# Magnetooptischer KERR-Effekt an flüssigen Ferromagneten

von Marcus Krechel

Diplomarbeit in Physik angefertigt im Institut für Strahlen- und Kernphysik

vorgelegt der Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät der Rheinischen Friedrich-Wilhems-Universität Bonn

Februar 2001

Ich versichere, dass ich diese Arbeit selbständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt, sowie die Zitate kenntlich gemacht habe.

Referent: Prof. Dr. K. Maier Korreferent: Prof. Dr. P. David

## Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung	1
2. Physikalische Grundlagen	3
2.1 Unterkühlte Metallschmelzen	
2.1.1 Thermodynamische Grundlagen	
2.1.2 Phasenübergang fest ↔ flüssig	4
2.1.3 Keimbildung	5
2.2 Magnetismus	6
2.2.1 Induzierte Magnetisierung	
2.2.2 Spontane magnetische Ordnung	
2.2.3 Ferromagnetischer Phasenübergang und Temperaturabhängigkeit	9
2.3 Domänenstruktur	11
2.3.1 Entstehung von Domänen und BLOCH-Wänden	11
2.3.2 Theorie des Mikromagnetismus	13
2.3.3 Domänenstruktur im Festkörper	14
2.3.4 Kink-Point-Effekt	15
3 Der flüssige Ferromagnet	16
3 1 Theoretische Existenz	16
2.2 Die Lesienwer Ce. Di	1U
3.2 Die Legierung Co <sub>80</sub> Pa <sub>20</sub>	
3.3 Elektromagnetische Levitation	
3.3.1 Prinzip	18
3.3.2 Aufbau der Levitationsanlage	
2.4 Ma service has Orderers a	
3.4 Magnetische Ordnung	
4. Untersuchung der magnetischen Struktur	26
4.1 Magnetooptischer KERR-Effekt	
4.1.1 Grundlagen	26
4.1.1.1 Klassische Erklärung	
4.1.1.2 Quantenmechanischer Ansatz	
4.1.2 Fallunterscheidung und Darstellung	
4.2 Anlage zur Strukturuntersuchung	31
4.2.1 Strahlengang	31
4.2.2 Schematischer Versuchsaufbau und Synchronisation	33
4.2.3 Spezielle Komponenten und Verwirklichung	35
4.2.3.1 Laser	35
4.2.3.2 Einstellung der Polarisationsrichtung	36
4.2.3.3 Justierung der optischen Komponenten	37
4.2.3.4 Optisches Gestell	37

5. Messgrößen und experimenteller Ablauf	
5.1 Messgrößen und Datenerfassung	
5.1.1 Temperatur	39
5.1.2 Lasersignale	40
5.1.3 KERR-Winkel	41
5.2 Experimenteller Ablauf	
5.2.1 Vorbereitungen	41
5.2.2 Ablauf	43
6. Diskussion	44
6.1 Verwirklichung der Anlage	
6.2 Oberflächenqualität	
6.3 Messmethode und Genauigkeit	
7. Ausblick	49
7.1 Weitere Untersuchungen zur Domänenstruktur	49
7.2 Untersuchungen am ferromagnetischen Phasenübergang	49
7.3 Probenmodifikation	50
Anhang	51
A Überblick der verwendeten Komponenten	51
B Fotos der Anlage	54
Literaturverzeichnis	57
Danksagung	61

# 1. Einleitung

Schon immer faszinierte der Magnetismus die Naturwissenschaft. Seinen Namen erhielt diese Erscheinung von den Eisensteinen, die in der Nähe der Stadt Magnesia in Kleinasien gefunden wurden.

Heute fasst man die Erscheinungsformen des Magnetismus unter dem Begriff der magnetischen Ordnung zusammen, wobei zwischen verschiedenen Arten unterschieden wird. Diamagnetische und paramagnetische Stoffe gehören zum Bereich des induzierten Magnetismus, wohingegen z. B. Ferro-, Antiferro- und Ferrimagnetika auch ohne Anwesenheit eines äußeren Feldes eine spontane magnetische Ordnung zeigen.

Bis zur Mitte des letzten Jahrhunderts wurde angenommen, dass Ferromagnetika nur im festen Zustand existieren können, da die Temperatur des magnetischen Phasenübergangs bei allen bekannten Materialien weit unterhalb der Schmelztemperatur liegt.

Doch mit der Idee der Unterkühlung von Metallschmelzen in den 50er Jahren musste diese Annahme grundlegend geändert werden. Y. NAKAGAWA fand bei der Untersuchung verschiedener Systeme in der unterkühlten, flüssigen Phase bei Auftragung der inversen Suszeptibilität  $\chi^{-1}$  gegen die Temperatur einen Verlauf nach dem CURIE-WEISS-Gesetz mit endlicher CURIE-Temperatur  $T_C > 0K$  ([NAK56] und [NAK59]).

1960 zeigte A. I. GUBANOV in theoretischen Überlegungen, dass Ferromagnetismus auch in amorphen, also ungeordneten Substanzen, auftreten kann [GUB60].

G. URBAIN und E. ÜBERLACKER gelangen 1967 Unterkühlungen im Bereich von  $\cap$ T Z 200K bei reinen Metallen.

Bei Betrachtung der unterschiedlichen Zeitskalen der elektronischen Prozesse und der Atombewegung kam HANDRICH 1969 mit Hilfe des HEISENBERG-Modells zu dem Schluss, dass eine ferromagnetische Ordnung in Flüssigkeiten möglich sei [HAN69].

Versuche, den ersten richtigen flüssigen Ferromagneten zu finden, waren allerdings erfolglos. So interpretierten z. B. G. BUSCH und H.-J. GÜNTHERODT 1968 bei Messungen an einer unterkühlten Au-Co-Probe feste Ausscheidungen fälschlicher Weise als Ferromagnetismus in der Flüssigkeit [BG68].

1994 wurde von D. PLATZEK die Idee, eine Metallschmelze zu unterkühlen, fortgeführt: Es gelang erstmals, die Legierung  $Co_{80}Pd_{20}^{-1}$  unter die CURIE-Temperatur der festen Phase T<sub>C</sub> = 1271K zu unterkühlen [PNH+94]. Hierzu wurde die Methode der elektromagnetischen Levitation angewandt. Erste Suszeptibilitätsmessungen an der  $Co_{80}Pd_{20}$ -Probe ergaben eine CURIE-Temperatur von  $T_{C} = 1251K$  für die flüssige Phase [RHK+95]. Weitere Untersuchungen an diesem System zeigten, dass sich Ferromagnetismus einer Flüssigkeit ausbilden kann. Mit Hilfe in von Verfahrensverbesserungen und der wie der Mikro-Levitation aktiven Probenstabilisierung konnte C. BÜHRER die Unterkühlung bis unter die CURIE-Temperatur der flüssigen Phase verbessern [ABF+97]. Mit Untersuchungen des

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> Die in dieser Arbeit verwendeten Zusammensetzungen/Komponenten/Bauteile werden in Anhang A näher beschrieben.

Probenverhaltens mittels einer modifizierten FARADAY-Waage und einer FÖRSTER-Sonde [BEC98] wurde der Einfluss äußerer Magnetfelder geprüft. Weitere Untersuchungen in der Nähe des magnetischen Phasenübergangs z. B. mittels Neutronendepolarisation [GRÜ98] und Modulationskalometrie [STU99] lieferten zusätzliche Beweise für das gleichzeitige Auftreten von flüssiger und ferromagnetischer Phase.

Neueste Untersuchungen haben zum Ziel, die magnetische Struktur des flüssigen Ferromagneten  $Co_{80}Pd_{20}$  zu bestimmen, was auch Gegenstand dieser Arbeit ist.

Dass eine magnetische Struktur überhaupt vorhanden ist, deuten die Messdaten der Suszeptibilität in Abhängigkeit von der Temperatur, wo der sogenannte Kink-Point-Effekt die Entstehung einer magnetischen Domänenstruktur andeutet [ABF+97].

Mit Hilfe des nach JOHN KERR benannten magnetooptischen KERR-Effekts (MOKE) ist es möglich die Domänenstruktur von magnetischen Oberflächen berührungsfrei zu untersuchen. Bei diesem Effekt handelt es sich um die Drehung der Polarisationsebene reflektierten Lichts bei magnetischen Substanzen.

KERR selbst untersuchte die Reflexion von polarisiertem Licht an Eisenspiegeln, die aus der polierten Endfläche von Hufeisenmagneten bestanden und deren reflektierende Oberfläche von einem Magnetfeld senkrecht durchsetzt war (polarer KERR-Effekt). In einer zweiten Versuchsreihe untersuchte er die Reflexion an Eisenspiegeln, bei denen die Magnetisierung parallel zur reflektierenden Oberfläche verlief (longitudinaler KERR-Effekt).

Mittlerweile stehen für die Untersuchung des Magnetismus von Oberflächen bessere Instrumente bereit. Vor allem die Herstellung von monoenergetischem, polarisiertem Licht ist mit der Verwendung von Lasern und Polarisatoren leicht zu realisieren.

Der magnetooptische KERR-Effekt wird auf Grund der relativ leichten Handhabbarkeit der optischen Bauteile und entsprechender Oberflächengüte der zu untersuchenden Materialien häufig verwendet. Er ist mittlerweile in vielen Anwendungsbereichen eine weit verbreitete Untersuchungsmethode geworden.

In dieser Arbeit wird der Aufbau einer Anlage zur Untersuchung der Domänenstruktur in flüssigem  $Co_{80}Pd_{20}$  mit Hilfe des magnetooptischen KERR-Effekts beschrieben und erste Messungen vorgestellt.

Dabei sollen erst grundlegende physikalische Sachverhalte der unterkühlten Metallschmelze, des Magnetismus und der Domänenstruktur dargelegt werden.

Anschließend wird auf die theoretische Beschreibung der Existenz von flüssigen Ferromagneten und deren physikalische sowie technische Verwirklichung mit Hilfe der elektromagnetischen Levitation eingegangen.

Danach wird der MOKE beschrieben und der neue Versuchsaufbau mit seinen Anpassungen an die Levitationsanlage und seine Funktionsweise hinsichtlich der magnetischen Strukturuntersuchungen erklärt.

Des weiteren werden die für diese Arbeit wichtigen Messgrößen und deren automatisierte Erfassung beschrieben. Außerdem werden die für die Messung erforderlichen Vorbereitungen sowie Abläufe zusammengefasst und überdies erste Messungen mit der Anlage diskutiert.

## 2. Physikalische Grundlagen

In diesem Kapitel werden grundlegende physikalische Sachverhalte, welche für die vorliegende Arbeit von Bedeutung sind, erläutert. Dabei wird vor allem auf unterkühlte Metallschmelzen, den Magnetismus und die Domänenstruktur eingegangen.

## 2.1 Unterkühlte Metallschmelzen

Einkomponentige Systeme (mit Ausnahme der Glasbildner) sind durch eine reproduzierbare charakteristische Schmelztemperatur  $T_S$  gekennzeichnet, ab der sie in den flüssigen Zustand übergehen. Ist ein metallischer Festkörper aus verschiedenen Elementen aufgebaut, spricht man von einer Legierung. Bei Legierungen existiert aber kein fester Schmelzpunkt  $T_S$ , sondern ein ganzer Schmelzbereich. Dieser Bereich wird durch die Solidustemperatur  $T_{Sol}$  und Liquidustemperatur  $T_{Liq}$  begrenzt, wobei unterhalb der Solidustemperatur die Legierung (ohne Unterkühlung) fest ist. Die Solidustemperatur stellt somit den Beginn des Schmelzprozesses dar. Die gesamte Legierung ist mit dem Erreichen der Liquidustemperatur flüssig und der Schmelzvorgang abgeschlossen.

Es ist aber möglich, eine Schmelze unter ihren Schmelzbereich abzukühlen, ohne dass diese in die stabilere, feste Phase wechselt. Die relevante Bezugstemperatur für eine solche Unterkühlung ist die Liquidustemperatur  $T_{Liq}$ , die den Beginn der flüssigen Phase des Gesamtsystems markiert.

Erstarrt die unterkühlte Schmelze, so breitet sich eine Kristallisationsfront, abhängig vom Material, mit bis zu 88m/s aus [WILL88]. Damit verbunden wird Enthalpie in Form latenter Wärme frei und die Probe heizt sich rasch auf. Man nennt dieses Ereignis Rekaleszenz. Bei starken Unterkühlungen wird die freiwerdende Energie als Rekaleszenzblitz sichtbar.

## 2.1.1 Thermodynamische Grundlagen

Thermodynamische Systeme können durch ihre Zustandsvariablen Temperatur T, Druck p, Volumen V, Teilchenzahl N, innere Energie U und Entropie S beschrieben werden. Die Verwendung dieser Variablen erlaubt die Beschreibung von Zustandsänderungen durch passende thermodynamische Potentiale, wie z. B. die GIBBSsche freie Enthalpie G. Sie ist aufgrund ihrer experimentell einfach zugänglichen Variablen geeignet, die Phasenübergänge als thermodynamisches Potential zu beschreiben und ergibt sich zu

$$G(T, p) = U(S, V) + pV - TS$$
 (2.1)

Ein thermodynamisches System wird als stabil bezeichnet, wenn es sich im Gleichgewicht befindet. Dabei nimmt die GIBBSsche freie Enthalpie G ein Minimum an.

Nach EHRENFEST spricht man von einem Phasenübergang n-ter Ordnung, wenn die n-te Ableitung der Enthalpie nach ihren Zustandsgrößen am kritischen Punkt unstetig ist, die Ableitungen bis zur (n-1)-ten Ordnung hingegen stetig sind. Dementsprechend sind Phasenübergänge 1. Ordnung mit einem Entropiesprung bzw. einer latenten Wärme verknüpft, wohingegen Phasenübergänge höherer Ordnung durch einen stetigen Entropieverlauf charakterisiert werden [EHR33].

Die für einen Phasenübergang 1. Ordnung charakteristische Unstetigkeit am kritischen Punkt (z. B. Schmelzpunkt  $T_S$ ) ist makroskopisch deutlich durch die latente Wärme und einen messbaren Sprung in der Dichte erkennbar.

#### 2.1.2 Phasenübergang fest « flüssig

Die GIBBSsche Enthalpie G ist eine geeignete Größe, um den Phasenübergang fest  $\leftrightarrow$  flüssig zu beschreiben. In Abbildung 1 sind die beiden GIBBSschen Enthalpien der festen Phase  $G_{fest}$  und der flüssigen Phase  $G_{flüssig}$  gegen die Temperatur aufgetragen. Die Schmelztemperatur T<sub>S</sub> liegt am Schnittpunkt beider Enthalpiekurven.

Der thermodynamisch stabilste Zustand ist der mit der geringsten Enthalpie, wobei dies für niedrige Temperaturen unterhalb von  $T_S$  die feste Phase ist und für Temperaturen oberhalb  $T_S$  die flüssige Phase.



Abbildung 1: Temperaturabhängigkeit der GIBBSschen freien Enthalpie G der festen und flüssigen Phase eines Metalls. Die Enthalpiedifferenz DG<sub>V</sub>, bei der um DT unterkühlten Schmelze, tritt als treibende Kraft für die Phasenumwandlung auf.

Man spricht von Unterkühlung, wenn es gelingt, eine Schmelze unter ihre Schmelztemperatur  $T_S$  abzukühlen, ohne dass sie in die stabilere, feste Phase übergeht. Die bei der Temperatur  $T_S$  um  $\Delta T$  unterkühlte Schmelze entspricht einem metastabilen Zustand. Treibende Kraft der Phasenumwandlung zur Kristallisation ist die Enthalpiedifferenz

$$DG_V = G_{flüssig} - G_{fest} \tag{2.2}$$

Je größer  $DG_V$ , desto stärker ist das Bestreben des Systems in den stabileren, festen Zustand zu gelangen.

Mit Hilfe des Minimalprinzips der GIBBSschen freien Enthalpie ist das Phänomen der Unterkühlung allerdings nicht zu erklären. Für den Beginn der Erstarrung in einer unterkühlten Schmelze ist die Überwindung einer Aktivierungsbarriere notwendig. Durch die Grenzflächenbildung im Berech fest/flüssig kommt es zur Ausbildung der Aktivierungsbarriere. Wird diese nicht überschritten, ist es möglich, Materialien weiter unterhalb ihrer Schmelztemperatur  $T_S$  im flüssigen Zustand zu halten. Für die Kristallisation hingegen ist die Grenzflächenenergie zum Aufbau von Mikrokristallen aufzubringen. Kleine Störungen, z. B. durch Keimbildung reichen aus, um das metastabile System wieder in ein stabiles System zu führen.

## 2.1.3 Keimbildung

Durch Keimbildung wird das Überwinden der Aktivierungsbarriere begünstigt, was, wie schon erwähnt, zur Kristallisation führt. Man unterscheidet zwischen zwei Arten der Keimbildung:

#### • Homogene Keimbildung

In diesem Fall der Keimbildung führen zufällige Atomansammlungen in der unterkühlten Schmelze zu Clustern mit einer der festen Phase ähnlichen Nahordnung. Die Größe dieser Cluster kann allerdings nicht beliebig zunehmen, da dies mit einer ansteigenden Grenzflächenenergie verbunden ist. Erst beim Erreichen einer kritischen Größe wachsen die Cluster selbständig, was zur Kristallisation der unterkühlten Schmelze führt. Je größer die Unterkühlung ist, desto kleiner ist die kritische Größe, den ein Cluster haben muss, um unter Energiegewinn zu wachsen.

Die grundsätzliche Grenze der Unterkühlbarkeit von Übergangsmetallen durch homogene Keimbildung ist erreicht, wenn die kritische Größe die Dimension von Atomabständen angenommen hat. Sie liegt für  $Co_{80}Pd_{20}$  bei etwa 1000 Atomen bei Unterkühlungen um 350K [PLA96].

### Heterogene Keimbildung

Hierbei sind vor allem Verunreinigungen als Katalysator für die Kristallisation verantwortlich [TUR52]. Anhand eines Alltagsphänomens lässt sich dieser Vorgang erklären. Im Eisfach bleibt Wasser, auf unter 0°C abgekühlt, flüssig, d. h. unterkühlt. Ein kleines Sandkorn als Kristallisationskeim genügt aber, um schlagartig die Kristallisation einzuleiten. Aus der unterkühlten Flüssigkeit entsteht ein Festkörper: Eis.

