



Bachelorarbeit

**Fernsteuerbarer Transport
superparamagnetischer Partikel -
Untersuchungen zur magnetophoretischen
Mobilität**

Christian Janzen

Matrikelnummer: 33319014

Studiengang: B.Sc. Nanostrukturwissenschaften

vorgelegt beim Institut für Physik im Fachbereich Mathematik
und Naturwissenschaften der Universität Kassel

April 2018

HÄUFIG VERWENDETE ABKÜRZUNGEN

AF	Antiferromagnet
EB	Exchange Bias
F	Ferromagnet
hh	<i>head-to-head</i>
L-MOKE	longitudinaler magneto-optischer <i>Kerr</i> -Effekt
LOC	<i>Lab-on-a-Chip</i>
PMMA	Polymethylmethacrylat
SPP	superparamagnetische Matrix-dispergierte-Partikel
tt	<i>tail-to-tail</i>
VST	Video Spot Tracker

INHALTSVERZEICHNIS

1 Einleitung	1
2 Theoretische Grundlagen	5
2.1 Magnetismus	5
2.1.1 Exchange Bias Effekt	10
2.1.2 Ionenschussinduzierte magnetische Strukturierung	12
2.2 Superparamagnetische Partikel	13
2.3 Kräfte zwischen Partikel und Probenoberfläche	16
2.4 Transportkonzept	18
3 Experimentelle Methoden	25
3.1 Probenherstellung	25
3.1.1 HF-Kathodenersterstäubung	25
3.1.2 Festlegung des EB mittels Feldkühlen	27
3.1.3 Ionenbeschuss induzierte magnetische Strukturierung	27
3.2 Magnetische Charakterisierung	29
3.2.1 Longitudinale magnetooptische Kerr-Magnetometrie	29
3.2.2 Rastersondenmikroskopie (AFM/MFM)	31
3.3 Partikeltransport-Aufbau	33
4 Ergebnisse und Diskussion	35
4.1 Reproduzierbarkeit der magnetischen Eigenschaften	35
4.2 Einfluss der Silizium Schutzschichtdicke auf die Eigenschaften des magnetischen Substrats	40
4.3 Bestimmung der magnetophoretischen Mobilität superparamagnetischer Partikel	44

INHALTSVERZEICHNIS

5	Zusammenfassung und Ausblick	55
6	Anhang	59

KAPITEL 1

EINLEITUNG

Aufgrund des demographischen Wandels der Bevölkerung in Industriestaaten, welcher durch steigende Lebenserwartungen und gleichzeitigem Sinken der Geburtenrate verursacht wird, wird ein Anstieg an Volkskrankheiten wie beispielsweise Krebs oder Diabetes erwartet. Des Weiteren ist mit einem Fachkräfteärztemangel, vor allem in ländlichen Gebieten, zu rechnen. Dies hat zur Folge, dass der Bedarf an patientennaher Diagnostik immer mehr an Priorität zunimmt, da bisher medizinische Analysen mit zeitanspruchsvollen und zeitintensiven Untersuchungen in zentralen Laboren verbunden sind. Die Anwendung magnetfeldbasierter Analysesysteme, unter Verwendung oberflächenfunktionalisierter superparamagnetischer Partikel werden hierbei zukünftig Anwendung im Bereich miniaturisierter Diagnostiktechnologie finden. Sogenannten Lab-on-a-Chip (LOC) Systemen wird dabei ein hohes Potential zugesprochen.^[Hol17] Superparamagnetische Partikel (SPP) bestehen aus einem superparamagnetischen Material, meist ein Eisenoxid, und einer (an)organischen Matrix, in welcher magnetisches Material eingebettet ist.^[WWY15] Aufgrund verschiedener chemischer Herstellungsmethoden der SPP, kommt es zu Schwankungen des hydrodynamischen Durchmessers, sowie zur Menge bzw. der räumlichen Verteilung des im SPP enthaltenen magnetischen Materials. Dies hat zur Folge, dass kommerziell erhältliche SPPs sich, je nach Hersteller unterschiedlich stark, in ihren magnetophoretischen Eigenschaften unterscheiden können und demnach bei gegebenem Magnetfeldgradienten unterschiedlich schnell bewegen.^[ZBT16] Zur Anwendung superparamagnetischer Partikel für LOC-Anwendungen sind jedoch Partikeldispersionen mit wohldefinierten magnetophoretischen Eigenschaften der SPPs erforderlich, sodass mit solchen Analysesystemen eine genaue Diagnostik möglich wäre. Folglich müssen die kommerziell erwerblichen SPP-Dispersionen für eine diagnostische Anwendung zunächst nach ihren magnetophoretischen Eigenschaften der Partikel fraktioniert werden. Bisher wurden verschiedene Konzepte zur Separation superparamagnetischer Partikel nach ihren magnetophoretischen Eigenschaften entwickelt.^{[ZCL14] [DDH12] [MMW04]} Hierzu zählt beispielsweise die Separation der SPPs über

die Methode des bidirektionalen Transports von SPPs über streifenstrukturierten out of plane konfigurierten Granat-Ferrit-Schichten. [MPMCZ16]

Im Rahmen des LOEWE finanzierten Projekts *Purify Mag* sollen zwei Prototypen zur Bestimmung der magnetophoretischen Mobilität superparamagnetischer Partikel sowie deren Fraktionierung nach den magnetophoretischen Eigenschaften mit genauer Partikelkonzentrationsbestimmung, entwickelt werden. Im Rahmen dieser Arbeit werden Voruntersuchungen zur Realisierung dieser Prototypen durchgeführt. In Kapitel 2 werden die theoretischen Grundlagen behandelt, welche zum Verständnis durchgeführten Experimente, notwendig sind. Eben diese Experimente werden in Kapitel 3 dargestellt. Dabei wird insbesondere auf die während des Transports superparamagnetischer Partikel wirkenden Kräfte eingangen. Weiterhin wird das Transportkonzept erläutert, welches auf der zeitlich periodischen Änderung der potentiellen Energienlandschaft superparamagnetischer Partikel oberhalb eines magnetisch streifenstrukturierten Exchange Bias Dünnschichtsystems, mit einer head-to-head (*hh*) und tail-to-tail (*tt*) Domänenkonfiguration bzgl. ihrer remanenten Magnetisierungsrichtung, beruht. Die periodische Änderung der potentiellen Energienlandschaft wird dabei über die Superposition der durch die magnetische Partialladungsverteilung an den Domänenwänden hervorgerufenen magnetischen Streufeldlandschaft des EB-Systems, mit einer zeitlich periodischen trapezförmigen externen Magnetfeldsequenz realisiert.

Damit streifenstrukturierte Exchange-Bias Dünnschichtsysteme für die im Rahmen des Projekts *Purify Mag* entwickelten Prototypen verwendet werden können, muss die Reproduzierbarkeit der magnetischen Eigenschaften gewährleistet sein. Die magnetischen Eigenschaften, welche durch das Koerzitivfeld und das Exchange Bias Feld representiert werden, wurden mittels longitudinaler MOKE-Magnetometrie in Kapitel 4 analysiert. Durch die Reproduzierbarkeit der magnetischen Eigenschaften wäre gewährleistet, dass die Magnetfeldgradienten der magnetischen Streufeldlandschaften der EB-Systeme annähernd gleich sind, sodass bei bekanntem Magnetfeldgradienten zwischen superparamagnetischen Partikeln unterschiedlicher magnetophoretischer Mobilität unterschieden werden kann. Des Weiteren sollen die streifenstrukturierten EB-Systeme in Zukunft mit magnetoresistiven Sensorelementen verknüpft werden, sodass eine Zählung der Partikel und somit eine genaue Bestimmung der Partikelkonzentration möglich wäre. Hierzu werden im Rahmen dieser Arbeit EB-Systeme mit einer zusätzlichen Deckschicht aus Silizium, welche nach der ionenbeschuss induzierten magnetischen Strukturierung in einem Bereich von $d_{\text{Si}} = 200 \text{ nm}$ bis $d_{\text{Si}} = 2000 \text{ nm}$ abgeschieden wurde, hergestellt werden. In diese Si-Schicht könnten in Zukunft die magnetoresistiven Sensorelemente integriert werden. Weiterhin wird die Schicht als Abstandshalter zwischen der EB-Streifendomänenstruktur und den SPP benötigt. Für bisherige Arbeiten wurde dafür Polymethylmethacrylat (PMMA) verwendet. Der Nachteil bei der Wahl dieses Kunststoffs als Abstandshalter liegt darin, dass

Lösungsmittel während der Transportexperimente in das PMMA interkalieren können und sich somit während bzw. nach den Transportexperimenten der Abstand zwischen Partikel und EB-Streifendomänenstruktur aufgrund der Vergrößerung der PMMA-Schicht erhöht und daher veränderte Experimentbedingungen vorliegen. Ein weiterer Aspekt dieser Arbeit war die Untersuchung der Langreichweiteigkeit der Streufeldlandschaft bzw. der magnetischen Partialladungsverteilung über MFM-Messungen in Abhängigkeit der Si-Schichtdicke. Weiterhin wurde dabei die Veränderung der Oberflächenrauigkeiten nach der Abscheidung einer zusätzlichen Si-Deckschicht nach der ionenbeschuss induzierten magnetischen Strukturierung betrachtet, sodass abgeschätzt werden kann, wie sich die Topographie der Proben nach diesem Prozessschritt verändert. Des Weiteren wurden nach der Charakterisierung der hergestellten EB-Systeme Transportexperimente für den gerichteten Transport Matrix-dispergierter superparamagnetischer Partikel in Abhängigkeit der Si-Schichtdicke sowie der Frequenz einer externen Magnetfeldsequenz, welche die Bewegung der Partikel induziert, durchgeführt. Das Augenmerk lag dabei auf der Charakterisierung der magnetophoretischen Mobilität der verwendeten kommerziell erhältlichen Matrix-dispergierten SPPs unter Beachtung der zuvor ermittelten Fluktuationen der magnetischen Eigenschaften der EB-Systeme, sowie der Langreichweiteigkeit der magnetischen Streufeldlandschaft und der Topographie der Proben.

KAPITEL 2

THEORETISCHE GRUNDLAGEN

In diesem Kapitel werden die physikalischen Grundlagen, welche zum Verständnis, der in dieser Arbeit durchgeführten, Experimente notwendig sind, erläutert. Zunächst wird ein Überblick über Magnetismus dargestellt. Anschließend wird der Exchange-Bias-Effekt, und wie dieser in dieser Arbeit modifiziert wurde, thematisiert. Es werden superparamagnetische Partikel (SPP), sowie die auf diese wirkenden Kräfte behandelt. Abschließend wird das Konzept zum fernsteuerbaren Transport superparamagnetischer Partikel, welches im Rahmen dieser Arbeit zur magnetophoretischen Separation experimentell verwendet wurde, näher erläutert.

2.1 Magnetismus

Wirkt ein magnetisches Feld auf ein Material, macht sich in diesem ein magnetisches Moment bemerkbar.^[BS05] Das Verhalten von Materie in einem Magnetfeld kann über die Suszeptibilität χ beschrieben werden. Sie ist eine charakteristische Größe für magnetische Materialien. Anhand dieses Werts lassen sich Materialien kategorisieren und zwischen verschiedenen Arten des Magnetismus unterscheiden. Die Suszeptibilität ist abhängig von einem externen auf das Material wirkenden Magnetfeld mit der Magnetfeldstärke \vec{H} und ist im Weiteren ein Proportionalitätsfaktor für die Magnetisierung \vec{M} eines Materials in einem Magnetfeld:^[Dem13]

$$\vec{M} = \chi_v(\vec{H}) \cdot \vec{H}. \quad (2.1.1)$$

Die Magnetisierung kann dabei als die Summe der magnetischen Momente \vec{m}_i pro Volumeneinheit V verstanden werden, es ist:^[Dem13]

$$\vec{M} = \frac{1}{V} \sum_{i=1}^V \vec{m}_i. \quad (2.1.2)$$

Der Zusammenhang zwischen dem Magnetfeld \vec{H} und der magnetischen Flussdichte \vec{B} ist über die magnetische Permeabilität μ_0 im Vakuum und der Magnetisierung \vec{M} definiert:^[BS05]

$$\vec{B} = \mu_0 \cdot (\vec{H} + \vec{M}). \quad (2.1.3)$$

Im Allgemeinen kann Gleichung 2.1.3 zu

$$\vec{B} = \mu \cdot \vec{H}, \quad \mu = \mu_0 \cdot (1 + \chi) = \mu_0 \cdot \mu_r \quad (2.1.4)$$

umgeschrieben werden, wobei μ_r die relative Permeabilität des vom Magnetfeld durchsetzten Materials ist. Die magnetische Permeabilität kann als Durchlässigkeit magnetischer Felder durch Substanzen verstanden werden und ist wiederum eine materialspezifische Größe.

Das magnetische Moment \vec{m} kann durch den Kreisstrom eines Elektrons um die Fläche, die von der Bahn des Elektrons umschlossen wird, verstanden werden. Unter Betrachtung einer Kreisfläche $A = \pi r^2$, des Kreisstroms $I = -e \cdot \omega / (2\pi)$ eines Elektrons mit der Elementarladung e , der Umlauffrequenz ω und dem Drehimpuls $J = m_e \cdot \omega \cdot r^2$ eines Elektrons der Masse m_e ergibt sich unter der Betrachtung des Bahndrehimpulses bzw. des Spindrehimpulses eines Elektrons ein Bahnmoment

$$\mu_l = -\frac{|e|\hbar}{2m_e} \cdot \sqrt{l(l+1)\hbar^2} \quad (2.1.5)$$

und ein Spinmoment

$$\mu_s = -g_e \frac{|e|\hbar}{2m_e} \cdot \sqrt{s(s+1)\hbar^2}. \quad (2.1.6)$$

Hierbei sind l und s Quantenzahlen des Bahn- bzw. Spindrehimpulses, \hbar das PLANCK'SCHE Wirkungsquantum und g_e das gyromagnetische Verhältnis des Elektrons.^[BS05] Unter

Berücksichtigung der Quantisierung des Drehimpulses eines Elektrons ergibt sich das BOHR'SCHE Magneton

$$\mu_B = \frac{|e|\hbar}{2m_e}, \quad (2.1.7)$$

welches sowohl, für μ_l als auch für μ_s das kleinste nicht mehr teilbare magnetische Moment ist und somit einen Proportionalitätsfaktor des magnetischen Moments darstellt. Das Bahnmoment nimmt in Anwesenheit eines externen Magnetfeldes nach der LENZ'SCHEN Regel, da ein Gegenstrom induziert wird, ab. Das Spindrehmoment dahingegen richtet sich parallel zum externen Magnetfeld aus, da diese Ausrichtung energetisch am günstigsten ist.^[BS05] Im Folgenden sollen kurz die grundlegenden Arten des Magnetismus erläutert werden.

Dia- und Paramagnetismus

Diamagnetismus sowie Paramagnetismus sind Arten des Magnetismus bei denen kein räumlich ausgedehnter Ordnungszustand aufgrund von kooperativen Phänomenen entsteht. Diamagnetische Materialien besitzen, da diese keine ungepaarten Elektronen aufweisen, kein permanentes magnetisches Dipolmoment.^[Dem13] Wird ein Diamagnet in ein externes magnetisches Feld gebracht, so werden in ihm magnetische Dipole induziert, welche nach der LENZ'SCHEN Regel dem äußeren Magnetfeld entgegen gesetzt sind. Aufgrund dessen werden diamagnetische Materialien aus Bereichen hoher magnetischer Flussdichte herausgedrängt. Die Suszeptibilität diamagnetischer Materialien ist negativ.^[Dem13]

Paramagnetische Materialien besitzen dahingegen aufgrund ungepaarter Elektronen permanente magnetische Dipole, welche als isoliert und unabhängig voneinander betrachtet werden. Allerdings sind diese magnetischen Momente in Abwesenheit eines externen Magnetfeldes aufgrund von thermischen Bewegungen nicht geordnet, sodass im Mittel keine Magnetisierung für Paramagneten messbar ist. Die Suszeptibilität paramagnetischer Materialien nimmt antiproportional mit zunehmender Temperatur ab.^[Dem13]

Ferromagnetismus

Die magnetischen Momente sind in Ferro- und Antiferromagneten gekoppelt, sodass in Abhängigkeit von der Temperatur ein magnetischer Ordnungszustand vorliegen kann. Die Stärke der Kopplung wird über die Austauschkopplungskonstante J beschrieben.^[BS05] Dabei liegt im Folgenden der Fokus auf der direkten Austauschwechselwirkung der Elektronen. Elektronen sind Fermionen, demnach muss ihre Wellenfunktion nach dem PAULI-Prinzip antisymmetrisch bzgl. einer Vertauschung sein. Die Wellenfunktion kann in eine Orts- und einen Spinanteil separiert werden. Folglich muss jeweils eine der beiden Wellenfunktion antisymmetrisch sein. Für eine parallele Ausrichtung der Spins ergibt sich ein Triplet-

zustand mit einer antisymmetrischen Ortsfunktion, bei antiparalleler Ausrichtung der Spins ergibt sich dementsprechend ein Singulettzustand mit einer symmetrischen Ortswellenfunktion.^[BS05] Die Energiedifferenz dieser beiden Zustände wird als Austauschenergie bezeichnet. In Abhängigkeit des räumlichen Überlapps der elektronischen Wellenfunktionen kann entschieden werden, ob ein ferro- oder ein antiferromagnetischer Ordnungszustand realisiert wird.^[BS05] Aus der Energiedifferenz der beiden Zustände ergibt sich weiterhin die Austauschkopplungskonstante für die direkte Wechselwirkung benachbarter Spins nach:^[BS05]

$$2J = E_S - E_T. \quad (2.1.8)$$

Die Austauschkopplungskonstante ist für eine antiparallele Ausrichtung der Spins negativ, und für parallele Ausrichtung der Spins positiv. Das Magnetisierungsverhalten eines Ferromagneten (F) bei anlegen eines externen Magnetfeldes ist abhängig von seinem vorherigen Magnetisierungszustand.^[Dem13] Der Verlauf einer für Ferromagnete typischen Magnetisierungskurve wird in Abbildung 2.1 gezeigt.

