängigkeit vernachlässigbar bis 300 K ist. Die Domänenstruktur bei tiefen Temperaturen gleicht der bei Raumtemperatur [13].

In Abbildung 6.2 soll nun der Verlauf des magnetischen Flusses genauer in Beziehung zur Oberflächenstruktur gebracht werden. a) und g) zeigen wieder das Differenzbild und das Summenbild. In b) ist die Domänenwand mit einer roten Markierung nachgezogen. e) und f) sind kontrastoptimierte Varianten des Summenbildes, hierbei ist e) so optimiert, dass die Körner stärker hervorgehoben werden. f) ist auf die Koaleszenzbereiche (schwarz) zwischen den Wachstumsinseln optimiert. In c) ist zu erkennen, dass die a-Achsen Körner hauptsächlich innerhalb der Domänen liegen und nicht in der Nähe der Domänenwände. Die Domänenwand hingegen spannt sich entlang der Koaleszenzbereiche. Abbildung 6.3 zeigt die Überlagerung des magnetischen und strukturellen Kontrast in Farbe. Die Wachs-

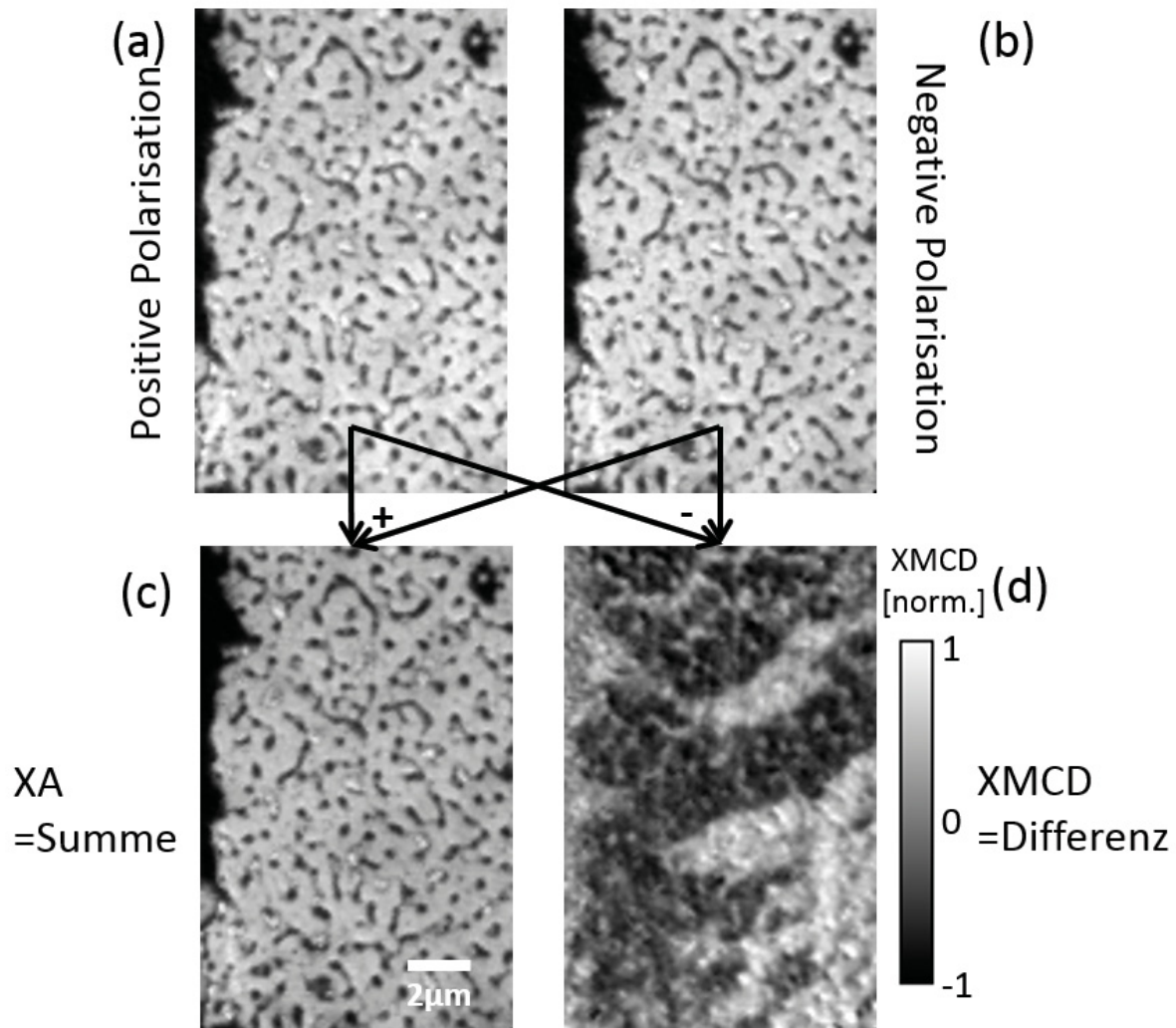


Abbildung 6.1: a) und b): Bilder der YBCO/CoFeB Doppelschicht aufgenommen an der Co L_3 -Kante mit positiver und negativer zirkularer Polarisierung. c) Summe der Bilder aus a) und b) welche die strukturellen Informationen hervorhebt. d) Differenzbild welches, die magnetischen Informationen zeigt.

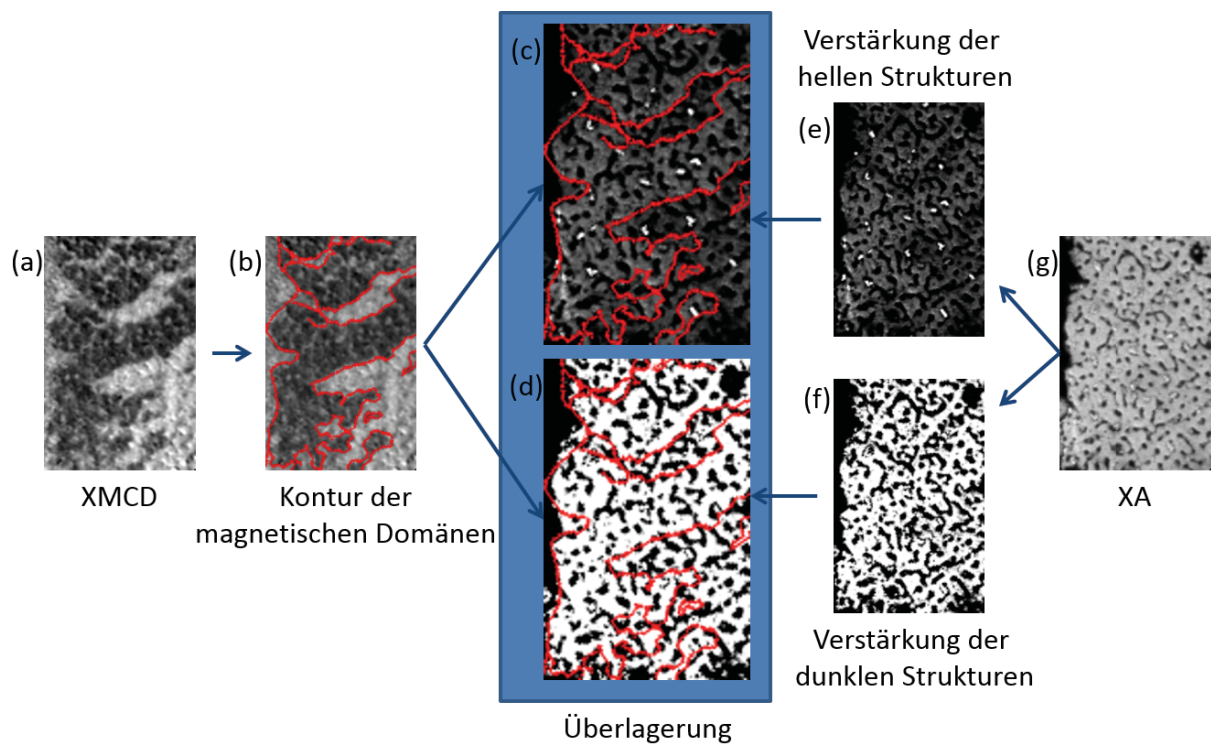


Abbildung 6.2: Die Kontur der Domänenwand wurde aus dem XMCD-Bild a) als rote Linie b) nachgezeichnet. Im Summenbild g) wurde der Kontrast so angepasst, dass zum einen die Körner (weiß) besser zu erkennen sind e) und zum anderen die Koaleszenzbereich zwischen den Wachstumsinseln (schwarz) f). c) und d) zeigen die Überlagerung der roten Domänenwand mit e) und f). Die Körner liegen hauptsächlich innerhalb der Domänen.

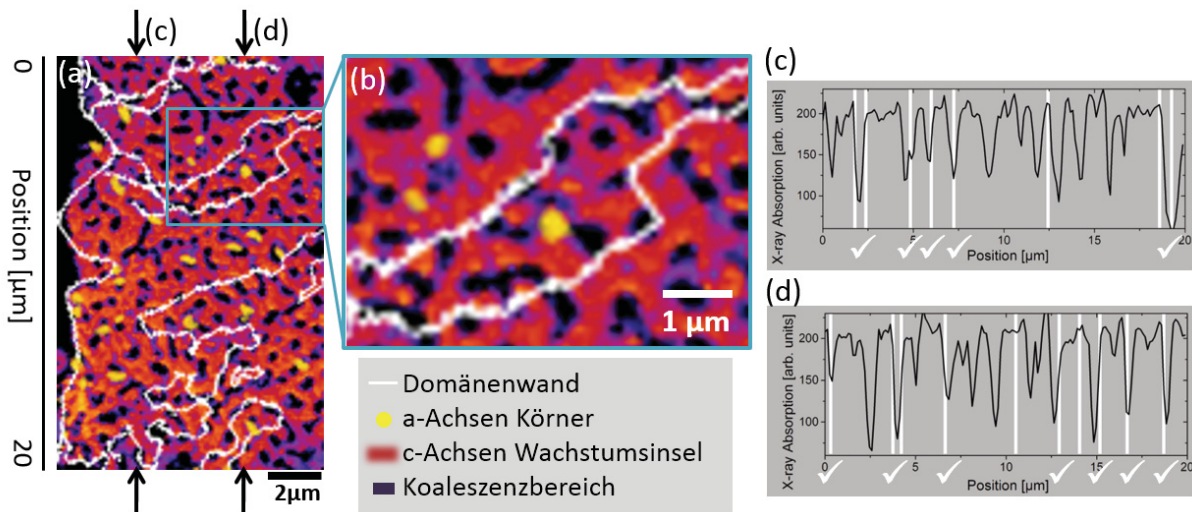


Abbildung 6.3: a) Kolorierte Version der Abbildung 6.2 d), die Domänenwand ist in weiß dargestellt. Die schwarzen Bereiche zeigen die Koaleszenzbereiche zwischen den Wachstumsinseln des YBCO (rot) und die a-Achsen Körner sind gelb dargestellt. Die vergrößerte Aufnahme in b) zeigt die Domänenwand sich entlang der kürzesten Strecke zwischen den Koaleszenzbereichen aufspannt. c und d) zeigen Profile entlang der Markierungen in a). Die Position der Domänenwand ist mit einer weißen Linie markiert und der strukturelle Verlauf in schwarz. Die Haken markieren Bereiche in denen die Domänenwand mit dem Minimum im Absorptionskontrast übereinstimmen.

tumsinseln sind in Rot dargestellt, die Koaleszenzbereiche in schwarz und die a-Achsen Körner in Gelb. Die Domänenwand ist weiß markiert. In b) ist der blau markierte Bereich vergrößert dargestellt. Die Domänenwand folgt dem kürzesten Weg zwischen den Koaleszenzbereichen und die a-Achsen Körner liegen in der Mitte der Domänen. Dies zeigt, dass die Wachstumsinseln selbst keine große Verankerungskraft besitzen. Die Graphen in c) und d) sollen dies nochmal verdeutlicht darstellen. Hier ist in schwarz der strukturelle Verlauf entlang der Markierungen aufgetragen. In weiß sind Schnittpunkte mit der Domänenwand markiert und die weißen Haken zeigen Positionen, an denen das Minimum der Röntgenabsorption mit der Domänenwandposition übereinstimmt. Dies ist in 16 der 18 markierten Bereichen der Fall. Hieraus kann man schließen, dass die Domänenwand den Koaleszenzbereichen im Supraleiter folgt. Da die Domänenwand in der Sensorschicht die magnetische Flussdichteverteilung im Supraleiter widerspiegelt, heißt das, dass die Flussfront an den defektreichen Koaleszenzbereichen verankert wird. Da es sich hierbei um Bereiche hoher Defektdichte und verringerter Schichtdicke handelt, zeigen diese Bereiche eine hohe Verankerungskraft. Zusätzlich ist dies ein weiteres Indiz dafür, dass die magnetischen Domänen, welche bei Raumtemperatur gemessen werden, den Zustand bei tiefen Temperaturen widerspiegelt.