Bei den Verunreinigungen kann es sich z. B. um Fremdatome auf der Oberfläche, aber auch um Metalloxide und Tiegelwände handeln. An ihnen lagern sich Atome der Schmelze an und bilden dort kristallähnliche Strukturen, die, wie im homogenen Fall, zum schlagartigen Kristallisieren der unterkühlten Schmelze führen.

Der entscheidende, beeinflussbare Faktor bei der Unterkühlung ist die heterogene Keimbildung. Um die Unterkühlbarkeit zu verbessern, müssen also die Probenverunreinigung und der Kontakt zu Tiegelmaterialien ausgeschlossen werden.

## 2.2 Magnetismus

Aufgrund der verschiedenen Notationen in der Literatur im Bereich des Magnetismus seien die in dieser Arbeit verwendeten Definitionen und Größen<sup>2</sup> kurz dargestellt:

- **B** : magnetische Induktion;  $\left[\frac{Vs}{Am}\right] = \left[TESLA = T\right] = \left[10^4 GAUSS\right]$
- **H** : magnetische Feldstärke;  $\left[\frac{A}{m}\right]$
- **M** : Magnetisierung;  $\left[\frac{A}{m}\right]$
- $m_0$ : Induktionskonstante;  $m_0 = 4p \cdot 10^{-7} \left[ \frac{V_s}{Am} \right]$
- $m_r$ : Permeabilität; [1]
- c : Suszeptibilität;  $c = m_r 1$  [1]
- $m_B$ : BOHR-Magneton;  $m_B = \frac{e\mathbf{h}}{2m_e} = 9,2740 \cdot 10^{-24} \ [Am^2]$

Die Erscheinungen des Magnetismus teilt man in die induzierte Magnetisierung und die spontane magnetische Ordnung ein.

#### 2.2.1 Induzierte Magnetisierung

Unter Materialien mit induziertem Magnetismus versteht man solche, die nur mit äußerem Magnetfeld eine magnetische Induktion aufweisen. Die magnetische Induktion im Vakuum ist proportional zur magnetischen Feldstärke

$$\mathbf{B} = \mathbf{m}_0 \cdot \mathbf{H} \tag{2.3}$$

Durch Materie hingegen wird die Induktion verändert. Der Einfluss kann entweder durch die stoffspezifische Permeabilität *m* multiplikativ beschrieben werden

$$\mathbf{B} = \boldsymbol{m}_0 \, \boldsymbol{m}_r \cdot \mathbf{H} \tag{2.4}$$

oder durch die Magnetisierung M additiv mit

$$\mathbf{B} = \boldsymbol{m}_0 (\mathbf{H} + \mathbf{M}) = \boldsymbol{m}_0 (1 + c) \mathbf{H}$$
(2.5)

Mit

$$\mathbf{M} = c\mathbf{H} \tag{2.6}$$

bezeichnet man die Magnetisierung eines Materials im Magnetfeld **H.** Dieser lineare Zusammenhang gilt jedoch nicht bei Stoffen mit spontaner magnetischer Ordnung. Mit der in Gleichung (2.6) definierten, materialabhängigen Suszeptibilität

$$c = \frac{d\mathbf{M}}{d\mathbf{H}} = m_r - 1 \tag{2.7}$$

ist es möglich, eine erste Einteilung der magnetischen Erscheinungsformen mit induziertem Magnetismus vorzunehmen. Für  $\chi > 0$  richtet sich die erzeugte

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> In dieser Arbeit gelte die Notation: Vektoren in **Fettschrift**; skalare Größen in *Kursivschrift*; **Tensoren** in **Fett-** und *Kursivschrift*; Operatoren in **Fettschrift** und mit Dach (^)

Magnetisierung **M** parallel zu **H** aus. Man bezeichnet dieses Phänomen als Paramagnetismus. Richten sich hingegen **M** und **H** antiparallel aus, spricht man von Diamagnetismus und es gilt  $\chi < 0$  [KL92].

Para- und diamagnetische Erscheinungsformen haben ihre Ursache in den verschiedenen magnetischen Eigenschaften der Spin- und Bahnmomente der Elektronen. Aufgrund der Ladung *e*, der Masse  $m_e$  und des Spins besitzt ein Elektron ein permanentes magnetisches Dipolmoment  $\mu_B$ . Bei zusätzlicher Bahnbewegung ergibt sich ein resultierendes magnetisches Moment  $m_{res} = m_B El$  mit Bahndrehimpuls *l*.

#### • **Diamagnetismus:** $\chi < 0$ ; **M** antiparallel zu **H**

Diamagnetismus zeigt jeder Festkörper, allerdings wird er in einigen Stoffen von anderen magnetischen Erscheinungsformen überlagert. Im Fall des reinen Diamagnetismus dominieren die Bahnmomente der Elektronen gegenüber den Spinmomenten. Nach klassischer Ansicht stellen die den Kern umlaufenden Elektronen Kreisströme dar. Diese Kreisströme werden von dem angelegten magnetischen Feld induziert und wirken nach der LENZschen Regel ihrer Ursache entgegen. Dabei liegt die resultierende Suszeptibilität im allgemeinen in einem Bereich von  $\chi \approx -10^{-4}..-10^{-6}$ .

Eine Temperaturabhängigkeit der Suszeptibilität zeigen diamagnetische Stoffe nicht und makroskopisch werden sie von einem inhomogenen Magnetfeld abgestoßen bzw. in feldschwächere Bereiche gedrängt.

#### • **Paramagnetismus**: $\chi > 0$ ; **M** parallel zu **H**

Im paramagnetischen Fall geht die parallele Ausrichtung von Magnetisierung und angelegtem Feld auf den Einfluss der Spinmomente der ungepaarten Elektronen zurück. Hier ist die Wirkung der Spinmomente größer als der der Bahnmomente. Verantwortlich dafür sind die ungepaarten Elektronen. Um ihre COULOMB-Energie zu verringern, halten die Elektronen einen möglichst großen Abstand zueinander. Auf das magnetische Moment des Elektrons wirkt im äußeren Feld ein Drehmoment, und so richten sich die Spins aufgrund des Bestrebens nach Energieminimierung parallel zum angelegten Feld aus.

Bei Raumtemperatur treten typische Größen von  $\chi \approx 10^{-5}$  auf, wobei die thermische Unordnung der magnetischen Ordnung im Material entgegenwirkt.

Die Eigenschaft, dass paramagnetische Stoffe mit zunehmender Temperatur eine Abnahme der Suszeptibilität erfahren, kann mit dem CURIE-Gesetz

$$c(T) = \frac{C}{T} \tag{2.8}$$

beschrieben werden, wobei C die stoffabhängige CURIE-Konstante ist.

Makroskopisch erkennt man paramagnetische Stoffe daran, dass sie in ein inhomogenes Magnetfeld hinein gezogen werden.

Zum tieferen Verständnis der beschriebenen Phänomene sei an dieser Stelle auf weiterführende Literatur ([KL92] und [NoL86]) verwiesen.

#### 2.2.2 Spontane magnetische Ordnung

Man spricht von spontaner magnetischer Ordnung, wenn bei Materialien ohne äußeres Magnetfeld **H** eine Magnetisierung existiert. Diese wird als spontane Magnetisierung  $M_s$  bezeichnet. Die Ursache für das Phänomen der spontanen Spinausrichtung liegt in der Ausbildung geordneter Spinstrukturen von Spinmomenten. Das Bestreben, die COULOMB-Energie der Elektronen zu verringern, geschieht hier allerdings, im Gegensatz zum Paramagnetismus, zwischen den Elektronen benachbarter Atome.

Die für die Parallelausrichtung der Spins notwendige Energie ist vorhanden, wenn der Abbau von COULOMB-Energie den Aufwand an kinetischer Energie für die Spinsymmetrisierung überwiegt. Um diese Parallelstellung zweier Spins zu erreichen, ist die Dipol-Dipol-Wechselwirkung aber zu gering.

Die Austauschwechselwirkung kann durch die klassische Physik nicht erklärt werden. Quantenmechanische Modelle, wie das von HEISENBERG, erweitern den HAMILTON-Operator für ein ideales Spinsystem ohne Austauschwechselwirkung um den HEISENBERG-Operator  $\hat{\mathbf{H}}_{\text{Heis}}$  (Gleichung 2.9).

Die Austauschenergie  $E = -2J_{ij}s_is_j$  beschreibt den Unterschied der elektrostatischen Energie zweier Elektronen i und j zwischen paralleler und antiparalleler Spinstellung.

$$\hat{\mathbf{H}}_{\text{Heis}} = -2\sum_{i,j} J_{ij} \hat{\mathbf{s}}_i \hat{\mathbf{s}}_j$$
(2.9)

 $\hat{s}_{i,j}$  sind die Spinoperatoren der Elektronen i und j.  $J_{ij}$  steht für das Austauschintegral der Elektronen i und j, mit dem sich die verschiedenen spontanen magnetischen Ordnungen klassifizieren lassen. In der folgenden Tabelle 1 wird auf die drei häufigsten Systeme eingegangen.

Erscheinungs- form und Abbildung	Austauschintegral J <sub>ij</sub> zweier benachbarter e <sup>-</sup>	Energetisch bevorzugte Spinausrichtung	Beträge der magnetischen Momente	Vertreter
Ferro- magnetismus	Positiv	Parallel	Gleich	Fe (Namensgeber), Co, Ni
Antiferro- magnetismus ↑↓↑↓↑	Negativ	Antiparallel	Gleich	MnO, NiO, MnF <sub>2</sub> , CoF <sub>2</sub> , Cr
Ferri- magnetismus	Negativ	Spinuntergitter mit zueinander antiparallelen Spins	Unterschiedlich	Gruppe der Ferrite, Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> (Namensgeber)

Tabelle 1: Erscheinungsformen spontaner magnetischer Ordnung.

Es sei an dieser Stelle näher auf den Ferromagnetismus, als die bekannteste und für diese Arbeit relevante Erscheinungsform spontaner Ordnung eingegangen.

Ferromagnetische Substanzen zeigen positive magnetische Suszeptibilitäten mit  $\chi \Omega 1$ .  $\chi$  hängt dabei vom äußeren Magnetfeld **H** und dem Magnetisierungszustand **M** ab. Im ferromagnetischen Bereich verläuft die spontane Magnetisierung  $M_S$  in Abhängigkeit der Temperatur weitgehend nach dem BLOCHschen T<sup>3/2</sup>-Gesetz.

$$\frac{\Delta \mathbf{M}_{\mathbf{s}}}{\mathbf{M}_{\mathbf{s}}(0)} = \frac{\mathbf{M}_{\mathbf{s}}(0) \cdot \mathbf{M}_{\mathbf{s}}(T)}{\mathbf{M}_{\mathbf{s}}(0)} \propto T^{\frac{3}{2}}$$
(2.10)

Mit sinkender Temperatur steigt  $M_S$  monoton an und nähert sich der Sättigungsmagnetisierung  $M_S(0)$  die sie für T  $\rightarrow 0K$  erreicht. Maximale magnetische Ordnung und minimale thermische Unordnung herrschen bei T = 0K [KL92].

Es ergibt sich ein charakteristischer Zusammenhang zwischen der Magnetisierung **M** und der Magnetfeldstärke **H** des äußeren Feldes, welcher in sogenannten Hysteresekurven deutlich wird und mit Hilfe der Theorie des Mikromagnetismus erklärt werden kann (siehe Kapitel 2.3.2).

#### 2.2.3 Ferromagnetischer Phasenübergang und Temperaturabhängigkeit

Unter einem ferromagnetischen Phasenübergang versteht man die thermisch hervorgerufene Zustandsänderung von der ferromagnetischen in die paramagnetische Phase und umgekehrt. Bei steigender Temperatur wird die geordnete Spinstruktur zunehmend zerstört, wohingegen sich bei einer Temperatursenkung immer mehr Spinstrukturen bilden. Somit steht der Energiegewinn durch magnetische Ordnung ständig in Konkurrenz zu einem durch thermische Bewegung hervorgerufenen Entropiegewinn.

Die Temperatur, bei der die für den Ferromagnetismus charakteristische spontane Magnetisierung verloren geht, wird als ferromagnetische CURIE-Temperatur  $T_C$  bezeichnet. Oberhalb der CURIE-Temperatur liegt paramagnetisches Verhalten mit Suszeptibilitäten vor, die in der Größenordnung von  $\chi \approx 10^{-6}$  liegen. Für diesen Bereich gilt das CURIE-WEISS-Gesetz,

$$c(T) = \frac{C}{T - T_c} \tag{2.11}$$

wobei C wieder der materialabhängigen CURIE-Konstante entspricht.

Nur unterhalb der CURIE-Temperatur  $T_C$  bildet sich eine spontane magnetische Ordnung. In Analogie zum Übergang eines thermodynamischen Systems vom flüssigen in den festen Zustand (vgl. Kapitel 2.1.2) lässt sich eine magnetische, thermodynamische Zustandsfunktion durch

$$G(T, p, H) = U(S, V) + pV - TS - HEM$$
 (2.12)

definieren. Die magnetische Arbeit ist durch  $W_{mag} = \mathbf{HEM}$  berücksichtigt, wobei  $\mathbf{M}$  der Magnetisierung und  $\mathbf{H}$  dem magnetischen Feld entspricht.

Die ersten Ableitungen der Enthalpie *G* nach ihrer Zustandsgrößen sind im Gegensatz zu den zweiten stetig. Gegenüber dem thermodynamischen System, das vom festen in den flüssigen Zustand übergeht was als Phasenübergang 1. Ordnung bezeichnet wird, handelt es sich beim ferromagnetischen Phasenübergang um einen Übergang 2. Ordnung, da hier erst die 2. Ableitungen unstetig sind.

Der magnetische Beitrag zur spezifischen Wärme

$$c_{H} = -T \left( \frac{\partial^{2} G}{\partial T^{2}} \right)_{H}$$
(2.13)

durchläuft bei der Übergangstemperatur T<sub>C</sub> ein Maximum, die Suszeptibilität

$$c_{T_c} = \left(\frac{\partial^2 G}{\partial H^2}\right)_{T_c} = \frac{\partial \mathbf{M}}{\partial \mathbf{H}}$$
(2.14)

hingegen divergiert an diesem Punkt.

Durch die Messung dieser experimentell zugänglichen Größen ist eine genaue Abschätzung des magnetischen Phasenübergangs möglich ([BÜH98] und [STU99]).

Je nach Temperaturbereich lässt sich das magnetische Verhalten unterscheiden (siehe Abbildung 2):

• Ferromagnetischer Bereich: T V T<sub>C</sub>

In diesem Bereich folgt die Sättigungsmagnetisierung  $M_S(T)$  der BLOCH-Funktion (siehe Gleichung 2.10).

#### • Paramagnetischer Bereich: T W T<sub>C</sub>

Hier ist die Suszeptibilität die beschreibende Größe. Sie folgt dem CURIE-WEISS-Gesetz (Gleichung 2.11), nach dem sich die Spins parallel zu einem äußeren Feld ausrichten.

Trägt man die inverse Suszeptibilität  $\chi^{-1}$  gegen die Temperatur auf, so kann für  $\chi \rightarrow 0$  die paramagnetische CURIE-Temperatur extrapoliert werden.

#### • Kritischer Bereich: T Z T<sub>C</sub>

Im kritischen Bereich können spontane Magnetisierung und Suszeptibilität durch verschiedene Potenzgesetze in den einzelnen Temperaturbereichen beschrieben werden.

$$\mathbf{M}_{\mathbf{s}}(T) \propto (T - T_C^f)^b \quad \text{für } \mathbf{T} < \mathbf{T}_C$$
(2.15)

$$\mathbf{M}_{s}(H) \propto H^{\frac{1}{d}}$$
 für T = T<sub>C</sub> (2.16)

$$c(T) \propto \frac{1}{\left(T - T_C^f\right)^g} \quad \text{für } T > T_C \tag{2.17}$$

Hierbei treten die voneinander abhängigen kritischen Exponenten  $\hat{O}$ ,  $\hat{O}$  und  $\hat{O}$  auf, welche der folgenden Relation genügen

$$\dot{O} = \dot{O}\left(\hat{O} - 1\right) \tag{2.18}$$

Diese Exponenten können z. B. mit Hilfe des HEISENBERG-Modells berechnet werden und stimmen mit den experimentell bestimmten Exponenten gut überein.



Abbildung 2: Temperaturabhängigkeit der charakteristischen magnetischen Größen für kristallines Nickel und eine amorphe FeNiBP-Legierung. Unterhalb von  $T_c^{\ f}$  ist die relative spontane Magnetisierung  $M_s(T)/M_0$  und oberhalb von  $T_c^{\ f}$  die inverse Suszeptibilität $c^{-1}$ aufgetragen [KL92].

Nähere Beschreibungen lassen sich aus [HK80], [KL92], [GRÜ98] und [BÜH98] entnehmen.

## 2.3 Domänenstruktur

Als "Magnet" oder "Ferromagnet" wird umgangssprachlich ein nach außen starkes magnetisches Moment, wie z. B. bei Haft- oder Permanentmagneten, verstanden. In dieser Bezeichnung sind allerdings nicht solche Ferromagnete enthalten, die keine Netto-Magnetisierung nach außen aufweisen. Mit Hilfe einer Domänenstruktur und magnetischer Anisotropien ist es möglich, diesen Unterschied zu erklären.

In Ferromagneten bilden sich lokale Bereiche, sogenannte Domänen, in denen die Sättigungsmagnetisierung erreicht ist. Sie werden als WEISSsche Bereiche oder Bezirke bezeichnet. Verschiedene Bereiche können Sättigungsmagnetisierungen mit unterschiedlichen Richtungen haben. Zwischen den Bezirken befinden sich Domänenwände oder BLOCH-Wände, welche die verschiedenen Domänen voneinander trennen.

