

Vergleich der magnetischen Eigenschaften elektrolytisch niedergeschlagener Nickelschichten aus ballistischen Messungen und aus der elektrischen Widerstandsänderung im Magnetfeld

Von LUDWIG REIMER

Aus dem Physikalischen Institut der Universität Münster (Westf.)
(Z. Naturforschg. 12 a, 558—561 [1957]; eingegangen am 12. April 1957)

An elektrolytisch niedergeschlagenen Nickelschichten verschiedener Struktur, die von der Unterlage abgelöst werden, sind Messungen der elektrischen Widerstandsänderung im Magnetfeld durchgeführt. Die hieraus sich ergebenden Koerzitivkräfte und Formen der Hystereseschleifen werden mit ballistischen Messungen an denselben Schichten verglichen. Ein Vergleich dieser beiden Meßverfahren gestattet Rückschlüsse über die Magnetisierungsvorgänge in den dünnen Schichten mit Eindomänenstruktur.

Von ITTERBEEK und Mitarbb.¹ ist bereits die elektrische Widerstandsänderung im Magnetfeld ausgenutzt worden, um Aussagen über die magnetischen Eigenschaften dünner Schichten zu gewinnen. Eine eingehende Untersuchung über die magnetische Widerstandsänderung an ferromagnetischen Aufdampfschichten auf Glasunterlage stammt von HELLENTHAL². Vom Verfasser wurden Versuche mit der ballistischen Meßmethode an elektrolytisch niedergeschlagenen Nickelschichten durchgeführt^{3, 4, 5}. Um weitere Aussagen über die Magnetisierungsvorgänge in dünnen Schichten zu erhalten, wurden einige Schichten mit Chromsäurelösung von der Kupferunterlage heruntergelöst und auf Glasträger aufgefangen.

Die elektrische Widerstandsänderung im Magnetfeld kann man in der Form

$$\Delta\varrho/\varrho = A + B \cos^2 \vartheta \quad (1)$$

darstellen. Bei konstanter Temperatur ist der zweite Term von Bedeutung, der besagt, daß die Widerstandsänderung proportional dem Mittelwert über $\cos^2 \vartheta$ ist, wobei ϑ den Winkel zwischen Stromrichtung und Magnetisierungsrichtung bedeutet. Man kann aus den Messungen den Mittelwert von $\cos^2 \vartheta_E$ für den entmagnetisierten Zustand und $\cos^2 \vartheta_R$ für den Punkt der Remanenz entnehmen. Hierfür benötigt man einen Bezugspunkt für $\cos^2 \vartheta = 0$ und 1, den man nach Abb. 1 aus Messungen des longitudinalen und transversalen Widerstandseffektes erhalten kann.

ten kann, wenn man den Abfall bei großen Feldstärken (hervorgerufen durch Zunahme der spontanen Magnetisierung) auf die Feldstärke Null extrapoliert. Ein Vorteil bei der Messung der elektrischen Widerstandsänderung dünner Schichten liegt

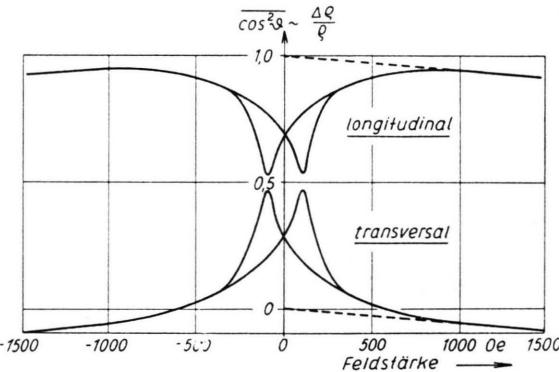


Abb. 1. Longitudinaler und transversaler Widerstandseffekt an einer 200 Å dicken elektrolytisch niedergeschlagenen Nickelschicht auf Elektrolytkupfer als Unterlage.

darin, daß man beim transversalen Widerstandseffekt mit dem Magnetfeld innerhalb der Schichtebene bleiben kann, so daß keine Komplikationen durch Entmagnetisierung auftreten, wie es bei den Messungen an Drähten der Fall ist.