Der TEY-Modus ist ein geeigneter Messmodus zur Charakterisierung der magnetischen Flussdichteverteilung und der Abbildung der Oberflächenstruktur. Diese Oberflächensensitivität bringt jedoch ein Problem mit sich: Restgas kondensiert bei tiefen Temperaturen auf der Probe und verschlechtert somit das Signal. Dieser Effekt soll im nächsten Abschnitt betrachtet werden.

6.2 Einfluss der Temperatur auf das Messsignal

Mit der Einführung des Heliumkryostaten ist die Betrachtung des zeitlichen Verlaufs des TEY-Signals essentiell. Hierfür wurde über einen Zeitraum von 70 Minuten das Messsignal einer Struktur betrachtet. Links in Abbildung 6.4 sind vier Aufnahmen einer strukturierten Probe im TEY-Modus dargestellt. Hierbei handelt es sich um die zweite, vierte, fünfte und siebte Messung bei 20 K. Die Aufnahme von einem Bild dauert circa 10 Minuten. Auf der rechten Seite ist der Grauwert, welcher direkt dem Messsignal entspricht, für den gelben Bereich aufgetragen. Es ist zu erkennen, dass nach den ersten zwei Bildern das Signal um 25% gesunken ist. Nach dem siebten Bild ist das auf 65% des Anfangswertes gesunken. Die Oberflächensensitivität des TEY-Modus (5 nm Elektronenaustrittslänge) führt dazu, dass jegliche Ablagerung von Restgas, das Signal und damit, die effektive Dicke der ferromagnetischen Schicht verringert. In Transmission zeigt sich dieser Effekt nicht, hier kann über Stunden hinweg bei 20 K gemessen werden, ohne eine Veränderung der Signalstärke auf Grund der Eisablagerung zu beobachten. Im Folgenden soll auf den Wechsel von TEY-Messungen zu Transmissionsmessungen eingegangen werden.

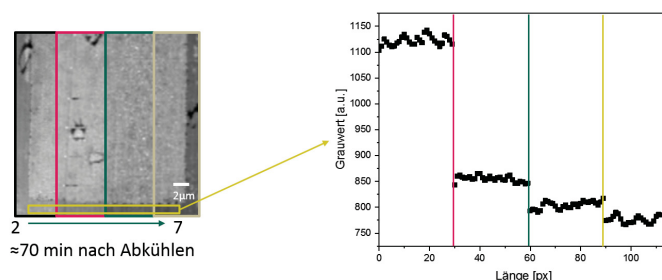


Abbildung 6.4: Links: Vier Teilbilder derselben Probenstellen nach unterschiedlichen Zeitintervallen bei 20 K. Gezeigt sind das zweite Bild ganz links, das Vierte, Fünfte und Siebte Bild dieser Messreihe. Die Bilder sind im TEY-Modus aufgenommen. Rechts: Grauwertverteilung über den gelb markierten Bereich. Der Grauwert entspricht dem XMCD-Signal.

Kapitel 7

Von TEY zu Transmission

7.1 Herausforderungen der Transmissionsmessung

Es wurde im letzten Kapitel gezeigt, dass der TEY-Messmodus Vorteile sowie Nachteile hat, welche gerade bei tieferen Temperaturen zum Tragen kommen. Jetzt soll gezeigt werden, aus welchem Grund ein Umstieg von TEY-Messungen zu Transmission bei tiefen Temperaturen nötig ist und welche Vorteile Transmissionsmessungen bieten. Transmissionsmessungen bedeutet, dass das komplette Volumen der ferromagnetischen Schicht zur Signalbildung beiträgt. Jedoch muss hierfür die Probe besonders vorbereitet werden. Die kompletten Herstellungsschritte wurden schon in Kapitel 4.3 dargestellt. Hier soll nun auf den Dünnungsschritt mit Hilfe des FIB nochmals genauer eingegangen werden, und es soll betrachtet werden, ob das Abtragen des STO mit einem Galliumionenstrahl Auswirkungen auf die Proben hat. Zweitens soll hier auf die Zusammensetzung des Signals in Transmission eingegangen werden.

7.1.1 Focused Ion Beam Dünnen

Das Dünnen der Proben mit einem Galliumionenstrahl kann zum Eintrag von Galliumatomen in das Substratmaterial führen. Es wurden Simulationen für STO-Substrate mit einer Restdicke von 100 nm durchgeführt. In Abbildung 7.1 sind Simulationen zum Eindringverhalten der Galliumionen in das Substratmaterial gezeigt. Die Simulationen wurden mit dem Programm "SRIM" durchgeführt. Es wurden 5000 Ionen unter senkrechtem Einfall simuliert bei einer maximalen Ionenenergie von 30 keV und einer Dichte von $5,13 \text{ g/cm}^3$ für Strontiumtitanat. Auf der linken Seite in Abbildung 7.1 ist die Eindringtiefe der Ionen über eine Dicke von 1000 \AA aufgetragen. In schwarz sind die Pfade der Ionen eingetragen, helles Rot zeigt bewegte Sauerstoffatome und dunkles Rot wo diese stoppen. Gleiches

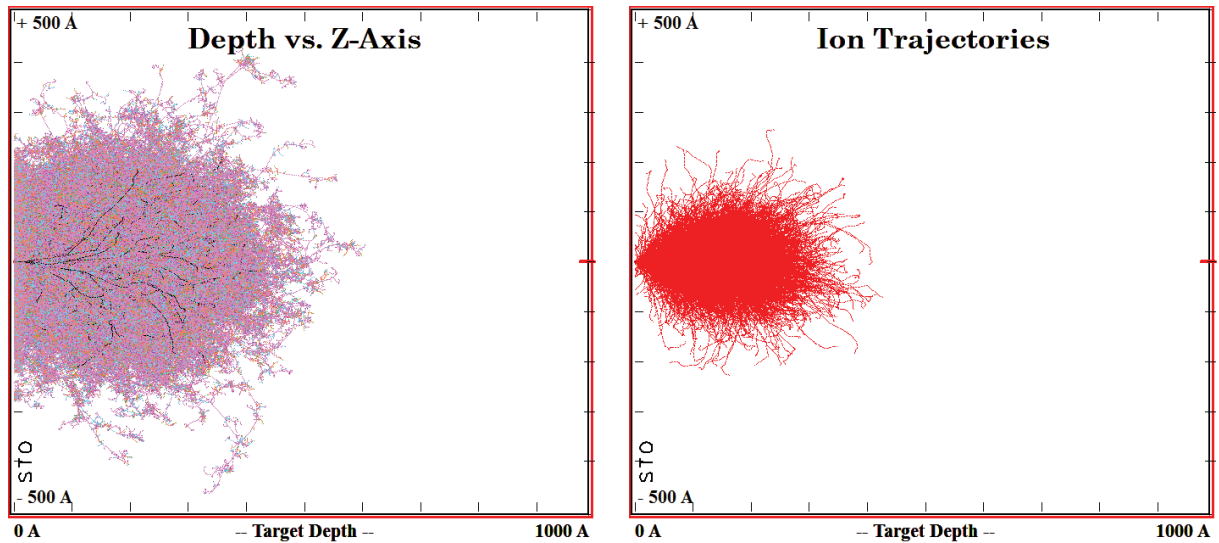


Abbildung 7.1: Simulationen des Eindringens der Galliumionen in ein STO Substrat der Dicke $d=100\text{ nm}$. Links: Ist die Eindringtiefe in Z-Richtung aufgetragen. Rechts: Zeigt den Pfad der Ionen im Substrat. Bei den Simulationen wurde das Channeling nicht berücksichtigt.

gilt für Titan (Hellblau/Dunkelblau) und Strontium (orange/grün). Die Simulation zeigt, dass die meisten Ionen bis zu 400 \AA in das Material eindringen. In der rechten Grafik sind die Pfade der Ionen über die Substratdicke aufgetragen. Dieser zeigt, dass die Bewegung der Galliumionen auf einen Bereich von $\pm 200\text{ \AA}$ beschränkt ist. Bei der Bestrahlung von einkristallinen Substraten mit Ionen kommt es zum sogenannten Channeling-Effekt. Dies bedeutet, dass Ionen abhängig von der Kristallorientierung unterschiedlich weit in das Material eindringen können. Weiterhin ist dieser Effekt stark von der Orientierung des Kristallgitters zum Einfallswinkel der Ionen. Dies bedeutet, dass unter Vernachlässigung von Gitterführung (Channeling) [98], das supraleitende Material auch bei einer Restdicke des Strontiumtitanats von 100 nm unbeschädigt durch Galliumionen bleiben sollte.

Channeling kann jedoch dazu führen, dass Galliumionen in das supraleitende Material implantiert werden. Zusätzlich dazu kommt es zu sekundären Stoßprozessen welche dazu führen können, das Strontium oder Titan in das Gitter des YBCO implantiert werden. Diese Änderungen der Kristallstruktur von YBCO können die Eigenschaften stark beeinflussen und den Supraleiter somit unbrauchbar machen. Ein weiterer, nicht zu vernachlässigender Effekt ist der Wärmeeintrag durch den Ionenstrahl. Für kommerzielle FIB kann ein Wärmeeintrag von $1 - 1000\text{ W/m}$ [99] angenommen werden. Dieser ist stark vom verwendeten Ionenstrom abhängig. Gerade bei STO mit einer Wärmeleitfähigkeit von 12 W/m K kann dieser Eintrag zu einer signifikanten Erhöhung der Substrattemperatur führen welche dazu

führt, dass sich die Sauerstoffdotierung des YBCO stark verändert. Ein noch ungeklärter Punkt sind Veränderungen an der Kristallstruktur durch das FIB, auch wenn dieser Punkt bis jetzt wenig untersucht wird zeigt sich, dass die Bearbeitung mit Ionenstrahlen immer zu Veränderungen der Kristallstruktur beziehungsweise dem Einbringen von Versetzungen führt [100].

7.1.2 Messsignal in Transmission

Im nun folgenden Abschnitt soll das Signal in Transmission für die gedünnten Proben genauer betrachtet werden.

Die Restdicke des Substrates hat einen großen Einfluss auf die Signalhöhe. Bei einer Restdicke von $1\ \mu\text{m}$ werden 96% der einfallenden Strahlung absorbiert [101]. Im Folgenden soll nun das Signal im Fall für Transmission für das hier verwendete Schichtsystem betrachtet werden. Abbildung 7.2 zeigt links ein Rohbild, an der Nickel L_3 -Kante, in Transmission mit einer Verweilzeit von 2,3 ms pro Pixel. Rechts ist die Zählrate gegen die Position im orange farbigen Kasten aufgetragen. Die Dicke des Substrates beträgt bei diesen Proben rund 700 nm. Die gesamte Probe ist mit Permalloy beschichtet. In einem durchgängigen Loch in der Probe wurde eine maximale Zählrate von 35300 bei gleicher Verweilzeit gemessen. Hieraus ergibt sich, dass in diesem Fenster außerhalb der YBCO-Struktur noch 1,6 % der Photonen transmittiert werden, auf dem YBCO fällt dieser Wert auf 0,56 % ab. Bei einem XMCD-Effekt von rund 10 % ist das zu erwartende magnetische Signal sehr gering. Das XMCD-Signal wurde aus dem maximalen Kontrasthub einer XMCD-Aufnahme bestimmt. Dies bedeutet, dass für Transmissionsmessungen das STO-Substrat deutlich dünner als 700 nm gedünnt werden muss.