### 2.3.1 Entstehung von Domänen und BLOCH-Wänden

Das verschiedenartige Verhalten ferromagnetischer Materialien ist im Minimierungsbestreben der magnetischen Energie und somit der Gesamtenergie des Systems begründet (siehe Kapitel 2.3.2).

In ferromagnetischen Stoffen findet die Aufteilung in Domänen aufgrund der Minimierung des magnetischen Streufeldes im Außenraum statt. Am Beispiel eines ferromagnetischen Einkristalls soll dies erläutert werden.

Abbildung 3 (A) zeigt eine einzelne Domäne, bei der sich an der Kristalloberfläche magnetische Pole bilden, welche eine hohe magnetische Energie besitzen. Durch die Aufteilung in zwei Domänen (Abbildung 3 B) ist die magnetische Energie ungefähr halbiert und entsprechend beim Zerfall in N Domänen um etwa 1/N reduziert. Voraussetzung dafür ist jedoch, dass benachbarte Domänen entgegengesetzte Magnetisierungsrichtungen haben. Die sogenannten prismenförmigen Abschlussdomänen nahe der Kristallendflächen führen zu einer weiteren Minimierung der Streufeldenergie und sind in Abbildung 3 (C) und (D) dargestellt [KIT99].



Abbildung 3: Entstehung von Domänen in Festkörpern. Aufgrund der Minimierung der Streufeldenergie bilden sich mehrere Domänen aus.

Das hinter diesem einfachen Beispiel stehende Prinzip der Energieminimierung durch Übergang von einer homogenen Konfiguration mit hoher magnetischer Energie zu einer Domänenkonfiguration mit geringerer Energie, gilt ebenso für kompliziertere Systeme. Die Dicke der BLOCH-Wände sowie die Domänengröße werden durch die Kristallanisotropie bzw. Verspannungen und die Austauschenergie bestimmt. Dabei wird durch das Bestreben der Austauschenergie, die einer Spinauslenkung aus der kollektiven Richtung entgegenwirkt, eine möglichst breite BLOCH-Wand geschaffen. Dem wirkt das Minimierungsbestreben der Kristall- bzw. Verspannungsenergie entgegen, d. h. schmale Domänenwände werden bevorzugt.



Abbildung 4: Struktur einer BLOCH-Wand zwischen ferromagnetischen Domänen. Durch Spinrotation wechselt die Ausrichtung von einer Orientierung in die andere [KIT99].

Die in der Abbildung 4 dargestellte BLOCH-Wand stellt einen Übergangsbereich zwischen zwei unterschiedlichen Spinorientierungen dar, welche durch Spinrotation von der einen in die andere übergehen. In Eisen beispielsweise beträgt die Dicke des Übergangsbereiches ca. 300 Gitterkonstanten.

Erste Beschreibungen gehen auf F. BLOCH zurück [BLO32] und theoretische Untersuchungen wurden von LANDAU, LIFSCHITZ [LL35] und NEEL [NE44], durchgeführt.

#### 2.3.2 Theorie des Mikromagnetismus

Für die Beschreibung makroskopischer Magnetisierungszustände wurde von LANDAU, LIFSCHITZ und BROWN die Theorie des Mikromagnetismus begründet. Mit ihr können Domänenstrukturen, Domänenwände und inhomogene Magnetisierungszustände sowie Magnetisierungsprozesse und Hystereseschleifen beschrieben werden. Die Bestimmung der Richtungsverteilung der spontanen Magnetisierung  $M_S(r, t, H)$  ist dabei die Aufgabe dieser Theorie [KL92].

Eine zentrale Rolle spielt hier der Begriff der magnetischen freien Enthalpie  $G_{mag}$ . Der Vektor der spontanen Magnetisierung  $M_S$  ergibt sich nämlich aus dem Minimum der freien magnetischen Enthalpie  $G_{mag}$ , die über folgende Gleichung definiert ist

$$G_{mag} = F - \boldsymbol{m}_0 \int \mathbf{M}_s \cdot \mathbf{H}_a d^3 r \qquad (2.19)$$

wobei der Integrand des letzten Gliedes  $F'_{Ha} = -\ddot{U}_0 \mathbf{M}_{\mathbf{S}} \mathbf{E} \mathbf{H}_{\mathbf{a}}$  die magnetostatische Energiedichte von  $\mathbf{M}_{\mathbf{S}}$  im äußeren Feld  $\mathbf{H}_{\mathbf{a}}$  darstellt. *F* steht für die freie Energie, die sich folgendermaßen zusammensetzt

$$F = \int (F'_{A} + F'_{H_{S}} + F'_{K} + F'_{M}) d^{3}r \qquad (2.20)$$

Die enthaltenen Terme werden dabei aus diesen Einzelbeträgen gebildet:

- 1.  $F_A$  : Austauschenergie: folgt aus der HEISENBERGschen Austauschenergie und ist abhängig vom HEISENBERGschen Austauschparameter *I*, mit  $F_A I I(\tilde{N}M_S)^2$
- 2. F<sub>Hs</sub> : Streufeldenergie: erzeugt durch inhomogene Magnetisierungszustände sowie magnetische Oberflächenladungen; es gilt F<sub>Hs</sub> ]H<sub>s</sub><sup>2</sup>
- F<sub>K</sub> : Magnetische Kristallanisotropie: Anisotropie von Magnetisierungskurven und Domänenstruktur beruht auf magnetischer Kristallenergie, welche ihre Ursache in der Spin-Bahn-Kopplungsenergie hat
- 4. F<sub>M</sub> : Magnetoelastische Kopplungsenergie: ferromagnetische Substanzen, erfahren aufgrund der Magnetisierung magnetostriktive Verzerrungen
- 5.  $F_{Ha}$  : Magnetostatische Energie: von  $M_S$  im äußeren Feld  $H_a$ ; es gilt:  $F'_{Ha} = -\mu_0 EM_S EH_a$

Der Einfluss der Terme 3, 4 und 5 führt zu hart- oder weichmagnetischem Verhalten. Bei einer ausgeprägten Kristallanisotropie bzw. einer mechanischen Verspannung ist das Material in einer Vorzugsrichtung leichter zu magnetisieren. Dementsprechend ist bereits in eine Vorzugsrichtung magnetisierte Substanz nur eine schwer ummagnetisierbar. Man spricht von einem Permanentmagneten und bezeichnet das Vorzugsrichtung Material als magnetisch hart und die als leichte Magnetisierungsrichtung (z. B. Fe-Nd-B und Co-Sm-Legierungen). Weichmagnetisches Material (z. B. Transformatorblech) hingegen ist charakterisiert durch seine leichte Ummagnetisierbarkeit, bedingt durch seine geringere Anisotropie oder fehlende Verspannungen. Eine bedeutende technische Anwendung ist in Schreib-Lese-Köpfen von Festplatten zu finden.

Der bereits erwähnte Zusammenhang zwischen äußerem Magnetfeld **H** und makroskopischer Magnetisierung **M** lässt sich folgendermaßen beschreiben:



Abbildung 5: Hysteresekurve eines hart- und weichmagnetischen Ferromagneten. Hohe Felder führen zur Sättigung, bei der alle magnetischen Momente parallel ausgerichtet sind.

Wenn **H** von Null aus ansteigt und das Material unmagnetisiert ist, wächst die Magnetisierung **M** entlang der Neukurve bis zum Sättigungsniveau. Dieses kann nicht überschritten werden, da hier alle magnetischen Momente parallel zum äußeren Feld ausgerichtet sind. **M** sinkt ab, wenn **H** reduziert wird, jedoch auf höherem Niveau als auf der Neukurve. Setzt man **H** auf **0** herab, verbleibt eine Restmagnetisierung, die Remanenz. Es ist ein Permanentmagnet entstanden. Nimmt **H** weiter ab, so wird bei  $\mathbf{H} = -\mathbf{H}_{\mathbf{K}}$ , der Koerzitivfeldstärke der Substanz  $\mathbf{M} = \mathbf{0}$ . Noch weiteres Abnehmen von **H** führt erneut zur Sättigung von **M**. Steigt **H** wieder an, wird die Magnetisierungskurve geschlossen und es entsteht die Hystereseschleife.

Die Ursache der Hysterese von Ferromagneten ist also die magnetische Domänenstruktur. Entscheidend hierbei ist die Beweglichkeit der BLOCH-Wände. Gepinnte, d. h. schwer bewegliche Wände führen zu breiten Hystereseschleifen, also hartmagnetischen Stoffen. Dagegen führen leicht gepinnte Wände zu schmalen Hystereseschleifen, also zu weichmagnetischen Materialien.

#### 2.3.3 Domänenstruktur im Festkörper

Die Abbildungen 6 und 7 veranschaulichen die Domänenstruktur von Festkörpern. Aus der Minimierung der magnetischen Gesamtenergie ergibt sich für jedes Material eine charakteristische Größe und Struktur der WEISS-Bezirke in Abhängigkeit des äußeren Magnetfeldes.

Die Zunahme des gesamten magnetischen Moments einer ferromagnetischen Probe unter dem Einfluss eines äußeren Magnetfeldes erfolgt über zwei voneinander unabhängige Prozesse:

• Schwache äußere Felder

In schwachen äußeren Feldern wächst das Volumen der Domänen, die in Bezug auf das Feld günstig orientiert liegen, auf Kosten der ungünstig orientierten Domänen.

• Starke äußere Felder

In starken äußeren Feldern dreht sich die Magnetisierung der Domäne in die Richtung des äußeren Feldes, was über eine Induktionsspule mit anschließendem Verstärker als BARKHAUSEN-Effekt hörbar ist.



Abbildung 6: Domänenstruktur eines einkristallinen Nickelplättchens; Aufnahmetechnik: Bittertechnik [KIT99]



Abbildung 7: Domänenstruktur eines Silizium-Eisen-Kristalls; Aufnahmetechnik: KERR-Mikroskopie [HS98]

### 2.3.4 Kink-Point-Effekt

Unter dem Einfluss eines äußeren Magnetfeldes  $\mathbf{H}_{\mathbf{a}}$  besteht für einen Ferromagneten zwischen innerem Magnetfeld  $\mathbf{H}_{\mathbf{i}}$  ( $\mathbf{H}_{\mathbf{i}} = 0$  für ideale Weichmagnete), dem Entmagnetisierungsfaktor N (wobei  $N = 4/3E\hat{\mathbf{a}}$  für eine Kugel), der Dichte  $\hat{\mathbf{i}}$  und der Magnetisierung **M** die folgende Beziehung [RK67]

$$\mathbf{H}_{\mathbf{a}} = \mathbf{H}_{\mathbf{i}} + NE\hat{\mathbf{i}}E\mathbf{M} \tag{2.21}$$

Die Domänenvorzugsrichtung wird dabei so geändert, dass das äußere Feld  $H_a$  kompensiert wird. Dabei gilt Gleichung (2.21) im ferromagnetischen Bereich nur solange die durch das äußere Feld  $H_a$  bestimmte Magnetisierung **M** kleiner als die bei der entsprechenden Temperatur maximale spontane Magnetisierung  $M_S$  ist.

Das Abknicken der Magnetisierung oberhalb der Temperatur, bei der  $\mathbf{M}(T) = \mathbf{M}_{\mathbf{S}}(T)$ gilt, bezeichnet man als Kink-Point-Effekt (siehe Abbildung 12). Die Ursache hierfür liegt in der Minimierung der Streufeldenergie durch Domänenausbildung. Ist die spontane Magnetisierung  $\mathbf{M}_{\mathbf{S}}$  einer ferromagnetischen Substanz stärker als das externe Magnetfeld, kompensiert die entstehende Domänenstruktur das Streufeld der Probe. Eine weitere Zunahme der Magnetisierung ist daher mit Streufeldmessungen nicht mehr messbar [KFD+79].

## 3. Der flüssige Ferromagnet

In der Natur kommen flüssige Ferromagnete nicht vor. Dies liegt daran, dass bei allen bekannten ferromagnetischen Materialien der Schmelzpunkt oberhalb der CURIE-Temperatur  $T_C$  liegt und somit bei Erwärmung die thermische Energie weit vor dem Erreichen der flüssigen Phase die magnetische Ordnung zerstört.

Warum trotz dieser Gegebenheiten theoretische Überlegungen angestellt werden und deren experimentelle Belegung möglich ist, wird im Folgenden erörtert.

### **3.1** Theoretische Existenz

Die bekanntesten Vertreter des Ferromagnetismus, Eisen, Nickel und Kobalt, besitzen im 3d-Leitungsband-Elektronen, welche für die magnetische Kopplung verantwortlich sind. Aufgrund ihrer kleineren Masse bewegen sich die Elektronen viel schneller als die Atomkerne. Die 3d-Elektronen sind nicht an den Atomrümpfen lokalisiert, sondern im Festkörperverbund des jeweiligen Metalls als quasifreie Elektronen des sogenannten 3d-Leitungsbandes anzusehen. Diese Elektronen werden als itinerante Elektronen bezeichnet. Sie sind weder komplett frei noch völlig gebunden. Ihre durchschnittliche Verweildauer an einem Atom liegt bei

$$t_0 = \frac{h}{W} \le 10^{-15} s \tag{3.22}$$

und kann bei einer typischen Bandbreite von WZ 10eV über die HEISENBERGsche Unschärferelation abgeschätzt werden [BÖR96].

In der ferromagnetischen Phase bei T  $\varsigma$  T<sub>C</sub> werden die Kollektivanregungen des Spinsystems auf einer Zeitskala entscheidend, welche durch die inverse Spinwellenfrequenz gegeben ist

$$t_S Z 10^{-13} s$$
 (3.23)

Atomare Austauschprozesse in einer Flüssigkeit können über die reziproke DEBEY-Frequenz abgeschätzt werden

$$t_D = \frac{2p}{w_D} \approx 10^{-12} \, s \tag{3.24}$$

Da  $t_0 \zeta t_D$ ,  $t_S$  kann das Elektronensystem instantan der Bewegung der Atome und der thermischen Spinfluktuationen folgen. Damit ergibt sich ein Unterschied von 2 - 3 Größenordnungen zwischen atomarer Verweildauer  $t_0$  und Kohärenzzeit  $t_D$  in der Flüssigkeit, um eine neue Konfiguration einzugehen. Aufgrund dieser unterschiedlichen Zeitskalen der elektronischen Prozesse und der Atombewegung ist die theoretische Möglichkeit für einen flüssigen Ferromagneten gegeben [HAN69].

## **3.2 Die Legierung Co<sub>80</sub>Pd<sub>20</sub>**

Die  $Co_{80}Pd_{20}$ -Legierung ist ein geeignetes System, um einen flüssigen Ferromagneten herzustellen. Dieses System besitzt unter allen bekannten binären Legierungen die niedrigste Temperaturdifferenz zwischen Liquidustemperatur  $T_{Liq}$  und CURIE-Temperatur  $T_C$  der festen Phase. Außerdem ist diese Legierung über den ganzen Konzentrationsbereich mischbar, was die Ausbildung fester Randphasen in der Unterkühlungsphase ausschließt. Ein weiterer Vorteil liegt in der kubisch flächenzentrierten Ordnung der festen Phase oberhalb von 422°C, da diese Ordnung große Ähnlichkeit mit der dichtesten Kugelpackung und damit einen geringen Volumen- und Strukturunterschied zwischen fester und flüssiger Phase besitzt. Dies erleichtert das Unterkühlen.

Eine binäre Legierung, bestehend aus den beiden Komponenten A und B, kann durch eine zusätzliche Zustandsgröße in der GIBBSschen freien Enthalpie *G* über

$$G(T, p, N) \to G(T, p, N, x_B) \tag{3.25}$$

mit  $x_B$  als Stoffmengengehalt der Komponente B beschrieben werden [KOP89]. Abbildung 6 zeigt ein erweitertes Gleichgewichtsphasendiagramm des Legierungssystems Co-Pd in Abhängigkeit von Temperatur und Stoffmengengehalt. Zusätzlich ist die ferromagnetische CURIE-Temperatur T<sub>C</sub> in Abhängigkeit vom Stoffmengengehalt dargestellt.



Atomprozent Palladium

Abbildung 6: Phasendiagramm der Legierung Co-Pd in Abhängigkeit von Temperatur und Stoffmengengehalt und zusätzlich die CURIE-Temperatur in Abhängigkeit vom Stoffmengengehalt. Das Abstandsminimum (350K) zwischen Liquidus- und ferromagnetischer CURIE-Temperatur findet man bei einer atomprozentigen Verteilung von 80:20 [BAK92]. Für die magnetischen Untersuchungen wurde unter Berücksichtigung der minimalen Temperaturdifferenz zwischen Liquidustemperatur ( $T_{Liq} = 1610$ K) und ferromagnetischer CURIE-Temperatur der festen Phase  $T_C = 1260$ K eine Co-Pd-Zusammensetzung im Atomverhältnis 80:20 gewählt. Eine Unterkühlung um eine Temperaturdifferenz von 350K ist nötig, um die ferromagnetische Phase zu erreichen und damit einen flüssigen Ferromagneten zu erhalten.

## 3.3 Elektromagnetische Levitation

Um die für das Co<sub>80</sub>Pd<sub>20</sub>-System benötigte Unterkühlung von 350K zu erreichen und das in Kapitel 2.1.3 erklärte Problem der Keimbildung zu minimieren, bietet sich das behälterlose Verfahren der elektromagnetischen Levitation an. So ist es möglich, den unterkühlten Zustand der Probe über einen Zeitraum von einigen Stunden stabil zu halten.

#### 3.3.1 Prinzip

Die leitende  $Co_{80}Pd_{20}$ -Probe befindet sich im Hochfrequenzfeld einer wechselstromdurchflossenen Levitationsspule. Das erzeugte, alternierende Magnetfeld induziert in der Probe Wirbelströme, die aufgrund der LENZschen Regel ein magnetisches Moment erzeugen, dass dem Spulenfeld entgegenwirkt. Folglich wird die Probe abgestoßen und in feldschwächere Bereiche gedrängt. Die Probe schwebt. Das Feld wird dabei durch eine konisch geformte Spule realisiert. Im Fall einer zum Erdboden gerichteten Konusspitze, ist die abstoßende Levitationskraft  $\mathbf{F}_{L}$  der Gravitationskraft  $\mathbf{F}_{G}$ entgegengerichtet und bewirkt eine stabile Schwebeposition der Probe.



