

Herstellung von speziellen MFM-Cantilevern für HF-MFM

M. R. Koblischka¹, M. Kirsch¹, U. Hartmann¹ und Th. Sulzbach²



¹Institut für Experimentalphysik, Universität des Saarlandes, Postfach 151150, 66041 Saarbrücken

²Nanoworld Services GmbH, Schottkystrasse 10, 91058 Erlangen



Zusammenfassung

Für die magnetische Abbildung werden bei der Hochfrequenz-MFM (HF-MFM)-Technik MFM-Cantilever benötigt, die auch bei hohen Frequenzen (derzeit bis zu 650 MHz, geplant bis 2 GHz) noch eine magnetische Hysterese aufweisen. Aus diesem Grund bespinnen wir kommerzielle, mikrostrukturierte Si-Cantilever mit verschiedenen Ferrit- und Granat-Schichten. Die Herstellungsparameter der Schichten auf (111) Si-Substraten und Cantilevern und die resultierenden Eigenschaften werden im Detail diskutiert.

Einführung

Ziel dieser Arbeit ist es, weichmagnetische Beschichtungen, die auch bei hohen Frequenzen noch eine magnetische Hysterese aufweisen, auf Silizium-Substraten (AFM-Cantilever) herzustellen. Ausserdem ist die Herstellung von magnetischen Schichten auf Silizium-Substraten, mit und ohne Zwischenschichten zur Förderung des Kristallwachstums, ein wichtiges Thema der Magneto-Elektronik. Hierzu zählen Anwendungen z.B. in der Mobilfunkkommunikation als Höchstfrequenzleiterplatten, Absorbermaterialien, etc.) [1].

Zur Verwendung der mikrostrukturierten Si-Cantilever (Nanoworld Services GmbH, 75 kHz, 3 N/m) für MFM-Abbildungen ist es nötig, keine Zwischenschichten einzuführen, da die Beschichtung insgesamt sonst zu dick werden würde und sich die mechanischen Eigenschaften der Cantilever verändern könnten. Deshalb wird in dieser Arbeit versucht, Ferritschichten direkt auf [100] und [111] Si-Substrate zu sputtern, was den Kristalloberflächen der mikrostrukturierten Si-Cantilever entspricht.

Experimentelles

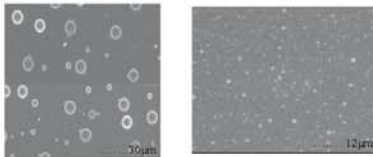
Als Ferritmaterial wurde kommerziell hergestelltes (Ni,Zn)-Ferrit [2] ausgewählt, das bis zu Frequenzen von 200 MHz ein hysteretisches Verhalten aufweist. Für höhere Frequenzen bis zu 2 GHz ist geplant, Granate und/oder Hexaferrite zu verwenden.

Die Schichten werden mit Hilfe von rf-Magnetron-Sputtern hergestellt.

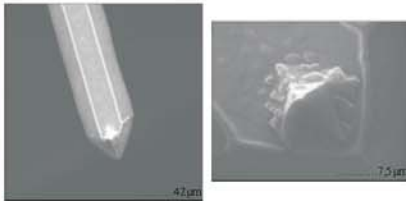
Zum Einsatz kam die Anlage MICROSYS 350 der Firma Roth & Rau Oberflächentechnik GmbH mit der rf-Magnetron-Sputterquelle ONYX-2STD. Die Schichtabscheidung erfolgte zunächst auf in Ultraschallbad gereinigtem Si (111), später auf Si-Cantilever. Bei einem Arbeitsdruck von 3×10^{-3} mbar in Argon und einer Sputterleistung von 50 W, betrug die Sputterzeit ca. 55 min. Zur Ermittlung der optimalen Abscheidebedingungen wurden die Versuchsparameter um diese Werte variiert.

Die gesputterten Filme (typische Filmdicke ca. 50 nm) wurden anschließend einem Annealing an Luft (bei ca. 1000°C) unterzogen.

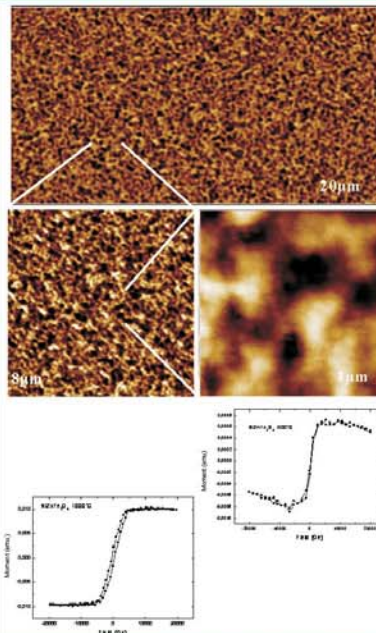
Die Analyse der fertigen Filme auf Si-Substraten wurde mit Hilfe von Röntgenmessungen, MFM-Abbildungen der Domänenstruktur, Hysteremessungen und mittels Elektron-Backscatter-Diffraktion (EBSD) durchgeführt. Die EBSD-Technik (als Zusatz im REM) erlaubt es, die Orientierung einzelner Körner direkt zu messen und eine qualitative Analyse der Filme zu erhalten (Korngrösse, Misorientierung). EBSD-Analysen von oxidischen Materialien sind erst seit kurzen möglich [3]; magnetische Materialien wurden bislang noch gar nicht untersucht.