Unter bestimmten Voraussetzungen kann man aus dem Minimum der Widerstandsänderung des longitudinalen Effektes eine der Koerzitivkraft analoge Größe erhalten. Daß diese nicht immer mit der bal-

¹ A. VAN ITTERBEEK u. A. DE BOCK, Ann. phys., Paris **20**, 636 [1945].

² W. HELLENTHAL, Dissertation, Münster 1956.

³ L. REIMER, Z. Naturforschg. **10 a**, 1030 [1955].

⁴ L. REIMER, Z. Naturforschg. **11 a**, 649 [1956].

⁵ L. REIMER, Z. Naturforschg. **12 a**, 550 [1957], voranstehende Arbeit.



listisch gemessenen Koerzitivkraft übereinzustimmen braucht, soll Abb. 2 veranschaulichen. Wenn die Magnetisierungskurve jedes Teilstückes mit der

und nur die relativen Werte von $\cos^2 \theta_E$ in dieser Arbeit interessieren.

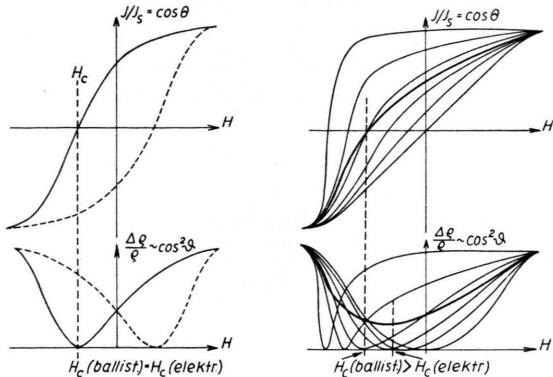


Abb. 2. Zusammenhang zwischen ballistischen Messungen und Messungen der elektrischen Widerstandsänderung, a) die Magnetisierungskurve jedes einzelnen Kristalliten stimmt mit der Magnetisierungskurve der gesamten Probe überein, b) Überlagerung verschiedener geformter Magnetisierungskurven. (Der Übersicht wegen ist nur ein Ast der Magnetisierungskurve eingezeichnet.)

mittleren Magnetisierungskurve der gesamten Probe übereinstimmt (Abb. 2 a), so wird das Minimum der elektrischen Widerstandsänderung bei der gleichen Feldstärke liegen wie die Koerzitivkraft. Bei einer Überlagerung verschiedener geformter Magnetisierungskurven (Abb. 2 b) wird dagegen die Koerzitivkraft der mittleren Magnetisierungskurve (stark ausgezeichnet) nicht mit dem Minimum der elektrischen Widerstandsänderung übereinstimmen. In dem gezeichneten Beispiel ist die Feldstärke, bei der das Minimum der elektrischen Widerstandsänderung liegt, etwa halb so groß wie die ballistisch gemessene Koerzitivkraft.

Experimentelle Durchführung

Die von der Kupferunterlage abgelösten Nickelschichten (Streifen von $4 \times 30 \text{ mm}^2$) wurden auf Glsträger aufgefangen und an den Enden mit Silber bedampft. Durch Leitsilberpasta wurde der elektrische Kontakt zwischen Silberschicht und Messingkontakte hergestellt. Die Messingkontakte befanden sich auf einer besonders geformten Pertinaxplatte (Abb. 3), die es gestattete, durch Drehung der Platte in den Feldspule direkt vom longitudinalen zum transversalen Widerstandseffekt überzugehen. Die Messung der elektrischen Widerstandsänderung erfolgte in einer abgestimmten WHEATSTONESchen Brückenanordnung durch Ablesen des Galvanometerausschlages. Eine Absoluteichung des Galvanometerausschlages erübrigte sich, da die aufgefangenen Schichten zum Teil Risse zeigen

Meßergebnisse und Diskussion

Es wurden zwei Schichttypen elektrolytisch niedergeschlagener Nickelschichten mit verschiedener Unterlage untersucht, die auch bereits früher einer eingehenden Diskussion unterzogen wurden^{4, 5}: I. Schichten auf ebenfalls elektrolytisch abgeschiedenem Kupfer als Unterlage und II. auf Kupferaufdampfschicht auf Glas als Unterlage. Diese Schichten zeigten bemerkenswerte Unterschiede in der elektronenmikroskopischen Struktur und in den magnetischen Eigenschaften. Während die Schichten I aus ausgedehnten Einkristalllamellen bestehen und