Abbildung 7: Spulenaufbau und berechneter Verlauf der Magnetfeldstärke und des Feldgradienten der verwendeten Levitationsspule (Spule im Schnittbild). Die ungefähren Abmessungen der Spule betragen: Höhe: 7,5mm; oberer Innendurchmesser: 3mm; unterer Innendurchmesser: 1mm. Das Spulenmaterial besteht aus 0,6mm Kupferrohr. Um für zusätzliche Untersuchungen (z. B. Strahlengang für MOKE) einen freien Probenzugang zu gewährleisten befindet sich ein ca. 1mm großer Spalt zwischen oberem und unterem Spulenteil.

Für eine metallische Probe mit spezifischem Widerstand  $\dot{a}(T)$ , dem Radius *r* und einem magnetischen Wechselfeld der Amplitude **H** kann nach FROMM und JEHN folgende Levitationskraft angegeben werden

$$\mathbf{F}_{\mathbf{L}} \propto G(x)r^{3}(\mathbf{H} \cdot \nabla)\mathbf{H}$$
(3.26)

wobei G(x) eine Korrekturfunktion für die Levitationskraft  $\mathbf{F}_{\mathbf{L}}$  ist, schnell ansteigt und in ein Plateau übergeht (siehe Abbildung 8).

Die induzierten Wirbelströme führen aufgrund des ohmschen Widerstandes nicht nur zum Schweben der Probe, sondern heizen diese auch auf. Die aufgenommene Leistung  $P_L$  ergibt sich zu

$$P_{L} \propto F(x) r r(T) \mathbf{H}^{2}$$
(3.27)

wobei F(x) die Korrekturfunktion für die Heizleistung ist und linear ansteigt. Die Verläufe der beiden Korrekturfunktionen G(x) und F(x) sind in Abhängigkeit vom x-Parameter (Quotient aus Probenradius *r* und Skintiefe *d*) in Abbildung 8 dargestellt.



Abbildung 8: Korrekturfunktion G(x) für die Levitationskraft  $\mathbf{F}_L$ , sowie Korrekturfunktion F(x)für die aufgenommene elektrische Leistung  $P_L$ . Die Probengröße mit Radius r und die Skintiefe  $\hat{O}$  werden im x-Parameter mit  $x = r / \hat{O}$  berücksichtigt. Bei der Wahl von x = 5 bis x = 10 ist ein guter Kompromiss zwischen Leistungsaufnahme  $P_L$  und Levitationskraft  $\mathbf{F}_L$  erreicht [FJ65].

Die Skintiefe d [m] entspricht dabei der Schichtdicke, nach der die Stromamplitude in der Probe auf den *e*-ten Teil abgesunken ist. Der formelle Zusammenhang ist dabei durch

$$d = \frac{1}{\sqrt{m_0 m_r pns}} \tag{3.28}$$

gegeben. Dabei ist Ý die Frequenz und  $\hat{a}$  die elektrische Leitfähigkeit der Probe. Neben diesen Größen gehen aber auch durch  $\mu_r$  magnetische Eigenschaften der Probe ein.

#### 3.3.2 Aufbau der Levitationsanlage

Das Kernstück der Anlage, die Levitationsspule, befindet sich aus keimreduzierenden Gründen in einem mit Wasserstoff gefüllten Ultra-Hoch-Vakuum-Rezipienten. Zur Erzeugung der benötigten Hochfrequenz wird ein Hochfrequenz-Sender mit nachgeschaltetem Verstärker verwendet. Die Impedanz der Levitationsspule wird über einen Hochfrequenztransformator, einen sogenannten Induktor, der Ausgangsimpedanz des HF-Verstärkers angepasst. Zur HF-Abschirmung befinden sich die entsprechenden Bauteile in einer Kupferkiste. Die berührungsfreie Temperaturbestimmung der Probe geschieht über ein Quotientenpyrometer mit  $\Leftrightarrow_1 = 950$ nm und  $\Leftrightarrow_2 = 1050$ nm, welches aus der PLANCK-Strahlung der Probe die Temperatur ermittelt. Ein optischer Probenzugang ist über einen metallischen Umlenkspiegel gewährleistet, über den das Pyrometer die Probe mit einer Videokamera oder einem Beobachtungsfernrohr erfolgen.



Abbildung 9: Schematischer Versuchsaufbau der Levitationsanlage.

Genauere Spezifikationen der verwendeten Geräte, sowie die für den Betrieb erforderlichen Sekundärsysteme bzgl. Kühlung, Gasversorgung und Vakuum sind in der Arbeit von C. BÜHRER [BÜH98] ausführlich beschrieben. In Kapitel 5.2.1 (Experimenteller Ablauf) wird auf die Bedienung der Levitationsanlage und ihrer Sekundärsysteme eingegangen.

Die genaue Form der Levitationsspule spielt eine wesentliche Rolle, denn an sie werden bestimmte Anforderungen bzgl. des Levitationsverhaltens sowie der Geometrie gestellt. Deshalb muss die Levitationsspule so geschaffen sein, dass die Probe durch Variation der HF-Leistung beliebig aufgeheizt bzw. abgekühlt werden kann (vgl. Kapitel 3.3.1), ohne dabei die stabile Schwebeposition wesentlich zu ändern. Außerdem ist zu beachten, dass ein genügend großer Spalt zwischen dem oberen und unteren Spulenteil vorhanden ist, um für zusätzliche Untersuchungen (z. B. Strahlengang für MOKE) einen freien Probenzugang zu gewährleisten.

In Abbildung 7 sind die Magnetfeldstärke **H** sowie der Feldgradient  $|\mathbf{H}/|dz$  in Abhängigkeit der Höhe innerhalb der Spule dargestellt. Die Berechnungen wurden anhand eines Modells aufaddierter Leiterschleifen unter Berücksichtigung des

Nahfeldes gemacht [BÜH98]. Zur Verdeutlichung ist die Spule samt schwebender Probe, sowie der Strahlengang zur magnetooptischen Untersuchung dargestellt.

Die aktuelle Spulenform ist so gewählt, dass der obere Spulenteil sich gegenüber dem unteren durch einen entgegengesetzten Drehsinn auszeichnet. Dadurch entsteht im Zwischenraum ein Bereich starker Feldinhomogenität, die zusätzlich durch drei Außenwicklungen verstärkt wird. Dies ermöglicht eine stabile Schwebeposition der Probe zwischen den beiden Windungen (siehe Anhang B - Abbildung 34).

Um die Probe einfacher in den Schwebezustand überführen zu können, wird ein Bor-Nitrid-Tiegel benutzt. Von dieser Position aus muss die Probe beim Einschalten der Hochfrequenz eine geringere Höhendifferenz zur stabilen Schwebeposition überwinden.

### 3.3.3 Probleme und Lösungen

Ein Problem bei Messungen, die mit Hilfe der elektromagnetischen Levitation durchgeführt werden, ist das Oszillieren der Probe im Bereich des magnetischen Phasenübergangs. In der Nähe von  $T_C$  steigt die Suszeptibilität stark an und die Ausbildung ferromagnetischer Cluster führt dazu, dass die Probe in das inhomogene Magnetfeld der Levitationsspule gezogen wird (Abbildung 10 A). Dort nimmt die Heizleistung zu und die Probentemperatur steigt (Abbildung 10 B). Das wiederum hat eine Zerstörung der ferromagnetischen Cluster zur Folge, was die Probe in einen Bereich kleinerer Feldstärke drückt und wieder abkühlen lässt (Abbildung 10 C). Dieser Prozess wiederholt sich und es entsteht eine Oszillation in vertikaler Richtung (Abbildung 10 D).

Auch in horizontaler Richtung entsteht nach dem gleichen Prinzip eine Schwingung, die aber wegen des geringeren Feldgradienten von der vertikalen dominant überlagert wird.



Abbildung 10: Probenoszillation in der Nähe von  $T_C$ .

Dieses Problem ist durch Modifikationen im Aufbau der Levitationsanlage mit einer Stabilisierungsregelung gelöst worden (siehe Anhang B - Abbildung 35).

Der Aufbau der Stabilisierungsvorrichtung besteht aus drei Hauptbestandteilen: einer Beobachtungseinrichtung, der Regelelektronik und den Elektromagneten. Abbildung 11 zeigt diesen Anlagenteil mit seinem vertikalen (A) und horizontalen Aufbau (B).

Die aktuelle Probenposition wird mit Hilfe von Linsen auf die Vierfelddioden abgebildet. Dies ist ohne Probleme möglich, da die Probe aufgrund der PLANCKschen Strahlung im Empfindlichkeitsbereich der Dioden Licht emittiert. Um die Funktion der Dioden während des Laserbetriebs bei der Strukturmessung nicht zu beeinflussen, sind die Vierfelddioden durch Filter geschützt. Diese lassen Licht mit  $\lambda$  < 800nm nicht mehr passieren.



Abbildung 11: Schematischer Aufbau der vertikalen und horizontalen Probenstabilisierung. Zur Bestimmung der Probenposition wird die Probe auf Vierfelddioden abgebildet. Beim Verlassen der Sollposition wird über regelbare Elektromagnete die Probe zurückgezogen.

Um die Probe an der gewünschten Schwebeposition zu fixieren, sind um die Levitationsspule fünf steuerbare Elektromagnete angeordnet. In vertikaler Richtung befindet sich ein durchbohrter, pfannkuchenförmiger Elektromagnet und in horizontaler Richtung befinden sich vier stabförmige Elektromagnete mit Eisenkernverlängerungen, welche die Probe nach dem Verlassen ihrer Sollposition wieder zurückziehen können. Die automatische Stabilisierungsregelung geschieht dabei über eine PC-Regelkarte, welche die eingelesenen Dioden-Positionssignale in einem Regelalgorithmus verarbeitet und entsprechende Regelungsströme an die Netzteile der Elektromagnete weiterleitet. Nähere Informationen hierzu sind den Arbeiten von M. BECKMANN [BEC98] und C. BÜHRER [BÜH98] zu entnehmen.

Ein weiteres Problem stellen Oberflächenschwingungen der flüssigen Probe dar, welche dadurch entstehen, dass die Levitationskraft nur im Bereich der Skintiefe (Gleichung 3.28) angreift. Kleine Veränderungen der Levitationskraft können somit zu Oberflächenschwingungen führen.

Mit Hilfe einer Probenverkleinerung kann die elektromagnetische Levitation optimiert werden. So kann nicht nur das Problem der Oberflächenschwingungen verringert werden, sondern auch eine tiefere Unterkühlung und ein schnellerer Wärmeausgleich erreicht werden. Es ergeben sich folgende Vorteile [STU99]:

### • Keimbildung

Zwischen der maximalen Keimbildungsrate  $I_S(\zeta T)$  bei Unterkühlung  $\zeta T$ , dem Probenvolumen V und der Unterkühlungszeit  $t_u$  besteht folgender Zusammenhang

$$I_{\mathcal{S}}(\mathcal{CT})\mathcal{E}\mathcal{V}\mathcal{E}t_u = 1 \tag{3.29}$$

Eine Verringerung des Probenvolumens und der Dauer der Unterkühlung gestattet eine Messung trotz höherer Keimbildungsrate und damit bei tieferer Unterkühlung. Dabei erreicht man bei einer Probenverkleinerung von 6mm auf 1mm Durchmesser ca. 20K niedrigere Unterkühlungen.

#### • verbesserte Kugelform

Der LAPLACEsche Satz beschreibt den Zusammenhang zwischen Krümmungsdruck  $p_D$  eines Flüssigkeitstropfens mit dem Radius r und der Oberflächenspannung  $\hat{a}$ .

$$p_D = \frac{2s}{r} \tag{3.30}$$

Der Oberflächendruck der Probe erhöht sich bei Volumenverkleinerung, was eine verbesserte Kugelform bedingt. Außerdem ist eine leichtere Probenstabilisierung aufgrund weniger auftretender Rotationszustände gegeben.

#### Reduzierung von Oberflächenschwingungen

Erhöhte Rückstellkräfte an der Probenoberfläche dämpfen Probeneigenschwingungen, was für magnetooptische Untersuchungen Voraussetzung ist. Die typischen Frequenzen bei Probengrößen von ca. 1mm Durchmesser liegen bei etwa 1kHz [BÜH98], aber beeinflussen Messungen wegen starker Dämpfung nicht.

#### geringere Wärmekapazität - günstiges Verhältnis Probendurchmesser / Skintiefe

Die geringere Wärmekapazität einer verkleinerten Probe gewährleistet einen schnelleren Wärmeausgleich über das Volumen. Außerdem wird die Trägheit bzgl. der eingestrahlten HF-Leistung vermindert, da das Verhältnis zwischen Volumen und Oberfläche günstiger ist.

Mit der Verkleinerung der Probe und der Modifikation der Levitationsanlage zur Mikro-Levitation kann die Unterkühlung optimiert werden.

## **3.4 Magnetische Ordnung**

Zur Beschreibung der einsetzenden magnetischen Ordnung im Bereich der Ordnungstemperatur T<sub>C</sub> kann das Verhalten der Suszeptibilität bzw. der inversen Suszeptibilität in Abhängigkeit der Temperatur herangezogen werden. Entsprechende Messungen mit einer modifizierten FARADAY-Waage wurden an festem und flüssigem Co<sub>80</sub>Pd<sub>20</sub> durchgeführt [BÜH98]. Dabei hatte das äußere Magnetfeld am Probenort eine Stärke von  $\mu_0$ H = 15,6mT bei einem Gradienten von 0,6T/m. In Abbildung 12 sind diese Messungen für die flüssige, unterkühlte Phase dargestellt.

Wird  $T_C$  unterschritten, kommt es zu einem plötzlichen Abknicken des Messsignals. Dies geschieht aufgrund der sich ausbildenden Domänenstruktur im Bereich von  $T_C$  und wird als der Kink-Point-Effekt (vgl. Kapitel 2.3.4) bezeichnet.

Das Verhalten der inversen Suszeptibilität in Abhängigkeit der Temperatur ist im Insert der Abbildung 12 dargestellt. Im Bereich höherer Temperaturen folgt der Verlauf dem

CURIE-WEISS-Gesetz (vgl. 2.2.2), wohingegen mit sinkender Temperatur eine Abweichung von diesem bemerkbar ist.



Abbildung 12: Flüssige, unterkühlte Phase von Co<sub>80</sub>Pd<sub>20</sub>, wobei c und c<sup>-1</sup> in Abhängigkeit der Temperatur aufgetragen sind. Der Kink-Point deutet eine Domänenstruktur an. Die Ursache hierfür liegt in der Minimierung der Streufeldenergie durch Domänenausbildung.

Aufgrund magnetischer Untersuchungen am  $Co_{80}Pd_{20}$ -System ist sehr wahrscheinlich, dass sich eine magnetische Ordnung in einer Flüssigkeit ausbilden kann [BÜH98]. Aber wie sieht diese Ordnung aus?

Verspannungen, die im Festkörper die BLOCH-Wände an einer Verschiebung hindern, führen zu abgrenzbaren Domänen. In einer relaxierten Flüssigkeit treten im Gegensatz zum Festkörper aber keine Verspannungen oder Anisotropien auf, die zu klar abgegrenzten Domänen führen könnten. Man kann daher eine andere Domänenstruktur als im Festkörper erwarten. Als unwahrscheinlich erscheinen die in Abbildung 6 und 7 gezeigten Strukturen der Domänenverteilung im Festkörper.



Abbildung 13: Theoretisch wahrscheinliche Domänenstruktur im kugelförmigen, flüssigen Ferromagneten. Ein äußeres Magnetfeld ist dabei für die Ausrichtung der magnetischen Momente verantwortlich.

Zum allgemeinen experimentellen Nachweis der Domänenstruktur gibt es drei wichtige Methoden:

#### • LORENTZ-Mikroskopie

Bei der LORENTZ-Mikroskopie wird aufgrund der LORENTZ-Kraft beim Durchgang durch eine ferromagnetische Schicht ein abzubildender Elektronenstrahl abgelenkt.

#### • Bitter-Streifentechnik

Hier wird die Oberfläche eines ferromagnetischen Materials z. B. mit Eisenspänen belegt, die sich in Bereichen hoher Gradienten (Domänenwände) sammeln und sichtbar sind (siehe Abbildung 6).

#### • Magnetooptischer KERR- und FARADAY-Effekt

Der magnetooptische KERR- und FARADAY-Effekt macht sich zu Nutze, dass die Polarisationsebene von Licht durch Reflexion an bzw. Transmission in magnetischen Materialien gedreht wird.

Die Dimension und Beschaffenheit der zu untersuchenden 10-13mg schweren, kugelförmigen  $Co_{80}Pd_{20}$ -Probe mit einem Durchmesser von 1 - 1,2mm lässt Methoden, welche Transmissionseffekte ausnutzen, nicht zu. Eine berührungslose Messung ist aufgrund der sonst sofort eintretenden Kristallisation der Probe unumgänglich. Außerdem soll der bisher verwendete Versuchsaufbau zur Präparation des flüssigen Ferromagneten nur bzgl. der Strukturmessung erweitert und möglichst wenig beeinflusst werden.

Somit bietet der magnetooptische KERR-Effekt eine ideale Grundlage für strukturelle Untersuchungen (vgl. Kapitel 4.1 ) der Co-Pd-Legierung.

## 4. Untersuchung der magnetischen Struktur

Nach dem im vorherigen Kapitel 3.3 gezeigten Aufbau zur Erzeugung eines räumlich fixierten, flüssigen Ferromagneten wird nun der neue Versuchsaufbau beschrieben. Hier sollen mit Hilfe des magnetooptischen KERR-Effekts berührungsfreie Strukturuntersuchungen an der schwebenden Co<sub>80</sub>Pd<sub>20</sub>-Probe durchgeführt werden.