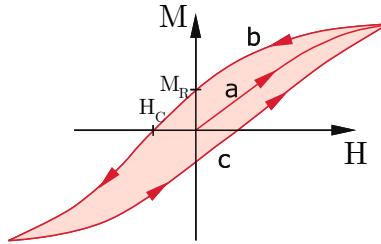


Abbildung 2.1: Charakteristischer Verlauf einer Hysteresekurve ferromagnetischer Materialien^[Dem13]

Wird von einem F ausgegangen, welcher zunächst in Abwesenheit eines externen Magnetfeldes keine Nettomagnetisierung aufweist, steigt die Magnetisierung des F proportional zum externen Feld an (Neukurve a). Die Magnetisierung des F steigt dabei bis zur materialspezifischen Sättigungsmagnetisierung M_S an. Bei Erreichen dieses Werts sind alle magnetischen Momente des F parallel zum externen Magnetfeld ausgerichtet.^[Dem13] Wird das externe Magnetfeld nun abgeschaltet, ist weiterhin eine Magnetisierung des F zu erkennen. Diese Magnetisierung wird als Remanenz M_R bezeichnet. Um die Magnetisierung des F wieder aufzuheben, sodass keine Magnetisierung mehr messbar ist, muss ein externes Magnetfeld, welches dem vorherigen entgegengesetzt ist angelegt werden. Das Magnetfeld bei dem $M = 0$ ist wird Koerzitivfeld H_C genannt.^[Dem13] Bei weiterer Erhöhung des Magnetfelds hin zu betragsmäßig größeren negativen Werten der Magnetfeldstärke, erhöht sich die Magnetisierung erneut bis zur Sättigungsmagnetisierung, wobei das Material diesmal in die entgegengesetzte Richtung aufmagnetisiert ist.^[Dem13] Wird das Magnetfeld erneut abgeschaltet, ist erneut eine remanente Magnetisierung messbar, welche jedoch der vorherigen entgegengesetzt ist. Wird ein Magnetfeld in positiver Richtung der Magnetfeldrichtung

angelegt, ist erneut bei einer Magnetfeldstärke, die dem Koerzitivfeld entspricht eine Nettomagnetisierung von null zu erkennen. Bei weiterer Erhöhung des externen Magnetfelds steigt die Magnetisierung erneut bis zu M_S an. Die beiden Kurven b und c ergeben eine Hysteresekurve, welche eine Fläche einschließt.^[Dem13] Anhand des magnetfeldabhängigen Verlaufs der Hysteresekurve kann eine Unterscheidung zwischen hart- und weichmagnetischen Stoffen getroffen werden. Hartmagnetische Materialien weisen eine Hysterese mit einer großen Fläche auf, und haben demnach eine hohe Sättigungsmagnetisierung bzw. ein hohes Koerzitivfeld. Dahingegen hat die Hysterese weichmagnetischer Materialien eine geringe Fläche, sodass die Sättigungsmagnetisierung bzw. das Koerzitivfeld gering ist. Die von der Hysterese eingeschlossene Fläche ist ein Maß für die Energie, welche benötigt wird das Material umzumagnetisieren.^[TM07] Ferromagnetische Materialien besitzen eine vergleichsweise große Suszeptibilität, welche um einige Größenordnung über der von Paramagneten liegt. Die erhöhte Suszeptibilität der Ferromagneten ist in der Wechselwirkung der einzelnen magnetischen Momente begründet. Durch diese Wechselwirkung richten sich benachbarte magnetische Momente bevorzugt parallel zueinander aus, sodass Domänen, sogenannte WEISS'sCHE Bezirke entstehen.^[Dem13] Werden Ferromagneten über die sogenannte CURIE Temperatur T_C erhitzt, wird die Ordnung der magnetischen Momente aufgehoben, sodass paramagnetische Eigenschaften aufweist.^[Dem13] Die Kopplung der einzelnen magnetischen Momente entsteht durch die Austauschwechselwirkung der metallischen Leitungselektronen mit den magnetischen Spinnmomenten ungepaarter Elektronen nicht ausgefüllter Schalen. F mit einer hohen Austauschwechselwirkung gehen mit einer hohen T_C einher. Wird diese Temperatur erreicht wird die Ordnung der magnetischen Momente eines WEISS'sCHEN Bezirks aufgehoben.^[BS05] Die temperaturabhängige Suszeptibilität ferromagnetischer Materialien kann oberhalb von T_C über das CURIE-WEISS-Gesetz mit

$$\chi(T) = \frac{C}{(T - T_C)^\gamma} \quad (2.1.9)$$

beschrieben werden.^[Dem13] C bezeichnet dabei die Curie-Konstante und γ eine materialspezifische Konstante.

Antiferromagnetismus

Die Kristallstruktur antiferromagnetischer Materialien kann durch zwei ineinander gestellte Untergitter (A und B) verstanden werden.^[Dem13] Die antiferromagnetische Ordnung resultiert aus der antiparallelen Ausrichtung der magnetischen Momente der Untergitter A und B, wobei diese betragsgleich sind und eine Nettomagnetisierung von null zu beobachten ist. Im Gegensatz dazu sind bei Ferrimagneten die magnetischen Momente der Untergitter vom Betrag her nicht gleich, sodass eine von null verschiedene Nettomagnetisierung übrig bleibt.^[Dem13] Analog zu ferromagnetischen Materialien wird die Kopplung der magneti-

schen Momente ab einer materialspezifischen Temperatur überwunden. Diese Temperatur wird als NÉEL Temperatur T_N bezeichnet. Oberhalb dieser Temperatur verhalten sich Antiferromagneten (AF) paramagnetisch. Im Vergleich zu T_C ist T_N geringer, da die Kopplungsenergie der magnetischen Momente eines AF geringer als die eines F ist. [Dem13]

2.1.1 Exchange Bias Effekt

An der Grenzfläche zwischen einer dünnen ferromagnetischen und einer dünnen antiferromagnetischen Schicht kann es zu einer Austauschwechselwirkung zwischen den benachbarten magnetischen Momenten beider Materialien kommen. Der aus der Austauschwechselwirkung resultierende, sogenannte Exchange Bias Effekt (EB) macht sich durch eine Verschiebung der ferromagnetischen Hysterese entlang der Magnetfeldachse bemerkbar. Typischer Weise ist die Hysteresekurve in negativer Richtung verschoben. Ein weiterer phänomenologischer Effekt ist die Erhöhung der Koerzitivität [OFOVF10].

Der EB-Effekt kann bei verschiedenen Materialsystemen beobachtet werden. Zu diesen Materialsystemen gehören unter anderem epitaktisch gewachsene Schichten mit einer nahezu glatten AF/F Grenzfläche, polykristalline Schichtsysteme mit einer rauen Grenzfläche oder beispielsweise Nanopartikel [OFOVF10]. Bei letzteren wurde der EB erstmals von MEIKLEJOHN und BEAN entdeckt. Aufgrund der strukturellen Unterschiede der Systeme, in welchen der EB-Effekt zu beobachten ist, kann dieser bis heute trotz gründlicher Untersuchungen nicht vollständig erklärt werden.

Das erste Modell zu Erklärung des Exchange Bias Effekts wurde von MEIKLEJOHN und BEAN, welche den Effekt erstmals an Co-Nanopartikeln mit einer antiferromagnetischen Cobaltoxidschicht entdeckt haben, entwickelt [MB57]. In diesem Modell wird von einer glatten Grenzschicht zwischen F und AF, sowie von magnetisch starren magnetischen Momenten im AF ausgegangen. Lediglich die magnetischen Momente des F können in Anwesenheit eines externen Magnetfeldes rotieren. In der obersten Atomschicht des AF an der AF/F Grenzschicht sind die magnetischen Momente des AF unkompenziert angeordnet, sodass eine Nettomagnetisierung ungleich null vorliegt. Infolge der Austauschwechselwirkung des AF mit dem F an deren Grenzfläche entsteht eine unidirektionale Anisotropie. [MB57] Dabei kann entweder entweder eine parallele oder eine antiparallele Kopplung realisiert werden. Die beiden Kopplungszustände besitzen unterschiedliche Energien, wodurch eine der beiden Kopplungen energetisch bevorzugt ist. Weiterhin wird ein stärkeres Magnetfeld zum Ummagnetisieren des F, als bei einem freien F, benötigt. Der Exchange-Bias Effekt kann somit als eine Art interner Widerstand gegenüber des Ummagnetisierungsvorgangs verstanden werden.

Im Folgenden wird das das erweiterte Modell von FULCOMER und CHARAP zur Beschreibung des Exchange Bias in polykristallinen Materialsystemen näher vorgestellt. In

diesem Modell wird von einem AF ausgegangen, welcher aus einzelnen nicht miteinander wechselwirkenden Körnern besteht. Die AF-Körner wechselwirken lediglich mit einem als eindimensional angenommenen Ferromagneten^[FC72]. Die freie Energie der AF-Körner kann als

$$E_i = K_{AF,i} \cdot V_i \cdot \sin^2(\Theta_i - \Psi) - \kappa_{EB,i} \cdot S_i \cos(\Theta_i - \Phi) \quad (2.1.10)$$

beschrieben werden. $K_{AF,i}$ ist hierbei die uniaxiale Anisotropie der AF-Körner, V_i deren Volumen, S_i die Fläche zwischen AF-Korn und F und $\kappa_{EB,i}$ die jeweilige Austauschwechselwirkungsenergiedichte an der AF/F Grenzfläche pro Korn. Θ stellt den Winkel zwischen dem jeweiligen AF-Grenzflächenmoment und der leichten Richtung des F dar und Ψ den Winkel zwischen den leichten Richtungen des AF und des F dar. Φ gibt dabei den Winkel zwischen der leichten Richtung des F und dessen Magnetisierungsrichtung an.^[FC72]. Der vordere Term der Gleichung 2.1.10 kann als uniaxiale Anisotropieenergie $E_{AF,i}$ und der hintere Term als freie Exchange Bias Energie $E_{EB,i}$ aufgefasst werden. Somit ergibt sich für Gleichung 2.1.10:^{[EJE05] [ESW11]}

$$E_i = E_{AF,i} \cdot \sin^2(\Theta_i - \Psi) - E_{EB,i} \cdot \cos(\Theta_i - \Phi). \quad (2.1.11)$$

Der Verlauf der freien Energie in Abhängigkeit von Θ wird in Abbildung 2.2 dargestellt. Beträgt der Winkel zwischen der Magnetisierung des F und der leichten Achse des F $\Phi = 0$, so wird bei paralleler Kopplung der magnetischen Momente des F und des AF an der Grenzfläche das lokale Minimum besetzt, wohingegen bei antiparalleler Kopplung das globale Minimum besetzt wird. Die beiden Minima sind durch eine Energiebarriere Δ_i

$$\Delta_i = \frac{(2 \cdot E_{AF,i} - E_{EB,i})^2}{4 \cdot E_{AF,i}} \quad (2.1.12)$$

voneinander getrennt.^{[EJE05] [ESW11]}

Die AF-Körner können abhängig von ihrer uniaxialen Anisotropieenergie bzw. von ihrem effektiven Volumen nach in vier verschiedene Klassen unterteilt werden.^[ESW11] Die erste Klasse der AF-Körner hat die niedrigste Energiebarriere. Die thermische Energie $E_T = k_B T_R$, mit der BOLTZMANN-Konstante k_B und der Raumtemperatur T_R ist größer als die uniaxiale Anisotropieenergie des AF, sodass ein Übergang zwischen den energetischen Minima möglich ist. Dies hat zur Folge, dass die Besetzung der Minima zufällig ist, wodurch sie weder zu H_{EB} noch zu H_C beitragen. Die AF-Körner der ersten Klasse sind superparamagnetisch.^[ESW11]

Bei den AF-Körnern der zweiten Klasse mit $k_B T_R < E_{AF,i} < E_{EB,i}/2$ liegt nur ein energetisches Minimum vor, sodass die AF-Körner sich immer nach dem F ausrichten und dadurch sein Koerzitivfeld erhöhen. Allerdings ist dieser Zustand instabil. Die AF-Körner

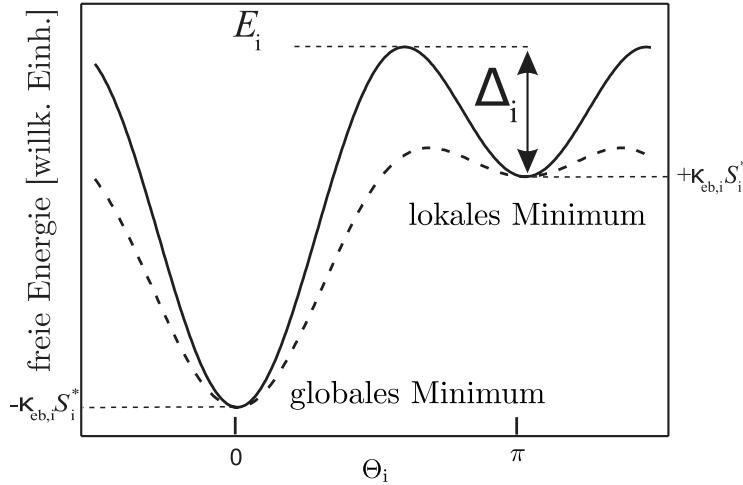


Abbildung 2.2: Freie Energie in Abhangigkeit von Θ [EJE05]

der zweiten Klasse tragen zur Koerzitivitat bei, da die Kopplung des F mit dem AF groer als die Anisotropie des AF ist und die magnetischen Momente des AF sich somit nach dem F ausrichten. [ESW11]

Die AF-Korner der dritten Klasse sind im Gegensatz zu den Kornern der zweiten Klasse thermisch stabil, da die beiden Minima durch eine Energiebarriere getrennt sind. Sie tragen zu H_{EB} bei. Allerdings konnen die AF-Korner bei hoheren Temperaturen wieder in das lokale Minimum 脰ber gehen. [ESW11] Fur AF-Korner der vierten Klasse ist die Energiebarriere so hoch, dass sie nur bei Zufuhr von sehr viel thermischer Energie 脰berwunden werden kann. Die ferromagnetischen und antiferromagnetischen Kopplungen sind statistisch verteilt, sodass diese Korner keinen Beitrag zu H_{EB} oder H_C leisten [ESW11]. Folglich gibt es einen direkten Zusammenhang zwischen H_{EB} und der Korngroenverteilung.

Das polykristalline Modell des Exchange-Bias Effekts eignet sich zur Beschreibung der durch Ionenbeschuss induzierten magnetischen Strukturierung, da durch lokale Einbringung von thermischer Energie und geeigneter Wahl des externen Magnetfelds wahrend des Ionenbeschusses der EB wie folgt modifiziert werden kann.