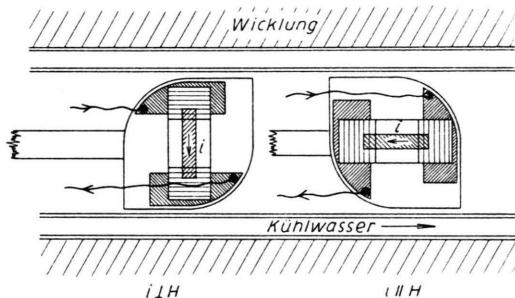


Abb. 3. Probenhalterung zur Messung des longitudinalen und transversalen Widerstandeffektes.

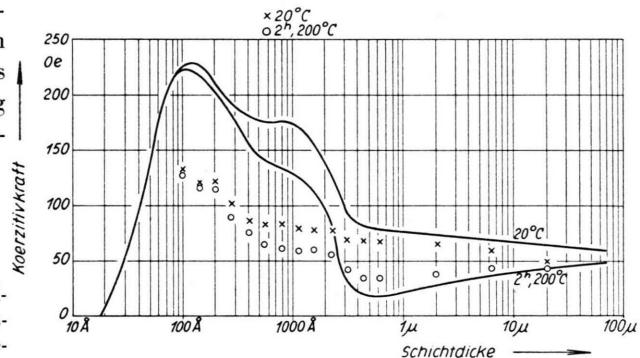


Abb. 4. Vergleich der Koerzitivkräfte von elektrolytisch niedergeschlagenen Nickelschichten auf Elektrolytkupfer als Unterlage nach ballistischen Messungen (ausgezeichnete Kurven) und aus der longitudinalen Widerstandsänderung (einzelne Meßpunkte) nach Herstellung (x) und nach 2 h Temperung bei 200 °C (o).

bei dünnen Schichten mit Eindomänenstruktur die magnetischen Eigenschaften durch Form-Anisotropie bestimmt werden, sind die Schichten II sehr feinkristallin und zeigen Kristall-Anisotropie.

Die Messungen der „Koerzitivkraft“ aus den elektrischen Messungen sind in Abb. 4 und 5 für diese beiden Schichttypen mit ballistischen Messungen der Koerzitivkraft verglichen. Daß bei den dicken Schichten oberhalb 1000 Å keine Übereinstimmung der beiden Meßverfahren in beiden Fällen zu verzeichnen ist, ist zu erwarten, da die ballistischen Messungen an unabgelösten und die elektrischen Messungen an abgelösten Schichten durchgeführt wurden. Die Ablösung bewirkt eine Beseitigung der Zugspannungen in den dicken Schichten und damit eine Erniedrigung der Koerzitivkraft. Unterhalb 1000 Å liegen dagegen nach magnetischen Messungen anderer Größen⁵ keine Zugspannungen vor, so daß die niedrigeren Werte der Koerzitivkräfte aus der elektrischen Widerstandsänderung beim Schichttyp I (Abb. 4) nicht durch die Beseitigung innerer Spannungen erklärt werden können. Nach Abb. 2 kann man auf eine Überlagerung verschiedener Magnetisierungskurven schließen. Eine solche Überlagerung ist auf Grund der Form-Anisotropie in diesen Schichten zu erwarten. Wenn die Vorzugsrichtung eines Eindomänenbereiches in Feldrichtung liegt, so wird die zugehörige Magnetisierungskurve annähernd rechteckig sein. Die Ummagnetisierung erfolgt erst bei einer Maximalfeldstärke, die sich nach der Eindomänentheorie zu $H_c = (N_t - N_0) J_s$ ergibt (KITTEL⁶). Wenn die Vorzugslage dagegen senkrecht zur Feldrichtung liegt, so ist die Koerzitivkraft Null und die gesamte Magnetisierungskurve sehr flach. Bei einer regellosen

Verteilung der Vorzugslagen innerhalb der Schicht ergeben sich alle möglichen Übergangsformen zwischen diesen Extremtypen, die bei der Zeichnung von Abb. 2b zugrunde gelegt wurden.