## 4.1 Magnetooptischer KERR-Effekt

Unter dem magnetooptischen KERR-Effekt versteht man die Drehung der Polarisationsebene von Licht bei der Reflexion an magnetischen Oberflächen. Dies bedeutet, dass das von einer magnetisierten Oberfläche reflektierte Licht in seiner Polarisationsebene um den KERR-Winkel gedreht wird, der proportional zur Magnetisierung der Probe ist und in der Größenordnung  $< 10^{-3}$  Grad liegt. Der MOKE tritt aufgrund der stärkeren Magnetisierung nur bei ferromagnetischen Materialien auf und ist indirekt von äußeren magnetischen Feldern abhängig, sofern diese die Probenmagnetisierung beeinflussen.

### 4.1.1 Grundlagen

Die Wechselwirkung einer magnetischen Substanz mit einer elektromagnetischen Welle (Licht) lässt sich mit Hilfe des dielektrischen Gesetzes beschreiben.

$$\mathbf{D} = \mathbf{e} \mathbf{E} \mathbf{E} \tag{4.31}$$

Der **D**-Vektor bestimmt die Richtung des reflektierten Lichts, wohingegen **E** der **E**-Vektor der elektromagnetischen Welle und e der Dielektrizitätstensor ist. Die Magnetisierungsabhängigkeit des Dielektrizitätstensors e im Bereich optischer Wellenlängen ist für den KERR-Effekt von grundlegender Bedeutung. Aus Symmetrieüberlegungen besitzt der Dielektrizitätstensor e für kubische Materialien folgende, allgemeine Form

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \boldsymbol{e} \begin{pmatrix} 1 & iQJ_3 & -iQJ_2 \\ -iQJ_3 & 1 & iQJ_1 \\ iQJ_2 & -iQJ_1 & 1 \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} B_1J_1^2 & B_2J_1J_2 & B_2J_1J_3 \\ B_2J_1J_2 & B_1J_2^2 & B_2J_2J_3 \\ B_2J_1J_3 & B_2J_2J_3 & B_1J_3^2 \end{pmatrix}$$
(4.32)

wobei Q (VOIGT-Konstante),  $B_1$  und  $B_2$  komplexe, frequenzabhängige Materialkonstanten sind und  $J_i$  (i=1,2,3) der Vektor der Magnetisierung ist.

Der erste Term der Gleichung (4.32) ist für die magnetisierungsabhängige Drehung des Polarisationsvektors des Lichts verantwortlich. Die komplexe VOIGT-Materialkonstante Q beinhaltet dabei die Änderung der Polarisationsebene und ist zusätzlich für die auftretende Elliptizität verantwortlich. Hier sei aber nur der dominante Realteil, welcher für die Drehung verantwortlich ist, betrachtet.

Der zweite Term von Gleichung (4.32) beschreibt eine magnetisch induzierte Doppelbrechung. Diese ist unter dem Namen VOIGT-Effekt bekannt, bei dem die Komponenten des Magnetisierungsvektors quadratisch eingehen. Dabei sind die Materialkonstanten  $B_1$  und  $B_2$  in isotropen oder amorphen Medien gleich, in kubischen Kristallen jedoch unterschiedlich.

Vernachlässigt man weniger einflussreiche Effekte höherer Ordnung, geht nur der erste Term des *e*-Tensors (Gleichung 4.32) in das dielektrische Gesetz ein. In anderer Schreibweise ergibt sich für Effekte 1. Ordnung

$$\mathbf{D} = \boldsymbol{\varepsilon} \cdot \mathbf{E} = \boldsymbol{e} \cdot \begin{pmatrix} 1 & iQJ_3 & -iQJ_2 \\ -iQJ_3 & 1 & iQJ_1 \\ iQJ_2 & -iQJ_1 & 1 \end{pmatrix} \cdot \mathbf{E} = \boldsymbol{e} \cdot \mathbf{E} + i \cdot \boldsymbol{e} \cdot \boldsymbol{Q} \cdot \mathbf{J} \times \mathbf{E} \quad (4.33)$$

Sind die Außerdiagonalelemente des *e*-Tensors gleich Null, so kommt es zu keiner Drehung der Polarisationsebene, was bedeuten würde, dass das Licht ohne Drehung mit der Materie wechselwirken würde. Q ist ein Maß für die Drehung der Polarisationsebene und frequenzabhängig vom einfallenden Licht, weswegen auch der MOKE frequenzabhängig ist. Zu einem magnetisierungsabhängigen Beitrag des **D**-Vektors kommt es nur, wenn das Vektorprodukt **J**  $\Delta$  **E** ungleich Null ist [HS98].

#### 4.1.1.1 Klassische Erklärung

Die Ursache des magnetooptischen KERR-Effekts lässt sich in 1. Näherung nach Gleichung (4.33) durch das Vektorprodukt  $J \Delta E$  zwischen Magnetisierungsvektor J und dem elektrischen Feld-Vektor des Lichts E darstellen. Hierbei kann man sich das Vektorprodukt als eine LORENTZ-Kraft  $F_{Lor}$  vorstellen, die auf die vom Licht angeregten Elektronen wirkt. Diese Elektronen schwingen dabei in der Polarisationsebene des E-Vektors des einfallenden Lichts. Die Oszillation der Elektronen lässt sich durch folgende Schwingungsgleichung beschreiben [BQ98]

$$\frac{d^2\mathbf{r}}{dt^2} + \frac{m}{t}\frac{d\mathbf{r}}{dt} + mW_0^2\mathbf{r} = -e\mathbf{E} - \frac{e}{c}\frac{d\mathbf{r}}{dt} \times \mathbf{B}_z$$
(4.34)

wobei  $\hat{e}_0$  der Eigenfrequenz und  $\tilde{a}$  der Relaxationszeit des Elektrons entsprechen, sowie  $\mathbf{B}_z$  einem externen Magnetfeld. Das von den schwingenden Elektronen ausgehende Licht ist in der gleichen Richtung polarisiert wie das einfallende Licht. Normal reflektiertes Licht, ohne den Einfluss einer magnetischen Oberfläche, wird wie der einfallende Strahl reflektiert und ändert seine Polarisationsebene nicht. Diese regulär reflektierte Komponente bezeichnet man als  $\mathbf{R}_N$ .

Bei vorhandener Magnetisierung induziert die LORENTZ-Kraft eine kleine Schwingungskomponente senkrecht zur Primärschwingung und senkrecht zur Magnetisierungsrichtung J. Diese sekundäre Bewegung ist proportional zur LORENTZ-Geschwindigkeit,

$$\mathbf{v}_{\mathbf{Lor}} ] \mathbf{J} \Delta \mathbf{E} \tag{4.35}$$

welche gemäß dem HUYGENSschen Prinzip eine sekundäre Amplitude erzeugt. Sie bezeichnet man als KERR-Komponente  $\mathbf{R}_{\mathbf{K}}$  für die Reflexion, die sich wiederum mit der Normalkomponente  $\mathbf{R}_{\mathbf{N}}$  überlagert und zu einer magnetisierungsabhängigen Drehung

der Polarisationsebene führt. Dabei ergeben sich je nach Polarisationsrichtung des einfallenden Lichts und den verschiedenen Magnetisierungsrichtungen **J** unterschiedliche Konfigurationen des KERR-Effekts (vgl. Kapitel 4.1.2).

Mit Hilfe dieses klassischen Modells kann die Änderung der Polarisationsebene des Lichts bei Reflexion an magnetischen Oberflächen in 1. Näherung erklärt werden. Die Hinzunahme des zweiten Terms des allgemeinen *e*-Tensors (Gleichung 4.32) und die zusätzliche Betrachtung der Imaginärteile der Materialkonstanten Q,  $B_1$  und  $B_2$  machen diese klassische Betrachtung exakter aber auch komplizierter und in ihrer physikalischen Aussage nicht deutlicher.

#### 4.1.1.2 Quantenmechanischer Ansatz

Die Wechselwirkung des Lichts mit einem ferromagnetischen Festkörper lässt sich auch quantenmechanisch erklären. Dabei spielt die Austauschwechselwirkung der Elektronen und die Spin-Bahn-Kopplung eine große Rolle.

VOIGT fand heraus, dass zur Beschreibung der magnetisierungsabhängigen Drehung des einfallenden Lichts im klassischen Modell sehr große, aber real nicht vorhandene Magnetfelder erforderlich sind. Auch HEISENBERGS Austauschformalismus alleine konnte den Effekt nicht vollständig beschreiben. Erst 1932 gelang es HULME mit Hilfe der Spin-Bahn-Kopplung die beschriebene Drehung bei Reflexion an ferromagnetischen Substanzen zu beschreiben.

Die Spin-Bahn-Wechselwirkung kommt durch die Interaktion des Elektronenspins s mit der Elektronen-Bahnbewegung zustande. Sie ist proportional zu

$$(\nabla \mathbf{V} \times \mathbf{p}) \cdot \mathbf{s} \tag{4.36}$$

und resultiert aus der Wechselwirkung zwischen Elektronenspin s und dem Magnetfeld, welches das Elektron mit Impuls **p** bei seiner Bewegung durch das elektrische Feld  $\mathbf{E} = -\mathbf{V}$ , sieht". Diese Wechselwirkung koppelt den Impuls des Elektrons mit den magnetischen und optischen Eigenschaften einer ferromagnetischen Substanz.

Folgender Ansatz beschreibt den HAMILTON-Operator dieses Systems, mit dessen Hilfe quantenmechanische Berechnungen durchgeführt werden können.

$$H = \frac{\hat{\mathbf{p}}^{2}}{\mathbf{P}^{2}} + V(r) + \frac{\mathbf{h}}{\mathbf{P}^{2}} (\nabla \mathbf{V} \times \hat{\mathbf{p}}) \cdot \hat{\mathbf{\sigma}} + \frac{e}{\mathbf{P}^{2}} \hat{\mathbf{A}} \cdot \hat{\mathbf{p}}$$
(4.37)  
$$H_{0} = \frac{\mathbf{h}^{2}}{\mathbf{P}^{2}} \mathbf{H}^{2} \mathbf{H}$$

Dabei beschreibt der erste Term den Einfluss von kinetischer Energie und Potential, der zweite die Spin-Bahn-Kopplung und der dritte Term die Wechselwirkung zwischen Material und elektromagnetischer Welle.  $\hat{\mathbf{p}}$  ist der Impuls-Operator,  $\hat{\mathbf{\sigma}}/2$  der Spin-Operator des Elektrons und  $\hat{\mathbf{A}}$  das Vektorpotential des Materials [BQ98].

#### 4.1.2 Fallunterscheidung und Darstellung

Je nach Lage des Magnetisierungsvektors **J** und des elektrischen Feldvektors **E** zur Einfallsebene des Lichts, unterscheidet man zwischen polarem, longitudinalem (in senkrechter oder paralleler Polarisation) und transversalem KERR-Effekt.

Projiziert man die resultierende LORENTZ-Geschwindigkeit senkrecht zur Fortpflanzungsrichtung des reflektierten Lichts auf die Ebene, so erhält man die in der Reflexion wirkende magnetooptische Amplitude.

#### Polarer KERR-Effekt

Beim polaren KERR-Effekt (Abbildung 14) steht der Magnetisierungsvektor **J** senkrecht zur Probenoberfläche. Der Effekt ist bei senkrechtem Lichteinfall  $\nabla = 0$  am stärksten. In dieser Situation herrscht Unabhängigkeit von der Polarisationsrichtung des einfallenden Lichts, während bei sehr kleinen Winkeln mit  $\nabla \neq 0$  eine große Abhängigkeit herrscht.



Abbildung 14: Polarer magnetooptischer KERR-Effekt (J u Probenoberfläche).

#### Longitudinaler (meridionaler) senkrechter KERR-Effekt

Beim longitudinalen KERR-Effekt liegt die Magnetisierungsrichtung **J** der Probe parallel zur Probenoberfläche und parallel zur Einfallsoberfläche. Je nach der Polarisationsebene des einfallenden Lichts unterscheidet man zwischen zwei Fällen. Ist die Polarisationsrichtung des Lichts senkrecht zur Einfallsebene, so nennt man den Effekt longitudinal senkrecht oder auch longitudinalen KERR-Effekt in senkrechter Polarisation (Abbildung 15).



Abbildung 15: Longitudinaler (senkrechter) magnetooptischer KERR-Effekt (J t Probenoberfläche; Polarisationsebene des einfallenden Lichts u Einfallsebene).

#### Longitudinaler (meridionaler) paralleler KERR-Effekt

Ist hingegen die Polarisationsrichtung des einfallenden Strahls parallel zur Einfallsebene und die Magnetisierungsrichtung **J** der Probe parallel zur Oberfläche, nennt man dies longitudinal parallel oder longitudinalen KERR-Effekt in paralleler Polarisation (Abbildung 16).



Abbildung 16: Longitudinaler (paralleler) magnetooptischer KERR-Effekt (J t Probenoberfläche; Polarisationsebene des einfallenden Lichts t Einfallsebene).

Die Richtung der beiden longitudinalen Effekte ist unterschiedlich und man erhält eine Drehung erst bei schrägem Einfall des Lichts, da sie proportional zum Sinus des Einfallswinkels  $\nabla$  ist.

#### Transversaler (äquatorialer) KERR-Effekt

In diesem Fall steht die Einfallsebene des Lichts senkrecht zum Magnetisierungsvektor **J** und ist parallel polarisiert. Die Polarisationsrichtung zeigt zur regulär reflektierten Komponente  $\mathbf{R}_N$ , weshalb der transversale Effekt zu einer Amplitudenvergrößerung in Richtung der regulär reflektierten Komponente  $\mathbf{R}_N$  führt. Damit dieser Effekt auftritt, wird also ein nicht verschwindender Einfallswinkel  $\nabla \neq 0$  benötigt.



Abbildung 17: Transversaler magnetooptischer KERR-Effekt (**J u** Einfallsebene des Lichts).

## 4.2 Anlage zur Strukturuntersuchung

Im Folgenden wird der Aufbau und die Funktionsweise der neuen Anlage zur Untersuchung der magnetischen Struktur der  $Co_{80}Pd_{20}$ -Probe beschrieben.

Um die experimentell bisher unerforschte Domänenstruktur des flüssigen Ferromagneten bzw. die vorhergesagte Vortexstruktur (vgl. Kapitel 3.4 ) untersuchen zu können, bedient man sich des zuvor beschriebenen MOKE. Um diesen allerdings anwenden zu können, muss die Polarisationsebene des einfallenden Lichts sowie die Probenmagnetisierung entsprechend präpariert werden können. Außerdem muss eine empfindliche Analysiermöglichkeit vorhanden sein.

#### 4.2.1 Strahlengang

Insgesamt stehen 4 Experimentierfenster zur Probe im Rezipienten zur Verfügung. Bisher wurden zwei horizontale Fenster zur Beobachtung bzw. Stabilisierung der Probe und eines zur Temperaturmessung (vertikales Fenster) mittels Strahlungspyrometer genutzt. Zur Anwendung des longitudinalen KERR-Effekts (] sin  $\nabla$ ) werden zwei Fenster für den Ein- und Ausgangsstrahl benötigt. Ein Fenster muss also doppelt genutzt werden. Daher wurde im Eingangsstrahl ein metallischer Umlenkspiegel mit einem 1mm Loch eingebaut, um weiterhin die Temperatur messen zu können. Das Loch des Umlenkspiegels liegt dabei auf der optischen Achse und der Eingangsstrahl kann ungehindert passieren.



Abbildung 18: Strahlengang und Komponenten. Im Eingangsstrahl wird die Polarisationsebene des Lichtes festgelegt. Nach der Reflexion an der Probenoberfläche wird der Strahlengang in einem Analysator in einen winkelabhängigen und einen winkelunabhängigen Strahl aufgeteilt.

Das für den KERR-Effekt notwendige linear polarisierte Licht wird durch einen Laser mit anschließendem GLAN-THOMPSON-Polarisationsprisma (Polarisator) hoher Güte erzeugt. Zur Fokussierung des Lichts auf die in der Levitationsspule schwebende Probe wird eine Sammellinse mit einer Brennweite von 300mm benutzt. Dabei muss darauf geachtet werden, den Laserstrahl senkrecht durch die optischen Komponenten, den Umlenkspiegel mit seinem 1mm großen Loch und das vertikale Eintrittsfenster des Rezipienten zu leiten. Dies ist wichtig, damit keine zusätzliche Drehung der Polarisationsebene und keine Reflexions- und Beugungseffekte erfolgen, die zusätzliche elliptische Komponenten im polarisierten Strahl erzeugen würden.

Nach der Reflexion des Laserlichts an der Probenoberfläche tritt der Strahl zwischen den Windungen der Levitationsspule durch das Austrittsfenster des Rezipienten. Eine Reihe graphit-geschwärzter Blendenringe im Bereich des Rezipienten verhindert zusätzliche Reflexionen. Direkt vor dem Analysator befindet sich eine weitere geschwärzte 6mm-Blende, um das Streulicht im Analysator zu minimieren. In diesem Analysator hoher Güte wird der von der Probe reflektierte Ausgangsstrahl in einen von der Drehung des Analysators unabhängigen Referenzstrahl (ordentlicher Strahl) und einen von der Analysatorstellung abhängigen Strahlverlauf (außerordentlicher Strahl) geschieht durch eine spezielle Anordnung aufgeteilt. Dies von GLAN-Polarisationsprismen im Analysator (siehe Abbildung 19).



Abbildung 19: Aufbau des Analysators

Der Referenzstrahl, verlässt dabei unter einem Winkel von ca.  $72^{\circ}$  gegenüber der optischen Ausgangsstrahlachse den Analysator durch ein seitliches Austrittsfenster. Beide Strahlrichtungen durchlaufen nun die gleichen Komponenten: zuerst eine Fokussierungslinse mit 50mm Brennweite zur genauen Abbildung auf die 2,3mm<sup>2</sup> großen Detektorflächen und dann einen Rotfilter, um nur das Laserlicht im Bereich von  $\Leftrightarrow = 662$ nm und nicht die PLANCK-Strahlung der Probe hindurchzulassen. Die Detektoren beinhalten einen integrierten Verstärker und können über ein externes RC-Glied in ihrer Bandbreite angepasst werden. Ihre Signale werden an einen digitalen Speicheroszillographen gegeben. Die beiden Detektorsignale unterscheiden sich je nach Stellung des Analysators, wobei das Signal des ordentlichen Strahls als Referenz für den vom Analysatorwinkel abhängigen hinteren, außerordentlichen Strahl benutzt werden kann. Zum genaueren Abgleich der beiden Signale kann zusätzlich ein Differenzverstärker verwendet werden.