In Abbildung 7.3 ist der theoretische Verlauf der Transmission gegen die Dicke von STO und YBCO aufgetragen. Es handelt sich hierbei um Transmissionswerte bei einer Energie von 853 eV, entsprechend der Nickel L_3 -Kante. Für STO wurde eine Dichte von $\delta = 4,81\ \text{g}/\text{cm}^3$ angenommen und für YBCO $\delta = 6,3\ \text{g}/\text{cm}^3$ [102, 101]. Hieraus lässt sich für ein Schichtsystem bestehend aus einer 700 nm STO-Schicht mit 250 nm YBCO eine Reduktion der Photonen aufgrund dieser Schichtdicken auf 3,25 % des Ausgangswertes berechnen. Die Transmissionswerte für dieses Schichtsystem sind mit den entsprechenden gestrichelten Linien markiert. Für das gleiche Doppelschichtsystem jedoch mit einer STO Dicke von 300 nm erhöht sich dieser Wert auf 12 %. Durch diese Kurven ist auch die starke Reduktion des Signals im Bereich der supraleitenden Struktur zu erklären (siehe Abbildung 7.2). YBCO absorbiert viel stärker als STO. Die Verringerung der STO-Dicke kann jedoch neue Probleme mit sich bringen, welche im Kapitel 8 erläutert werden.

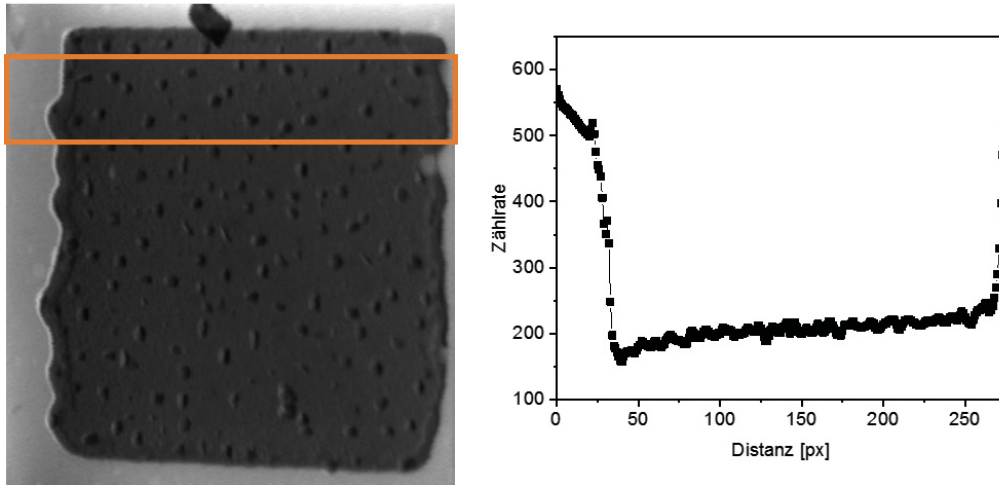


Abbildung 7.2: Links: Röntgenabsorptionsbild einer gedünnten YBCO-Struktur. Rechts: Zählrate gegen Position für den orangenen Bereich.

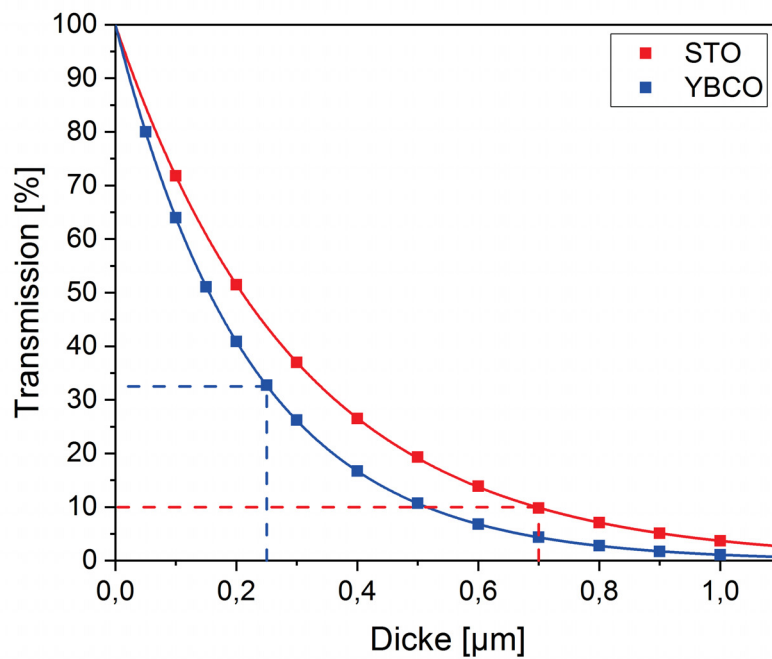


Abbildung 7.3: Absorption der Photonen bei 853 eV gegen die Schichtdicke für STO ($\delta = 4,81 \text{ g/cm}^3$) in rot und YBCO ($\delta = 6,3 \text{ g/cm}^3$) in blau. Eine rot beziehungsweise blau gestrichelte Linie markiert die verwendeten Schichtdicken der hier verwendeten Proben.

7.2 Ergebnisse Röntgentransmissionsmessungen

In den vorherigen Kapiteln wurden Ergebnisse aus TEY-Messungen vorgestellt und gezeigt aus welchen Gründen es notwendig ist, von dieser Messmethode in die Transmission zu wechseln. Der Messaufbau für diese Messmethode wurde in Abschnitt 3.3.2 gezeigt und der Herstellungsprozess der Proben für Transmissionsexperimente in Kapitel 4.3. Im Folgenden sollen nun die Möglichkeiten, die mit dieser Messmethode möglich sind, gezeigt werden. Darunter fällt in Abschnitt 7.2.1 das Zustandekommen des strukturellen Kontrasts in Transmission. Im darauffolgenden Abschnitt 7.2.2 wird auf den magnetischen Kontrast eingegangen. Abschließend werden diese beiden Informationen in Abschnitt 7.2.3 vereinigt.

7.2.1 Struktureller Kontrast in Transmission

Im ersten Schritt soll nun ein Rohbild der Transmissionsmessungen betrachtet werden, dieses ist in Abbildung 7.4 dargestellt. Es handelt sich hierbei um eine quadratische YBCO-Struktur mit einer Kantenlänge von $20\ \mu\text{m}$. Die Abbildung 7.4 zeigt eine Aufnahme in

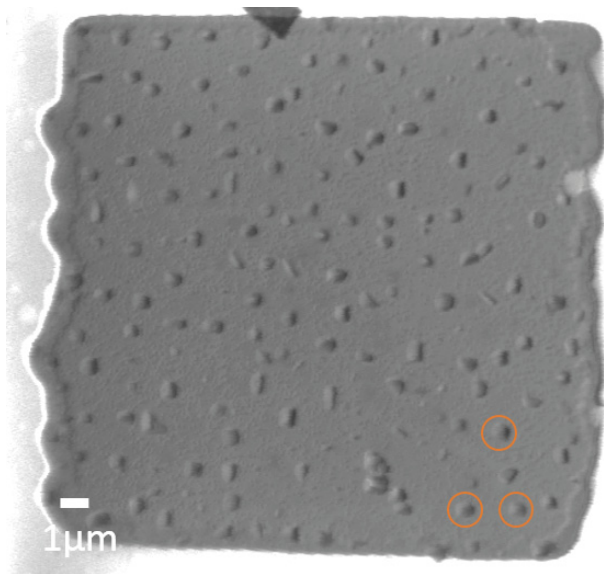


Abbildung 7.4: Originalbild einer YBCO-Struktur aufgenommen mit negativer Polarisation bei 20 K. Mit orange farbene Kreise sind beispielhaft a-achsenorientierte Körner markiert.

welcher die YBCO Struktur in grau zu erkennen ist, der Außenraum ist hell sichtbar. Orange farbene Kreise markieren drei a-Achsen orientierte Körner. Unter Verwendung der Messungen mit rechts und links zirkular polarisiertem Röntgenlicht kann unter Addition dieser der strukturelle Kontrast weiter erhöht werden. Der magnetische Kontrast wird hierdurch eliminiert. Abbildung 7.5 zeigt auf der rechten Seite ein Summenbild aus links und rechts zirkular polarisiertem Röntgenlicht und auf der linken Seite eine Rasterelektronenaufnahme der gleichen Struktur. Es ist in dieser Abbildung zu erkennen, dass die

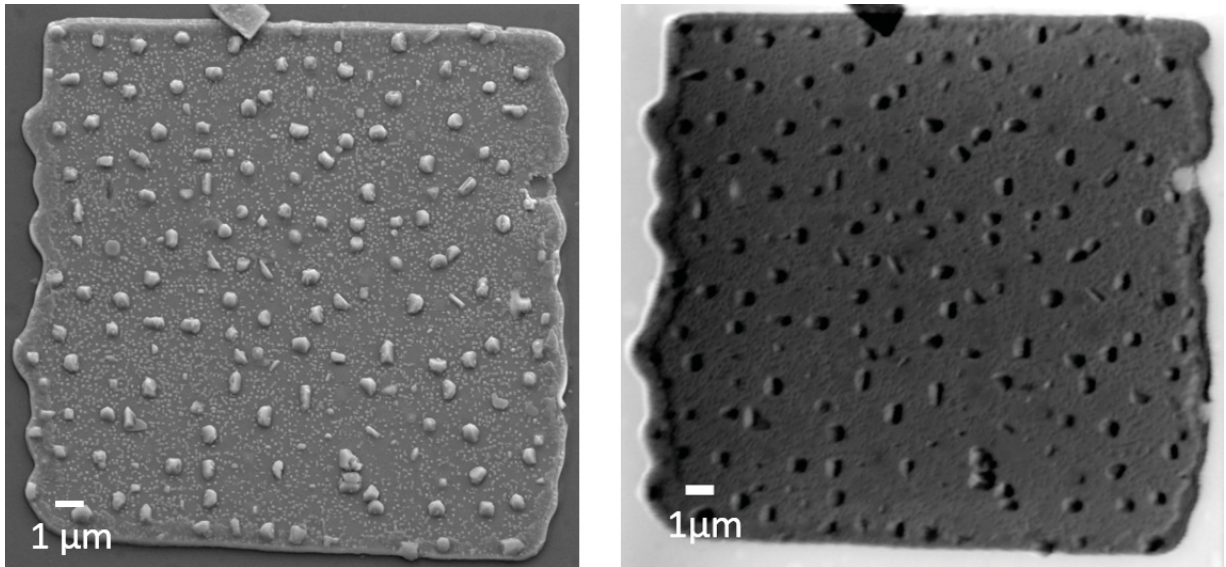


Abbildung 7.5: Links: Rasterelektronenmikroskopieaufnahme der Struktur. Rechts: Summenbild der von negativer und positiver Polarisierung führt zur Abbildung der Struktur.

Struktur in der Transmissionsmessung identisch zu der in der Rasterelektronenmikroskopieaufnahme dargestellt wird. Jedoch werden die a -Achsen orientierten Körner mit einem hell-dunkel Verlauf dargestellt. Zuerst sollen diese a -Achsen Körner für die hier verwendeten Proben genauer betrachtet werden und anschließend der Hell-Dunkel-Kontrast in den Transmissionsmessungen. Hierfür ist in Abbildung 7.6 eine Detailaufnahme der Körner mittels Rasterelektronenmikroskopie dargestellt.

Die Schichtdicke der geschlossenen YBCO-Schicht beträgt hier 250 nm. Diese Struktur ist mit 50 nm Permalloy und 2 nm Aluminium beschichtet. Es ist zu sehen, dass diese Schicht sich der Struktur des Supraleiters anpasst. In der Aufnahme sind große Körner sowie kleinere erkennbar. Für zwei dieser großen a -achsenorientierten Körner sind Größenbalken eingetragen um deren Höhe zu ermitteln. Die Körner haben eine Höhe von 167 nm und 457 nm.