2.1.2 Ionenschussinduzierte magnetische Strukturierung

Zur Modifikation des Exchange Bias muss lokal im Schichtsystem Energie eingebracht werden. Diese kann bspw. durch Feldkuhlen, Laserbestrahlung oder durch Ionenbeschuss induziert werden. Letztere Methode wurde im Rahmen dieser Arbeit angewandt. Der Ionenbeschuss hat die Eigenschaft, dass Veranderungen von Materialgroen, wie beispielsweise die Anisotropie, durch Implementierung von Heliumionen oder dem Erzeugen von Fehlstellen hervorgerufen werden kann. Durch eine lokale Veranderung der Richtung und Starke des Exchange Bias ist eine magnetische Strukturierung (IBMP - *ion beam induced magnetic patterning*) moglich. Dabei ist die Auswirkung des Ionenbeschusses abhangig

von der verwendeten Ionendosis. Die Richtung der Anisotropie der beschossenen Domäne kann durch Anlegen eines externen Magnetfelds während des Ionenbeschuss festgelegt werden. [EEW06]

Die Anisotropie K_{AF} wird üblicherweise durch den Ionenbeschuss reduziert [EJE05]. Daraus resultierend verringert sich ebenfalls die Höhe der Energiebarriere des zwei Niveaumodells, wodurch eine Relaxation in das globale Minimum auch in kürzeren experimentellen Zeitskalen bzw. bei Raumtemperatur ermöglicht wird. Die hat zur Folge, dass H_{EB} vergrößert wird [ESW11]. Des Weiteren wird durch im tiefenbereich induzierten Defekten die Kopplungsstellendichte an der AF/F reduziert, wodurch sich die Anzahl der frei rotierbaren ferromagnetischen Momente erhöht, die sich nach dem externen Magnetfeld ausrichten können. [BSD14] Die magnetische Strukturierung durch Ionenbeschuss kann auf zwei verschiedene Weisen durchgeführt werden. Zum einen können die EB-Dünnschichtsysteme mit einem fokussierten Ionenstrahl beschossen werden. [Gau17] Zum anderen kann eine indirekte Methode, welche ebenfalls in dieser Arbeit angewendet wurde, verwendet werden. Bei dieser Methode wurde auf dem EB-Dünnschichtsystem vor dem Ionenbeschuss fotolithografisch eine mikrostrukturierte Maske aufgebracht. Die Heliumionen können die Lackstruktur nicht durchdringen, wodurch nur die Bereiche, welche nicht von der Lackstruktur bedeckt sind beschossen werden. Der Ionenbeschuss findet hierbei mit einem breitgefächerten Ionenstrahl flächig statt, wodurch die zweite Variante des IBMP einen zeitlichen Vorteil gegenüber der ersten hat. Durch IBMP können durch geeignete Wahl der Lithographiemaske und Wahl der Richtung des externen Magnetfelds beliebige magnetische Strukturen auf den Proben hergestellt werden. So wurden bisher bspw. Kreise oder Streifenstrukturen auf den Proben erzeugt. [ESW11] Im Rahmen dieser Arbeit wurden dabei streifenstrukturierte Proben mit einer remanenten Magnetisierung der einzelnen Domänen mit einer head-to-head (*hh*) und tail-to-tail Domänenkonfiguration hergestellt. Die Richtung der Magnetisierung ist hierbei senkrecht zur langen Streifenachse.

2.2 Superparamagnetische Partikel

Bei Verringerung der Größe eines Ferromagneten ändert sich das magnetische Verhalten ab einer kritischen Größe drastisch. Ab dieser kritischen Größe besteht der Ferromagnet nur noch aus einer einzelnen Domäne bzw. einem einzelnen WEISS'SCHEN-Bezirk. Hierbei muss zwischen zwei Fällen unterschieden werden. Im ersten Fall besteht der F nur aus einer Domäne, sodass seine Koerzitivität maximal wird, dagegen im zweiten Fall ist die räumliche Ausdehnung des F so gering, dass seine Größe unter dem superparamagnetischen Limit liegt und ein superparamagnetisches Verhalten deutlich wird. [KL63] Die magnetischen Momente superparamagnetischer Materialien richten sich in einem externen Magnetfeld parallel zu den Magnetfeldlinien aus. Beim Durchlaufen einer Hysterese zeigen Superparamagneten eine ähnliche Sättigungsmagnetisierung wie Ferromagneten.

Die Magnetisierungskurve verläuft punktsymmetrisch zum Koordinatenursprung. Es ist keine Koerzitivität und demnach auch keine Hysterese feststellbar. Demnach liegt bei superparamagnetischen Materialien keine remanente Magnetisierung vor. Dies ist darin begründet, dass die thermische Energie bei Raumtemperatur groß genug ist, um die Ordnung der magnetischen Momente aufzuheben. Dabei ist jedoch die experimentelle Zeitskala maßgeblich. Ist die Zeitskala der Messung des Magnetisierungszustandes geringer als die Zeit die ein Spin-Flip Prozess benötigt, so wird ein definierter Magnetisierungszustand gemessen und das Material erscheint nicht superparamagnetisch. Wird die experimentelle Zeitskala verlängert, so werden die invertierten Magnetisierungszustände bei der Messung gemittelt, sodass eine Magnetisierung von null gemessen wird und das Material demnach superparamagnetisch erscheint. [PCJ03]

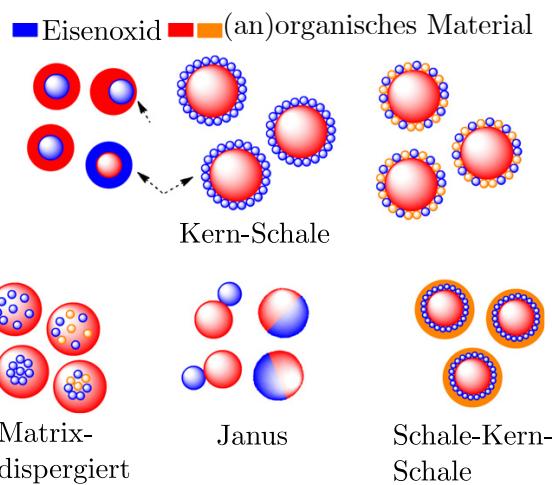


Abbildung 2.3: Verschiedene Arten superparamagnetischer Partikel. Blau gekennzeichnet ist das magnetische Eisenoxid, rot bzw. orange das (an)organische Material, in welchem das magnetische Material eingebettet, bzw. welches vom magnetischen Material umhüllt wird. (verändert nach [WWY15])

Eisenoxid Nanopartikel sind ein prominentes Beispiel für superparamagnetische Materialien, die in vielen Bereichen wie bspw. als Ferrofluid eine technische Anwendung finden. Eisenoxid Nanopartikel können außerdem verwendet werden, um superparamagnetischen Partikel (SPP) bzw. sogenannte Beads herzustellen [WWY15]. Hierbei gibt es verschiedene Möglichkeiten solche SPPs herzustellen. Zum einen kann das superparamagnetische Material in der Mitte des SPPs als Kern fungieren. Dieser Kern wird von einer (an)organischen Schale ummantelt. Des Weiteren kann das superparamagnetische Material in einer organischen Matrix eingebettet und idealerweise gleichmäßig in dieser verteilt sein. Eine Übersicht der verschiedenen Weisen der Zusammensetzung superparamagnetischer Partikel wird in Abbildung 2.3 abgebildet.

Die räumliche Verteilung, sowie die Menge des in den SPPs enthaltene Material ist je nach Art der Zusammensetzung der SPPs unterschiedlich. Bei den in dieser Arbeit

verwendeten SPPs handelt es sich um Matrix-dispergierte Partikel *Dynabeads - MyOne* der Firma Thermofischer mit einem Durchmesser von $1,05\text{ }\mu\text{m}$, welche wie zuletzt beschrieben aufgebaut sind.^[Thec] Die Polystyrolmatrix ist mit einer hydrophilen Schicht bestehend aus Allylglycidylether ummantelt.^[Thea] Die Oberfläche der Partikel ist mit Carboxylgruppen funktionalisiert. Durch die reaktive Oberflächenfunktionalisierung können bspw. Proteine oder Nukleotidsequenzen durch Peptidbindung oder Veresterung an die Oberfläche gekoppelt werden.^[PCJ03] Das superparamagnetische Material ist bei diesen SPPs das ferromagnetische $\gamma - \text{Fe}_2\text{O}_3$. Es liegt in den SPP als 6 bis 12 nm großen Nanopartikeln mit einer kubischen Kristallstruktur vor. Die Nanopartikel können zu Clustern mit einer Größe von etwa 20 nm agglomerieren.^[FJM05] In Abbildung 2.4 ist eine Magnetisierungskurve für *Dynabeads - MyOne* dargestellt. Anhand der Magnetisierungskurve ist zu erkennen, dass die Partikel superparamagnetisch sind, da kein Koerzitivfeld gemessen werden kann.

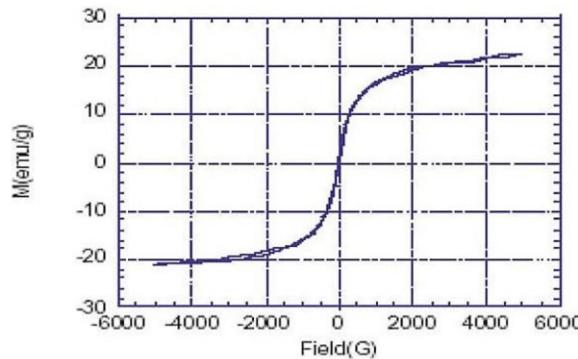


Abbildung 2.4: Magnetisierungskurve von Dynabeads MyOne. Der Kurvenverlauf der Hysterese ist typisch für superparamagnetische Materialien^[Theb]

In Tabelle 2.1 sind charakteristische Größen der verwendeten SPP aufgelistet. Allerdings ist zu beachten, dass zur Bestimmung der in Tabelle 2.1 aufgeführten Größen, SPPs (Dynabead MyOne) mit einer Tosylat- Oberflächenfunktionalisierung, statt der im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Carboxylgruppen vermessen wurden.^[FJM05] Da sich die Partikel allerdings nur in ihren funktionellen Gruppen unterscheiden, kann davon ausgegangen werden, dass die Werte der Suszeptibilität und des Eisengehaltes größtenteils mit den Werten für die verwendeten mit Carboxylgruppen funktionalisierten Partikel übereinstimmen.

Tabelle 2.1: Charakteristische Größen von superparamagnetischen Partikeln *Dynabeads - MyOne* des Herstellers Thermofischer^[FJM05]

Durchmesser μm	Δd %	Dichte g/cm^3	Suszeptibilität $10^{-5}(\text{m}^3/\text{kg})$	Eisengehalt mg/g
1,05	1,9	1,8	255	81

2.3 Kräfte zwischen Partikel und Probenoberfläche

Im Rahmen dieser Arbeit wurden Experimente zum fernsteuerbaren Transport superparamagnetischer Kern-Schale Partikel oberhalb eines magnetisch streifenstrukturierten EB Systems mit (*hh*) und (*tt*) Domänenkonfiguration durchgeführt. In den Domänenwänden zwischen den beiden Domänen mit entgegengesetzter remanenter Magnetisierungsrichtung treten magnetische Partialladungen auf.^[HZK13] Diese erzeugen eine magnetische Streufeldlandschaft, welche in Abbildung 2.5 abgebildet ist.

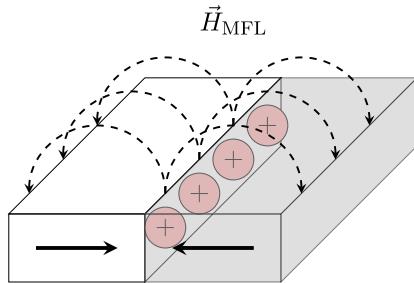


Abbildung 2.5: Magnetische Partialladungsverteilung einer ferromagnetischen *hh* in plane Domänenkonfiguration und dem daraus resultierenden inhomogenen Streufeld. [Hol15]

Zum Verständnis dieser Transportexperimente, sei zunächst die Kenntnis der auf die Partikel wirkenden Kräfte im stationären Fall maßgeblich. Die SPPs befinden sich in einem wässrigen Suspension. Wird diese Suspension auf ein EB-System gegeben, so sedimentieren die Partikel zunächst aufgrund der Gewichtskraft. Der Sedimentation wirkt die hydrodynamische Auftriebskraft entgegen.^[Hol15] Durch die Sedimentation gelangen die SPPs in die Nähe der Probenoberfläche und sind somit in einem für die magnetischen Streufelder relevanten Bereich.^[ZAV17]

Das inhomogenen Streufeld des streifenstrukturierten EB-Systems kann mit den SPP wechselwirken, sodass die SPP aufgrund des Gradienten der Streufeldlandschaft eine attraktive magnetische Kraft:

$$F_{\text{mag}} = (m \cdot \nabla) \cdot B = \frac{\chi \cdot V}{\mu_0} \cdot (B \cdot \nabla) \cdot B, \quad (2.3.1)$$

erfahren. Dabei ist V das Volumen des magnetischen Materials der SPPs.^[WSFX05] Nähern sich die Partikel der Probenoberfläche wirken ausgehend von dieser sogenannte DLVO-Kräfte auf die Partikel. Diese setzen sich zum einen aus der attraktiven VAN DER WAALS Kraft F_{vdW} und der elektrostatischen Kraft F_{el} zusammen. Die F_{vdW} beruht

auf der Wechselwirkung zwischen (induzierten) elektrischen Dipolen. Sie ist für eine Kugeloberfläche (SPP) und eine Ebene (Probenoberfläche) durch

$$F_{\text{vdW}} = -\frac{A_{132} \cdot r}{6 \cdot z^2} \cdot \left[\frac{1}{1 + 14z/\lambda_{\text{ret}}} \right] \cdot e_z, \quad (2.3.2)$$

mit der HAMAKER-Konstante A_{132} , welche wiederum vom Material des Partikel (1), dem Material der Probenoberfläche (2) und dem umgebenden Medium (3) abhängt, dem Radius r , dem Abstand z zwischen Partikel und Probenoberfläche sowie der Retardierungslänge λ_{ret} gegeben.^[WSFX05] Die Partikel, sowie die Probenoberfläche befinden sich in einem wässrigen Millieu. Das effektive Oberflächenpotential eines Festkörpers in einer Elektrolytlösung ergibt sich zunächst aus der Adsorption von in der Lösung befindlichen Ionen, welche die selbe Ladung wie der Festkörper haben können. Ausgehend von diesen Adsorbaten bildet sich eine elektrochemische Doppelschicht mit zu den Adsorbaten entgegengesetzten Ladungen. Außerhalb der elektrochemischen Doppelschicht schließt sich eine diffuse Schicht aus weiteren Ggenionen an. Das Oberflächenpotential an der Scherebene zwischen elektrochemischer Doppelschicht und diffuser Schicht wird als Zeta-Potential ζ bezeichnet und gibt das effektive Oberflächenpotential des Festkörpers in einer Elektrolytlösung an.^[BGK03] Nähern sich die elektrischen Doppelschichten von zwei Oberflächen an, wirkt die elektrostatische Kraft F_{el}

$$F_{\text{el}} = \frac{2\pi \cdot \epsilon \cdot \kappa \cdot R}{(1 - \exp -2\kappa \cdot z)} \cdot [2\Psi_{0,s} \cdot \Psi_{0,p} \cdot \exp(-\kappa \cdot z) \\ \pm (\Psi_{0,s}^2 \cdot \Psi_{0,p}^2) \cdot \exp(-2\kappa \cdot z)] \cdot e_z, \quad (2.3.3)$$

wobei ϵ die Permitivität des Mediums und Ψ das Oberflächenpotential ist.^[WSFX05] κ ist hierbei

$$\kappa = \left(\sqrt{\frac{\epsilon \cdot k \cdot T}{200 \cdot N_A \cdot e^2 \cdot I}} \right)^{-1}, \quad (2.3.4)$$

welche die inverse DEBYE-Länge darstellt. In diesem Fall ist e die Elementarladung, N_A , die Avogadro Konstante und I die Ionenstärke.^[WSFX05] Die Ionenstärke und der pH-Wert des Mediums sind demnach maßgeblich, aufgrund ihres Einflusses auf das Oberflächenpotentials, an der Größe der elektrostatischen Kraft beteiligt. Da das ζ -Potential für die Partikel- und die Probenoberfläche negativ ist, ist F_{el} in diesem Fall eine repulsive Kraft.