Der beschriebene Aufbau ist für den longitudinalen KERR-Effekt ausgelegt, da die erwartete Spinausrichtung der ferromagnetischen Probe zum größten Teil parallel zur Oberfläche verläuft. Jedoch kann dieser Aufbau einfach verändert werden, um für den polaren KERR-Effekt sensitiv zu sein. In diesem Fall muss der Verlauf des Strahlengangs dahingehend variiert werden, dass über einen zusätzlichen Umlenkspiegel das Analysierfenster für den ein- und ausfallenden Strahl genutzt werden kann.

### 4.2.2 Schematischer Versuchsaufbau und Synchronisation

Die Einordnung des oben beschriebenen Strahlengangs in den Gesamtversuchsaufbau soll im folgenden vorgestellt werden.

Um die magnetische Struktur an der schwebenden und unterkühlten Probe zu bestimmen, bedarf es einer genauen Koordination der einzelnen Versuchsteile. Diese sind in Abbildung 20 schematisch gezeigt, wobei der mit Hilfe der Levitationsanlage hergestellte Probenzustand durch die Hochfrequenz mit Levitationsspule dargestellt ist. Die Probenstabilisierung ist durch Elektromagnete für die horizontale und vertikale Stabilisierung (vgl. Kapitel 3.3.3) und der Strahlengang für den KERR-Effekt, durch den Laser, sowie die Reflexion an der Probe und die beiden Detektoren gezeigt.



Abbildung 20: Schematischer Versuchsaufbau zur Strukturuntersuchung des flüssigen Ferromagneten mit Hilfe des magnetooptischen KERR-Effekts.

Die Steuerung der Abläufe und die Messdatenerfassung läuft voll-automatisiert und rechnergesteuert in der folgenden Reihefolge ab:

- Vorläufige Festlegung der Probenmagnetisierung (Richtung und Stärke): Mit Hilfe der inneren Stabilisierungsmagnete wird ein Magnetfeld erzeugt. Zur zusätzlichen Magnetfeldverstärkung können außerhalb des Rezipienten HELMHOLTZ-Spulen verwendet werden, deren Feldstärke von bis zu 60mT die inneren Felder verstärken. Die Probenmagnetisierung ist durch die Ströme der entsprechenden Elektromagnete vorgegeben.
- 2. Prozessstart: Beginn des Prozesses durch Start im Steuerprogramm des Rechners A.
- 3. Abschalten der Stabilisierungsregelung im Regelprogramm über Rechner A, damit diese mit ihren Magnetfeldern zur Regelung die Probenmagnetisierung nicht überlagern.
- 4. Steuer-, Mess- und Regelrechner A erzeugt über die Stabilisierungsmagnete und eventuell die HELMHOLTZ-Spulen, das gewünschte Magnetfeld zur Probenmagnetisierung (Richtung und Stärke).
- 5. Steuer-, Mess- und Regelrechner A sendet TTL-Signale:
  - zum Speicheroszillograph-Ausleserechner B und bereitet diesen für das Auslesen des digitalen Speicheroszillographen vor.
  - zum Trigger, um diesen für die weiteren Prozesse zu aktivieren: Über den Trigger können die für die folgenden Prozesse wichtigen Zeitkonstanten eingestellt werden. Die Verzögerungsdauer nach der Triggeraktivierung, der genaue Beginn des Laserblitzes bezogen auf die Triggeraktivierung, die Laserpulsbreite und die Verzögerungsdauer bis zum Wiedereinschalten der HF.
- 6. Abschalten der Hochfrequenz über den Trigger: Diese klingt mit  $\tau = 10 \mu s$  ab und beeinflusst keine weiteren Komponenten.
- 7. Ausführung eines z. B. 60µs breiten Laserblitzes über den Trigger.
- 8. Einlesen und Auswertung der Detektorsignale:
  - Aufzeichnung der beiden Detektorsignale über den Speicheroszillograph: Dieser bekommt über den Trigger ein Signal zum Aufzeichnen.
  - Der bereits in 5. aktivierte Rechner B kann nun den Speicheroszillograph auslesen.
  - Die in den Rechner B eingelesenen Detektorsignale werden direkt ausgewertet.
- 9. Einschalten der Hochfrequenz: Nach entsprechend eingestellter Verzögerungszeit am Trigger kann die HF wieder eingeschaltet werden. Diese schwingt mit  $\tau = 10 \mu s$  wieder ein.
- 10. Aktivierung der Stabilisierungsregelung: Nachdem die HF wieder ihren Sollwert erreicht hat, kann die Stabilisierungsregelung aktiviert werden.

Der genaue zeitliche Ablauf ist dem folgenden Prozessablaufdiagramm (Abbildung 21) zu entnehmen.



Abbildung 21: Zeitlicher Ablauf der Messung

Nach erfolgreichem Ablauf ist das System für weitere Messungen bereit.

Die Parameter bezüglich der Zeitdauer der einzelnen Prozesse und die notwendigen Zeitabstände zwischen diesen können dabei im Steuerprogramm und dem Hardware-Trigger variiert werden.

Um eine zu starke Abkühlung der Probe zu verhindern, ist es wichtig, die eben beschriebenen Abläufe schnell durchzuführen. Außerdem ist während des Messablaufes die Probe nicht kontrollierbar und stabilisierbar, was zur Kristallisation der Probe führen kann.

#### 4.2.3 Spezielle Komponenten und Verwirklichung

Im Folgenden wird der Aufbau spezieller Komponenten, die für optimiertes Arbeiten wichtig sind, beschrieben.

#### 4.2.3.1 Laser

Der verwendete Diodenlaser zeichnet sich durch seine integrierte Optik zur Strahlkollimation aus. Er besitzt eine Wellenlänge von  $\lambda = 658$ nm bei 20°C und verfügt über eine Leistung von max. 35mW im CW-Betrieb. Seine genaue Versorgungsspannung ist durch die Verwendung eines stabilisierten Netzgerätes gewährleistet. Angesteuert wird der Laser über ein invertiertes TTL-Signal (Abbildung 22).

Durch die Temperaturabhängigkeit  $\Leftrightarrow$ (T) der Laserwellenlänge ist es für die Stabilität der Frequenz nötig, die Lasertemperatur konstant zu halten.

Der Laser ist dazu in einem Kupferblock montiert, der als Wärmereservoir dient. Durch eine geregelte Heizung kann so trotz äußerer Einflüsse eine konstante Temperatur und damit eine stabile Wellenlänge gewährleistet werden. Außerdem ist es durch das Einstellen der Temperatur möglich, die Laserwellenlänge in einem Bereich von  $\Leftrightarrow$  = 658nm ± 5nm zu verschieben. Somit kann die Filterwellenlänge von 662nm für maximale Durchlässigkeit vor den Detektoren eingestellt und konstant gehalten werden.



Abbildung 22: Ansteuerung und Heizung des Lasers. Um eine stabile Wellenlänge des Lasers zu gewährleisten, muss dieser eine konstante Arbeitstemperatur besitzen.

Die Heizung des Kupferblockes geschieht mit Hilfe von Heizwiderständen. Zur Temperaturerfassung wird ein NiCr/Ni Thermoelement verwendet, welches als Sensor im Kupferblock integriert ist. Bei der Eichung über ein Peltier-Eispunkt-Thermostat lässt sich die Thermospannung direkt in eine Temperatur umrechnen.

Nach Verstärkung der Thermospannung können über einen Digitalregler die entsprechenden Heizströme für die Widerstände mit einem Netzteil eingestellt werden. Die gewünschte, als Sollwert speicherbare Temperatur, stellt sich bis auf  $\pm 0,2^{\circ}$ C stabil ein und garantiert eine Genauigkeit von  $\Delta \lambda = \pm 0,1$ nm für die Wellenlänge der eingestellten Temperatur.

Um die Probe unter richtigem Winkel und an der gewünschten Position zu treffen, wurde eine Verstellvorrichtung mit allen Freiheitsgraden und einer Genauigkeit von  $\pm 10\mu m$  gebaut (siehe Anhang B - Abbildung 32).

#### 4.2.3.2 Einstellung der Polarisationsrichtung

In der Verstellvorrichtung kann der Laser zur groben Justierung der Polarisationsebene um die Längsachse gedreht werden.

Mit Hilfe des ebenfalls drehbar gelagerten Polarisators kann dann die Polarisationsebene im Eingangsstrahl genau festgelegt werden.

Um eine möglichst genaue Einstellung des Analysators vornehmen zu können, wurde für diesen eine spezielle Verstellvorrichtung gebaut (Abbildung 23). Diese funktioniert über einen drehbar gelagerten Zylinder, der sehr genau gegen einen äußeren, festen Zylinder verdreht werden kann. Über Gestänge, die vom inneren und äußeren Zylinder pyramidenförmig zulaufen, kann das innere Gestänge gegen das äußere Gestänge über eine Mikrometerschraube bewegt werden. Dies ermöglicht, Drehwinkel im Bereich von bis  $7E10^{-4}$  Grad genau über eine Mikrometerschraube einzustellen (siehe Anhang B - Abbildung 33).



Abbildung 23: Schematischer Aufbau zur Verstellung der Analysiervorrichtung.

#### 4.2.3.3 Justierung der optischen Komponenten

Ähnlich wie bei der Laserjustierung, sind die anderen optischen Komponenten ebenfalls justierbar ausgeführt. Die beiden 2,3mm<sup>2</sup> großen Detektorflächen können mit Hilfe von x-y-Tischen mit einer Genauigkeit von 10µm in den Strahlengang justiert werden. Auch die übrigen Komponenten lassen sich durch ein variables System entlang der optischen Achse justieren.

Problematik reproduzierbaren Um der der nicht absolut Probenposition befindet sich der gesamte optische entgegenzuwirken, Aufbau auf einer Verstellvorrichtung, mit deren Hilfe gleichzeitig der Ein- und Ausgangsstrahl bezüglich der Probenposition in jede Raumrichtung eingestellt werden kann. Dabei wird das Biegemoment von Aluminiumträgern ausgenutzt, um die Träger gegen ein festes Gestell verschieben zu können (siehe Abbildung 31 – Anhang B).

Durch ein Differenzgewinde mit einem Steigungsunterschied von 0,2mm kann der auf dem Verstelltisch stehende, fast 100kg schwere Aufbau auf  $12\mu$  genau in der horizontalen justiert werden.

Zur vertikalen Verstellung können die Gestell-Fuß-Muttern gegen das Gestell gedreht werden und dieses mit einer Genauigkeit von  $\Delta z = \pm 0,1$ mm in der Höhe verstellen.

#### 4.2.3.4 Optisches Gestell

Um die Levitationsanlage möglichst wenig modifizieren zu müssen, wurde der Aufbau für die magnetooptischen Messungen völlig von dieser getrennt. Mit Hilfe eines stabilen, variablen und erweiterbaren Trägersystems wurde ein unabhängiges Gestell zur Befestigung der optischen Komponenten aufgebaut (siehe Abbildung 30 - Anhang B).

Das Profil der einzelnen Träger zeichnet sich durch hohe Stabilität und damit verbundener, geringer Eigenschwingung aus. Außerdem können an den Trägern einfach

Komponenten befestigt und justiert werden, was im Zusammenhang mit dem Verstelltisch das Experimentieren vereinfacht. Somit ist es möglich, ohne größere Probleme den Aufbau zu variieren und andere Versuchskonstellationen zu verwirklichen.

## 5. Messgrößen und experimenteller Ablauf

Im folgenden werden die wichtigsten Messgrößen und ihre Datenerfassung kurz beschrieben. Außerdem wird der experimentelle Ablauf geschildert.

### 5.1 Messgrößen und Datenerfassung

Die Aufzeichnung der eingestrahlten und reflektierten Hochfrequenzleistung, der Temperatur und der Vierfelddiodenwerte erfolgt über einen PC mit eingebauter Analog-Digital-Wandler-Karte. Die Messsignale können dabei mit einer Abtastfrequenz von bis zu 500Hz online erfasst werden und stehen für eine spätere Datenauswertung bereit.

Die Signale der Detektordioden werden mit Hilfe eines Speicheroszillographen aufgenommen und von dort online mit einem weiteren PC ausgelesen. Nach der Messdatenaufnahme werden die Signale rechnergesteuert vorausgewertet, um einen ersten Eindruck über die Qualität der Messergebnisse zu erhalten.

#### 5.1.1 Temperatur

Mit Hilfe der Strahlungspyrometrie ist eine berührungsfreie Temperaturmessung der Probe möglich. Dabei wird die Temperatur durch Messung von Strahlungsintensitäten bestimmt.

Das WIENsche Verschiebungsgesetz als Näherung des PLANCKschen Gesetzes beschreibt den im Experiment auftretenden Temperaturbereich von 1200-1700K. Da es sich bei der Probe um einen realen Körper handelt, muss die auftretende Emissivität  $\varepsilon < 1$  entsprechend korrigiert werden. Nach KIRSCHHOFF ergibt sich die wahre Temperatur zu [LIE76]

$$\frac{1}{T} = \frac{1}{Ts} + \frac{lk}{ch} \ln(e(l,T))$$
(5.38)

Das Problem der nicht bekannten Relation zwischen Temperatur und Emissivität lässt sich mittels eines Quotientenpyrometers in guter Näherung lösen. Hiermit wird das Verhältnis der Strahlungsintensitäten zweier dicht beieinander liegender Wellenlängen bestimmt, deren Emissivitätsverhältnisse nahezu konstantes Verhalten über einen großen Temperaturbereich hinweg zeigen. Damit vereinfacht sich Gleichung (5.38) zu

$$\frac{1}{T} = \frac{1}{Ts} + K \tag{5.39}$$

Nun kann die Pyrometeranzeige  $T_s$  über die Einstellung der Konstanten K auf die wahre Temperatur T kalibriert werden. Dies geschieht mit Hilfe der bekannten Liquidus- und Solidustemperatur, die in einem Temperatur-Zeit-Diagramm beim Aufschmelzen der Probe gut bestimmbar sind (Abbildung 24).



Abbildung 24: Temperaturschrieb zur Kalibrierung der Temperaturskala. Die flüssige Probe wird durch Leistungsreduktion abgekühlt, bis sie bei tiefer Unterkühlung schlagartig kristallisiert (Rekaleszenz). Freiwerdende latente Wärme führt zu einem kurzzeitigen Temperatursprung. Durch gleichmäßige Leistungszufuhr wird die Probe aufgeheizt, wobei sie am Soliduspunkt beginnt aufzuschmelzen und mit Erreichen des Liquiduspunktes vollständig flüssig ist.

Das verwendete Zweifarbenpyrometer mit  $\lambda_1 = 950$ nm und  $\lambda_2 = 1050$ nm kann einen Temperaturbereich von 1000-1800K abdecken. Es erreicht eine Genauigkeit von 3K<sup>3</sup> bei einem relativen Fehler von 0,1K.

#### 5.1.2 Lasersignale

Die Signale der verwendeten 60µs Laserpulse werden in den voneinander getrennten Detektoren (Fotodioden) des seitlichen und hinteren Strahlengangs ermittelt (vgl. Kapitel 4.2.1). Dabei liefern die Fotodioden mit integrierten Verstärkern Signale mit rechteckigem Verlauf. Die zugehörigen Flächen dieser Signale sind proportional zu der detektierten Lichtmenge. Über den Quotienten der beiden Signalflächen, des winkelunabhängigen Referenzsignals (ordentlicher, seitlicher Strahlengang) sowie des winkelabhängigen (außerordentlicher, hinterer Strahlengang) Signals, können Aussagen bzgl. der untersuchten Abhängigkeiten gemacht werden. Dabei spielen z. B. die reproduzierbare Messgenauigkeit und das Signal-Rausch-Verhältnis

$$SRV = \frac{S}{R} \tag{5.40}$$

als Ungenauigkeitsfaktoren eine wichtige Rolle.

Aufgezeichnet werden die Signale mit einem digitalen Speicheroszillographen, dessen Auflösung bis 50000 Kanäle erreicht.

<sup>&</sup>lt;sup>3</sup> Diese hängt von der Eichgenauigkeit von  $T_{Liq}$  und  $T_{Sol}$  sowie von e(1,T) ab.

#### 5.1.3 KERR-Winkel

Bei dem magnetooptischen KERR-Effekt ändert sich durch die Drehung der Polarisationsebene des Laserlichts bei einer magnetisierten Probe die Signalstärke des außerordentlichen Detektors gegenüber dem Signal bei nicht magnetisierter Probe. Über den Vergleich der Signalfläche des winkelabhängigen Detektorsignals mit dem winkelunabhängigen Referenzstrahl ist es möglich, den KERR-Winkel zu bestimmen. Dabei können entweder über das Flächenverhältnis beider Signale zueinander Rückschlüsse gezogen werden, oder über die Anpassung der Signalflächen per Mikrometerschraube direkt der KERR-Winkel bestimmt werden (vgl. Kapitel 4.2.3.2).

## **5.2 Experimenteller Ablauf**

Das Experiment läuft in zwei Phasen ab, wobei zuerst die Vorbereitungsphase und dann die Phase der eigentlichen Strukturmessung erfolgt.

#### **5.2.1 Vorbereitungen**

Die Vorbereitungen der Probenpräparation, der Spulenpräparation und der Magnetfeldvermessung müssen im Vorfeld der Messung durchgeführt werden. Die Einrichtung der für den Ablauf erforderlichen Sekundärsysteme (Kühlsysteme, Vakuumsystem, Wasserstoffversorgung) und die eigentliche Strukturmessung hingegen geschehen direkt vor bzw. während der Messung.

#### • Probenpräparation

Es wurde bereits angesprochen, dass die heterogene Keimbildung vermieden werden muss, um eine möglichst hohe Unterkühlung zu erreichen (vgl. Kapitel 2.1.3). Die Reinheit der verwendeten Ausgangsmaterialien liegt bei Kobalt bei 99,997% und bei Palladium bei 99,99%.