In Transmissionsmessungen ist anzunehmen, dass struktureller Kontrast nicht abgebildet wird, wie in der oberflächensensitiven TEY-Messung. Dies ist hier offensichtlich nicht der Fall und soll im Folgenden erläutert werden. Zudem soll die Ursache für die hellen und dunklen Flanken bei der Darstellung der Körner in den Transmissionsmessungen erläutert werden. Hierfür sei nochmals kurz erwähnt, dass für die Messung der Magnetisierung in der Ebene die Probe unter einem Winkel von 30° zur Strahlnormalen gemessen wird. Hieraus folgt, dass in Transmission die effektive Dicke der Permalloyschicht variiert, was in Abbildung 7.7 skizziert werden soll.

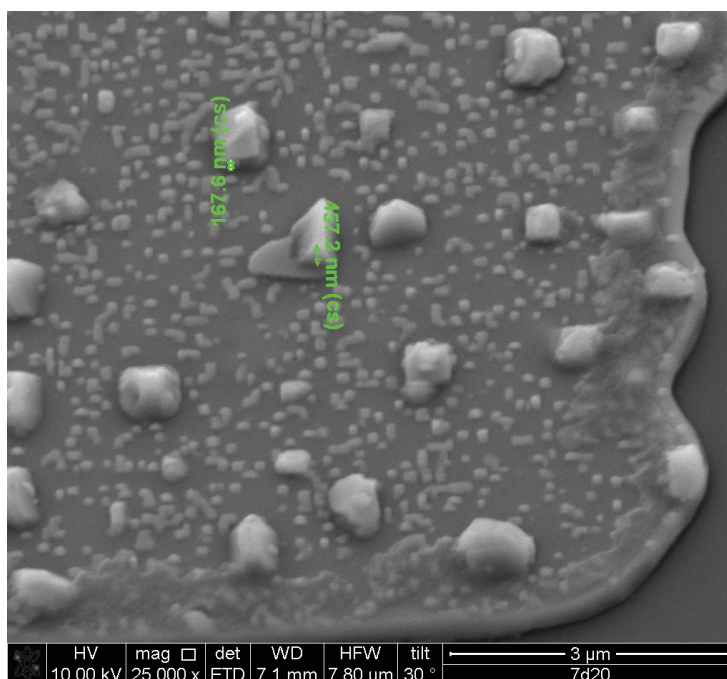


Abbildung 7.6: Rasterelektronenmikroskopieaufnahme der Oberfläche einer YBCO-Struktur. Es sind in grün die Höhen zweier a-Achsenkörner eingezeichnet.

In dieser Abbildung ist in schwarz das Substrat dargestellt, die supraleitende Schicht in blau und die Permalloyschicht in Rot. Die Pfeile deuten den Weg des Röntgenlichts an. Es ist an mehreren Stellen, an welchen unterschiedliche Oberflächenformationen vorkommen, der Röntgenlichtpfad eingezeichnet. Durch den Einfallswinkel des Röntgenlichts ist die effektive Dicke, welche durchdrungen wird, an glatten Stellen (1) um bis 14 % höher als die aufgetragene 50 nm Permalloy. Hierdurch wird der Absorptionsquerschnitt der Permalloyschicht größer. Die Stellen (3) und (4) in Abbildung 7.7 haben einen geringeren Absorptionsquerschnitt und werden in den Transmissionsbildern hell dargestellt. Stelle (2) hat eine etwas höhere Schichtdicke und erscheint dunkler. Der Extremfall ist die dem Strahl abgewandte Seite eines großen a-Achsen Korns in der Struktur, welches an Position (5) dargestellt ist. Hier wird die effektive Dicke der Permalloyschicht wesentlich größer und damit auch die Anzahl der absorbierten Photonen. Diese werden als schwarze Flanken in den Transmissionsbildern sichtbar.

Jetzt soll auf den magnetischen Kontrast in den Transmissionsmessungen eingegangen werden. Hierfür soll kurz das spezielle experimentelle Setup dargestellt werden. In diesen Messungen wird das Magnetfeld durch vier zylindrische Permanentmagnete erzeugt [46]. Diese sind einem Quadrat um die Probe herum angeordnet. Das Maximalfeld, welches mit dem hier verwendeten Magnetsystem erzeugt werden kann ist 240 mT. Die Anordnung

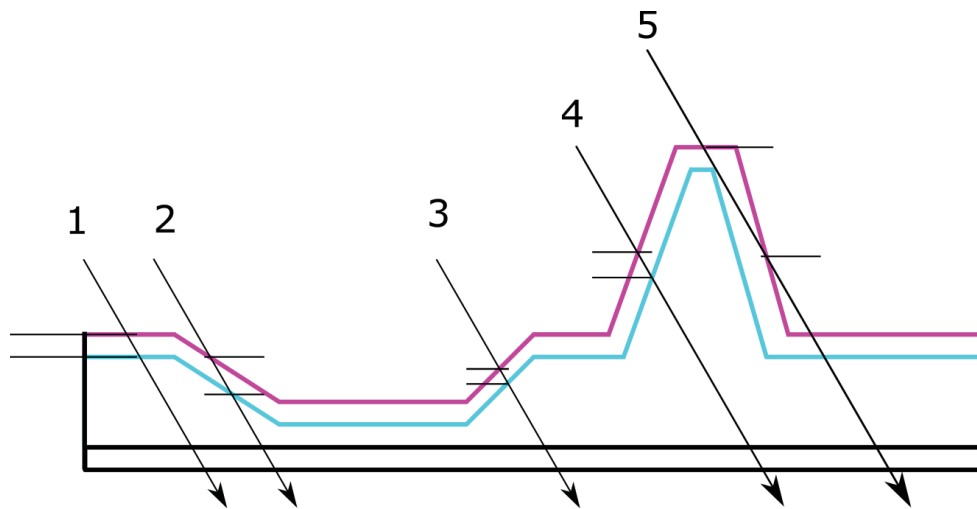


Abbildung 7.7: Skizze zur Darstellung der Auswirkung der Oberflächenstruktur auf die Photonenabsorption und die daraus resultierende effektive Permalloyschichtdicke.

der Magnete bringt jedoch mit sich, dass es zu stark inhomogenen Feldkomponenten in x, y und z Richtung kommt. Dies bedeutet, dass es schwierig ist, mit diesem System einen Nullfeldzustand zu erzeugen. Weiterhin, kommt bei den Rasterbewegungen des Mikroskops dazu, dass es zu Feldvariationen kommt. Da Permalloy ein Koerzitivfeld von 13 Oe hat, kann dies durch diese Feldvariationen wieder gesättigt werden. Dies führt dazu, dass kein magnetischer Kontrast vom Supraleiter erkennbar ist. Weiterhin lag die Restdicke des STO-Substrates bei ungefähr 700 nm aus diesem Grund kam es zu einem schwachen, röntgenschichtischen Signal.

7.2.2 Magnetischer Kontrast in Transmission

Im vorherigen Abschnitt wurde die strukturelle Information der Transmissionbilder gezeigt, nun soll durch Differenzbildung der Rohbilder mit unterschiedlicher Polarisation der magnetische Kontrast betrachtet werden. In Abbildung 7.8 ist das erste Röntgenschichtbild in Transmission einer YBCO-Struktur mit einer Kantenlängen von $20 \mu\text{m}$ zu sehen. Diese Messung wurde mit 500×500 Pixeln durchgeführt, dies führt zu einer Auflösung von 50 nm/px . Es ist hier die Magnetisierung in der Ebene dargestellt. Der Grauwert repräsentiert hierbei unterschiedliche Magnetisierungsrichtungen. Diese kommen durch das Streufeld des Supraleiters zu Stande. Hierfür wurde bei 20 K ein out-of-plane Feld von -142 mT an die Probe angelegt. Es sind die drei der vier Dreiecksstrukturen, welche durch die d -Linien unterteilt werden, zu erkennen. Zu erwarten sind wie in der TEY-Messung oder der Magnetooptik vier unterschiedliche Grauwerte. Ein Magnetfeld senkrecht zum

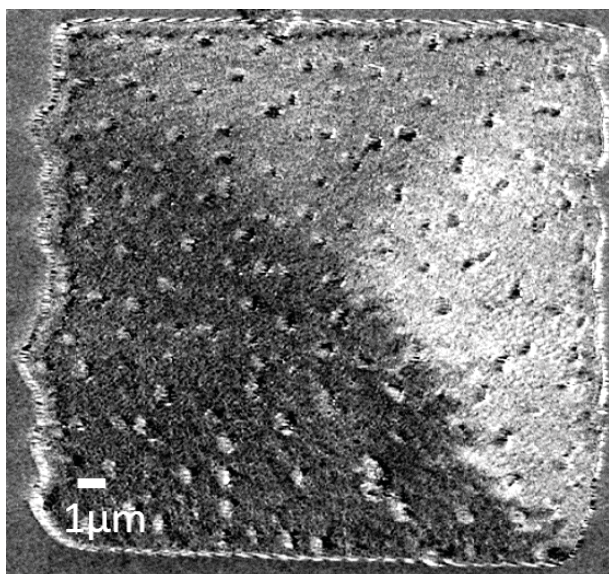


Abbildung 7.8: Erstes Röntgendiffraktionsaufnahme einer YBCO-Struktur mit einer Kantenlänge von $20\ \mu\text{m}$.

Supraleiter erzeugt einen Strom in der Schichtebene. Dieser Stromkreis muss geschlossen sein. Die Richtungsänderung des Stromflusses findet in den d-Linien statt. Aus diesem Grund kommt es im Normalfall zu vier unterschiedlichen Graustufen in den XMCD wie auch den Magnetooptikbilder. In diesem Fall sind nur drei der vier Grauwerte sichtbar. Um die Ursache hierfür darzulegen muss nochmals kurz auf den XMCD-Effekt eingegangen werden. Der XMCD-Effekt sensitiv auf die Projektion der Magnetisierung auf die Stachse, weswegen es zum maximalen magnetische Kontrast zwischen der rechten und linken Strukturseite kommt. Zwischen der unteren Seite und der linken ist kein Unterschied im Kontrast erkennbar. Dies kann an einer äußeren Feldkomponente des Magnetsystems liegen. Das in diesem Versuch verwendete Magnetsystem besteht aus vier zylindrischen Permanentmagneten welche um die Probe herum positioniert sind und Feldkomponenten in x,y und z-Richtung haben. Schon geringste Feldkomponenten reichen aus, um die weichmagnetische Permalloyschicht zu magnetisieren.

In Differenzbildern sollte sich der strukturelle Kontrast eliminieren. Dies ist in diesem Bild nicht der Fall. Dies liegt daran, dass die beiden Rohaufnahmen nicht komplett identisch sind. Der Kryostat bewegt sich auf der Nanometerskala, dies führt dazu, dass die Position der Pixel zwischen den beiden Rohbildern nicht übereinstimmt und es zur Artefaktbildung bei der Subtraktion kommt.

7.2.3 Korrelation von struktureller und magnetischer Information

Nachdem in den vorherigen Kapiteln die strukturellen sowie magnetischen Ergebnisse der ersten Transmissionsmessungen vorgestellt worden sind, werden diese nun vereint. Hierfür wird die Domänenwand im Bereich der D-Linie unten rechts in Abbildung 7.8 genauer betrachtet. Wie in Abbildung 7.9 zu sehen, besteht die Struktur dieser Probe aus großen a-Achsenkörnern mit einer Grundfläche von rund 500 nm und kleinen Körnern welche einen Durchmesser von 65-100 nm besitzen. In Abbildung 7.9 wurde die rechte untere Ecke aus dem Rasterelektronenbild und aus dem XMCD-Bild ausgeschnitten. Der Verlauf der Domänenwand im XMCD-Bild wurde in orange markiert. Dieser Verlauf wurde in das Rasterelektronenbild übertragen um den Einfluss der Struktur deutlicher sichtbar zu machen. Mit roten Kreuzen sind Stellen markiert an denen die Flussfront beziehungsweise die Domänenwand festgehalten wird. Es zeigt sich hier, dass die Domänenwand nicht an den großen Körnern verankert wird, sondern an den viel kleineren Körnern in der Struktur. Die großen a-Achsenkörner sind für die Domäne kein Hindernis und die Domäne bewegt sich über diese hinweg. Dieses Ergebnis ist vergleichbar mit dem in Kapitel 6.1 betrachteten Proben welche im TEY-Modus aufgenommen worden sind. Für die Verankerung der Flussfront beziehungsweise von Flusslinien muss die Größe der Verankerungsstellen in der gleichen Größenordnung wie die Flusslinien sein, dies trifft hier für diese kleinen Körner zu. Es wurde bereits in [103] gezeigt, dass die magnetischen Domäne die Flussdichteverteilung des Supraleiters repräsentiert. Bei tiefen Temperaturen $T \ll T_c$ findet Verankerung an Defektstrukturen, deren Fläche in der Größenordnung von λ ist statt und nicht magnetisches Pinning [104].