Eine Übersicht der behandelten Kräfte in Abhängigkeit zu dem z -Abstand zwischen Proben- und Partikeloberfläche ist in Abbildung 2.6 dargestellt. Dabei sei jedoch zu beachten, dass es sich bei den von HOLZINGER berechneten Kräften, um Kräfte, welche auf superparamagnetische Kern-Schale Partikel wirken, handelt. Des Weiteren ist das EB-System, welches in dieser Arbeit verwendet wurde verschieden zu dem, welches für die

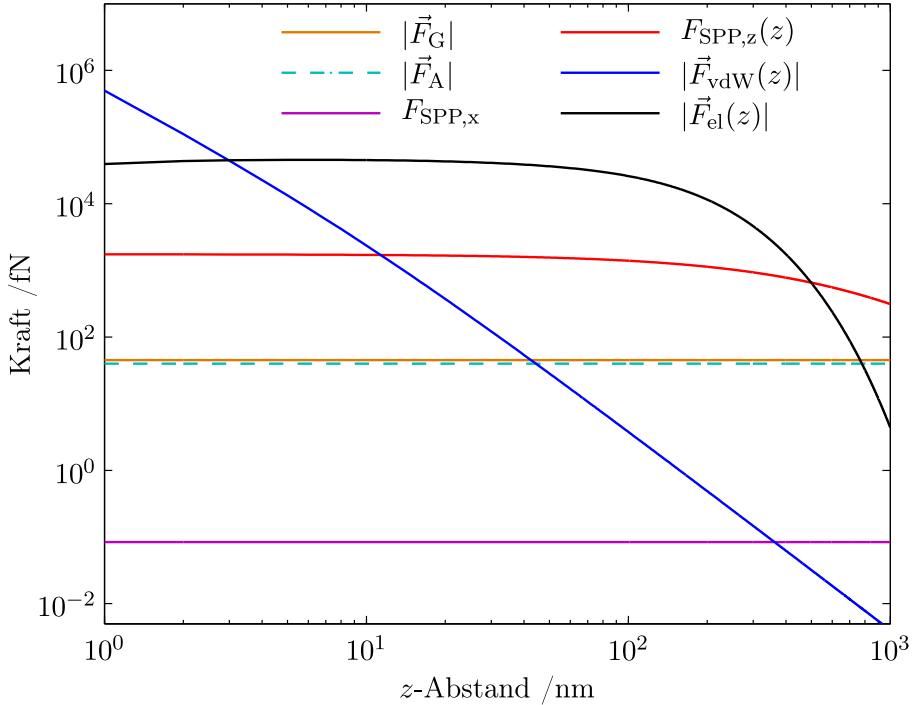


Abbildung 2.6: Doppellogarithmische Auftragung der für den stationären Fall der Positionierung von SPPs über einem streifenstrukturierten EB-System mit hh/tt Domänenkonfiguration relevanten Kräfte.^[Hol15]

Berechnung der Kräfte verwendet wurden. Sinngemäß kann jedoch ein ähnlicher Verlauf des Kräftediagramms für die im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Matrix-dispergierten SPP und hergestellten EB-Systeme angenommen werden. Der Gleichgewichtsabstand z , welcher sich für den stationären Fall in Abwesenheit eines externen Magnetfelds einstellt, ergibt sich aus dem Schnittpunkt der attraktiven magnetischen Kraft in z -Richtung $F_{SPP,z}(z)$ und der repulsiven elektrischen Kraft F_{el} . Mit diesem Abstand verteilen sich die SPPs entlang den Domänenwänden. Es zeigt sich, dass die Gewichtskraft F_G , die Auftriebskraft F_A , sowie die x -Komponente der magnetischen Kraft $F_{SPP,x}$ unabhängig vom Abstand zwischen Partikel und Probenoberfläche ist.^[Hol15]

2.4 Transportkonzept

Das im Rahmen dieser Arbeit verwendete Konzept zum fernsteuerbaren Transport von SPPs beruht auf der dynamischen Transformation eines makroskopischen magnetischen Wechselfeldes in eine mikroskopische sich zeitlich periodisch ändernde potentielle Energiedlandschaft der SPPs. Hierzu wird eine periodische Anordnung von mikroskopischen magnetischen Streuffeldquellen mit alternierendem Vorzeichen verwendet.^[EKH15] Diese wurden im Rahmen dieser Arbeit durch ionenbeschussinduzierte magnetische Strukturierung eines austauschverschobenen Dünnschichtsystems generiert. Bei diesem Prozess wurde eine magneti-

sche Streifendomänenstruktur mit einer sog. *hh* und *tt* Domänenkonfiguration, d.h. einer abwechselnd parallelen bzw. antiparallelen Orientierung der remanenten Domänenmagnetisierung bzgl. der kurzen Streifenkante erzeugt. Aufgrund dessen entstehen in den Übergangsbereichen der benachbarten Domänen sog. geladene Domänenwände, die wiederum Quellen des magnetischen Streufelds darstellen.^[AHF15] Wird ein SPP einer solchen magnetischen Streufeldlandschaft ausgesetzt so kann seine potentielle Energie $U_{\text{SPP}}(x, z)$ im statischen Fall über:

$$U_{\text{SPP}}(x, z) = -\mu_0 \cdot \vec{m}_{\text{SPP}}(x, z) \cdot \vec{H}_{\text{eff}}(x, z), \quad (2.4.1)$$

beschrieben werden.^[EKH15] Hierbei ist \vec{H}_{eff} die Superposition der magnetischen Streufeldlandschaft des EB-Systems und dem externen Magnetfeld H_{ex} . Das magnetische Moment der SPPs kann im Rahmen des LANGEVIN-Formalismus wie folgt zum Ausdruck gebracht werden:

$$|\vec{m}_{\text{SPP}}(x, z)| = m_{\text{SPP}, \text{max}} \cdot \left[\coth(b \cdot |\vec{H}(x, z)|) - \frac{1}{b \cdot |\vec{H}(x, z)|} \right]. \quad (2.4.2)$$

Dabei stellt $m_{\text{SPP}, \text{max}}$ das Sättigungsmoment der SPP dar und b ist der temperaturabhängige LANGEVIN-Parameter mit $b = m_{\text{SPP}, \text{max}}\mu_0/k_B T$.^[EKH15] Die Magnetisierung bzw. das Moment richtet sich hierbei immer lokal parallel zur effektiven Magnetfeldrichtung aus. In Abwesenheit eines äußeren Magnetfelds ordnen sich die SPPs über den *tt*- sowie den *hh* Domänenwänden an, da sich die SPPs mit ihrem Moment immer parallel zum Magnetfeld ausrichten und aufgrund der Feldinhomogenität der Streufeldlandschaft eine Kraft in Richtung der Streufeldquellen auf die SPPs wirkt.^[EKH15] Demnach befinden sich über den Domänenwänden energetisch entartete Minima der potentiellen Energie der SPP. Durch diese Anordnung der SPP sind die magnetischen Spins der einzelnen SPPs entlang einer Domänenwand parallel zueinander ausgerichtet, wodurch Aggregation aufgrund repulsiver magnetostatischer Kräfte verhindert werden kann.^[EKH15] Zur periodischen Veränderung der Potentiallandschaft der SPPs wird ein schrittweise rotierendes äußeres Magnetfeld in der *xz*-Ebene angelegt. Das Transportkonzept ist schematisch mit der sich zeitlich periodisch ändernden Energienlandschaft der SPP, sowie der trapezförmigen Sequenz des äußeren Magnetfelds in Abbildung 2.7 dargestellt.

Das sich zeitlich ändernde äußere Magnetfeld kann in vier bzw. fünf verschiedene Sequenzen eingeteilt werden: (1) $+H(z)$; (2) $+H(x), +H(z)$; (3) $+H(x), -H(z)$; (4) $-H(x), -H(z)$; (5) $-H(x), +H(z)$. Im ersten eigentlichen Schritt (1) des Transportes wird ein externes Magnetfeld in positiver *z*-Richtung $+H_z$ angelegt. Die externen Magnetfelder sind im Bereich weniger mT, wodurch keine Veränderung der Magnetisierung des EB-Schichtsystems stattfindet.^[EKH15] Durch die Superposition der magnetischen Streufelder der Probe und dem externen Feld wird die Entartung der energetischen Minima über den Domänenwänden

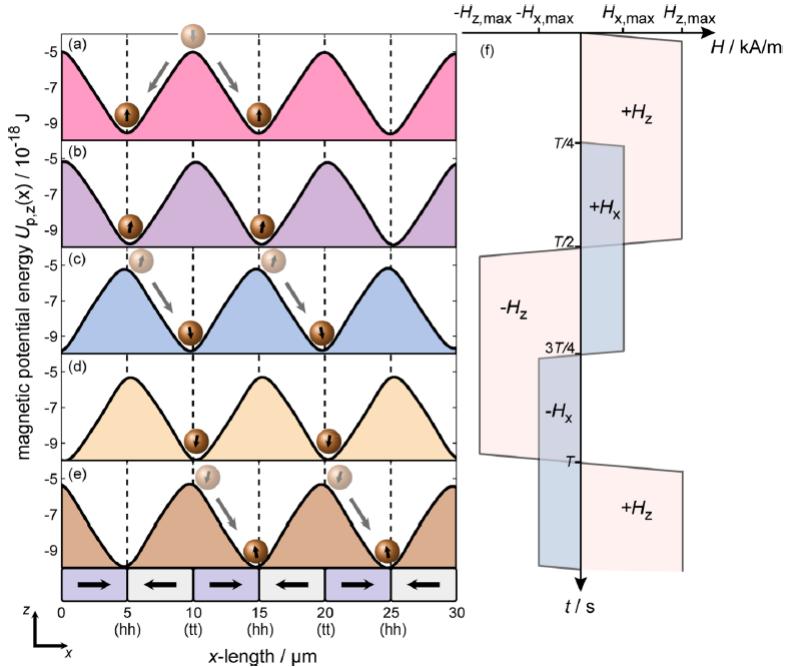


Abbildung 2.7: Transportkonzept des gerichteten Transport superparamagnetischer Partikel oberhalb streifenstrukturierter EB-Systeme mit einer hh/tt -Domänenkonfiguration. Die von HOLZINGER berechnete sich zeitlich ändernde potentielle Energiedifferenz der SPPs ergibt sich aus der Superposition der magnetischen Streufeldlandschaft und der trapezförmigen Sequenz eines externen Magnetfeldes. Das externe Magnetfeld setzt sich aus einem Magnetfeld in z -Richtung H_z , sowie einem um eine viertel Periode phasenverschobenem Magnetfeld in x -Richtung H_x . [EKH15]

aufgehoben. Die Partikel die sich zunächst über einer tt - Domänenwand befanden, befinden sich nun in einem energetischen Maximum, weswegen sie aufgrund des Gradienten des resultierenden Magnetfeldes eine magnetische Kraft

$$\vec{F}_{\text{SPP}}(x, z, t) = -\vec{\nabla}U_{\text{SPP}}(x, z, t) = \mu_0 \cdot (\vec{m}_{\text{SPP}}(x, z, t) \cdot \vec{\nabla}) \cdot \vec{H}_{\text{eff}}(x, z, t) \quad (2.4.3)$$

erfahren. [EKH15] Maßgeblich für diesen ersten Schritt ist die BROWNSCHE Bewegung, da sich die SPPs wenn sie sich direkt über dem Maximum befinden aufgrund eines fehlenden Gradienten nicht bewegen würden. Die SPPs werden so lange beschleunigt, bis die magnetische Kraft betragsgleich mit der entgegen wirkenden Reibungskraft ist. Unter der Annahme, dass bei der Bewegung der SPPs laminare Strömungen mit einer geringen Reynoldszahl entstehen, kann von einer Reibungskraft \vec{F} nach STOKES zu:

$$\vec{F}_{\text{R}}(x, z) = 6\pi \cdot r_{\text{SPP}} \cdot \eta_{\text{L}} \cdot f_{\text{R}}(z, r_{\text{SPP}}). \quad (2.4.4)$$

ausgegangen werden. Hierbei sei r_{SPP} der hydrodynamische Radius der SPPs, η_{L} die Viskosität des Mediums und f_{R} der zur Probenoberfläche abhängiger Reibungskoeffizient,

welcher Reibungseffekte bei Bewegungen in Nähe von Kanalwänden in mikrofluidischer Umgebung berücksichtigt.^[EKh15] Dieser kann mittels einer Potenzreihenentwicklung wie folgt zum Ausdruck gebracht werden:^[WSFX05]

$$f_R(z, r_{SPP}) = \left[1 - \frac{9}{16} \cdot \left(\frac{R}{R+z} \right) + \frac{1}{8} \cdot \left(\frac{R}{R+z} \right)^3 - \frac{45}{256} \cdot \left(\frac{R}{R+z} \right)^4 - \frac{1}{16} \cdot \left(\frac{R}{R+z} \right)^5 \right]^{-1} \quad (2.4.5)$$

gegeben. Es seien nun die zwei Fälle $z = 0$ und $z = \infty$ zu unterscheiden. Für $z = 0$ ergibt sich $f_R = 3$, wodurch die Reibungskraft maximal wird und für $z = \infty$ ergibt sich $f_R = 1$, sodass sich die Partikel wie im Bulk der Flüssigkeit verhalten würden.^[Hol15] Aufgrund der starken Magnetfeldgradienten der magnetischen Streufeldlandschaft der EB-Systeme werden nur geringe Magnetfeldstärken für das externe Feld benötigt, um die SPPs mit hoher Geschwindigkeit zu bewegen. Die Gleichgewichtsgeschwindigkeit v , mit welcher sich die SPP während eines Transportschrittes bewegen ergibt sich nach Gleichung 2.4.3 und 2.4.4 zu:^[Hol15]

$$\vec{v}_{SPP}(x, z, t) = \frac{\mu_0 \cdot \vec{m}_{SPP}(x, z, t) \cdot \vec{\nabla} \cdot \vec{H}_{\text{eff}}(x, z, t)}{6\pi \cdot r \cdot \eta \cdot f_R}. \quad (2.4.6)$$

Für das Transportkonzept ist lediglich die Geschwindigkeit während der Plateauzeit der Magnetfeldsequenz relevant, da die Beschleunigungszeit der SPPs um die in Gleichung 2.4.6 dargestellte Geschwindigkeit zu erreichen $t = 1 \mu\text{s}$ beträgt. Die Strecke über die die SPPs während dieser Beschleunigungszeit transportiert werden ist im Vergleich zu der Strecke des restlichen Transports nicht relevant.^[Hol15]

Nach der ungerichteten Bewegung in $\pm x$ -Richtung befinden sich alle SPP über den hh -Domänenwänden. Anschließend wird ein Magnetfeld $+H_x$ nach einem Viertel der Periodendauer des H_z -Feldes phasenverschoben angelegt (2). Durch die Superposition dieses Feldes mit der magnetischen Streufeldlandschaft und dem Magnetfeld in z -Richtung kommt es dazu, dass das potentielle energetische Minimum etwas in positive x -Richtung verschoben wird.^[EKh15] Des Weiteren dreht sich das magnetische Moment im Uhrzeigersinn, sodass es sich parallel zur effektiven Feldrichtung ausrichtet. Durch den anschließenden Vorzeichenwechsel des z -Feldes findet ein Transportschritt in positiver x -Richtung statt (3). Die Geschwindigkeit der Änderung der potentiellen Energienlandschaft während des Vorzeichenwechsels ist hierbei mehrere Größenordnungen oberhalb der Partikelgeschwindigkeit.^[Hol15] Die SPPs werden aufgrund der Verschiebung des energetischen Minimas durch das x -Feld nicht über die gesamte Domänenbreite transportiert. Während des Vorzeichenwechsels von H_z -Feldes zu $-H_z$ wechseln die energetischen Minima von den hh Domänenwänden zu den tt Domänenwänden. Während der Plateauzeit des H_z -Feldes findet der Transportschritt

der SPP statt. Dieser Transportschritt innerhalb der Plateauzeit der Magnetfeldsequenz ist nur dann möglich wenn diese größergleich der Zeit ist, die die SPPs benötigen um mit der über den räumlichen Gradienten der potentiellen Energielandschaft induzierten Gleichgewichtsgeschwindigkeit, die Strecke von ungefähr einer Domänenbreite zurückzulegen.^[EKH15] Analog findet nun ein Vorzeichenwechsel des H_x -Feldes (4) bei dem ein kleinerer Transportschritt um die Domänenwand stattfindet, der jedoch im Rahmen dieser Arbeit nicht näher betrachtet wird, statt. Des Weiteren kommt erneut zu einem Vorzeichenwechsel des H_z -Feldes (5), sodass die SPPs zur nächsten Domänenwand transportiert werden. Die Richtung des Transportschrittes hängt von der Phasenbeziehung der beiden externen Felder, während des Vorzeichenwechsels des H_z -Feldes ab. Bei Umkehr der Phasenbeziehung werden die SPPs in negative x -Richtung transportiert. Wird die Frequenz des äußeren magnetischen Wechselfeldes, so erhöht sich zunächst ebenfalls die Frequenz die Transportschritte. Diese Phasenbeziehung zwischen der zeitlich alternierenden potentiellen Energielandschaft und der daraus induzierten Partikelbewegung verloren, da die Geschwindigkeit der Partikelbewegung geringer, als die Bewegung der potentiellen Energielandschaft ist.^[Hol15] Folglich bewegen sich SPPs ab einer kritischen Frequenz f_k nicht mehr von einer Domänenwand zur nächsten, sondern oszillieren um eine Domänenwand.

Bei Untersuchung der durch ein Magnetfeld induzierten Bewegung superparamagnetischer Partikel, stellte sich heraus, dass die Partikel bei konstanten experimentellen Parametern, unterschiedliche Geschwindigkeiten haben können. Diese Beobachtung ist in den Fluktuationen der magnetophoretischen Mobilität u kommerziell erhältlicher SPPs begründet. Die magnetophoretische Mobilität eines SPPs kann dabei durch die vorderen Faktoren in Gleichung 2.4.6 beschrieben werden:

$$u = \frac{\mu_0 \cdot \vec{m}_{\text{SPP}}(x, z, t)}{6\pi \cdot r \cdot \eta \cdot f_R}, \quad \vec{v}_{\text{SPP}}(x, z, t) = u \cdot \vec{\nabla} \cdot \vec{H}_{\text{eff}}(x, z, t). \quad (2.4.7)$$

zusammengefasst.^{[MMW04] [ZMZ05] [ZBT16] [WGM15] [HLS05]} Die Geschwindigkeit eines sich in einem Magnetfeld bewegenden SPPs ist demnach maßgeblich von seinem magnetischen Moment, seinem hydrodynamischen Radius, sowie der Viskosität des umgebenden Mediums abhängig. Weiterhin ist die räumliche Verteilung des magnetischen Materials innerhalb des SPPs entscheidend. Aufgrund der unterschiedlichen räumlichen Verteilung des magnetischen Materials bei beispielsweise Kern-Schale und Matrix-dispergierten superparamagnetischen Partikeln, erfährt das magnetische Material lokal aufgrund des räumlichen Gradienten des effektiven Magnetfelds eine unterschiedliche magnetische Kraft. Kommt es herstellungsbedingt zu Fluktuationen von den eben genannten Größen, so schwankt ebenfalls die Geschwindigkeit, mit der sich die superparamagnetischen Partikel in einem Magnetfeld bewegen. Ist der räumliche Gradient des Magnetfeldes genau bekannt, kann die magnetophoretische Mobilität superparamagnetischer Partikel quantitativ durch Untersuchung der Bewegung der SPP im Magnetfeld bestimmt werden. Die prozentuale Verteilung

der magnetophoretischen Mobilität von Matrix-dispergierten superparamagnetischen Partikeln der Firma *Agilent Technologies* ist in Abbildung 2.8 dargestellt. Dabei wurde von ZHOU *et al.* die magnetophoretische Mobilität der SPPs, mittels eines kommerziellen Geräts (*Hyperflux Velocimeter*) zur optischen Bestimmung der magnetophoretischen Mobilität, superparamagnetischer Partikel bestimmt. Für die blau gekennzeichnete Charge der SPPs ist in Abbildung 2.8 die Verteilung der magnetophoretischen Mobilität in Abhängigkeit des Durchmessers der SPPs dargestellt.