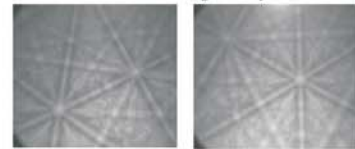
SEM-Abbildungen von Ferritfilm-Oberflächen.
Links: NiZnFe₂O₄ bei T_A = 950°C über 10 min
Rechts: NiZnFe₂O₄ bei T_A = 1000°C über 20 min



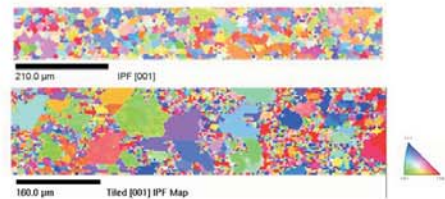
SEM-Abbildungen von beschichteten Si-Cantilevern.
Links: Hebelarm
Rechts: die eigentliche pyramidenförmige Spitze



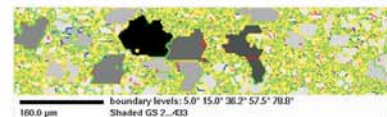
EBSD- und Röntgenanalyse



Kikuchi Streifenmuster, kubische Kristallstruktur



EBSD-Korn-Orientierungskarten in [001]-Richtung, d.h. senkrecht zur Probenoberfläche. Die Orientierung ist im stereographischen Dreieck gegeben.



EBSD-Misorientierungskarte mit eingezeichneten Korngrenzen

Ergebnisse

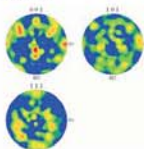
Zunächst wurden die Herstellungsparameter beim Sputtervorgang optimiert. Durch häufiges Wiederholen der Reinigungsschritte mit Aceton und Isopropanol im Ultraschallbad und anschließendem Ionenätzen wurde die Grundlage für eine optimale Schichtqualität geschaffen. Die besten Abscheidebedingungen beim Sputtern wurden durch Variation der Sputterparameter um die oben genannten Werte erhalten, wobei rf-Magnetron-Sputtern dem DC-Sputtern qualitativ vorzuziehen ist.

Als Ferrit-Targetmaterialien werden neben Spinellen (NiZnFe₂O₄ und MnZnFe₂O₄) auch Hexaferrit-Strukturen (Ba₂Co₂Fe₂O₄₁ [Z-type]) getestet, da diese für Hochfrequenzmessungen bis 10 GHz geeignet sind. Dabei sind unterschiedliche Annealing-Temperaturen zwischen 800°C und 1000°C zu beachten.

Die MFM-Aufnahmen zeigen die dem Magnetit ähnliche Domänenstruktur. Somit liegt die Vermutung nahe, dass in-plane-Magnetisierung vorliegt (was dadurch bestätigt wird, dass keine Anisotropie zu erwarten ist).

Magnetische Hysterese: VSM-Messungen der gesputterten Dünnfilme ergaben typische schmale NiZnFe₂O₄-Hysteresen [4].

EBSD-Analyse: Die hier gezeigten EBSD-Karten sind die ersten, die von magnetischen Oxiden angefertigt wurden. Die Ergebnisse zeigen deutlich, dass auf diese Weise eine verbesserte Analyse der Mikrostruktur möglich wird. Die IPF-Karten (IPF = Inverse Pole Figures) zeigen auf, dass die hergestellten Ferritfilme keine Textur aufweisen. Die Korngrößen betragen bis ca. 100 nm, zusammen mit einer grossen Anzahl von Körnern im Bereich 2-5 nm. Die meanderförmigen Domänenstrukturen, die in den MFM-Aufnahmen zu sehen sind, sind nur in den ausgedehnten Körnern zu beobachten.



EBSD-Polfigur, errechnet aus den gegenüber gezeigten Karten.

Mit Hilfe der EBSD-Technik sollte es möglich werden, auch die Kornorientierung entlang der Pyramidenflächen ([111]-Si-Flächen) am Cantilever selbst zu messen, um damit Aussagen über die Feldverteilung machen zu können. Dies wird eine bessere Modellierung der Feldverteilung der Cantilever ermöglichen. Es ist weiterhin geplant, die Eigenschaften der so erhaltenen Cantilever mit einem sogenannten Cantilever-Magnetometer [5] direkt zu messen.

Zusammenfassung

Mit Hilfe von Ferrit-Dünnfilmen wird die Entwicklung einer HF-MFM Methode zur Visualisierung von Hochfrequenz-Verhalten magnetischer Materialien und deren Einsatz in Festplattenköpfen ermöglicht. Die mit Ferriten beschichteten Cantilever und die damit verbundene Entwicklung neuartiger MFM-Tips (in Zusammenarbeit mit Nanoworld Services GmbH) sind für Hochfrequenzmessungen geeigneter als die üblichen CoCr-Tips. Mit diesem Verfahren wird es auch möglich sein, Domänenbewegungen in weichmagnetischen Materialien mit hoher räumlicher Auflösung zu beobachten.

Literatur

- [1] F. Gräbner et al., Materialwissenschaft und Werkstofftechnik (2002)
- T. Kado, Thin Solid Films 459 (2004) 187;
- A. Takayama et al., Solid State Ionics 172 (2004) 257;
- N.C. Pamanik et al., Materials Letters 59 (2005) 468.
- [2] Datenblatt Kaschke, Göttingen, K40 (Mn,Zn)-Ferrit
- [3] A. Koblischka-Veneva et al., Supercond. Sci. Technol. 15 (2002) 796.
- [4] J. Smit, H.P.J. Wijn, Ferrite; Philips tech. lib., Eindhoven (1960)
- [5] E. Finot et al., Ultramicroscopy 86 (2001) 175.

Danksagung

Diese Arbeit ist Teil des EU-Projektes "ASPRINT". Ausserdem danken wir A. Koblischka-Veneva für die Durchführung der EBSD-Analysen (DFG-Projekt Mu959/12).