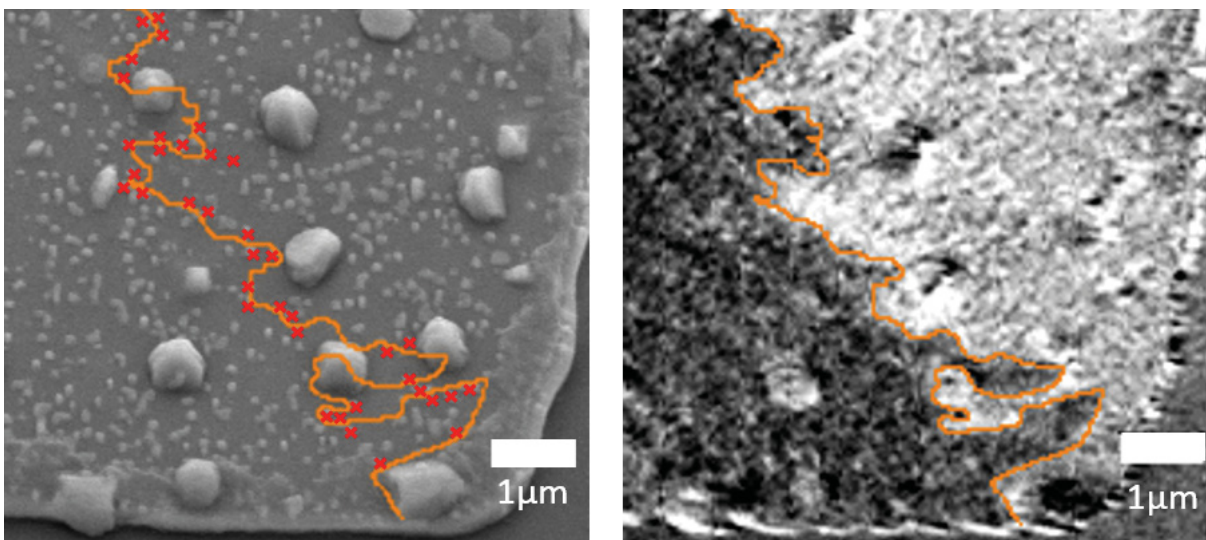


Abbildung 7.9: Rechts: XMCD-Bild der rechten unteren Ecke der Struktur. In orange ist der Verlauf der Domänenwand eingezeichnet. Die Position der Domänenwand wurde in das Rasterelektronenmikroskopiebild übertragen. Links: Ausschnitt der rechten unteren Ecke aus dem Rasterelektronenbild von Abbildung 7.5. Rote Kreuze markieren Stellen, an denen die Domänenwand an kleinen a-achsenorientierten Körnern hängt.

Kapitel 8

Potential und Ausblick

Diese Arbeit beschreibt die Entwicklung, Testphase eines neuartigen Heliumkryostaten für ein Rasterröntgenmikroskop und die ersten Experimente mit diesem. Weiterhin wurde die Probenpräparation und die ersten Experimente mit röntgenlichttransparenten Proben vorgestellt. Es soll hier nun auf die Herausforderungen mit der Probenpräparation sowie auf Verbesserungsvorschläge für den Heliumkryostaten eingegangen werden.

- Der Belichtungsprozess der belackten Probe führt zur Radikalbildung welche zur Beeinflussung des Supraleiters führen können.
- Die Größe der Strukturen ist begrenzt durch den Fokusspot des Belichtungslasers. Dieser liegt bei $1\ \mu\text{m}$. Dies führt dazu, dass die Strukturgröße auf ungefähr $2\ \mu\text{m}$ Kantenlänge begrenzt ist.
- Es kann während des Dünnprozesses mit dem Ionenstrahl zur Implantation von Galliumionen in den Supraleiter kommen. Zusätzlich können Strontium und Titan in den Supraleiter durch Stoßprozesse implantiert werden. Durch die Implantation kann es zu einer drastischen Reduktion in der Übergangstemperatur kommen [105].
- Dünnen des Strontiumtitanats mittels FIB führt zu einem Wärmeeintrag in das Material. Dieser kann dazu führen, dass die YBCO Schicht beschädigt wird. Zu diesen Beschädigungen zählt sowohl die Änderung der Sauerstoffdotierung wie auch eine erhöhte Nickeldiffusion aus der Permalloyschicht.
- Die Dicke der STO-Schicht nach dem Dünnungsprozess muss genau kontrolliert werden. Zu dicke ($700\ \text{nm}$) Schichten führen dazu, dass zu wenig Photonen während des Experiments transmittiert werden. Zu dünne Schichten ($d < 150\ \text{nm}$) führt dazu,

dass die thermische Anbindung an das restliche Material nicht gewährleistet ist und es zu Rissen in der Struktur kommen kann.

- Auf den YBCO-Schichten ist eine 5 nm dicke STO-Schicht aufgebracht. Diese vermindert die Nickeldiffusion in den Supraleiter sowie die Sauerstoffdiffusion aus dem Supraleiter heraus. Es ist vorstellbar, dass die Zwischenschicht nur eine zeitlich begrenzte Barrierewirkung hat und die Diffusion nur verlangsamt wird.

Für feinere Strukturen kann auf alternative Belichtungsmethoden umgestiegen werden wie zum Beispiel das Belichten mittels einer Maske. Dies sollte zu schärferen Kanten der Strukturen führen. Eine weitere Möglichkeit wäre es die Strukturen mittels FIB zu strukturieren wobei hier die direkte Galliumimplantation betrachtet werden muss. Die Implantation von Galliumionen in die supraleitende Schicht sollte durch die Erhöhung der STO-Substratdicke vermindert werden. Dies würde auch die thermische Anbindung verbessern. Die Nickeldiffusion kann eventuell durch eine Erhöhung der Schichtdicke der STO-Zwischenschicht verbessert werden. Hierfür muss jedoch eine langzeitige Testserie des zeitlichen Verlaufs der Stromdichte und der Übergangtemperatur gemacht werden.

Heliumkryostat:

- Der Kryostat vibriert auf einer Größenskala von rund 30 nm.
- Der Kryostat verkippt sich leicht während den Rasterbewegungen des Mikroskops.
- Es ist gewünscht eine thermisch entkoppelte Halterung für elektrische Anbindungen in der Nähe der Probenposition bereitzustellen.

Die Vibrationen sowie die Verkipfung können eventuell dadurch gelöst werden. Die Kupferdrähte zum Kühlfinger sind relativ starr in ihrer Position und können dafür sorgen, dass sich der Kryostat verkippt. Die Vibrationen können durch eine gedämpfte Anbindung des Titanplättchens an den Kühlfinger weiter reduziert werden. Die Reduktion dieser Vibration ist von großer Wichtigkeit, gerade um hochauflösende Mikroskopiebilder aufnehmen zu können. Auch für dynamische Messungen, bei welchen die Pixelposition genau zwischen den einzelnen Bildern übereinstimmen muss, darf sich die Position der Probe nicht ändern. Eine Möglichkeit elektrische Anbindungen in der Probennähe an den Kryostaten anzubringen bietet die Möglichkeit auch an supraleitende Proben resistive Messungen im Mikroskop durchführen zu können, sowie die Möglichkeit einen Transportstrom in die Probe ein zu speisen. Weiterhin könnten beispielsweise supraleitende Spulen strukturiert werden, welche direkt hinter der Probe platziert werden um ein Magnetfeld zu erzeugen.

Eine der größten Herausforderungen für Tieftemperaturmessungen im MAXYMUS ist, dass das Mikroskop nicht für solche ausgelegt ist. Das Mikroskop ist optimiert für Messungen der Magnetisierungsdynamik und nicht für tiefe Temperaturen. Um tiefere Temperaturen erreichen zu können ist eine komplette Neuentwicklung des Mikroskops hinsichtlich tiefer Temperaturen notwendig.

Für die Zukunft ist die Untersuchung von YBCO-Filmen mit künstlichen Verankerungsstellen wie BZO [106] oder BYNTO [107] sicherlich von großem Interesse. Damit der hier verwendeten Methode diese Verankerungsstellen in strukturellen Abbildungen wie auch das Verankern der Flussfront sichtbar gemacht werden kann.

Ausblick:

Der neue Kryostat sowie die neue Probenpräparation eröffnet völlig neue Themengebiete, welche mit Rasterröntgenmikroskopie zugänglich werden. Für die Untersuchung von Supraleitern beschränkt zum jetzigen Zeitpunkt die Größe der magnetischen Domänen sowie deren Wandstärke die örtliche Auflösung. Ein wesentlicher Schritt um diese Methode der Visualisierung von magnetischem Fluss auf kleinen Längenskalen weiter voranzutreiben ist die weitere Optimierung der ferromagnetischen Sensorschicht. Gerade um die Visualisierung von einzelnen Flusslinien zu ermöglichen sind die Eigenschaften der Sensorschicht entscheidend. Die Auflösung der Röntgenmikroskopie von $\Phi = 10^{-2}\Phi_0$ ist generell ausreichend um einzelnen Flusslinien auflösen zu können jedoch noch keine Garantie hierfür. Entscheidend hier ist das Verhalten der Domänen in der Sensorschicht. Sind diese klein genug? Klappen diese einzeln um und überlappen sich nicht? Dies sind interessante Fragestellungen, welche in Zukunft betrachtet werden müssen um die Auflösung einzelner Flusslinien zu ermöglichen.

Kapitel 9

Zusammenfassung

Das Thema dieser Arbeit ist die Charakterisierung von magnetischen Strukturen in Hochtemperatursupraleitern mittels Röntgenmikroskopie in höchster Ortsauflösung. Hierfür wurde mittels Magnetooptik die Proben charakterisiert um eine Basis für vergleichende Messungen mittels Röntgenmikroskopie zu haben. Beide Methoden beruhen darauf, dass eine Sensorschicht durch das Streufeld des Supraleiters magnetisiert wird.

Die Stärke des Streufeldes eines Supraleiters steigt mit sinkender Temperatur weshalb ein neuartiger Heliumkryostat für das bestehende Röntgenmikroskop MAXYMUS am Synchrotron Bessy II in Berlin, konstruiert und in Betrieb genommen wurde. Die Verwendung eines Heliumkryostaten und damit niedrigerer Temperaturen als die vorherig verfügbaren 80 K ermöglicht auch die zukünftige Verwendung anderer Supraleiter.

- Als ferromagnetische Sensorschicht wurde CoFeB ($\text{Co}_{40}\text{Fe}_{40}\text{B}_{20}$) oder Permalloy ($\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$) verwendet. Diese Schichten wurden direkt auf dünne Schichten des Hochtemperatur-Supraleiters YBCO ($\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-\delta}$) aufgesputtert.
- Für CoFeB wurde eine Schichtdicke von 30 nm verwendet und für Permalloy 50 nm. Für die Verwendung von Permalloy ist es essentiell eine Zwischenschicht von 5 nm STO auf den Supraleiter aufzubringen. Beide Schicht wachsen amorph auf dem Supraleiter auf.

Folgende Wechselwirkungen konnten zwischen der Sensorschicht und dem supraleitenden Material beobachtet werden.