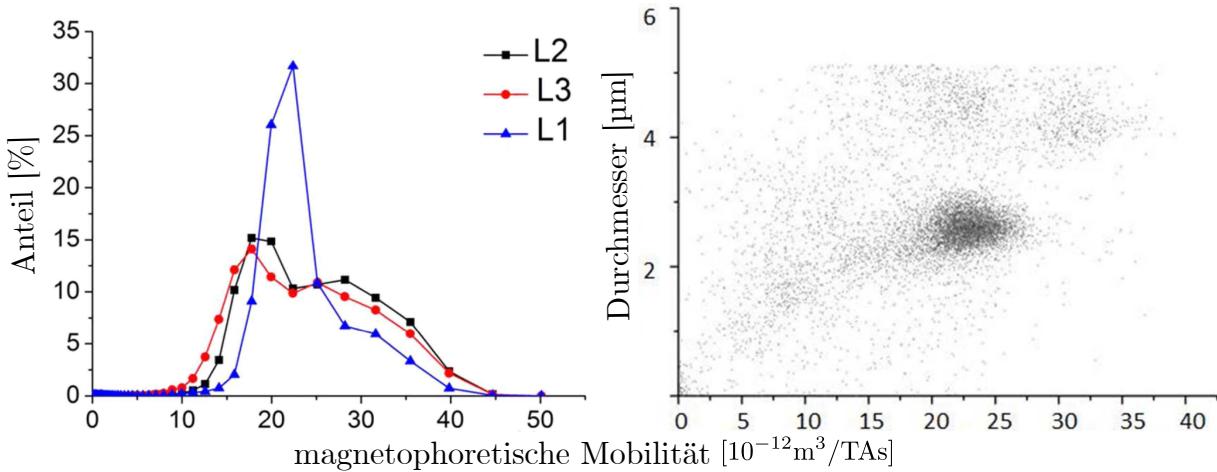


Abbildung 2.8: (links) Verteilung der magnetophoretischen Mobilität für drei Chargen SPPs, bei denen das magnetische Material dispergiert in einer organischen Matrix vorliegt. (rechts) Die magnetophoretische Mobilität der links blau dargestellten Charge, in Abhängigkeit des Durchmessers der SPP (verändert nach^[ZBT16])

Es zeigt sich, dass es sowohl zu Schwankungen des Durchmessers als auch zu Schwankungen der magnetophoretischen Mobilität kommt. Demnach kann angenommen werden, dass sowohl die Größe als auch die Menge bzw. die räumliche Verteilung des magnetischen Materials in den SPPs herstellungsbedingt schwankt.

Durch geeignete Wahl der Frequenz des magnetischen Wechselfeldes können SPPs prinzipiell nach ihren magnetophoretischen Eigenschaften separiert werden.^[Hol15] Hierzu müsste zunächst ein Feld mit einer hohen Frequenz angelegt werden, sodass kein gerichteter Transport der SPPs zu beobachten wäre. Durch sukzessive Verringerung der Frequenz können nach und nach SPPs mit abnehmender magnetophoretischer Mobilität transportiert werden. Demnach bewegen sich zunächst SPPs mit einer hohen magnetophoretischen Mobilität und bei weiterer Verringerung der Frequenz auch SPPs mit einer niedrigeren magnetophoretischen Mobilität.

KAPITEL 3

EXPERIMENTELLE METHODEN

Das folgende Kapitel beschreibt die für diese Arbeit durchgeführten Experimente, beginnend mit der Abscheidung, magnetischen Strukturierung und Charakterisierung der austauschverschobenen Dünnschichtsysteme. Anschließend wird die Durchführung der Transportversuche superparamagnetischer Partikel oberhalb der magnetisch streifenstrukturierten EB Systeme erläutert.

3.1 Probenherstellung

3.1.1 HF-Kathodenzerstäubung

Hochfrequenz-Kathodenzerstäubung (*Sputterdeposition*) ist ein physikalisches *bottom-up* Verfahren zur Erzeugung polykristalliner Dünnschichtsysteme. Die im Rahmen der Transportexperimente verwendeten magnetisch streifenstrukturierten EB Systeme wurden mittels dieser Technik hergestellt. Bei diesem Prozess werden Materialien, so genannte Targets, durch mechanische Stöße mit Ionen, in diesem Fall Argonionen, zerstäubt. Das zerstäubte Material verteilt sich in der Abscheidekammer und wird unter anderem auf dem Substrat abgeschieden.^[Huc18] Zur Herstellung der EB-Dünnschichtsysteme wurde die HF-Dioden Sputteranlage Z400 der Firma *Leybold Haraeus* verwendet. Als Substrate wurden auf die Maße 1 cm^2 zurecht gebrochene Si(100)-Wafer benutzt, auf welche darauffolgend die Schichtsysteme abgeschieden wurden. Diese wurden zunächst mit Spülmittel, Aceton, *iso*-Propanol und destilliertem Wasser gereinigt und anschließend im Stickstoffstrom getrocknet. Anschließend wurden die Substrate auf einem Probenhalter mit Kaptonband fixiert und in die Sputteranlage transferiert. Bevor der Sputtervorgang gestartet werden konnte, wurde die Hauptkammer evakuiert, sodass ein Basisdruck von $2 \cdot 10^{-6}$ mbar vorlag. Anschließend wurde bei einem Gasfluss von 140 sccm ein Argon-Plasma gezündet. Während des Sputtervorgangs lag ein Arbeitsdruck von $1 \cdot 10^{-2}$ mbar in der Hauptkam-

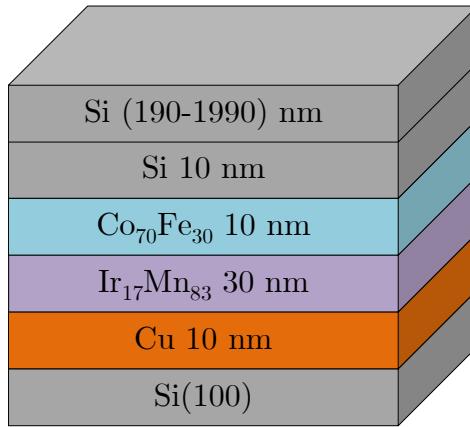


Abbildung 3.1: Zusammensetzung der verwendeten Schichtsysteme. Die obere Silizium-Schicht wurde erst nach der magnetischen Strukturierung auf die Proben abgeschieden

mer vor. Vor der eigentlichen Abscheidung der Materialien auf das Substrat wurden die Targets jeweils 15 Minuten vorgesputtert, sodass mögliche Verunreinigungen während des Abscheidevorgangs minimiert und eine gleichmäßige Abscheiderate gewährleistet werden konnte. Neben dem Probenhalter installierte Permanentmagnete erzeugten ein Magnetfeld von $H_{\text{Sp}} = 28 \text{ kA/m}$. Durch das Sputtern in einem *in-plane* Magnetfeld wurde bereits die Richtung der induzierten Anisotropie, sowie die Ausrichtung der unidirektionalen Anisotropie der zu H_{EB} beitragenden AF-Körner, durch den Herrstellungsprozess der Dünnschichtsysteme vorgegeben. [Hol15]

Tabelle 3.1: Übersicht der Herrstellungsparameter der EB-Schichtsystem

Material	Schichtdicke [nm]	Sputterraten [nm/min]	DC-Potential [V]
Cu	10	6,03	600
IrMn	30	4,57	650
CoFe	10	3,24	600
Si	10	3,34	700
Si	190-1990	2,8	600

Eine Pufferschicht aus Kupfer wurde verwendet, um eine (111) Textur einer kubisch flächenzentriert Kristallstruktur im AF zu induzieren [AVFK08]. Der Antiferromagnet $\text{Ir}_{17}\text{Mn}_{83}$ und der Ferromagnet $\text{Co}_{70}\text{Fe}_{30}$ stellen das eigentliche EB-System dar. Die 10 nm dicke Siliziumschicht dient als Oxidationsschutz des EB-Systems. Die Zusammensetzung der EB-Dünnschichtsysteme, sowie die Abscheideparameter der einzelnen Materialien sind in Abbildung 3.1 bzw. in Tabelle 3.1 dargestellt. Hierbei sei zu bemerken, dass die zweite Siliziumschicht erst nach dem Feldkühlprozess, sowie der magnetischen Strukturierung durch Ionenbeschuss abgeschieden wurde. Die Reinigung war hierbei anders als bereits beschrieben. Die magnetisch strukturierten Substrate wurden mit Aceton, *iso*-Propanol

und destilliertem Wasser gereinigt und im Stickstoffstrom getrocknet, bevor sie erneut auf die Probenhalter befestigt und die Siliziumschicht wie beschrieben der Sputterprozess durchgeführt wurde.

3.1.2 Festlegung des EB mittels Feldkühlen

Im Anschluss an den Herstellungsvorgang wurden die Proben einem Feldkühlprozess unterzogen, bei dem der AF-Ordnungszustand festgelegt wird, was insbesondere die zu H_{EB} beitragenden Klasse 3 Körner im AF betrifft. Dabei wurden die zuvor hergestellten Dünnschichtsysteme im Magnetfeld zweier Permanentmagneten $H_{FC} = 64 \text{ kA/m}$ auf eine Temperatur von $T = 300^\circ\text{C}$ für 60 Minuten im Vakuum erhitzt und anschließend ohne eine zusätzliche Kühlung auf Raumtemperatur abgekühlt. Die Ausrichtung der Proben wurde dabei im Magnetfeld H_{FC} während des Feldkühlens so gewählt, dass H_{FC} parallel zum Austauschverschiebungsfeld nach Sputterdeposition ausgerichtet ist. Dies hat zur Folge, dass sich der Ordnungszustand der zu H_{EB} beitragenden Klasse 3 AF-Körner an der Grenzfläche zum F parallel zum externen Magnetfeld richtet und somit die unidirektionale Anisotropie verstärkt wird. Durch die Möglichkeit zum Einstellen der Temperatur kann bei diesem Prozess gezielt ein bestimmter Anteil der AF-Korngrößenverteilung adressiert somit der AF-Ordnungszustand festgelegt werden. In Abhängigkeit von der gewählten Temperatur wird üblicherweise eine im Vergleich zur Magnetisierungskurve nach Schichtwachstum vergrößertes H_{EB} - und H_C Feld festgestellt. Eine genauere Beschreibung der Veränderung von H_{EB} und H_C wird in Kapitel 4.1 ausführlicher behandelt.

3.1.3 Ionenbeschuss induzierte magnetische Strukturierung

Fotolithographie

Der erste Schritt der Ionenbeschuss induzierten magnetischen Strukturierung bestand darin, eine Schattenmaske auf der Probe zu erstellen, sodass lokal das Eindringen der Ionen in das Material verhindert wurde.^[Hol15] Die Proben wurden zunächst jeweils mit Aceton und *iso*-Propanol gereinigt und anschließend im Stickstoffstrom getrocknet. Anschließend wurden die Proben auf einer Heizplatte mit einer Temperatur von 90°C für mindestens fünf Minuten dehydriert.

Im nächsten Schritt, der Aufbringung des Fotolacks mittels Spincoating, wurde zunächst die Probe mit TI-Prime (Haftvermittler) benetzt und die Probe bei 4000 rpm für 40 Sekunden rotiert. Anschließend wurde der Lack AZ 1505 flächendeckend auf der Probe aufgebracht. Die Probe wurde bei 500 rpm für 5 s und bei 2000 rpm für 30 s rotiert. Nach dem Spincoating wurde die mit Lack beschichtete Probe für weitere fünf Minuten auf einer Heizplatte mit einer Temperatur von 90°C zum Prebake gelegt. Nach dem *Prebake* wurde die Probe von der Heizplatte genommen und diese für ein bis zwei Minuten rehydriert.

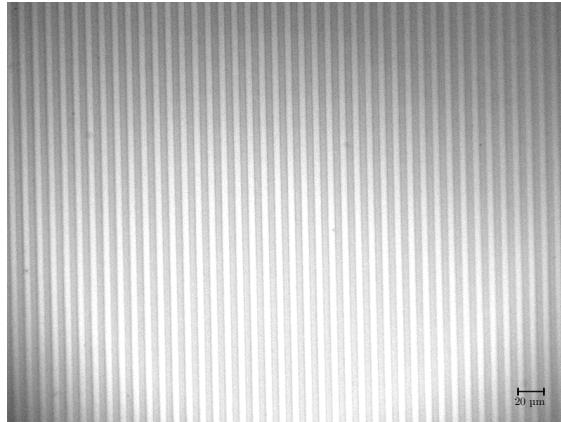


Abbildung 3.2: Resist-Lackstruktur des Lackes AZ1505 nach Fotolithographie, aufgenommen mit einem Lichtmikroskop. Die Streifen haben eine Breite von $5 \mu\text{m}$

Für die anschließende Belichtung wurde die Probe zunächst im Maskaligner MA-4 (Karl Süss) relativ zur verwendeten Lithographiemaske mit einer periodischen Streifenstruktur ($5 \mu\text{m}$ breite Stege mit jeweils $5 \mu\text{m}$ Zwischenräumen) positioniert, wobei die lange Streifenachse senkrecht zu $H_{\text{EB},0}$ eingestellt wurde. Die Probe wurde mit Licht im ultravioletten Wellenlängenbereich für $5,5\text{ s}$ belichtet. Vor der abschließenden Entwicklung wurde zunächst für einen Zeitraum von ein bis zwei Minuten gewartet, sodass der bei der Reaktion entstandene Stickstoff vollständig aus der Lackstruktur entweichen konnte. Die Proben wurden dann in $0.8\text{ \%iger KOH-Lösung}$ für 17 s entwickelt. Während des Entwicklungsvorgangs wurden die Proben in der KOH-Lösung bewegt, um erneute Ablagerungen des bereits entfernten Lacks auf der Probe zu vermeiden. Die Reaktion wird anschließend unterbrochen, indem die Probe direkt in ein Wasserbad für ca. eine halbe Minute getaucht wurde. Abschließend wurde die Probe im Stickstoffstrom getrocknet. Die Streifenstruktur, welche sich nun auf den Substraten befindet wird in Abbildung 3.2 dargestellt. Diese Mikroskopaufnahme wurde mit einem Objektiv mit einer 20-fachen Vergrößerung aufgenommen. Die Streifen mit einer Breite von $5 \mu\text{m}$ sind deutlich zu erkennen.

Ionenbeschuss

Nach der Herstellung der lithographischen Streifenmaske auf der Probenoberfläche erfolgte die eigentliche magnetische Strukturierung durch Heliumionenbeschuss in Anwesenheit eines äußeren Magnetfelds. Auf Basis von Vorexperimenten wurden die Proben einer Ionendosis von $D = 8 \cdot 10^{14} \text{ Ionen/cm}^2$ ausgesetzt, wobei der quadratische Strahl mit einer Querschnittsfläche von $(2 \cdot 2) \text{ mm}^2$ mit einer an die Ionendosis angepassten Geschwindigkeit gleichmäßig über die Probe bewegt wurde. Das äußere Magnetfeld H_{IB} lag dabei antiparallel zur ursprünglichen Richtung des EB-Feldes nach dem Feldkühlvorgang an. Der Ionenbeschuss fand flächig statt, wobei mit einem Überlapp von 1 mm des Ionenstrahls beschossen wurde.

Nach dem Ionenbeschuss wurde die Lackstruktur nasschemisch von den Proben entfernt. Hierzu wurden diese zunächst für fünf Minuten in 3%iger KOH-Lösung im Ultraschallbad bei 50°C behandelt. Anschließend werden die Proben mit destilliertem Wasser gespült und im Luftstrom getrocknet.