Die Metalle Kobalt und Palladium liegen in Drahtform vor und werden in dem entsprechenden Mischungsverhältnis 80:20 zu Proben von insgesamt 10-13mg gewickelt.

Ist die Probe hergestellt, wird sie im Ultraschallbad in Alkohol gereinigt und anschließend gewogen. Nun kann sie in der Levitationsanlage aufgeschmolzen werden und nimmt aufgrund der Oberflächenspannung eine kugelförmige Gestalt mit einem Durchmesser von ca. 1mm an.

#### • Spulenpräparation

Um die besprochenen Anforderungen an die Levitationsspule erfüllen zu können (vgl. Kapitel 3.3.2) ist es für die Spulenherstellung wichtig, die in Abbildung 7 beschriebene Geometrie zu beachten.

Das Spulenmaterial besteht aus sauerstofffreiem Kupferkapillarrohr (OFC) mit einem Außendurchmesser von 0,6mm und einer Wanddicke von 0,12mm. Da jede Spule manuell gewickelt wird, können kleine Abweichungen von der Idealform auftreten. Mit Hilfe einer Spulenschablone werden zumindest die inneren Wicklungen reproduzierbar hergestellt.

#### Bestimmung des Magnetfeldes an der Probenposition

Um die Probe in gewünschter Richtung magnetisieren zu können, ist es nötig, das Magnetfeld an der Probenposition zu bestimmen. Mit einer HALL-Sonde wird das **B**-Feld in Abhängigkeit von den Steuerströmen  $I_{1..5}$  ( $I_1 \therefore$  vertikal;  $I_{2..5} \therefore$  horizontal) der Elektromagnete der Stabilisierungsregelung zwischen den Magnetpolspitzen vermessen. Dabei können durch die fünf getrennt regelbaren Netzteile beliebige Magnetfeldrichtungen und Feldstärken bis 200GAUSS an der Probenposition eingestellt werden.

Mit Hilfe des Steuer- und Regelprogramms können so unterschiedliche Konfigurationen des Magnetfelds reproduzierbar und zeitlich koordiniert vorgegeben werden. Somit ist es möglich die Probenmagnetisierung durch ein äußeres Magnetfeld so festzulegen, dass z. B. die magnetischen Pole und der Äquator mit dem MOKE untersucht werden können.

#### • Sonstige Systeme

Um eine reine Umgebung für die Probe zu gewährleisten, wurde die Levitationsspule in einen UHV-Rezipienten eingebaut. Dieser kann mittels Drehschieber- und Turbomolekularpumpe auf einen Druck von  $< 10^{-6}$ mbar evakuiert werden. Die Messung des Drucks erfolgt über ein Ionisationsvakuummeter.

Mit der Hilfe von Wasserstoff werden etwaige Metalloxide von der Probenoberfläche reduziert und die heterogene Keimbildung herabgesetzt. Außerdem wird durch Konvektionseffekte und Wärmeleitung des Wasserstoffs eine bessere Unterkühlung erreicht, ohne strukturelle und magnetische Eigenschaften zu beeinflussen.

Durch einen zusätzlichen Filter wird auch Sauerstoff reduziert.

Nun wird der Rezipient mehrmals abgepumpt und dann mit Wasserstoff auf Normaldruck geflutet. Dann wird die endgültige H<sub>2</sub>-Atmosphäre mit einem Druck von  $p \approx 1$ bar erzeugt. Dadurch werden Verspannungen der Vakuumfenster, die die optischen Messungen stören könnten ausgeschlossen.

Vor der eigentlichen Benutzung der Levitationsanlage muss nun noch der Hochfrequenz-Verstärker mit Hilfe eines  $50\Omega$  Lastwiderstands abgestimmt werden.

Da im Betrieb der Anlage bis zu 1,5kW HF-Leistung in der Levitationsspule deponiert werden, ist es nötig, diese ausreichend zu kühlen. Das geschieht durch Wasserkühlung im Spulenkupferrohr. Mit Hilfe eines Druckverstärkers [ALB96] wird ein Wasserdruck von über 100bar erreicht und somit die auftretende Wärme abgeführt. Auch die HF-führenden Teile des Induktors werden zur Abführung der entstehenden Verlustwärme mit Wasser des Haus-Kühlwasser-Kreislaufes ( $\Delta p = 1,5$ bar) durchflossen.

Sind die Vorbereitungen an der Levitationsanlage abgeschlossen, kann die Probe durch Einschalten der Hochfrequenz-Leistung in einen Schwebezustand versetzt werden. Ist die Probe legiert, kann sie mit dem Stabilisierungssystem fixiert werden (vgl. 3.3.3). Dazu müssen allerdings die Vierfelddioden der Stabilisierung justiert sein und die entsprechenden Regelparameter im Regelprogramm angepasst werden. Damit die Elektromagnete der Regelung nicht unnötig überhitzt werden, werden auch sie mit Kühlwasser versorgt.

Um die bereits angesprochene Temperatureichung durchführen zu können (vgl. Kapitel 5.1.1), muss der Umlenkspiegel für das Quotientenpyrometer auf dem vertikalen Eintrittsfenster des Rezipienten grob positioniert und mit Hilfe des x-y Tisches so justiert werden, dass zum einen das Pyrometer im Intensitätsmaximum liegt und zum anderen der sich in vertikaler Richtung befindliche Laserstrahl durch das Loch im Umlenkspiegel trifft.

### 5.2.2 Ablauf

Schwebt die Probe in der Levitationsspule, kann sie über Variation der HF-Leistung aufgeheizt und abgekühlt werden. Die Beobachtung des Temperaturschriebs über das Messprogramm gibt dabei über die Referenzpunkte der letzten Rekaleszenz bzw. die Liquidustemperatur (siehe Abbildung 24) Auskunft über den aktuellen Phasenzustand (fest oder flüssig) der Probe.

Außerdem kann mit Hilfe einer Videokamera oder eines Beobachtungsfernrohrs jeder Zeit die Probe beobachtet werden.

Für die Strukturmessungen mit dem MOKE müssen allerdings bestimmte Grundvoraussetzungen erfüllt werden:

- 1. Die Probe muss örtlich fixiert schweben, um reproduzierbare Messungen durchführen zu können: Dies wird mit Hilfe der Stabilisierungsregelung (vgl. Kapitel 3.3.3) gewährleistet (siehe Anhang B Abbildung 35).
- Der Laser muss aufgrund von λ(T) auf eine konstante Temperatur gebracht werden: Dies geschieht mit Hilfe der im Versuchsaufbau beschrieben Heizvorrichtung (vgl. 4.2.3.1). Nach etwa 5min hat sich die über den Digitalregler einstellbare gewünschte Arbeitstemperatur von 40 ± 0,2°C eingestellt.
- 3. Die Einstellung der optischen Komponenten wie Linsen, Filter und Detektoren sowie der Polarisationsebene und der Analysatorstellung muss entsprechend vorgenommen werden.

Ist dies geschehen, kann mit der eigentlichen magnetischen Strukturmessung begonnen werden. Von nun an läuft ein vollkommen automatisierter, zeitlich koordinierter rechner-gesteuerter Mess- und Regelprozess ab (vgl. Kapitel 4.2.2).

Nach Ablauf des Prozesses stabilisiert sich die Probe und die Messergebnisse der aktuellen Messung werden vorausgewertet über den PC ausgegeben. Dabei kann die Qualität der Ergebnisse direkt abgeschätzt und mit den Ergebnissen einer Messreihe verglichen werden.

Anhand der gemessenen Detektorsignale und der Analysatorstellungen können Aussagen über die Abhängigkeit der variierten Parameter gemacht werden (siehe Kapitel 6).

## 6. Diskussion

Die ferromagnetische Phase in der Flüssigkeit konnte schon durch frühere Messungen nachgewiesen werden [ABF+97]. Dabei hat sich durch das Abknicken der Magnetisierungskurve, den Kink-Point (vgl. Kapitel 2.3.4 bzw. Abbildung 12), bei  $T_C$  die Ausbildung einer magnetischen Struktur angedeutet.

Durch den Aufbau der neuen Anlage und den damit verbundenen Anpassungen an die Levitationsanlage sowie der Etablierung der Messdatenaufnahme ist es nun möglich, magnetische Strukturuntersuchungen am  $Co_{80}Pd_{20}$ -System durchzuführen.

## 6.1 Verwirklichung der Anlage

Der Aufbau der neuen Anlage zur magnetischen Strukturuntersuchung musste an die Levitationsanlage, die in ihrer Funktion nicht wesentlich beeinflusst oder verändert werden sollte, angepasst werden. So wurde z. B. das Fehlen von zusätzlichen Proben-Zugängen im Rezipienten durch die Doppelnutzung des vertikalen Fensters ausgeglichen, wo nun der Eingangsstrahl verläuft und das Pyrometer über einen metallischen Umlenkspiegel zur Temperaturmessung weiter verwendet werden kann. Es mussten aber auch Modifizierungen an der Levitationsspule durchgeführt werden, um (a) den Anforderungen eines stabilen Schwebezustandes und eines guten Heizverhaltens zu entsprechen und (b) einen freien Zugang zur Probe zu gewährleisten. Auch kleinere Anpassungen wie z. B. die Verwendung von Filtern im Bereich der Stabilisierungsregelung waren nötig, um die Regelung nicht durch das Laserlicht zu beeinflussen.

Während des Aufbaus wurde Wert auf eine genaue Justierbarkeit der optischen Komponenten gelegt.

Durch Verwendung eines variablen Aufbausystems ist es möglich, neue Versuchskonstellationen einfach zu verwirklichen (z. B. Anwendung des polaren KERR-Effekts).

Aufgrund der geforderten Messgenauigkeit der Anlage waren mechanische Spezialvorrichtungen nötig. So wurde z. B. der zentrale Analysierteil so aufgebaut, dass Winkel mit einer Genauigkeit bis 7E10<sup>-4</sup> Grad eingestellt werden können.

Der Verstelltisch gewährleistet eine sehr genaue Positionierung des gesamten Aufbaus zur magnetischen Strukturmessung bzgl. der Levitationsanlage. Auf diese Weise kann der einmal gefundene Strahlengang bei neuer Spule bzw. Probe einfach nachjustiert werden. Dies hat den Vorteil, nicht von einer absoluten Proben-Sollposition in der Spule abhängig zu sein, da die Proben- und Levitationsspulenherstellung durch die Handfertigung variieren.

Mit der Etablierung eines automatisierten Messablaufs ist es nun möglich, sehr komfortabel Messdaten der neuen Anlage aufzuzeichnen. Dabei wurde die Steuerung des Ablaufs im Steuer- und Messprogramm der Levitationsanlage integriert. Die Aufzeichnung und Auswertung der Messdaten der magnetischen Struktur wurde so gestaltet, dass mit Hilfe eines zweiten, unabhängigen Datenerfassungs- und Auswertungsprogramms sofort nach der Messung die Daten ausgewertet zur Verfügung stehen. Somit ist eine unmittelbare Beurteilung der Messdatenqualität möglich.

Erste Messungen bzgl. der Probenoberflächenqualität sowie die erreichte Messgenauigkeit deuten an, dass weitere Messungen mit dieser Anlage viel erwarten lassen.

## 6.2 Oberflächenqualität

Erste Vergleichsmessungen zwischen der festen (siehe Abbildung 25) und flüssigen Phase (siehe Abbildung 26) des unterkühlten  $Co_{80}Pd_{20}$ -Systems haben zu folgenden Signalverläufen geführt:





Dabei wurden die verschiedenen Messungen mit einem Detektor durchgeführt. Der Vergleich zwischen den Signalen der festen und flüssigen Probe zeigt, dass die Signalstärken der flüssigen Phase ungefähr doppelt so groß sind, wie die der festen Phase. Dies ist auf die wesentlich bessere Oberflächenqualität und das damit verbundene Reflexionsvermögen der flüssigen Probe zurückzuführen.

Außerdem zeigt sich, dass der Signalverlauf der flüssigen Phase (siehe Abbildung 26) reproduzierbar und gleichmäßig verläuft, während der Signalverlauf der festen Phase völlig verschiedene Muster einnimmt. Dies ist mit der ungleichmäßigen Kristallisation der Probe zu erklären. Aufgrund von Eigenrotationen der festen Probe findet die Reflexion an der Probenoberfläche nicht reproduzierbar an der selben Position statt, was an den unterschiedlichen Signalverläufen sichtbar wird.



Abbildung 26: Detektorsignale der flüssigen Probe unter gleichen Messbedingungen. Die im Vergleich zu der festen Probe bessere Oberflächenqualität führt trotz verschiedener Messungen zu gleichmäßigeren Signalen.

## 6.3 Messmethode und Genauigkeit

Durch den direkten Vergleich der beiden Detektorsignale des seitlichen und hinteren Strahlengangs ist es möglich, Aussagen über physikalische Effekte bei Veränderungen bzgl. der Magnetisierungsrichtungen, der Magnetisierungsstärken, der Wellenlängenabhängigkeit des einfallenden Lichtes u.s.w. zu machen.

Mit Hilfe der magnetisierungsabhängigen Drehung der Polarisationsebene des Lasersignals und der damit verbundenen Änderung der Detektorsignalstärke des winkelabhängigen Strahlengangs kann die magnetische Struktur der Probe untersucht werden. Dabei gibt die Winkeldifferenz der Analysatorstellung Auskunft über die Drehung der Polarisationsebene. Dies wiederum lässt mit Kenntnis der Probenmagnetisierung, des Strahlverlaufs und der eingestellten Polarisationsebene Rückschlüsse auf die magnetische Struktur zu.

Stellt man nun die beiden Detektorsignale bei nicht magnetisierter Probe so ein, dass die Differenz ihrer Flächen Null wird, bzw. ihr Quotient 1, so sollte bei magnetisierter Probe hingegen eine messbare Änderung der Signalverhältnisse auftreten. Über diese Änderung bzw. die Anpassung der Signalflächen über die Mikrometerschraube kann zum einen der KERR-Winkel bestimmt werden und zum anderen im Zusammenhang mit weiteren Messungen eine Aussage über die magnetische Ordnung der Probe gemacht werden.

Je genauer die Flächeninhalte der Detektorsignale bestimmt und eingestellt werden können, desto besser wird die Empfindlichkeit der Messung. Dabei spielen die Einstellungsgrenzen der Analysiervorrichtung, die Spezifikationen der Fotodioden sowie die Auflösung des Oszillographen eine bedeutende Rolle.

In Abbildung 27 sind die Verläufe des außerordentlichen und ordentlichen Detektorsignals dargestellt. Im Gegensatz zu den obigen Abbildungen 25 und 26 ist diese Messung mit den Detektoren des seitlichen und hinteren Strahlengangs durchgeführt worden.

Über das Flächenverhältnis beider Signale kann die Auswertung mit Hilfe der zuvor beschriebenen Methode durchgeführt werden.

Die Überschwinger an beiden Seiten der Rechtecksignale kommen durch die in den Fotodioden integrierten Verstärker zustande.



Abbildung 27: Detektorsignale bei flüssiger, unterkühlter Probe. Durch den Vergleich der Signalflächen können Aussagen über die Drehung der Polarisationsebene des Laserlichts vorgenommen werden.

Die Genauigkeit der Messvorrichtung ohne den flüssigen Ferromagneten wurde über eine Messreihe bei gleichen Bedingungen abgeschätzt. Dabei wurden bei jeder Messung die Signalflächen der beiden Fotodioden durcheinander dividiert. In ersten Messreihen ergaben sich Genauigkeiten im Sub-Promille-Bereich (siehe Abbildung 28).

Ziel wird es nun sein, die systematische Genauigkeit der kompletten Anlage mit Reflexion an der flüssigen Probe zu untersuchen, um schließlich physikalische Abhängigkeiten zu finden und Aussagen über die magnetische Struktur des flüssigen Ferromagneten  $Co_{80}Pd_{20}$  machen zu können.



Abbildung 28: Messreihe zur Ermittelung der reproduzierbaren Genauigkeit der Signalverhältnisse.

Einige weitere Untersuchungsmöglichkeiten des flüssigen Ferromagneten werden im folgenden Kapitel aufgezeigt.

# 7. Ausblick

Zur weiteren Untersuchung der flüssigen Ferromagnete sollen in diesem Kapitel mögliche Untersuchungen, Änderungen am System und theoretische Betrachtungen kurz aufgezeigt werden.

## 7.1 Weitere Untersuchungen zur Domänenstruktur

Die beiden folgenden Untersuchungen könnten zusätzliche Informationen bzgl. der Magnetisierungseigenschaften der flüssigen Ferromagnete liefern.

### • Mikrosonden

Eine weitere Methode zur Erforschung der Domänenstruktur des in dieser Arbeit untersuchten Systems ist eine Untersuchung mit Mikrosonden.

So könnten mit Hilfe von polarisierten Neutronen und Myonen, die beide ein magnetisches Moment besitzen, die Wechselwirkungen mit den magnetischen Momenten des flüssigen Ferromagneten untersucht werden.

Bisherige Untersuchungen am flüssigen Ferromagneten mit diesen Sonden wurden zur Indikation des ferromagnetischen Phasenübergangs nahe  $T_C$  eingesetzt ([HBM+98], [GRÜ98]). Dabei wurde die Probe als ganzes untersucht, wohingegen neue Messungen ortsaufgelöst vorgenommen werden könnten, um damit Aussagen über die Magnetisierungsstruktur machen zu können.

## • Hysteresekurve

Die Magnetisierung in der flüssigen, ferromagnetischen Phase kann auch in Abhängigkeit von einem äußeren Magnetfeld untersucht werden. Durch die Aufnahme einer Hysteresekurve wäre es möglich, Aussagen über den "idealen Weichmagneten" [HK80] treffen zu können.

## 7.2 Untersuchungen am ferromagnetischen Phasenübergang

Neben den bisher durchgeführten Untersuchungen am ferromagnetischen Phasenübergang sind folgende Analysen interessant:

## • Polarisation thermischer Strahlung

Eine weitere Möglichkeit, den ferromagnetischen Phasenübergang des flüssigen  $Co_{80}Pd_{20}$ -Systems zu untersuchen, beruht auf dem Effekt der Polarisationsänderung thermischer Strahlung. Dabei ändert sich die von der Probe emittierte PLANCKsche Strahlung im Bereich von  $T_C$  in ihrer zirkularen Polarisation (siehe Abbildung 29) [MFK77].