- Ohne STO-Schutzschicht kommt es zur Nickeldiffusion in den Supraleiter und damit zur Verminderung der Stromdichte sowie der Übergangtemperatur.
- Die Sättigungsmagnetisierung bleibt für jedes Material erhalten, die Koerzitivfeldstärke hängt jedoch stark von der Oberflächenstruktur des Supraleiters ab.

Tiefere Temperaturen bei der Röntgenmikroskopie bringen neue Herausforderungen mit sich. Der vormals verwendete TEY-Modus ist oberflächensensitiv und deswegen nur bedingt geeignet für Tieftemperaturmessungen. Grund hierfür ist die Bildung einer Eisschicht auf der Probe und damit eine Reduzierung des Signals. Zur Lösung wurden röntgentransparente Proben hergestellt für die Messung in Transmission. Dies bedeutet eine Reduktion der Substratdicke auf unter 700 nm. Hierfür sind folgende Schritte wichtig:

- Strukturierung der supraleitenden Schicht.
- Beschichten mit der Sensorschicht.
- Mechanisches Dünnen des Substrats.
- Dünnen auf die gewollte Restdicke mittels Focused Ion Beam.

Transmissionsmessungen sind von der Bildung einer Eisschicht auf der Probe unbeeinflusst und erlauben es dauerhaft bei tiefen Temperaturen zu messen.

Die Installation des neuartigen Heliumkryostaten in das Röntgenmikroskop MAXYMUS macht dies zum ersten und einzigen Rasterröntgenmikroskop weltweit welches bei tiefen Temperaturen messen kann. Die Prozessschritte hin zur Präparation von röntgentransparenten, epitaktischen Filmen auf einkristallinen Substraten ist neuartig und eine Erweiterung dieser Methodik zur Abbildung magnetische Strukturen von Supraleitern in höchster magnetischer- und Ortsauflösung. Diese Erweiterungen sollen diese Methode zur Charakterisierung von Supraleitern weiter voranbringen und neue Einblicke in das Verankerungsverhalten des magnetischen Flusses und zukünftig einzelner Flusslinien liefern. Der Vorteil dieser Methode liegt darin, dass anwendungsnahe Proben verwendet werden können, sowie die direkte Korrelation des magnetischen Flusses mit der Oberflächenstruktur. Es konnte eine neue Methode zur Präparation von röntgentransparenten Proben gezeigt werden. Damit verbunden wurden erstmalige Untersuchungen der Verankerung der magnetischen Flussfront in Transmission betrachtet. Hier konnte gezeigt werden, dass die Flussfront an a-achsenorientierten Ausscheidungen verankert werden.

Literaturverzeichnis

- [1] C. Jooss, J. Albrecht, H. Kuhn, S. Leonhardt, and H. Kronmüller, *Magneto-optical studies of current distributions in high- T_c superconductors*, Reports on Progress in Physics, **65** 651–788, doi:10.1088/0034-4885/65/5/202 (2002).
- [2] P. Fischer, D.-H. Kim, W. Chao, J. A. Liddle, E. H. Anderson, and D. T. Attwood, *Soft X-ray microscopy of nanomagnetism*, Materials Today, **9** 26–33, doi:10.1016/S1369-7021(05)71335-3 (2006).
- [3] F. S. Wells, A. V. Pan, X. R. Wang, S. A. Fedoseev, and H. Hilgenkamp, *Analysis of low-field isotropic vortex glass containing vortex groups in $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ thin films visualized by scanning SQUID microscopy*, Scientific Reports, **5** 8677, doi:10.1038/srep08677 (2015).
- [4] C. Di Giorgio, F. Bobba, A. M. Cucolo, A. Scarfato, S. A. Moore, G. Karapetrov, D. D’Agostino, V. Novosad, V. Yefremenko, and M. Iavarone, *Observation of superconducting vortex clusters in S/F hybrids*, Scientific Reports, **6** 38557, doi:10.1038/srep38557 (2016).
- [5] J. R. Kirtley, *Fundamental studies of superconductors using scanning magnetic imaging*, Rep. Prog. Phys., **73** 126501–126501, doi:10.1088/0034-4885/73/12/126501 (2010).
- [6] L. Thiel, D. Rohner, M. Ganzhorn, P. Appel, E. Neu, B. Müller, R. Kleiner, D. Koelle, and P. Maletinsky, *Quantitative nanoscale vortex imaging using a cryogenic quantum magnetometer*, Nature Nanotechnology, **11** 677–681, doi:10.1038/nnano.2016.63 (2016).
- [7] I. Guillamón, H. Suderow, A. Fernández-Pacheco, J. Sesé, R. Córdoba, J. M. De Teresa, M. R. Ibarra, and S. Vieira, *Direct observation of melting in a two-dimensional superconducting vortex lattice*, Nature Physics, **5** 651–655, doi:10.1038/nphys1368 (2009).

- [8] F. S. Wells, A. V. Pan, I. A. Golovchanskiy, S. A. Fedoseev, and A. Rozenfeld, *Observation of Transient Overcritical Currents in YBCO Thin Films using High-Speed Magneto-Optical Imaging and Dynamic Current Mapping*, Scientific Reports, **7** 40235, doi:10.1038/srep40235 (2017).
- [9] A. Palau, S. Valencia, N. Del-Valle, C. Navau, M. Cialone, A. Arora, F. Kronast, D. A. Tennant, X. Obradors, A. Sanchez, and T. Puig, *Encoding Magnetic States in Monopole-Like Configurations Using Superconducting Dots*, Advanced Science, 1600207, doi:10.1002/advs.201600207 (2016).
- [10] V. Rouco, R. Córdoba, J. M. De Teresa, L. A. Rodríguez, C. Navau, N. Del-Valle, G. Via, A. Sánchez, C. Monton, F. Kronast, X. Obradors, T. Puig, and A. Palau, *Competition between Superconductor – Ferromagnetic stray magnetic fields in $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ films pierced with Co nano-rods*, Scientific Reports, **7** 5663, doi:10.1038/s41598-017-05909-6 (2017).
- [11] C. Stahl, P. Audehm, J. Gräfe, S. Ruoß, M. Weigand, M. Schmidt, S. Treiber, M. Bechtel, E. Goering, G. Schütz, and J. Albrecht, *Detecting magnetic flux distributions in superconductors with polarized x-rays*, Physical Review B, **90** 104515, doi:10.1103/PhysRevB.90.104515 (2014).
- [12] H. Kammerlingh-Onnes, *Further experiments with Liquid Helium G. On the electrical resistance of Pure Metals etc. VI. On the Sudden Change in the Rate at which the Resistance of Mercury Disappears*, Leiden Comm., **120b**, doi:http://www.dwc.knaw.nl/DL/publications/PU00013242.pdf (1911).
- [13] C. Stahl, P. Walker, S. Treiber, G. Christiani, G. Schütz, and J. Albrecht, *Using magnetic coupling in bilayers of superconducting YBCO and soft-magnetic CoFeB to map supercurrent flow*, EPL (Europhysics Letters), **106** 27002, doi:10.1209/0295-5075/106/27002 (2014).
- [14] W. Meissner and R. Ochsenfeld, *Ein neuer Effekt bei Eintritt der Supraleitfähigkeit*, Die Naturwissenschaften, **21** 787–788, doi:10.1007/BF01504252 (1933).
- [15] F. London and H. London, *Supraleitung und Diamagnetismus*, Physica, **2** 341–354, doi:10.1016/S0031-8914(35)90097-0 (1935).
- [16] F. London and H. London, *The Electromagnetic Equations of the Supraconductor*, Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences, **149** 71–88, doi:10.1098/rspa.1935.0048 (1935).

-
- [17] L. W. Schubnikow, W. I. Chotkewitsch, and J. N. Rjabinin, *Magnetic properties of superconducting metals and alloys*, Zh. Exper. Theor. Fiz., **7** 221–237 (1937).
- [18] A. A. Abrikosov, *On the Magnetic Properties of Superconductors of the Second Group*, Journal of Experimental and Theoretical Physics, **5** (1957).
- [19] W. Pauli, *Über den Zusammenhang des Abschlusses der Elektronengruppen im Atom mit der Komplexstruktur der Spektren*, Zeitschrift für Physik, **31** 765–783, doi:10.1007/BF02980631 (1925).
- [20] W.-K. Kwok, U. Welp, A. Glatz, A. E. Koshelev, K. J. Kihlstrom, and G. W. Crabtree, *Vortices in high-performance high-temperature superconductors*, Reports on Progress in Physics, **79** 116501, doi:10.1088/0034-4885/79/11/116501 (2016).
- [21] U. Essmann and H. Träuble, *The direct observation of individual flux lines in type II superconductors*, Physics Letters A, **24** 526–527, doi:10.1016/0375-9601(67)90819-5 (1967).
- [22] T. Matsushita, *Flux Pinning in Superconductors*, volume 178 of *Springer Series in Solid-State Sciences*, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, doi:10.1007/978-3-642-45312-0 (2014).
- [23] P. G. DeGennes, *Superconductivity of Metals and Alloys*, Addison-Wesley (1966).
- [24] S. R. Foltyn, L. Civale, J. L. MacManus-Driscoll, Q. X. Jia, B. Maiorov, H. Wang, and M. Maley, *Materials science challenges for high-temperature superconducting wire*, Nature Materials, **6** 631–642, doi:10.1038/nmat1989 (2007).
- [25] A. Campbell and J. Evetts, *Flux vortices and transport currents in type II superconductors*, Advances in Physics, **21** 199–428, doi:10.1080/00018737200101288 (1972).
- [26] C. P. BEAN, *Magnetization of High-Field Superconductors*, Reviews of Modern Physics, **36** 31–39, doi:10.1103/RevModPhys.36.31 (1964).
- [27] M. Indenbom and E. H. Brandt, *Type-II-superconductor strip with current in a perpendicular magnetic field*, Physical Review B, **48** (1993).
- [28] E. H. Brandt, M. V. Indenbom, and A. Forkl, *Type-II Superconducting Strip in Perpendicular Magnetic Field*, Europhysics Letters (EPL), **22** 735–740, doi:10.1209/0295-5075/22/9/017 (1993).

- [29] D. Goll and H. Kronmüller, *High-performance permanent magnets*, Naturwissenschaften, **87** 423–438, doi:10.1007/s001140050755 (2000).
- [30] B. Josephson, *Possible new effects in superconductive tunnelling*, Physics Letters, **1** 251–253, doi:10.1016/0031-9163(62)91369-0 (1962).
- [31] S. Treiber, *Die Stabilität des stromtragenden Zustands in MgB₂ Schichten mit modifizierter Mikrostruktur*, Cuvillier Verlag Göttingen (2012).
- [32] L. A. Dorosinskii, V. I. Nikitenko, A. A. Polyanskii, M. Indenbom, Y. Ossip'yan, and V. Vlasko-Vlasov, *Studies of HTSC crystal magnetization features using indicator magneto-optic films with in-plane anisotropy*, Physica C: Superconductivity, **203** 149–156, doi:10.1016/0921-4534(92)90521-D (1992).
- [33] C. Stahl, *Magnetische Röntgenmikroskopie an Hochtemperatur-Supraleitern*, Cuvillier Verlag Göttingen (2015).
- [34] C. Jooss and A. Forkl, *Thickness and roughness dependence of magnetic flux penetration and critical current densities in YBa₂Cu₃O_{7-δ} thin films*, Physica C: ..., **266** 235–252, doi:http://dx.doi.org/10.1016/0921-4534(96)00339-5 (1996).
- [35] C. Jooss, R. Warthmann, A. Forkl, and H. Kronmüller, *High-resolution magneto-optical imaging of critical currents in YBa₂Cu₃O_{7-δ} thin films*, Physica C: Superconductivity, **299** 215–230, doi:10.1016/S0921-4534(97)01887-X (1998).
- [36] G. Schütz, W. Wagner, W. Wilhelm, P. Kienle, R. Zeller, R. Frahm, and G. Materlik, *Absorption of circularly polarized x rays in iron*, Physical Review Letters, **58** 737–740, doi:10.1103/PhysRevLett.58.737 (1987).
- [37] B. T. Thole, P. Carra, F. Sette, and G. Van Der Laan, *X-ray circular dichroism as a probe of orbital magnetization*, Physical Review Letters, **68** 1943–1946, doi:10.1103/PhysRevLett.68.1943 (1992).
- [38] C. Chen, Y. Idzerda, H.-J. Lin, N. Smith, G. Meigs, E. Chaban, G. Ho, E. Pellegrin, and F. Sette, *Experimental Confirmation of the X-Ray Magnetic Circular Dichroism Sum Rules for Iron and Cobalt*, Physical Review Letters, **75** 152–155, doi:10.1103/PhysRevLett.75.152 (1995).
- [39] P. Carra, B. T. Thole, M. Altarelli, and X. Wang, *X-ray circular dichroism and local magnetic fields*, Physical Review Letters, **70** 694–697, doi:10.1103/PhysRevLett.70.694 (1993).