3.2 Magnetische Charakterisierung

Die im Rahmen dieser Arbeit hergestellten Materialsysteme wurden im Anschluss an jeden der zuvor beschriebenen Bearbeitungsschritte bzgl. der Magnetisierungskurve des EB Systems charakterisiert. Dabei wurden die jeweiligen Koerzitiv- und EB Felder mittels longitudinaler magnetooptischer Kerr-Magnetometrie vermessen. Nach erfolgter magnetischen Strukturierung wurden die Proben zudem mittels Magnetkraftmikroskopie (MFM) untersucht.

3.2.1 Longitudinale magnetooptische Kerr-Magnetometrie

Der magnetooptische KERR-Effekt (MOKE) beruht auf einer Änderung der Intensität bzw. der Polarisation eines Lichtstrahls nach der Reflexion an einer ferromagnetischen Oberfläche. Er stellt das Analogon zum FARADAY-Effekt, welcher bei Transmission zu beobachten ist, dar. Für kubische Kristalle kann der dielektrische Tensor $\tilde{\varepsilon}$ die elektrische Polarisation, welche durch die Magnetisierung des F hervorgerufen wird beschreiben: [HS98]

$$\tilde{\varepsilon} = \varepsilon \cdot \begin{pmatrix} 1 & -iQ_V M_{0,z} & iQ_V M_{0,y} \\ iQ_V M_{0,z} & 1 & -iQ_V M_{0,z} \\ -iQ_V M_{0,y} & iQ_V M_{0,x} & 1 \end{pmatrix}. \quad (3.2.1)$$

Dabei ist ε die Permitivität, Q_V die materialabhängige VOIGT-Konstante, welche die Rotation der Polarisationsebene des einfallenden Lichts beschreibt und $M_{0,i}$ die jeweiligen Komponenten des Einheitsvektors. Unter Betrachtung des dielektrischen Tensors in Gleichung 3.2.1, ergibt sich das dielektrische Verschiebungsgesetz im Allgemeinen:

$$\vec{D} = \varepsilon \cdot (\vec{E} + iQ_V \vec{M}_0 \times \vec{E}), \quad (3.2.2)$$

wobei \vec{D} die elektrische Flussdichte und \vec{E} der elektrische Feldvektor des einfallenden Lichts ist. [HS98] Linear polarisiertes Licht trifft nun unter einem Winkel θ zum Lot auf das zu untersuchende Metall. Dies hat zur Folge, dass eine Schwingung im Metall parallel zum elektrischen Feld des einfallenden Lichts erzeugt wird. Die Ursache hierfür ist die elektrische Kraft. Das normal reflektierte Licht wird als R_N bezeichnet. [HS98] Weiterhin wird durch eine LORENTZ-Kraft eine sekundäre Elektronenbewegung proportional zum Kreuzprodukt in

Gleichung 3.2.2 und senkrecht zu \vec{E} des einfallenden Lichts verlaufend induziert. Die Amplitude des reflektierten Lichts wird KERR-Amplitude R_K genannt. Aus der Superposition aus R_N und R_K ergibt sich die von der Magnetisierung der Probe abhängige Rotation der Polarisierung des Lichts.^[HS98] Zur Aufnahme der Magnetisierungskurve wurde eine spezielle experimentelle Geometrie verwendet, bei der der sog. longitudinale MOKE ausgenutzt wird. Dieser ist in Abbildung 3.3 schemenhaft für senkrecht und parallel polarisiertes Licht dargestellt.

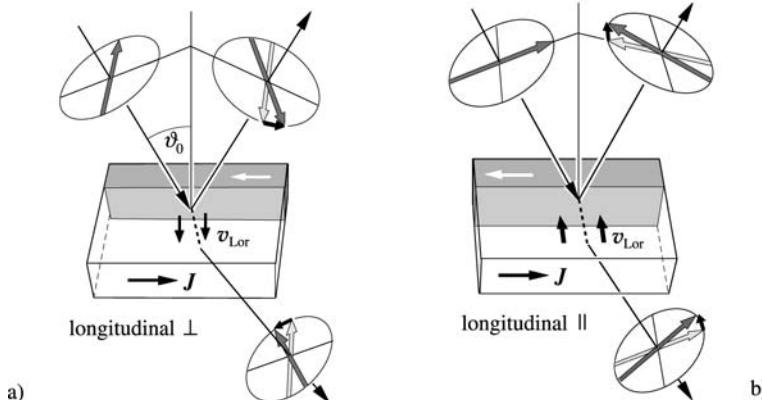


Abbildung 3.3: Schematische Darstellung des longitudinalen MOKE für a) senkrecht und b) parallel polarisiertem Licht bezüglich der Einfallsebene^[HS98]

Dabei ist die Probenmagnetisierung parallel zur Probenoberfläche und zur Einfallsebene des Lichts. Sowohl für parallel als auch für senkrecht polarisiertes Licht bezüglich der Einfallsebene ergibt sich eine magneto-optische Rotation, wobei die Richtung der Rotation des Lichts jeweils entgegengesetzt verläuft.^[HS98]

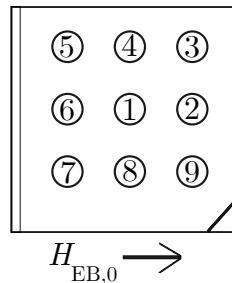


Abbildung 3.4: Messschema nach dem die L-MOKE 9-Punkt Messungen jeweils durchgeführt wurden.

Zur Durchführung der Experimente wurde ein *ultra low noise* Diodenlaser, dessen Wellenlänge $\lambda = 635 \text{ nm}$ beträgt, verwendet. Das Licht des verwendeten Laser wurde mittels eines Polarisators senkrecht bezüglich der Einfallsebene des Lichts polarisiert. Der Durchmesser des fokussierten Laserstrahls auf der Probenoberfläche beträgt ca. $100 \mu\text{m}$. Demnach wird die Magnetisierung der Probe punktuell gemessen. Es wurden 9 Punkt-Messungen für jeweils die schwere und die leichte Magnetisierungsrichtung, um einen Überblick über das Magnetisierungsverhalten der Proben zu erhalten, durchgeführt. Die

Punkte, die jeweils auf der Probe vermessen wurden, sind in Abbildung 3.4 schematisch abgebildet. Die erste Messung wurde jeweils aufgrund des athermischen Trainings-Effektes verworfen.

3.2.2 Rastersondenmikroskopie (AFM/MFM)

Rastersondenmikroskopie ist eine Messmethode um Topographien von Oberflächen auf der Nanometerskala aufzulösen. Das Messprinzip beruht auf der Wechselwirkung einer feinen Spitze und der Oberfläche, wobei sich diese Wechselwirkung aus attraktiven und repulsiven Kräften im Nanometerbereich zusammensetzt. Die Messspitze ist hierbei an einem elasisch biegsamen Hebelarm, (engl. *cantilever*) befestigt. Dieser ist ortsfest positioniert. Während der Messung wird die Probe unterhalb der Messspitze bewegt, sodass die Oberfläche der Probe abgerastert werden kann. Maßgeblich für das Auflösungsvermögen eines Rasterkraftmikroskops *atomic force microscope*(AFM) ist die Geometrie der Spitze. Diese sollte idealerweise die Größe eines Atoms haben, sodass das Auflösungsvermögen maximal ist. Die Wechselwirkung der Spitze mit der zu untersuchenden Probe kann über das LENNARD-JONES-Potential allgemein für elektrisch neutrale nichtmagnetische Proben/Spitzen beschrieben werden. Wird die Spitze der Probe angenähert, so erfährt die Spitze zunächst eine positive Wechselwirkung aufgrund von VAN-DER-WAALS-Kräften. Verringert sich der Abstand zwischen Spitze und Probe weiter, gelangt die Spitze in einen Bereich der Probe in dem sie eine repulsive Wechselwirkung erfährt. Die Ursache hierfür ist das PAULI-Prinzip.^[HMT08] Das Messprinzip eines AFMs entspricht dabei einem optischen Hebel. Ein Laserstrahl wird auf den reflektierenden Cantilever gerichtet. Dieser wird so positioniert, dass der reflektierte Laserstrahl auf eine Viersegmentphotodiode trifft, und somit die Veränderung der Schwingung des Cantilevers, welche aus der Wechselwirkung der Spitze mit der Probe resultiert, gemessen werden kann. Der Cantilever wird während der Messung durch piezoelektrisch in Schwingung versetzt. Die Frequenz der Schwingung ist dabei so gewählt, dass die Änderungsraten der Amplitude oder der Phase der Schwingung aufgrund der auf die Spitze wirkenden Kräfte maximal sind, sodass die Wechselwirkung zwischen Messspitze und Probe deutlich im Signal sichtbar wird.

Für im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Messungen wurde ein Rastersondenmikroskop der Firma *Nanosurf* verwendet. Unter Verwendung einer magnetischen Spitze können auch magnetische Wechselwirkungen erfasst werden, sodass das Rastersondenmikroskop als Magnetkraftmikroskop *magnetic force microscope* (MFM) fungieren kann. Bei dieser Methode handelt es sich um eine Messung im *non-contact* Modus. Die Spitze des Cantilevers wurde bei dieser Messung 80 nm bis 100 nm oberhalb der Probe positioniert. Der MFM Messung geht eine AFM Messung hervor. Durch den höheren Abstand über der Probe wird gewährleistet, dass das MFM-Signal lediglich aus der Wechselwirkung zwischen der magnetischen Streufeldlandschaft und der Spitze resultiert, da die VAN-DER-WAALS-

Kräfte eine geringere Reichweite haben, als die magnetostatische Wechselwirkung. Die Magnetisierung der Spitze kann durch einen externen Magneten umgepolt werden, sodass attraktive magnetische Wechselwirkungen zwischen Probe und Spitze zu repulsiven werden. Dabei muss angenommen werden, dass keine wechselseitige Beeinflussung zwischen Spitze und Probe erfolgt. Durch Umkehr der Spitzmagnetisierung kann überprüft werden, ob sich die Probe und die Spitze beeinflussen, sodass sich die Magnetisierung der Spitze während der Messung ändern könnte. Es wurde jeweils eine Fläche von $(40 \cdot 40) \mu\text{m}^2$ bei einer Auflösung von 512x512 Bildpunkten vermessen, sodass mehrere Domänenwände während einer Messung abgerastert wurden. Hierbei war die Scanrichtung senkrecht zur langen Streifenachse der Domänenwände. Die Scandauer pro Zeile betrug während der Messungen 1,6 s.

Das Messprinzip basiert auf der magnetischen Wechselwirkung zwischen dem von der Probe erzeugten magnetischen Streufeld und dem Magnetfeld der Spitze. Die Energie der magnetischen Wechselwirkungen E_{MWW} ergibt sich aus der Magnetisierung der Spitze \vec{M}_T und dem magnetischen Streufeld der Probe \vec{H}_P durch Integration über das Volumen V der Spitze, bzw. aus der Magnetisierung der Probe \vec{M}_P und dem magnetischen Streufeld der Spitze \vec{H}_T durch Integration über das Volumen der Probe, es ist:^[HRT97]

$$E_{\text{MWW}} = - \int_{\text{Spitze}} \vec{M}_T \cdot \vec{H}_P dV = - \int_{\text{Probe}} \vec{M}_P \cdot \vec{H}_T dV. \quad (3.2.3)$$

Das magnetische Streufeld der Spitze ergibt sich aus dem negativen Gradienten des Skalarpotentials Φ_T der Spitze mit $\vec{H}_T = -\vec{\nabla}\Phi_T$. Die magnetische Volumenladung ρ_V der Probe wird über die Divergenz der Magnetisierungsverteilung der Probe durch $\rho_V = -\text{div}\vec{M}_P$, des Weiteren resultiert die magnetische Oberflächenladung der Probe ρ_s aus dem Produkt der Magnetisierungsverteilung der Probe und deren Oberflächennormalenvektor \vec{n} mit $\rho_s = \vec{M}_P \cdot \vec{n}$. Folglich kann Gleichung 3.2.3 zu:

$$E_{\text{MWW}} = - \int_{\text{Probe}} \rho_s \cdot \phi_T dS + \int_{\text{Probe}} \rho_V \cdot \phi_T dV, \quad (3.2.4)$$

umgeschrieben werden.^[HRT97] Das MFM-Signal ergibt sich nun aus der Betrachtung der zweiten Ableitung der Wechselwirkung zwischen der Ladungsverteilung der Probe und dem Skalarpotential der Spitze:^[HRT97]

$$S_{\text{MFM}} = \int_{\text{Probe}} \rho_s \cdot \frac{\partial^2 \phi_T}{\partial z^2} dS + \int_{\text{Probe}} \rho_V \cdot \frac{\partial^2 \phi_T}{\partial z^2} dV. \quad (3.2.5)$$

Dadurch, dass das Signal über ein Skalar beschrieben werden kann, können die MFM-Messungen intuitiv aufgrund ihres Kontrastes ausgewertet werden. Das MFM Signal kann unter der Annahme das die Spitze näherungsweise einen magnetischen Monopol dar-

stellt, als Projektion der magnetischen Partialladungsverteilung an die Probenoberfläche verstanden werden.^[Hol15] Die Proben wurden nach der ionenschussinduzierten magnetischen Strukturierung, sowie nach dem Abscheiden der zusätzlichen Silizium-Decksschicht vermessen.

3.3 Partikeltransport-Aufbau

Die Transportexperimente zur magnetophoretischen Separation superparamagnetischen Partikel wurden mit dem Versuchsaufbau, welcher in Abbildung 3.5 abgebildet ist durchgeführt.

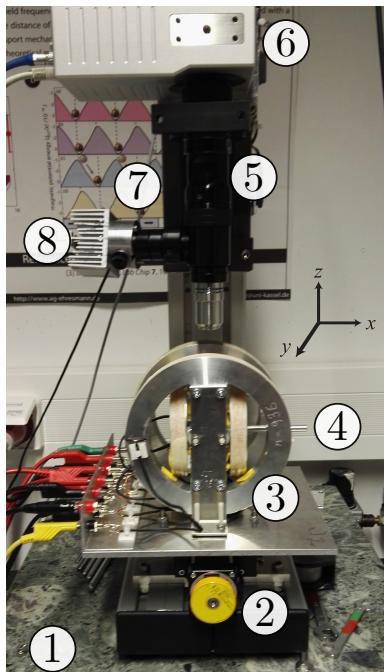


Abbildung 3.5: Partikeltransport-Aufbau bestehend aus drei Helmholtzspulenpaaren, zur Erzeugung zeitlich periodischer homogener Magnetfelder. Zur Aufnahme der Transportbewegung der SPPs dient ein Mikroskopaufbau mit einer Highspeedkamera

Dieser Aufbau setzt sich aus zwei Teilen zusammen, einem Mikroskop-Aufbau(5) sowie den Elektromagneten (drei zueinander orthogonale Helmholtzspulenpaare(3)), welche zur Erzeugung der zeitveränderlichen externen Magnetfeldsequenz verwendet wurden. Der gesamte Aufbau ist auf einer schwingungsgedämpften Betonplatte(1) positioniert, um mögliche Gebäudeschwingungen zu minimieren und somit von Schwingungen störungsfreie Videos aufzunehmen. Zur Aufnahme der Videos wird der eben erwähnte Mikroskop-Aufbau verwendet, wobei die Partikeltransport-Videos mit einer Highspeed-Kamera des Herstellers *Optronis*(6) aufgenommen wurden. Die Parameter wurden so eingestellt, dass die Videos mit 1000 Frames pro Sekunde mit einer Auflösung von $800 \text{ px} \times 600 \text{ px}$ aufgenommen wurden. Die Lichtquelle des Mikroskopaufbaus stellt eine Weißlicht-LED (8), welche über

eine passive Aluminiumkühlung während des Betriebs gekühlt wird, dar. Um das Bild für die Aufnahmen zu fokussieren, ist die Position des Mikroskopaufbaus mittels eines Schrittmotors(7) veränderbar, sodass der Arbeitsabstand der verwendeten Objektive eingestellt werden kann. Der Schrittmotor wird hierbei über ein LabView-Programm angesteuert. Die minimale Schrittweite des Schrittmotors beträgt 400 nm. Die Spannungsquelle der Helmholtzspulen wird ebenfalls über ein LabView-Programm angesteuert. Für die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten Versuche wurden magnetische Flussdichten von $B_x = 3 \text{ mT}$ und $B_z = 5 \text{ mT}$ verwendet. Die Helmholtzspulen sind aus einem Kupferdraht einem Durchmesser von $\varnothing = 0,5 \text{ mm}$ mit jeweils 360 (x -Spule) bzw. 330 (z -Spule) Windungen aufgewickelt. Die beiden Spulenpaare haben dabei einen Radius von $r_x = 39,5 \text{ cm}$, $r_z = 24 \text{ cm}$. Es wurde lediglich ein schritweise rotierendes Wechselfeld in der xz -Ebene angelegt. Folglich wurde das Spulenpaar, welches ein Magnetfeld in y -Richtung erzeugt, nicht verwendet. Zur Durchführung der Versuche musste zunächst auf den Proben eine mikrofluidische Zelle aufgebracht werden. Hierzu wurde ein Parafilm auf die Maße der Probe zurechtgeschnitten und in dessen Mitte ein Quadrat mit den Maßen $(0,7 \times 0,7) \text{ mm}^2$ ausgeschnitten. Der zurechtgeschnittene Parafilmstreifen wurden auf den Proben befestigt. In der Aussparung des Parafilms wurde die verdünnte Suspension der superparamagnetischen Partikel pipettiert und anschließend mit einem Deckglas verschlossen. Die Probe wird im Folgenden auf einen Probenhalter(4) positioniert, welcher sich auf einem in x - und y -Richtung beweglichen Probentisch (2) befand, sodass der Partikeltransport in verschiedenen Bereichen der Probe untersucht werden konnte. Die für diese Arbeit aufgenommenen Videos wurden unter der Verwendung eines Objektivs mit einer 40-fachen Vergrößerung und einer numerischen Apertur von 0,6 aufgenommen. Die Frequenz des magnetischen Wechselfeldes im Bereich von 2,5 Hz bis 25 Hz verändert. Die Magnetfelder H_x und H_z waren dabei um eine viertel Periode $T/4$ phasenverschoben. Die Magnetfeldsequenz verläuft trapezförmig, wobei die Änderungsraten der magnetischen Flussdichte zur Erzeugung der Magnetfelder für die x -Spule $(5,844 \pm 0,003) \text{ mT/V}$ und z -Spule $(8,36 \pm 0,01) \text{ mT/V}$ betragen. Die Sequenzanzahl des magnetischen Wechselfeldes betrug 10 Perioden. Nach dieser Sequenzanzahl wechselt die Phasenbeziehung der H_x und H_z Magnetfelder, sodass die Partikel zunächst 20 Schritte in positive bzw. negative x -Richtung und anschließend 20 Schritte in negative bzw. positive x -Richtung bewegt werden. Diese Schrittzahl wurde gewählt, da dadurch gewährleistet ist, dass die SPPs über einen relativ großen Bereich des aufgenommenen Bildausschnitts transportiert werden und somit Schwankungen der Transportgeschwindigkeit aufgrund von Fluktuationen in der magnetischen Streufeldlandschaft beobachtbar sein können. Des Weiteren wird durch die Wahl der Schrittzahl verhindert, dass die SPPs während des Experiments aus dem Bildausschnitt heraus transportiert werden.