Demgegenüber liegt bei dem Schichttyp II in Abb. 5 unterhalb 1000 Å Übereinstimmung der Koerzitivkräfte vor. Da in diesen Schichten Kristall-Anisotropie nachgewiesen werden konnte, sind die Vorzugsrichtungen durch die Orientierung der 111-Richtungen gegeben. Wenn eine 111-Richtung senkrecht zur Feldrichtung liegt, so wird es eine andere Vorzugsrichtung geben, die einen kleineren Winkel mit dieser bildet und im Punkte der Remanenz eingenommen wird. Es fallen daher Magnetisierungskurven mit kleinen Koerzitivkräften weg, so daß man in diesem Fall eine Übereinstimmung zwischen ballistisch und elektrisch gemessener Koerzitivkraft zu erwarten hat. Aus dieser letzten Betrachtung folgt, daß die Magnetisierungskurven des Schichttyps II rechteckförmiger gestaltet sein müssen als beim Schichttyp I. Ein Beispiel von Magnetisierungskur-

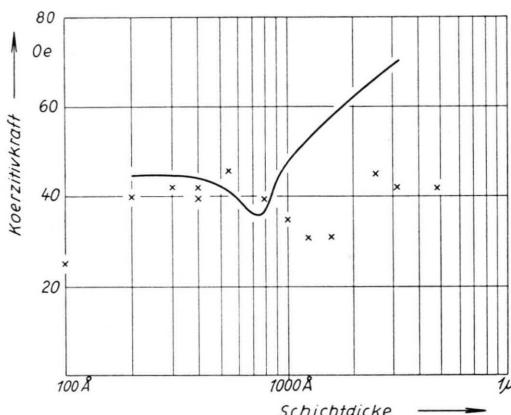


Abb. 5. Vergleich der Koerzitivkräfte elektrolytisch niedergeschlagener Nickelschichten auf Kupferaufdampfschicht als Unterlage nach ballistischen Messungen (ausgezogene Kurve) und aus der longitudinalen Widerstandsänderung (x).

len zu verzeichnen ist, ist zu erwarten, da die ballistischen Messungen an unabgelösten und die elektrischen Messungen an abgelösten Schichten durchgeführt wurden. Die Ablösung bewirkt eine Beseitigung der Zugspannungen in den dicken Schichten und damit eine Erniedrigung der Koerzitivkraft. Unterhalb 1000 Å liegen dagegen nach magnetischen Messungen anderer Größen⁵ keine Zugspannungen vor, so daß die niedrigeren Werte der Koerzitivkräfte aus der elektrischen Widerstandsänderung beim Schichttyp I (Abb. 4) nicht durch die Beseitigung innerer Spannungen erklärt werden können. Nach Abb. 2 kann man auf eine Überlagerung verschiedener Magnetisierungskurven schließen. Eine solche Überlagerung ist auf Grund der Form-Anisotropie in diesen Schichten zu erwarten. Wenn die Vorzugsrichtung eines Eindomänenbereiches in Feldrichtung liegt, so wird die zugehörige Magnetisierungskurve annähernd rechteckig sein. Die Ummagnetisierung erfolgt erst bei einer Maximalfeldstärke, die sich nach der Eindomänentheorie zu $H_c = (N_t - N_0) J_s$ ergibt (KITTEL⁶). Wenn die Vorzugslage dagegen senkrecht zur Feldrichtung liegt, so ist die Koerzitivkraft Null und die gesamte Magnetisierungskurve sehr flach. Bei einer regellosen

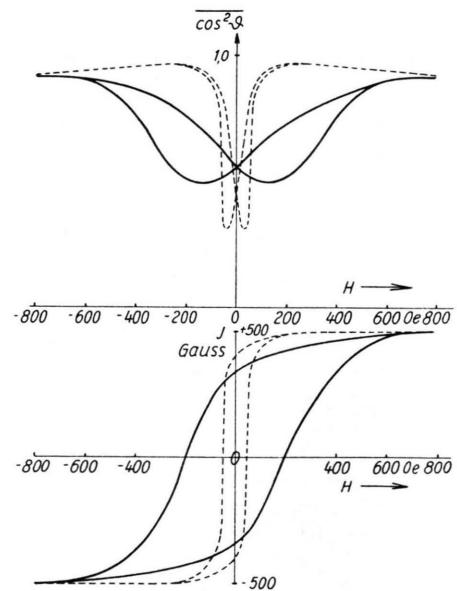


Abb. 6. Vergleich der longitudinalen Widerstandsänderung im Magnetfeld (oben) mit ballistischen Messungen der Magnetisierungskurve (unten) an den gleichen Nickelschichten (300 Å dick), Unterlage aus Elektrolytkupfer (ausgezogene Kurven) und aus einer Kupferaufdampfschicht (gestrichelte Kurven).