- [40] J. Stöhr, *Exploring the microscopic origin of magnetic anisotropies with X-ray magnetic circular dichroism (XMCD) spectroscopy*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, **200** 470–497, doi:10.1016/S0304-8853(99)00407-2 (1999).
- [41] J. Stöhr, *X-ray magnetic circular dichroism spectroscopy of transition metal thin films*, Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena, **75** 253–272, doi:10.1016/0368-2048(95)02537-5 (1995).
- [42] M. Weigand, *Scanning X-ray microscopy on magnetic vortex structures*, Cuvillier Verlag Göttingen (2014).
- [43] D. Nolle, M. Weigand, G. Schütz, and E. Goering, *High contrast magnetic and non-magnetic sample current microscopy for bulk and transparent samples using soft X-rays.*, Microscopy and microanalysis : the official journal of Microscopy Society of America, Microbeam Analysis Society, Microscopical Society of Canada, **17** 834–42, doi:10.1017/S1431927611000560 (2011).
- [44] W. Chao, P. Fischer, T. Tyliczszak, S. Rekawa, E. Anderson, and P. Naulleau, *Real space soft x-ray imaging at 10 nm spatial resolution*, Optics Express, **20** 9777, doi:10.1364/OE.20.009777 (2012).
- [45] K. Keskinbora, C. Grévent, and U. Eigenthaler, *Rapid Prototyping of Fresnel Zone Plates via Direct Ga⁺ Ion Beam Lithography for High-Resolution X-ray Imaging*, Acs Nano, **7** 9788–9797, doi:10.1021/nn403295k (2013).
- [46] D. Nolle, M. Weigand, P. Audehm, E. Goering, U. Wiesemann, C. Wolter, E. Nolle, and G. Schütz, *Unique characterization possibilities in the ultra high vacuum scanning transmission x-ray microscope (UHV-STXM) “MAXYMUS” using a rotatable permanent magnetic field up to 0.22 T*, Review of Scientific Instruments, **83** 046112, doi:10.1063/1.4707747 (2012).
- [47] J. G. Bednorz and K. A. Müller, *Possible High T_c Superconductivity in the Ba—La—Cu—O System*, in *Zeitschrift für Physik B Condensed Matter*, volume 193, 267–271, Springer, Dordrecht, doi:10.1007/978-94-011-1622-0_32 (1986).
- [48] M. K. Wu, J. R. Ashburn, C. J. Torng, P. H. Hor, R. L. Meng, L. Gao, Z. J. Huang, Y. Q. Wang, and C. W. Chu, *Superconductivity at 93 K in a new mixed-phase Yb-Ba-Cu-O compound system at ambient pressure*, Physical Review Letters, **58** 908–910, doi:10.1103/PhysRevLett.58.908 (1987).

- [49] J. R. Gavaler, *Superconductivity in NbSingle Bond signGe films above 22 K*, Applied Physics Letters, **23** 480–482, doi:10.1063/1.1654966 (1973).
- [50] Y. Kamihara, H. Hiramatsu, M. Hirano, R. Kawamura, H. Yanagi, T. Kamiya, and H. Hosono, *Iron-Based Layered Superconductor: LaOFeP*, Journal of the American Chemical Society, **128** 10012–10013, doi:10.1021/ja063355c (2006).
- [51] Y. Kamihara, T. Watanabe, M. Hirano, and H. Hosono, *Iron-based layered superconductor La[O_{1-x}F_x]FeAs ($x = 0.05-0.12$) with $T_c = 26$ K*, Journal of the American Chemical Society, **130** 3296–3297, doi:10.1021/ja800073m (2008).
- [52] A. Malozemoff, J. Mannhart, and D. Scalapino, *Hochtemperatur-Supraleiter in der Technik: 20 Jahre Hochtemperatur-Supraleitung*, Physik in unserer Zeit, **37** 162–169, doi:10.1002/piuz.200601103 (2006).
- [53] J. L. MacManus-Driscoll, S. A. Harrington, J. H. Durrell, G. Ercolano, H. Wang, J. H. Lee, C. F. Tsai, B. Maiorov, A. Kursumovic, and S. C. Wimbush, *High current, low cost YBCO conductors—what’s next?*, Superconductor Science and Technology, **23** 034009, doi:10.1088/0953-2048/23/3/034009 (2010).
- [54] M. Kimura, M. Matsuo, M. Murakami, K. Sawano, and S. Matsuda, *Characterization of oxide superconductor by means of X-ray diffractometry and X-ray absorption near edge structure.*, ISIJ International, **29** 213–222, doi:10.2355/isijinternational.29.213 (1989).
- [55] B. Sun, P. Hartman, C. Woensdregt, and H. Schmid, *Structural morphology of YBa₂Cu₃O_{7-x}*, Journal of Crystal Growth, **100** 605–614, doi:10.1016/0022-0248(90)90259-N (1990).
- [56] Y. X. Guo, R. Høier, T. Graf, and Fischer, *A TEM study of microstructures in a YBCO oxide formed by 123 and CuO intergrowth*, Physica C: Superconductivity and its applications, **199** 435–444, doi:10.1016/0921-4534(92)90431-B (1992).
- [57] J. M. Tranquada, A. H. Moudden, A. I. Goldman, P. Zolliker, D. E. Cox, G. Shirane, S. K. Sinha, D. Vaknin, D. C. Johnston, M. S. Alvarez, A. J. Jacobson, J. T. Lewandowski, and J. M. Newsam, *Antiferromagnetism in YBa₂Cu₃O_{6+x}*, Physical Review B, **38** 2477–2485, doi:10.1103/PhysRevB.38.2477 (1988).

- [58] J. D. Jorgensen, B. W. Veal, a. P. Paulikas, L. Nowicki, G. W. Crabtree, H. Claus, and W. K. Kwok, *Structural properties of oxygen-deficient $YBa_2Cu_3O_{7-d}$* , Physical Review B, **41** 1863, doi:10.1103/PhysRevB.41.1863 (1990).
- [59] P. Manca, S. Sanna, G. Calestani, A. Migliori, S. Lapinskas, and E. E. Tornau, *Orthorhombic low-temperature superstructures in $YBa_2Cu_3O_{6+x}$* , Physical Review B, **63** 134512, doi:10.1103/PhysRevB.63.134512 (2001).
- [60] D. Pal, S. Ramakrishnan, A. K. Grover, D. Dasgupta, and B. K. Sarma, *Vortex phase diagram of a weakly pinned $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ crystal for $H \parallel c$* , Superconductor Science and Technology, **15** 258–261, doi:10.1088/0953-2048/15/2/314 (2002).
- [61] E. H. Brandt and U. Essmann, *The Flux-Line Lattice in Type-II Superconductors*, physica status solidi (b), **144** 13–38, doi:10.1002/pssb.2221440103 (1987).
- [62] R. A. Doyle, A. M. Campbell, and R. E. Somekh, *Direct observation of intrinsic pinning in YBCO thin films*, Physical Review Letters, **71** 4241–4244, doi:10.1103/PhysRevLett.71.4241 (1993).
- [63] H. Hilgenkamp and J. Mannhart, *Grain boundaries in high- T_c superconductors*, Reviews of Modern Physics, **74** 485–549, doi:10.1103/RevModPhys.74.485 (2002).
- [64] A. A. Polyanskii, A. Gurevich, A. E. Pashitski, N. F. Heinig, R. D. Redwing, J. E. Nordman, and D. C. Larbalestier, *Magneto-optical study of flux penetration and critical current densities in $[001]$ tilt $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ thin-film bicrystals*, Physical Review B, **53** 8687–8697, doi:10.1103/PhysRevB.53.8687 (1996).
- [65] D. Dimos, P. Chaudhari, and J. Mannhart, *Superconducting transport properties in $YBa_2Cu_3O_7$ bicrystals*, Physical Review B, **41** 4038–4049, doi:10.1103/PhysRevB.41.4038 (1990).
- [66] K. Guth, V. Born, C. Brandt, S. Sievers, H. C. Freyhardt, and C. Jooss, *Improved grain boundary currents in textured $YBa_2Cu_3O_\delta$ thin films on bicrystalline Ni substrates*, Superconductor Science and Technology, **17** 65–70, doi:10.1088/0953-2048/17/1/011 (2004).
- [67] M. Carmody, L. Marks, and K. Merkle, *Current transport along grain boundaries in d -wave superconductors*, Physica C: Superconductivity, **370** 228–238, doi:10.1016/S0921-4534(01)00946-7 (2002).

- [68] E. Agostinelli, S. Kaciulis, and M. Vittori-Antisari, *Great reduction of particulates in pulsed laser deposition of Ag–Co films by using a shaded off-axis geometry*, Applied Surface Science, **156** 143–148, doi:10.1016/S0169-4332(99)00490-0 (2000).
- [69] A. Inam, C. T. Rogers, R. Ramesh, K. Remschnig, L. Farrow, D. Hart, T. Venkatesan, and B. Wilkens, *a-axis oriented epitaxial $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ - $PrBa_2Cu_3O_{7-y}$ heterostructures*, Applied Physics Letters, **57** 2484–2486, doi:10.1063/1.104179 (1990).
- [70] X. Y. Zheng, D. H. Lowndes, S. Zhu, J. D. Budai, and R. J. Warmack, *Early stages of YBCO epitaxial growth on MgO and STO*, Physical Review B, **45** 7584 (1992).
- [71] I. Markov and S. Stoyanov, *Mechanisms of epitaxial growth*, Contemporary Physics, **28** 267–320, doi:10.1080/00107518708219073 (1987).
- [72] R. Wördenweber, *Growth of high- T_c thin films*, Superconductor Science and Technology, **12** R86–R102, doi:10.1088/0953-2048/12/6/202 (1999).
- [73] H. Jaeger, *Screw dislocations: The key to high critical currents in $YBa_2Cu_3O_7$* , Advanced Materials, **3** 509–511, doi:10.1002/adma.19910031013 (1991).
- [74] B. Holzapfel, B. Roas, L. Schultz, P. Bauer, and G. Saemann-Ischenko, *Off-axis laser deposition of $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ thin films*, Applied Physics Letters, **61** 3178–3180, doi:10.1063/1.107951 (1992).
- [75] L. Kipgen, H. Fulara, M. Raju, and S. Chaudhary, *In-plane magnetic anisotropy and coercive field dependence upon thickness of CoFeB*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, **324** 3118–3121, doi:10.1016/j.jmmm.2012.05.012 (2012).
- [76] J. Hayakawa, S. Ikeda, F. Matsukura, H. Takahashi, and H. Ohno, *Dependence of Giant Tunnel Magnetoresistance of Sputtered CoFeB/MgO/CoFeB Magnetic Tunnel Junctions on MgO Barrier Thickness and Annealing Temperature*, Japanese Journal of Applied Physics, **44** L587–L589, doi:10.1143/JJAP.44.L587 (2005).
- [77] H. Meng, W. H. Lum, R. Sbiaa, S. Y. H. Lua, and H. K. Tan, *Annealing effects on CoFeB-MgO magnetic tunnel junctions with perpendicular anisotropy*, Journal of Applied Physics, **110** 033904, doi:10.1063/1.3611426 (2011).
- [78] D. García, J. Muñoz, G. Kurlyandskaya, M. Vázquez, M. Ali, and M. Gibbs, *Induced anisotropy, magnetic domain structure and magnetoimpedance effect in CoFeB amorphous thin films*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials, **191** 339–344, doi:10.1016/S0304-8853(98)00262-5 (1999).