KAPITEL 4

ERGEBNISSE UND DISKUSSION

Das Folgende Kapitel befasst die Auswertung der durchgeführten Experimente. Es soll untersucht werden, wie groß die Fluktuationen der magnetischen Eigenschaften der hergestellten streifenstrukturierten EB-Systeme sind. Des Weiteren war Teil dieser Studie die Untersuchung der Langreichweiteitigkeit der durch die streifenstrukturierten EB-Systeme erzeugten magnetischen Streufeldlandschaft nach der Abscheidung einer zusätzlichen Si-Schutzschicht nach der ionenbeschuss induzierten magnetischen Strukturierung. Weiterer Inhalt dieses Kapitels war es die Oberflächenrauigkeit der Proben, vor und nach der Abscheidung der Si-Schutzschicht, zu Charakterisierung. Infolgedessen wurde abschließend investigt, ob der Transport Matrix-dispergierter superparamagnetischer Partikel nach Erhöhung des Abstands zwischen SPP und EB-Streifendomänenstruktur durch eine zusätzliche Si-Schutzschicht möglich ist. Abschließend wurde die Verteilung der magnetophoretischen Mobilität der verwendeten Matrix-dispergierten SPPs unter Berücksichtigung der Fluktuation der magnetischen Eigenschaften, sowie der Langreichweiteitigkeit der magnetischen Streufeldlandschaft und der Oberflächenbeschaffenheit der Probe untersucht.

4.1 Reproduzierbarkeit der magnetischen Eigenschaften

Zur magnetophoretischen Separation kommerziell erhältlicher SPPs soll in Zukunft das in Kapitel 2.4 beschriebene Transportkonzept verwendet werden. Damit die Separation parallel über mehrere streifenstrukturierten EB-Systeme gleichzeitig ablaufen kann, muss die Reproduzierbarkeit der magnetische Eigenschaften der Dünnschichtsysteme gewährleistet sein. Durch Fluktuationen der magnetischen Eigenschaften der EB-Systeme soll abgeschätzt werden, wie groß deren Einfluss auf eine potentielle magnetophoretische Separation der superparamagnetischen Matrix-dispergierten Partikel ist. Die magnetischen Eigenschaften

werden im Folgenden mittels longitudinaler MOKE Magnometrie untersucht, wobei die Koerzitiv- sowie Exchange-Bias-Magnetfelder nach den einzelnen Bearbeitungsschritten (Sputtern, Feldkühlprozess, IBMP) der EB-Dünnschichtsysteme, näher betrachtet werden.

Die Proben wurden zur magnetischen Charakterisierung via L-MOKE Magnetometrie so positioniert, dass H_{EB} parallel zum äußeren Magnetfeld H_{L-MOKE} der Messvorrichtung verläuft. Bei jeder Probe wurde eine 9-Punkt-Messung durchgeführt, sodass die Homogenität der magnetischen Eigenschaften des EB-Dünnschichtsystems überprüft werden konnte. Die Positionen an welchen die Probe vermessen wurde, sind in Abbildung 3.4 dargestellt. Dabei wurde die erste Messung aufgrund des athermischen Training-Effekts verworfen. Die Messungen nach der Herstellung, und dem Feldkühlprozess, bei denen Einzelhysteresen zu beobachten waren, wurden mit einem von MAXIMILIAN MERKEL geschriebenen Programm ausgewertet. Dahingegen wurden die Doppelhysteresen der L-MOKE Messungen nach IBMP mit einem von NICOLAS MÜGLICH geschriebenen Programm ausgewertet. Bei beiden Programmen werden über eine nichtlineare Regression der Messdaten Werte für H_C , sowie H_{EB} bestimmt. Bei der Auswertung der Einzelhysteresen ergibt sich die Messgenauigkeit für H_C , sowie H_{EB} aus dem größten Abstand der zur Magnetisierungsachse naheliegendsten Messpunkte zum Schnittpunkt der Fitkurve mit der Magnetisierungsachse. Da bei der nichtlinearen Regression der Messdaten der Doppelhysteresen keine Messgenauigkeit für H_C und H_{EB} durch das Programm berechnet wird, wurde die Messgenauigkeit von $H_{C,IBMP}$ und $H_{EB,IBMP}$ nach IBMP über die Stichprobenstandardabweichung, der jeweiligen neun Messpunkte bestimmt. Eine Übersicht über H_C und H_{EB} aller hergestellten Proben nach den einzelnen Bearbeitungsschritten wird in Abbildung 4.1 dargestellt.

Die eingezeichnete Linie gibt den gewichteten Mittelwert \bar{H}_{EB} bzw. H_C der jeweiligen Messreihen mit,

$$\bar{H} = \frac{\sum_{i=1}^N w_i \cdot H_i}{\sum_{i=1}^N w_i} \quad \text{mit} \quad w_i = \frac{1}{\sigma_i^2} \quad \text{und} \quad \sigma_{\bar{H}} = \left(\sum_{i=1}^N w_i \right)^{-1/2} \quad (4.1.1)$$

an. Dabei ist σ_i für Einzelhysteresen die Ungenauigkeit wie oben beschrieben bzw. für Doppelhysteresen die Stichprobenstandardabweichung der jeweiligen Messreihe einer Probe.

Aufgrund der Schichtherstellung in einem externen Magnetfeld wurde bereits im F eine Anisotropie, an welcher sich die AF-Körner der Klasse 3 die zum EB beitragen ausrichten, induziert. Dies hat zur Folge, dass bereits nach der Schichtherstellung der EB-Effekt mit einer Feldstärke von $\bar{H}_{EB,Sp} = (-10,50 \pm 0,78)$ kA/m zu messen ist. Die Koerzitivität beträgt dabei $\bar{H}_{C,Sp} = (4,11 \pm 0,99)$ kA/m. Es zeigt sich, dass sich der Betrag von H_C sowie H_{EB} nach dem Feldkühlprozess betragsmäßig erhöht hat. Durch den Feldkühlprozess wird thermische Energie in das System gebracht. Die thermische Energie entspricht dabei einem Kornvolumen V_{set} , bis zu welchem während des Feldkühlprozesses

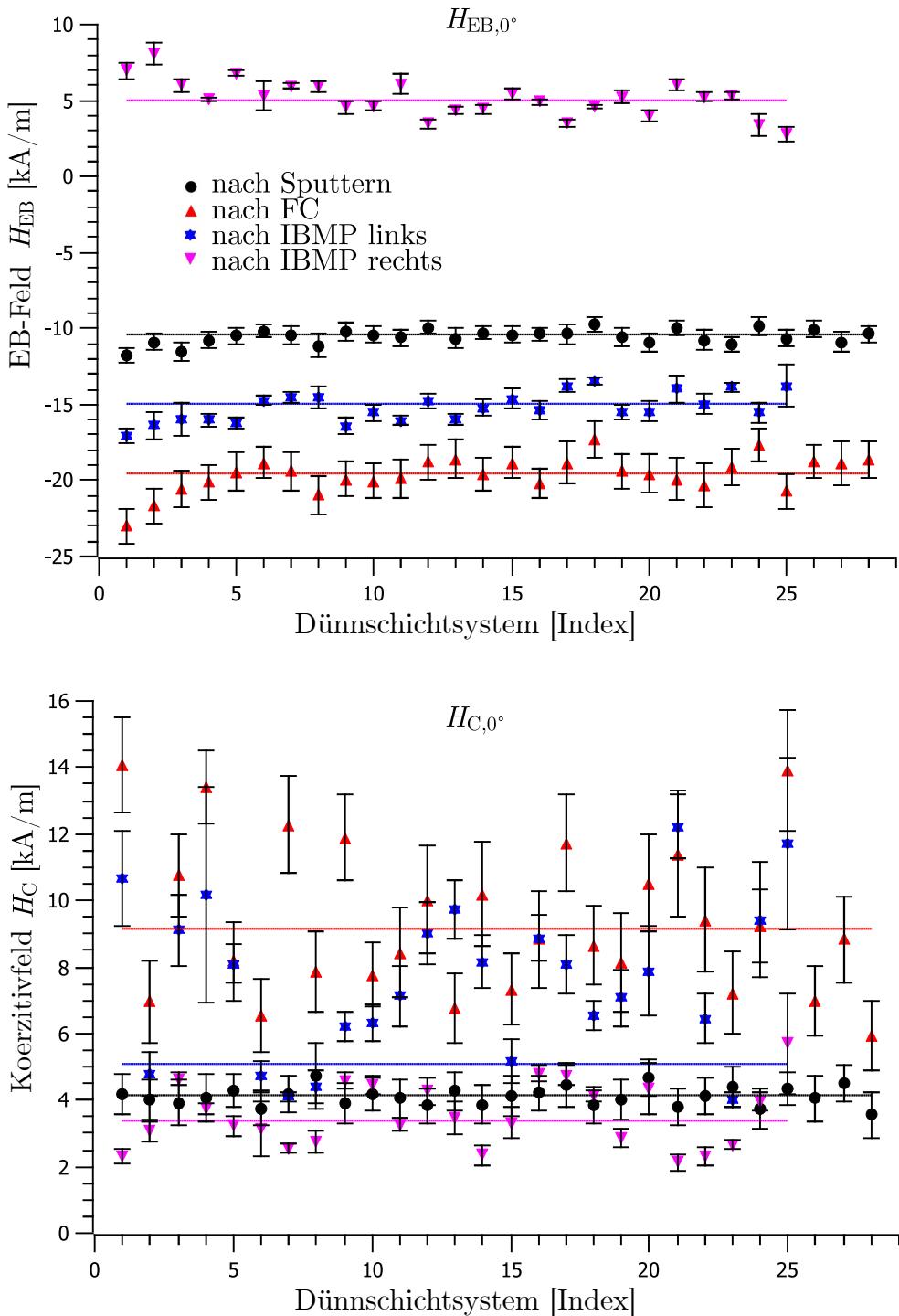


Abbildung 4.1: Mittels L-MOKE ermittelten Werte für H_{EB} (oben) und H_C (unten) der EB-Dünnschichtsysteme nach den einzelnen Bearbeitungsschritten (Sputtern, Feldkühlprozess, IBMP). Die Richtung des externen Magnetfeldes des L-MOKE H_{L-MOKE} ist parallel bzw. antiparallel zu H_{EB} orientiert: $\alpha(H_{EB}, H_{L-MOKE}) = 0$. Die waagrechten Linien stellen jeweils den gewichteten Mittelwert \bar{H}_{EB} bzw. \bar{H}_C dar. Die einzelnen Werte wurden jeweils über eine 9-Punkt-Messung gemittelt.

die AF-Korngrößenverteilung adressiert werden kann. Durch diese Energiezufuhr können die AF-Körner in den energetisch günstigeren Zustand des globalen Minimums relaxieren (vgl. Zwei-Niveau-Modell von FULCOMER und CHARAP in Kapitel 2.1.1). Dies hat zur Folge, dass der Betrag des Austauschverschiebungsfeldes erhöht wird und die Hysteresekurve um einen größeren Wert $\bar{H}_{EB,FC} = (-19,6 \pm 1,5)$ kA/m verschoben ist. Die Koerzitivität beträgt nach dem Feldkühlprozess $\bar{H}_{C,FC} = (9,1 \pm 1,9)$ kA/m. Nach der ionenbeschussinduzierten magnetischen Strukturierung wurden Doppelhysteresen erhalten, wobei die zu den jeweiligen magnetischen Domänen zugehörigen Hysteresen voneinander separiert sind. Die linke Hysterese ergibt sich aus der Hysterese vor dem Ionenbeschuss, wobei das EB-Feld einen Wert von $\bar{H}_{EB,IB,li} = (-15,0,6 \pm 1,4)$ kA/m annimmt und die Koerzitivität bei $\bar{H}_{C,IB,li} = (5,0 \pm 3,3)$ kA/m liegt. Die rechte Hysterese entspricht einer Mittelung der Domänen, welche nach dem Ionenbeschuss entstanden sind. Hierbei ergibt sich ein EB-Feld von $\bar{H}_{EB,IB,re} = (3,37 \pm 0,98)$ kA/m und eine Koerzitivität von $\bar{H}_{C,IB,re} = (3,4 \pm 1,6)$ kA/m. Des Weiteren ist eine Abnahme der Koerzitivität nach dem Ionenbeschuss zu erkennen. Die prozentualen Fluktuationen der jeweiligen in Abbildung 4.1 dargestellten Werte im Vergleich zum gewichteten Mittelwert, werden tabellarisch im Anhang (Kapitel 6) in Tabelle 6.2 aufgelistet. Des Weiteren sind in Tabelle 4.1 jeweils der maximale, der minimale und der Mittelwert der Abweichung der einzelnen Messergebnisse $H_{EB/C,i}$ von $\bar{H}_{EB/C}$ aufgelistet.

Tabelle 4.1: Prozentuale Abweichung der a) EB- bzw. der b) Koerzitivfelder von \bar{H}_{EB} bzw. \bar{H}_C . Es wird jeweils die maximale, die minimale Abweichung, sowie der Mittelwert der in Tabelle 6.2 aufgelisteten Fluktuationen dargestellt. Alle Werte sind in Prozent [%] angegeben

a)	$\Delta H_{EB,Sp}$	$\Delta H_{EB,FC}$	$\Delta H_{EB,IB,li}$	$\Delta H_{EB,IB,re}$
Mittelwert	3,5	4,4	5,5	19,0
max	12,0	17,2	13,9	61,0
min	0,3	0,2	0,1	1,1

b)	$\Delta H_{C,Sp}$	$\Delta H_{C,FC}$	$\Delta H_{C,IB,li}$	$\Delta H_{C,IB,re}$
Mittelwert	5,6	20,6	56,0	24,0
max	15,2	54,5	143,1	69,1
min	0,8	1,1	2,6	1,2

Es zeigt sich, dass die prozentuale Fluktuation des Koerzitivfelds vor allem nach dem Ionenbeschuss vergleichsweise hoch ist. Weiterhin ist nach diesem Prozessschritt ebenfalls die Fluktuation des EB-Felds am größten. Die Fluktuation des EB-, sowie des Koerzitivfeldes nach dem Ionenbeschuss kann auf lokalen Lackinhomogenitäten zurückgeführt werden. Dies spiegelt sich in den Unsicherheiten in Abbildung 4.1 wider.