ven der gleichen Schichtdicke von 300 Å (Abb. 6) bestätigt dies. Für dieselben Schichten ist in Abb. 6 die Hystereseschleife der elektrischen Widerstandsänderung (Longitudinaleffekt) wiedergegeben. Wäh-

⁶ C. KITTEL, Phys. Rev. **70**, 96 [1946].

rend für den Schichttyp II bei der Koerzitivfeldstärke eine scharfe Spitze in der elektrischen Widerstandsänderung beobachtet wird, zeigt eine Schicht des Typ I ein breites Minimum. Dies ist ebenfalls in Übereinstimmung mit den graphischen Konstruktionen in Abb. 2.

Als weitere Anwendung der elektrischen Widerstandsänderung soll noch über Messungen des Mittelwertes $\cos^2 \vartheta_E$ im entmagnetisierten Zustand be-

lamelle, die als Eindomänenbereich anzusprechen ist, die Energie des entmagnetisierenden Feldes zu groß ist. Im entmagnetisierten Zustand hat man also eine regellose Verteilung der Magnetisierungsvektoren innerhalb der Schichtebenen zu erwarten. Eine Berechnung des Mittelwertes $\cos^2 \vartheta_E$ liefert für diese Verteilung den Werte 0,5. Bei den Schichten II liegt dagegen ein sehr feinkristalliner Aufbau vor und die magnetischen Vorzugsrichtungen sind durch die Kristall-Anisotropie bestimmt. Da ein einzelner Kristallit etwa würzelförmige Gestalt hat (Ausdehnung in Schichtebene in der gleichen Größenordnung wie die Schichtdicke), so kann der Magnetisierungsvektor durchaus die Schichtebene verlassen. Im entmagnetisierten Zustand wird man daher eine räumliche regellose Verteilung der Magnetisierungsrichtungen erwarten, was zu dem Mittelwert $\cos^2 \vartheta_E = 0,33$ führt. In Abb. 7 sind die Messungen dieser Werte für die beiden Schichttypen in Abhängigkeit von der Schichtdicke dargestellt. Bei dickeren Schichten ergibt sich für beide Typen etwa der Wert 0,33, weil hier innere Spannungen eine regellose Verteilung der Magnetisierungsrichtungen hervorrufen (Zugspannungen sind durch das Ablösen von der Unterlage beseitigt). Mit dem Einsetzen der Eindomänenstruktur bei etwa 1000 Å steigt beim Schichttyp I der Wert von $\cos^2 \vartheta_E$ auf etwa 0,5 an, während beim Schichttyp II ein Wert von 0,33 beibehalten wird. Durch diese Messungen der elektrischen Widerstandsänderung werden also obige Annahmen über die Verteilung der Magnetisierungsvektoren bestätigt.

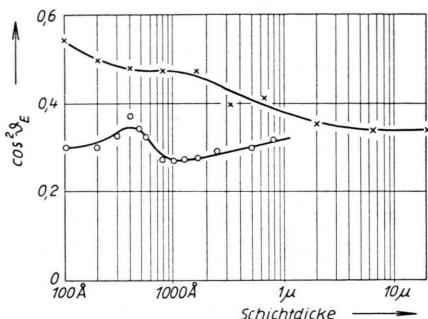


Abb. 7. Der Mittelwert von $\cos^2 \vartheta_E$ aus der elektrischen Widerstandsänderung für elektrolytisch niedergeschlagene Nickelschichten auf Elektrolytkupfer (x) und Kupferaufdampfschicht (o) als Unterlage.

richtet werden. Die Entmagnetisierung der Schichten erfolgte durch ein 50 Hz-Wechselfeld abnehmender Amplitude.

Nach früheren Ergebnissen^{4,5} bestehen die Schichten I aus ausgedehnten Einkristalllamellen, in denen der Magnetisierungsvektor nur innerhalb der Schichtebene liegen kann, da senkrecht zu einer Einkristall-