Da es sich hier um einen sehr kleinen Effekt handelt, werden hohe Anforderungen an die Messgenauigkeit gestellt.

## • Strukturuntersuchungen

Strukturelle Parameter spielen für die Kopplung der spontanen magnetischen Ordnung eine bedeutende Rolle. Durch Anisotropien, hervorgerufen durch kristalline Vorzugsrichtungen und Verspannungen, kommt es in Festkörpern zur Ausbildung einer Domänenstruktur mit BLOCH-Wänden.

Die Nahordnung wird dabei durch Parameter wie die Paarkorrelationsfunktion oder das freie Volumen zwischen den Atomen beeinflusst. Die Paarkorrelationsfunktion



Abbildung 29: Temperaturabhängigkeit des Polarisationsgrades von Eisen bei einer Wellenlänge von 2,5µm. Bei der Curie-Temperatur erkennt man einen Sprung im Polarisationsgrad

macht Aussagen über den mittleren Abstand der nächsten Nachbarn im Festkörper, wobei die Koordinationszahl die Anzahl dieser Nachbarn angibt. Die bcc-Struktur (kubisch-raumzentriert) hat 8 nächste Nachbaratome, die fcc-Struktur (flächenzentriert) dagegen 12. Im Fall von Eisen wird deutlich, dass eine Umwandlung von der bcc- zur fcc-Struktur großen Einfluss auf das magnetische Verhalten ausübt, was durch einen Suszeptibilitätssprung deutlich wird [UÜ67].

Wie dieser Zusammenhang im Fall des flüssigen Ferromagneten aussieht, ob z. B. ferromagnetische Cluster im Bereich von  $T_C$  gebildet werden, ist interessant zu untersuchen. Dabei könnten bisherige Strukturmessungen in einen noch tieferen Unterkühlungsbereich fortgesetzt werden.

Untersuchungen der atomaren Nahstruktur als auch des freien Volumens wären dabei von Interesse.

## 7.3 Probenmodifikation

Ebenfalls interessant wäre, das Verhalten neuer Legierungen hinsichtlich des minimalen Abstandes zwischen Liquidustemperatur und ferromagnetischer Phase zu untersuchen. Da im Bereich der binären Legierungen das  $Co_{80}Pd_{20}$ –System optimal zu sein scheint, wäre die Erweiterung auf eine ternäre Legierung interessant. Für die Zumischung zu den Basisstoffen Co und Pd kämen entweder Metalle, welche die Liquidustemperatur herabsetzen ohne die magnetische Kopplung negativ zu beeinflussen, oder Zusätze deren Einfluss die magnetische Ordnung verstärken (z. B. Fe und Ni) in Frage.

# Anhang

## A Überblick der verwendeten Komponenten

Bezeichnung	Hersteller / Typbezeichnung	Kurzbeschreibung
0°-Element	Peltier-Eispunkt- Thermostat	erzeugt 0°C Bezugstemperatur Genauigkeit: ± 0,1°C
Analysator	Bernhard Halle N.F. GLAN- Polarisationsprismen für Hochleistungslaser	Apparaturöffnung: 11,5mm Löschungsvermögen: 10 <sup>-6</sup> Spektralbereich: 300-2700nm Prismenabstand: 0,07mm
$\mathrm{Co}_{80}\mathrm{Pd}_{20}$		$\begin{array}{l} CURIE\text{-}Temperatur \ fest: \ T_C(s) = 1271K\\ CURIE\text{-}Temperatur \ flüssig: \ T_C(l) = 1251K\\ Solidustemperatur: \ T_{Sol} = 1565K\\ Liquidustemperatur: \ T_{Liq} = 1610K \end{array}$
Datenerfassung	Computerboards CIO-DAS 1600/2	ISA A/D – D/A-Karte 8 Eingangskanäle
	Computerboards IEEE488.2 Schnittstellenkarte	ISA Auslesekarte 8Bit; 300kHz
Detektoren (Fotodioden)	Burr-Brown OPT 210	Bereich: 450nm-950nm Bandbreite: 300kHz; Diodenfläche: 2,3mm <sup>2</sup> inkl. internem Verstärker
Digitalregler	Omron E5 X-LA/MA	PID-Regler
Druckmessgerät	Balzer	Ionisationsvakuummeter Empfindlichkeit 10 <sup>-8</sup> mbar Messbereich 10 <sup>-3</sup> -10 <sup>-8</sup> mbar
Frequenzgenerator	Marconi 2023	Trägersignal 9kHz-1,2GHz Interne Modulation DC-20kHz Amplitude 0-99,9%
HALL-Sonde	F.W. Bell - Model 4048	Genauigkeit: ± 0,2GAUSS
HELMHOLTZ-Spulen		Max. Feldstärke: 65mT (180A)

Hochfrequenz- Leistungsverstärker	Collins 208U-3	Max. Leistung 2,5kW an $50\Omega$
Interferenzfilter (Bandfilter)		Max. Durchlass: 662nm; $\Lambda = 22mm$ Bandbreite: ±10nm
Kobalt (Probenmaterial)	Johnson Matthey	Reinheit: 99,997% Drahtdurchmesser: 0,5mm paramag. CURIE-Temperatur: $T_C^p = 1415K$ ferromag. CURIE-Temperatur: $T_C^f = 1395K$ Schmelztemperatur: $T_S = 1768K$
Laser	Blue Sky Research CLM104-01-201	Leistung: max. $35$ mW (CW) $\lambda = 658$ nm (bei Raumtemperatur)
Levitationsspule		Kupferrohr 0,6mm ∆ 0,12mm Magnetfeld (1kW) am Probenort: 170mT Feldgradient (bei 1kW) 30 mT/mm
Linsen	Bernhard Halle N.F. Bestformlinsen	Brennweite: 30mm; $\Lambda = 25$ mm Brennweite: 500mm; $\Lambda = 25$ mm
Mikrometerschraube	Gödde + Söhne KG	Messbereich: 0-25mm Genauigkeit: 2µm
Oszillograph	Tektronix Speicheroszillograph TDS 744A	Abtastrate: 2Gs/s Bandbreite: 200MHz
Oxisorbpatrone	Messer-Grießheim	Filterpatrone
Palladium (Probenmaterial)	Johnson Matthey	Reinheit: > 99,99% Drahtdurchmesser: 0,1mm
Pfannkuchenmagnet		Magnetfeld am Probenort max. 30mT Feldgradient: 5mT/mm
Polarisator	Berndhard Halle N.F. GLAN-THOMPSON Polarisationsprisma	Apparaturöffnung: 11,5mm Löschungsvermögen: 10 <sup>-6</sup> Spektralbereich: 300-2700nm
Pyrometer	Impac	Messbereich 750°C-1500°C Wellenlängen $\lambda_1$ =950nm; $\lambda_2$ = 1050nm Relative Genauigkeit: 0,1K Min. Zeitkonstante: 10ms

Randfilter	Linos Photonios	RG: 780nm; $\Lambda = 22$ mm RG: 830nm; $\Lambda = 22$ mm
Regelkarte	Kerber-Elektronik Micro32	
Thermoelement	NiCr/Ni	
Transmissionsfilter	L.O.T.	Durchlässig für $\lambda = 662$ nm $\pm 10$ nm; $\Lambda = 25$ mm
Trigger	PSI-EA DT104	3 Kanäle; variabel einstellbar
Turbopumpe	Pfeifer TMU-260	Pumpvolumen 2601/s
UHV-Rezipient		CF 100 VA-Stahl
Videokamera	Sony DCR-TRV7E	50 Halbbilder pro Sekunde
Wasserkühlung	Hauskühlsystem "Albrecht- Druckverstärker"	Druckdifferenz 1,5bar Verstärkungsfaktor 20
Wasserstoff	Linde	Reinheit 6,0

#### **B** Fotos der Anlage



UHV-Rezipient der Levitationsanlage

Gestell des Aufbaus zur magnetischen Strukturuntersuchung

Abbildung 30: Aufbau der Levitationsanlage und der Anlage zur Untersuchung der magnetischen Struktur





"Festkörpergelenk" Differenzgewindestange Abbildung 31: Aufbau des Verstelltischs

Spannfeder

### **B** Fotos der Anlage



Abbildung 32: Laser im Wärmereservoir mit Verstellvorrichtung



Abbildung 33: Ausgangsstrahlverlauf mit Analysiervorrichtung

#### **B** Fotos der Anlage



Abbildung 34: Levitationsspule und Co<sub>80</sub>Pd<sub>20</sub>-Probe im Größenvergleich mit einem Pfennig-Stück.



Abbildung 35: Flüssige, unterkühlte Probe in Levitationsspule. Durch die Stabilisierungsregelung ist die Probe räumlich fixiert.

## Literaturverzeichnis

- [ABF+97] T. ALBRECHT, C. BÜHRER, M. FÄHNLE, K. MAIER, D. PLATZEK und J. RESKE: *First Observation of ferromagnetism and ferromagnetic domains in a liquid metal*. Applied Physics A 65 (2) (1997) 215
- [ALB96] T. ALBRECHT: Nachweis der ferromagnetischen Phase der Co<sub>80</sub>Pd<sub>20</sub>-Schmelze. Diplomarbeit, Universität Bonn, Institut für Strahlen- und Kernphysik (1996)
- [BAD91] S. D. BADER: *SMOKE*. In: Journal of Magnetism and magnetic Materials 100 (1991) 440
- [BAK92] H. BAKER: Alloy Phase Diagramms. Band 3, ASM International (1992)
- [BEC98] M. BECKMANN: Messungen mit einer Förster-Sonde am magnetischen Phasenübergang von Co<sub>80</sub>Pd<sub>20</sub>. Diplomarbeit, Universität Bonn, Institut für Strahlen- und Kernphysik (1998)
- [BG68] G. BUSCH und H.-J. GÜNTHERODT: Ferromagnetic Behaviour of Liquid Alloys. Phys. Lett., 27A (1968) 110
- [BHM+96] C. BÜHRER, U. HOLZWARTH, K. MAIER, D. PLATZEK und J. RESKE: Applied Physics A 63 (1996) 191
- [BÖR96] N. BÖRNSEN: Elektromagnetische Untersuchungen zum Magnetismus amorpher und flüssiger Co-Pd-Legierungen. Diplomarbeit, MPI für Metallforschung, Institut für Physik (1996)
- [BQ98] S. D. BADER und Z. Q. QIU: *KERR Effect and Surface Magnetism*. In: Nonlinear Optics in Metals. Editor: K.H. BENNEMANN; New York (1998)
- [BS86] L. BERGAMNN und C. SCHÄFER: *Lehrbuch der Experimentalphysik*. Band II, Walter de Gruyter Berlin New York (1987)
- [BÜH98]
   C. BÜHRER: Der flüssige Ferromagnet Kritisches Verhalten am magnetischen Phasenübergang der flüssigen Phase von Co<sub>80</sub>Pd<sub>20</sub>.
   Dissertation, Universität Bonn, Institut für Strahlen- und Kernphysik (1996)
- [EHR33] P. EHRENFEST: Proc. Kon. Akad. Wetenschap, Amsterdam (1933)

- [FJ65] E. FROMM und H. JEHN: *Electromagnetic Forces and Power Absorption in Levitation Melting*. British J. Appl. Phys., 16 (1965) 653
- [GD97] B. GROH und S. DIETRICH: Spatial Structures of Dipolar Ferromagnetic Liquids. Phys. Rev. Let., 79 (4)
- [GRÜ98] U. GRÜNEWALD: Der magnetische Phasenübergang von Co<sub>80</sub>Pd<sub>20</sub> im Blickwinkel verschiedener Untersuchungsmethoden. Diplomarbeit, Universität Bonn, Institut für Strahlen- und Kernphysik (1998)
- [GUB98] A. I. GUBANOV: Fiz. Tverd. Tela ( $\Sigma$ TT), 2 (1960) 502
- [HAN69] K. HANDRICH: A Simple Model for Amorphous and Liquid Ferromagnets. Phys. Stat. Sol. 32, (1969)
- [HBM+98] D. HERLACH, C. BÜHRER, K. MAIER, D. PLATZEK und J. RESKE: Magnetic Ordering in a Supercooled Co-Pd Melt studied by Muon-Spin Rotation. Europhys. Lett., 44 (1) (1998)
- [HK80] K. HANDRICH, und S. KOBE: *Amorphe Ferromagnetika*. Akademie Verlag, Berlin (1980)
- [HS98] A. HUBERT und R. SCHÄFER: Magnetic domains, The Analysis of Magnetic Microstructures. Springer Verlag. Berlin Heidelberg New York (1998)
- [HUB93] A. HUBERT: KERRoptische Mikroskopie. In: 24. IFF-Ferienkurs des Forschungszentrums Jülich, Schriften des Forschungszentrums Jülich: Magnetismus von Festkörpern und Grenzflächen. Kapitel 34, (1993)
- [JAC98]G. JACOBS: Nahordnung von unterkühlten Metallschmelzen.Dissertation, Technische Hochschule Aachen (1998)
- [KFD+79] H. KRONMÜLLER, M. FÄHNLE, M. DOMANN, H. GRIMM, R. GRIMM und M. GRÖGER: In: Journal of Magn. Magn. Mat. 13 (1979), 53
- [KIT49] C. KITTEL: *Physical Theory of Ferromagnetic Domains*. In: Reviews of Modern Physics; Vol. 21; Number 4; (1949)
- [KIT99] C. KITTEL: *Einführung in die Festkörperphysik*. 12. Auflage (1999)
- [KL92] H. KRONMÜLLER und M. LAMBECK: Magnetismus in Festkörpern. In: BERGMANN-SCHÄFER, Bd. 6, Kap. 8; W. DE GRUTYER, Berlin New York (1992)

- [KOP89] K. KOPITZKI: *Einführung in die Festkörperphysik.* B. G. TEUBNER, Stuttgart (1989)
- [LIE76] F. LIENEWEG: *Handbuch der technischen Temperaturmessung*. Vieweg, Braunschweig (1976)
- [MFK77] K. MÜLLER, F. FUCHS und F. K. KNEUBÜHL: Partial circular polarization of the spectral thermal emission from ferromagnetic iron. Physics Letter A, 64A (1977)
- [NAK56] Y. J. NAKAGAWA: Phys. Soc. Japan, 11 (1956) 855
- [NAK59] Y. J. NAKAGAWA: Magnic Susceptibility of Liquid Alloy of Copper with Cobalt, Iron, Manganese and Chromium. In: Journal Phys. Soc. Japan 14 (10) (1959) 1372
- [NOL86] W. NOLTING: *Quantentheorie des Magnetismus*. Teubner Studienbücher, Stuttgart (1986)
- [PNH+94] D. PLATZEK, C. NOTTHOFF, D. M. HERLACH, G. JACOBS, D. HERLACH und K. MAIER: *Liquid metal undercooled below its CURIE temperature*. Appl. Phys. Let., 65 (13) (1994) 1723
- [PLA96] D. PLATZEK: Ein flüssiger Ferromagnet Untersuchungen mit mikroskopischen Sonden. Dissertation, Universität Bonn, Institut für Strahlen- und Kernphysik (1996)
- [RES96]J. RESKE: Flüssige Ferromagnete Untersuchungen zur magnetischen<br/>Ordnung in unterkühlten Co-Pd-Schmelzen. Dissertation, Universität<br/>Bonn, Institut für Strahlen- und Kernphysik (1996)
- [RK67] W. ROCKER, R. KOHLHAAS: Angewandte Physik 23, 146 (1967)

[SCH99] R. SCHÄFER: Magnetische Mikrostrukturen. In: 30. IFF-Ferienkurs des Forschungszentrums Jülich, Schriften des Forschungszentrums Jülich: Magnetische Schichtsysteme in Forschung und Anwendung; Materie und Material, Band 2, B6.1-25 (1999)

- [SIZ76] R. SIZMANN: Investigation of Elektron Spin Polarisation in Ferromagnets. In: Nuclear Instruments und Methods. 132 (1976)
- [TUR52] D. TURNBULL: In: The Journal of Chemical Physics, 20(3):411-424 (1952)

- [UÜ67] URBAIN, G. und E. ÜBELACKER: The Mesurement of the Magnetic Susceptibility of some Elements (Fe, Co, Ni, Ge, Sn, Te) in the Liquid State. In: Adv. Phys., 16 (1967) 429
- [WILL88] W. WILLNECKER: Forschungsbericht. Deutsche Forschungsanstalt für Luft- und Raumfahrt (1988)

## Danksagung

Zum Gelingen dieser Arbeit haben viele Menschen beigetragen, denen ich an dieser Stelle meinen aufrichtigen Dank aussprechen möchte:

Prof. Dr. K. Maier für das Thema der Diplomarbeit, die hervorragende fachliche und persönliche Betreuung, seinem unermüdlichen Einsatz und seinem nie versiegenden Ideenreichtum.

Prof. Dr. P. David für die freundliche Übernahme des Korreferats.

Moritz Beckmann für die tolle Teamarbeit, den Spaß beim Experimentieren und die zahlreichen Hilfestellungen.

Joachim Schüth für seine Anregungen und Hilfe bei der Verwirklichung der rechnergesteuerten Datenerfassung und Auswertung.

Der "Maier"-Truppe, - Karsten Bennewitz, Christoph Bommas, Jakob Graichen, Matz Haaks, Lucian Isfan, Christoph Juchem, Ulrike Männig, Ingo Müller, Thomas Schieder und Christiane Zamponi - bei der ich mich sofort wohl gefühlt habe, für die angenehme Arbeitsatmosphäre und dem Spaß den wir auch außerhalb der Universität hatten.

Den Mitarbeitern der Feinmechanik und der Elektronik-Werkstatt für die gute Zusammenarbeit und den ausgezeichneten Service.

Allen, die mich durch mein Studentenleben begleitet haben, besonders Markus Lindner, auf den ich mich immer verlassen konnte.

Meinen Eltern, die durch ihre Unterstützung mein Studium erst ermöglicht haben.

Verena für alles.