- [79] G. Nahrwold, J. M. Scholtyssek, S. Motl-Ziegler, O. Albrecht, U. Merkt, and G. Meier, *Structural, magnetic, and transport properties of Permalloy for spintronic experiments*, Journal of Applied Physics, **108**, doi:10.1063/1.3431384 (2010).
- [80] N. Koshizuka and S. Tajima, *Advances in Superconductivity XI*, Springer (1998).
- [81] J. Albrecht, S. Soltan, and H.-U. Habermeier, *Magnetic pinning of flux lines in heterostructures of cuprates and manganites*, Physical Review B, **72** 092502, doi:10.1103/PhysRevB.72.092502 (2005).
- [82] J. Albrecht, *Temperature-dependent pinning of vortices in low-angle grain boundaries in $YBa_2Cu_3O_{7-d}$* , Physical Review B, **68** 054508, doi:10.1103/PhysRevB.68.054508 (2003).
- [83] C. Katzer, C. Stahl, P. Michalowski, S. Treiber, F. Schmidl, P. Seidel, J. Albrecht, and G. Schütz, *Gold nanocrystals in high-temperature superconducting films: Creation of pinning patterns of choice*, New Journal of Physics, **15** 113029, doi:10.1088/1367-2630/15/11/113029 (2013).
- [84] F. Colauto, D. Carmo, A. M. H. de Andrade, A. A. M. Oliveira, W. A. Ortiz, and T. H. Johansen, *Anisotropic thermomagnetic avalanche activity in field-cooled superconducting films*, Physical Review B, **96** 060506, doi:10.1103/PhysRevB.96.060506 (2017).
- [85] Z. Sefrioui, D. Arias, V. Peña, J. E. Villegas, M. Varela, P. Prieto, C. León, J. L. Martinez, and J. Santamaria, *Ferromagnetic/superconducting proximity effect in $La_{0.7}Ca_{0.3}MnO_3/YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ superlattices*, Physical Review B, **67** 214511, doi:10.1103/PhysRevB.67.214511 (2003).
- [86] J. Albrecht, A. T. Matveev, J. Stremper, H. U. Habermeier, D. V. Shantsev, Y. M. Galperin, and T. H. Johansen, *Dramatic role of critical current anisotropy on flux avalanches in MgB_2 films*, Physical Review Letters, **98** 3–6, doi:10.1103/PhysRevLett.98.117001 (2007).
- [87] L. N. Bulaevskii, E. M. Chudnovsky, and M. P. Maley, *Magnetic pinning in superconductor-ferromagnet multilayers*, Applied Physics Letters, **76** 2594–2596, doi:10.1063/1.126419 (2000).
- [88] C. Stahl, *Magnetooptische Untersuchungen an granularen und beschichteten MgB_2 Filmen*, Diplomarbeit, Universität Stuttgart (2011).

- [89] S. Ruoss, C. Stahl, J. Bayer, G. Schutz, J. Albrecht, and F. Laviano, *High-Resolution Analysis of Currents at Low-Angle Grain Boundaries in YBCO Thin Films Using Magneto-optics and Magnetic X-Ray Microscopy*, IEEE Transactions on Applied Superconductivity, **26** 1–6, doi:10.1109/TASC.2016.2549180 (2016).
- [90] J. Mannhart, G. Hammerl, A. Schmehl, R. R. Schulz, B. Goetz, H. Bielefeldt, C. W. Schneider, and H. Hilgenkamp, *Enhanced supercurrent density in polycrystalline $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ at 77 K from calcium doping of grain boundaries*, Nature, **407** 162–164, doi:10.1038/35025014 (2000).
- [91] A. Gurevich and L. D. Cooley, *Anisotropic flux pinning in a network of planar defects*, Physical Review B, **50** 13563–13576, doi:10.1103/PhysRevB.50.13563 (1994).
- [92] J. Albrecht, S. Leonhardt, and H. Kronmüller, *Influence of vortex-vortex interaction on critical currents across low-angle grain boundaries in $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ thin films*, Physical Review B, **63** 7, doi:10.1103/PhysRevB.63.014507 (2000).
- [93] C. Stahl, S. Ruoss, M. Weigand, M. Bechtel, G. Schütz, and J. Albrecht, *Magnetic x-ray microscopy at low temperatures – Visualization of flux distributions in superconductors*, in *AIP Proceedings*, volume 1696, 020031, doi:10.1063/1.4937525 (2016).
- [94] A. Hindmarch, C. Kinane, M. MacKenzie, J. Chapman, M. Henini, D. Taylor, D. Arena, J. Dvorak, B. Hickey, and C. Marrows, *Interface Induced Uniaxial Magnetic Anisotropy in Amorphous $CoFeB$ Films on $AlGaAs(001)$* , Physical Review Letters, **100** 117201, doi:10.1103/PhysRevLett.100.117201 (2008).
- [95] D. Atkinson, D. a. Allwood, G. Xiong, M. D. Cooke, C. C. Faulkner, and R. P. Cowburn, *Magnetic domain-wall dynamics in a submicrometre ferromagnetic structure.*, Nature materials, **2** 85–7, doi:10.1038/nmat803 (2003).
- [96] T. Trunk, M. Redjfal, A. Kákay, M. F. Ruane, and F. B. Humphrey, *Domain wall structure in Permalloy films with decreasing thickness at the Bloch to Néel transition*, Journal of Applied Physics, **89** 7606–7608, doi:10.1063/1.1355357 (2001).
- [97] S. Ruoss, C. Stahl, M. Weigand, P. Zahn, J. Bayer, G. Schütz, and J. Albrecht, *The role of individual defects on the magnetic screening of HTSC films*, New Journal of Physics, **18** 103044, doi:10.1088/1367-2630/18/10/103044 (2016).

-
- [98] D. S. Gemmell, *Channeling and related effects in the motion of charged particles through crystals*, *Reviews of Modern Physics*, **46** 129–227, doi:10.1103/RevModPhys.46.129 (1974).
- [99] C. A. Volkert and A. M. Minor, *Focused Ion Beam Microscopy and Micromachining*, *MRS Bulletin*, **32** 389–399, doi:10.1557/mrs2007.62 (2007).
- [100] F. Hofmann, E. Tarleton, R. J. Harder, N. W. Phillips, P.-W. Ma, J. N. Clark, I. K. Robinson, B. Abbey, W. Liu, and C. E. Beck, *3D lattice distortions and defect structures in ion-implanted nano-crystals*, *Scientific Reports*, **7** 45993, doi:10.1038/srep45993 (2017).
- [101] B. Henke, E. Gullikson, and J. Davis, *X-Ray Interactions: Photoabsorption, Scattering, Transmission, and Reflection at $E = 50\text{--}30,000$ eV, $Z = 1\text{--}92$* , *Atomic Data and Nuclear Data Tables*, **54** 181–342, doi:10.1006/adnd.1993.1013 (1993).
- [102] *XMCD Transmission Values*.
- [103] S. Ruoß, C. Stahl, M. Weigand, G. Schütz, and J. Albrecht, *High-resolution dichroic imaging of magnetic flux distributions in superconductors with scanning x-ray microscopy*, *Applied Physics Letters*, **106** 022601, doi:10.1063/1.4905658 (2015).
- [104] D. B. Jan, J. Y. Coulter, M. E. Hawley, L. N. Bulaevskii, M. P. Maley, Q. X. Jia, B. B. Maranville, F. Hellman, and X. Q. Pan, *Flux pinning enhancement in ferromagnetic and superconducting thin-film multilayers*, *Applied Physics Letters*, **82** 778–780, doi:10.1063/1.1542674 (2003).
- [105] Y. Li, S. Linzen, F. Machalett, F. Schmidl, and P. Seidel, *Recovery of superconductivity and recrystallization of ion-damaged $YBa_2Cu_3O_{7-x}$ films after thermal annealing treatment*, *Physica C: Superconductivity*, **243** 294–302, doi:10.1016/0921-4534(95)00015-1 (1995).
- [106] J. Huang, L. Li, X. Wang, Z. Qi, M. A. P. Sebastian, T. J. Haugan, and H. Wang, *Enhanced Flux Pinning Properties of YBCO Thin Films with Various Pinning Landscapes*, *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, **27**, doi:10.1109/TASC.2016.2637315 (2017).
- [107] L. Opherden, M. Sieger, P. Pahlke, R. Hühne, L. Schultz, A. Meledin, G. Van Tendeloo, R. Nast, B. Holzapfel, M. Bianchetti, J. L. MacManus-Driscoll, and

J. Hänisch, *Large pinning forces and matching effects in $YBa_2Cu_3O_{7-\delta}$ thin films with $Ba_2Y(Nb/Ta)O_6$ nano-precipitates*, Scientific Reports, **6** 21188, doi:10.1038/srep21188 (2016).

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich bei allen Personen bedanken die mich während meiner Promotionsphase unterstützt haben vor Allem bei:

Als erstes möchte ich Herrn Prof. Dr. Paul Seidel für die Übernahme des Hauptberichts Weiterhin möchte ich Prof. Dr. Joachim Albrecht, der mich während der Masterarbeit und der Doktorarbeit immer unterstützt und das von ihm mir entgegen gebrachte Vertrauen bedanken.

Bei Frau Prof. Dr. Gisela Schütz welche es mir ermöglicht hat meine Arbeit am Max-Planck-Institut durch zu führen.

Frau Dr. Claudia Stahl für die tolle Zusammenarbeit und die gegenseitige Unterstützung während zahlreicher Strahlzeiten.

Julian Simmendinger mit dem ich das letzte Jahr erfolgreich zusammen arbeiten durfte.

Herrn Dr. Markus Weigand für die Unterstützung in Berlin und allem was im Zusammenhang mit dem MAXYMUS steht.

Herrn Michael Bechtel für die technische Unterstützung in Berlin.

Meinen zwei ehemaligen Masterstudenten, Jonas Bayer und Patrick Zahn, mit denen ich tolle Zeiten im Labor und in Berlin verbringen durfte.

Bernd Ludescher für jegliche technische Unterstützung in Stuttgart.

Therese Dragon für die Präparation der Proben und der allgemeinen Unterstützung in Stuttgart.

Ulrike Eigenthaler für die Einweisung in das FIB und für den morgentlichen Espresso.

Natürlich auch der ganzen Abteilung Schütz für die super Zeit am MPI und die oftmals auch verrückten Experimente.

Meinen zwei Kommilitonen und besten Freunden Thomas Ettl und Fabian Schuster für die super Zeit während dem Studium und die dauerhafte Unterstützung.

Meiner Freundin Dorothea die mich gerade in der Endphase der Arbeit immer motiviert und unterstützt hat.

Und natürlich meinen Eltern die es mir das Studium überhaupt ermöglicht haben und diese Arbeit durchzuführen.

Ehrenwörtliche Erklärung

Ich erkläre hiermit ehrenwörtlich, dass ich die vorliegende Arbeit selbständig, ohne unzulässiger Hilfe Dritter und ohne Benutzung anderer als der angegebenen Hilfsmittel und Literatur angefertigt habe. Die aus den Quellen direkt oder indirekt übernommenen Daten und Konzepte sind unter Angabe von Quellen gekennzeichnet.

Weitere Personen waren an der inhaltlich-materiellen Erstellung der vorliegenden Arbeit nicht beteiligt. Insbesondere habe ich hierfür nicht die entgeltliche Hilfe von Vermittlungs- bzw. Beratungsdiensten (Promotionsberater oder andere Personen) in Anspruch genommen. Niemand hat von mir unmittelbar oder mittelbar geldwerte Leistungen für Arbeiten erhalten, die im Zusammenhang mit dem Inhalt der vorgelegte Dissertation stehen.

Die Arbeit wurde bisher weder im In- noch im Ausland in gleicher oder ähnlicher Form einer anderen Prüfungsbehörde vorgelegt.

Die geltende Promotionsordnung der Physikalische-Astronomischen Fakultät ist mir bekannt.

Ich versichere ehrenwörtlich, dass ich nach bestem Wissen die reine Wahrheit gesagt und nichts verschwiegen habe.

Ort, Datum

Stephen Ruoff