In Abbildung 4.2 wird beispielhaft die Hysterese eines der hergestellten EB-Systeme nach jedem Bearbeitungsschritt dargestellt. Nach dem Herstellungsprozess ist eine um den

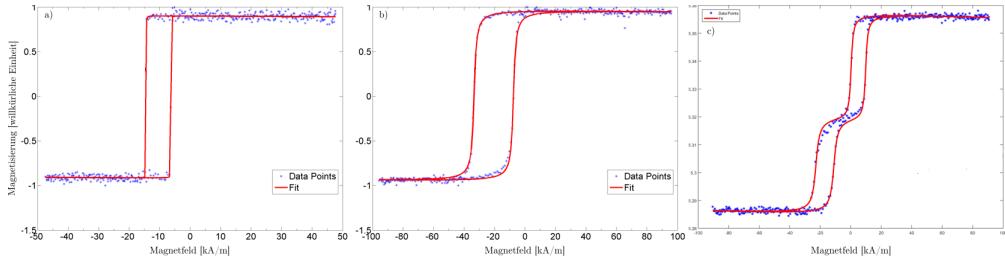


Abbildung 4.2: Hysteresen der EB-Schichtsysteme nach den einzelnen Bearbeitungsschritten. (links) nach der Schichtherstellung, (mitte) nach dem Feldkühlprozess, (rechts) nach IBMP

Wert des EB-Felds entlang der Magnetisierungsachse in negativer Richtung verschobene Hysteresekurve, deren Form nahezu rechteckig ist, zu beobachten. Folgt ein Feldkühlprozess ist die Hysteresekurve aufgrund der Festlegung des EB um einen höheren Betrag entlang der Magnetisierungsachse in negativer Richtung verschoben. Des Weiteren ist aufgrund der Erhöhung der Koerzitivität eine Verbreiterung der Hysteresekurve zu erkennen. Die rechteckige Form wird annähernd beibehalten. Nach dem IBMP des EB-Systems, bei welcher 5 µm breite Domänen mit einer *hh* und *tt* Domänenkonfiguration erzeugt wurden, ergibt sich aus der L-MOKE-Magnetometrie eine Doppelhysterese, deren Bereiche eindeutig voneinander separiert sind. Eine Verringerung der Koerzitivität ist über die Verschmälerung der Hysteresekurve zu erkennen.

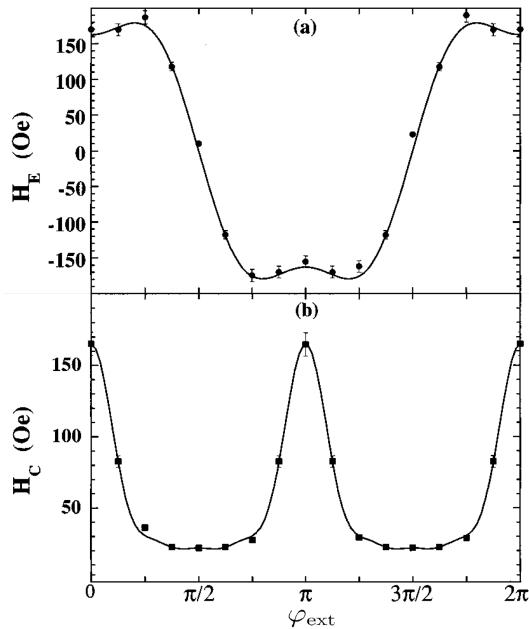


Abbildung 4.3: Winkelabhängigkeit des (a) EB-Feldes und des (b) Koerzitivfeldes. Beide Kurven zeigen einen zu $\phi_{\text{ext}} = 0$ bzw. zu $\phi_{\text{ext}} = \pi$ achsensymmetrischen Verlauf. (verändert nach [XW99] aus [Müg16])

Eine weiter Ursache für die Fluktuation des H_C -Felder zeigt sich in Winkelabhängigkeit der L-MOKE Messung. Wie sich in Abbildung 4.3 zeigt, ändert sich der Wert des Koerzitiv-

feldes bei Veränderung des Winkels im Bereich von 0° sehr stark. Demnach könnte es sein, dass bei der L-MOKE Messung einiger Proben, diese nicht perfekt ausgerichtet waren und es somit zu Schwankungen der Koerzitivfelder kommen könnte. Ebenfalls ist in Abbildung 4.3 zu erkennen, dass es zu keinen großen Veränderungen von H_{EB} bei Veränderung des Winkels im Bereich von 0° gibt. Demnach kommt es nur zu geringfügigen Schwankungen von H_{EB} . Da allerdings diese Fehlerursache bei den Messungen nach jedem Prozessschritt auftritt, kann angenommen werden, dass die starke Fluktuation des Koerzitivfelds nach dem Ionenbeschuss auf Lackinhomogenitäten beruht. Werte für $H_{EB,90}$ und $H_{C,90}$ sind dem Anhang (Kapitel 6) zu entnehmen.

4.2 Einfluss der Silizium Schutzschichtdicke auf die Eigenschaften des magnetischen Substrats

Für zukünftige Anwendungen des Transportkonzepts soll die Integrierbarkeit von magnetoresistiven Sensorelementen gewährleistet sein. Bisherige Systeme verwendeten eine zusätzliche Abstandsschicht aus Polymethylmethacrylat (PMMA) zwischen der EB-Streifendomänenstruktur und den SPPs, um die magnetischen Kräfte senkrecht zur Substratoberfläche zu reduzieren und durch Wechselspiel mit der elektrostatischen Abstoßung einen während des Transports zeitveränderlichen z -Abstand zur Probenoberfläche zu gewährleisten. Dadurch soll gleichzeitig verhindert werden, dass die Partikel bedingt durch die attraktive magnetostatische Wechselwirkung auf der Substratoberfläche haften. Da sich PMMA als Unterlage nicht für die weitere Funktionalisierung des Substrats mit magnetoresistiven Dünnschichtelementen eignet sowie Lösungsmittel bis zu einem gewissen Prozentsatz in die Struktur interkalieren kann, sollte im Rahmen dieser Arbeit untersucht werden, ob alternativ eine zusätzliche Schutzschicht aus Silizium nach dem IBMP auf das Materialsystem aufgebracht werden kann. Dabei sollte über MFM-Messungen die Langreichweiteigkeit der Streufeldlandschaft bzw. der magnetischen Partialladungsverteilung untersucht werden. Ein weiterer Aspekt der Untersuchung war die Rauigkeit der Probenoberfläche vor und nach dem Abscheiden einer zusätzlichen Si-Schutzschicht.

Die Schichtdicke d der Siliziumschicht wurde dabei in einem Bereich $d = 200\text{ nm}$ bis $d = 2000\text{ nm}$ variiert, wobei die Schichtdicke jeweils in Schritten von 200 nm erhöht und für jede Si-Schichtdicke jeweils eine neue Probe hergestellt wurde. Die mechanische Stabilität des Systems wurde in Vorexperimenten durch mehrmaligen Reinigungsprozeduren, sowie der mehrfachen Aufbringung und Entfernung eines Parafilmstreifens überprüft. Die magnetisch streifenstrukturierten EB-Systeme wurden bevor und nachdem die zusätzliche Siliziumdeckschicht auf ihnen abgeschieden wurde im AFM/MFM vermessen. Es wurde über eine Fläche von $40 \times 40\text{ }\mu\text{m}$, wobei der Scanmodus *continuous/interlaced* verwendet

wurde, gemessen. Dieser Messmodus besteht aus zwei Messungen, wobei in der ersten Messung die Topographie der Probe erfasst wird. In der zweiten Messung, der eigentlichen MFM Messung, wird in Abhängigkeit von der untersuchten Probe der Abstand zwischen Spitze und der Oberfläche der Probe in einem Bereich von 100 nm bis 80 nm erhöht, sodass das MFM-Signal nicht von der Topographie der Probe beeinflusst wird. Die MFM Spitze kann unter der Annahme, dass sie einen magnetischen Monopol darstellt, die Projektion der magnetischen Partialladungen an die Probenoberfläche messen. Dieses Messprinzip wird in Abbildung 4.4 schemenhaft dargestellt.

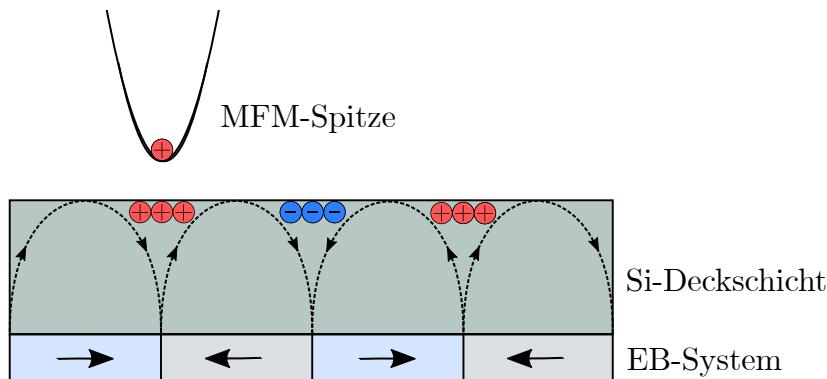


Abbildung 4.4: Projektion der magnetischen Partialladungen der Domänenwände auf die Oberfläche der Siliziumdecksschicht.

Die erhaltenen Messdaten wurden mittels des Programmes *Gwyddion* ausgewertet. Zur Untersuchung der magnetischen Strukturierung wurde das Signal, dass aus der Wechselwirkung zwischen den geladenen Domänenwänden des Substrats und der Spitze resultiert, untersucht. Zur Auswertung der Daten wurde zunächst der Versatz der einzelnen Messreihen herausgerechnet und anschließend horizontale Fehlerzeilen korrigiert. Es wurde ein Linienprofil senkrecht zu den Domänenwänden angefertigt. Dabei wurde über möglichst viele horizontale Zeilen gemittelt. Der Bereich über den die Mittelwertbildung durchgeführt wurde, wurde über die Struktur der Probe beschränkt, da ggf. in der Messung enthaltene Artefakte unter deren Berücksichtigung zu einer Verfälschung führen würden. Die Anzahl der horizontalen Messlinien die dabei für die Mittelwertbildung verwendet wurden, sind im Anhang (Kapitel 6) aufgelistet. In Abbildung 4.5 ist beispielhaft das Phasensignal der MFM-Messung einer Probe ohne einer zusätzlichen Si-Schicht dargestellt. Das Linienprofil, welches in Abbildung 4.5 rechts abgebildet ist, wurde für den mit einem schwarzen Rechteck markierten Bereich erstellt. Es fand keine wechselseitige Beeinflussung zwischen Spalte und Probe statt. Demnach kann unter Kenntnis der Spitzennmagnetisierung zwischen attraktiven und repulsiven Wechselwirkungen unterschieden werden. Über den geladenen Domänenwänden ergibt sich jeweils ein typisches GAUSS-förmiges Signalprofil^[HZK13]. Diese haben dabei einen Abstand von $d_{DW} = (4,97 \pm 0,05) \mu\text{m}$ zueinander. Die Spalte wurde am Südpol eines Permanentmagneten aufmagnetisiert, sodass die Spalte des MFMs einen Nordpol darstellt. Demnach handelt es sich bei den Maxima in Abbildung 4.5 und 4.6

um die *tt* und bei den Minima um die *hh* Domänenwand. Es ist zu erkennen, dass die Messkurve rechts von den Maxima bzw. links von den Minima steiler verläuft als auf der jeweiligen anderen Seite, dies ist darin begründet, dass es sich hierbei um die von Heliumionen beschossene Fläche handeln könnte. Allerdings kann die Asymmetrie des Messsignals bzw. die unterschiedlichen Signalöhen in den Domänenbereichen aufgrund der Verkippung der Spitzmagnetisierung entstehen. [ZAV17] [WKE08]

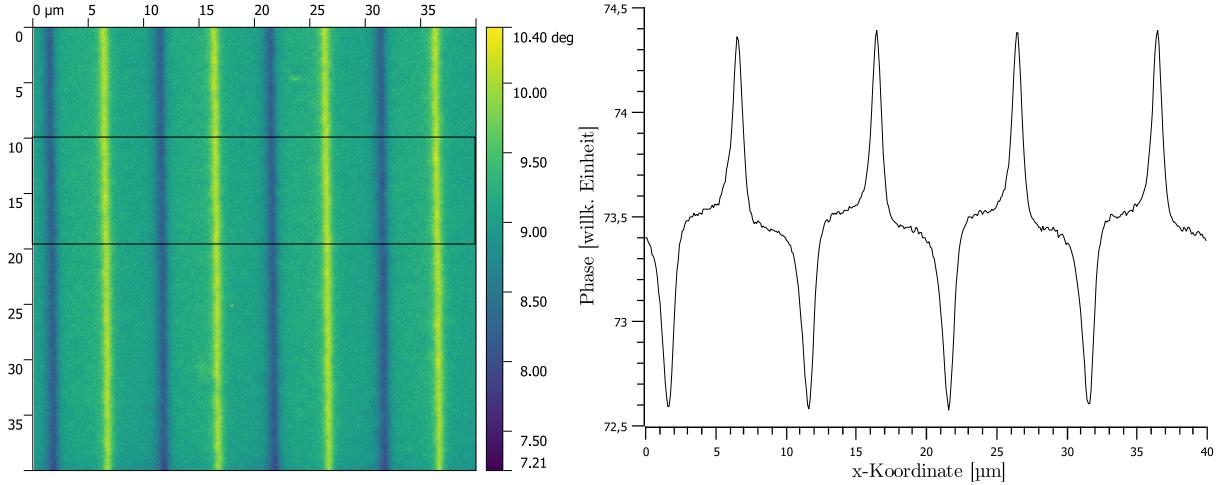


Abbildung 4.5: (links) Phasensignal der MFM-Messung eines streifenstrukturierten EB-Schichtsystems ohne eine zusätzliche Si-Deckschicht. (rechts) Linioprofil des Phasensignals über den links schwarz gekennzeichneten Bereich.

Die Linioprofile der MFM-Messungen, sind in Abhängigkeit von der Si-Schichtdicke in Abbildung 4.6 dargestellt. Es ist zu erkennen, dass sich mit zunehmender Siliziumschichtdicke das Signal verbreitert und die Signalintensität geringer wird. Es kann jedoch auch bei größeren Deckschichtdicken zwischen attraktiver und repulsiver Wechselwirkung unterschieden werden, da die Maxima bzw. Minima mit Ausnahme für $d_{\text{Si}} = 1800 \text{ nm}$ zu erkennen sind. Aufgrund der erhöhten Rauigkeit, konnte teilweise nicht mehr das Linioprofil über einen größeren Bereich der Probe gemittelt werden, da ansonsten die Topographie der Probe das Phasensignal verfälscht. Dies hat zur Folge, dass die Linioprofile bei einem kleineren Bereich über den gemittelt wird verrauschter sind.

Des Weiteren wurde die RMS-Rauigkeit R_{RMS} (*root mean square roughness*) von der Oberfläche des magnetisch strukturierten Substrats bestimmt. Die Rauigkeit wurde ebenfalls mit Hilfe des Programms *Gwyddion* nach:

$$R_{\text{RMS}} = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{j=1}^N r_j^2} \quad (4.2.1)$$

bestimmt. Dabei ist N die Anzahl der Messpunkte und r_j die Differenz der gemessenen Höhe des Messpunktes und der Mittellinie der durchschnittlich gemessenen Höhe der

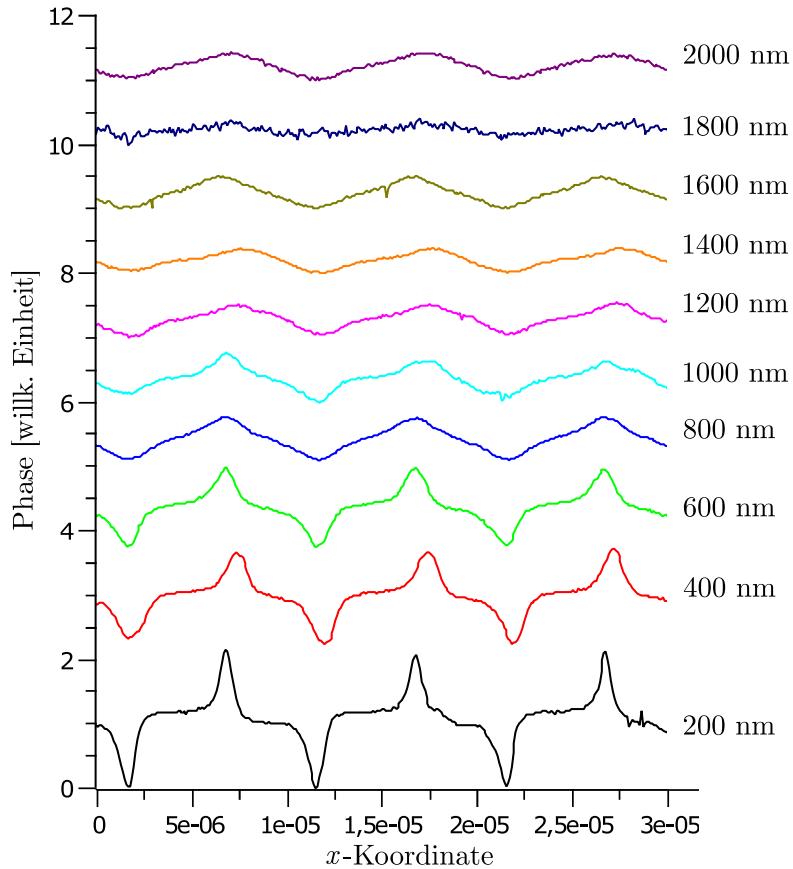


Abbildung 4.6: Übersicht der Linioprofile der MFM-Messungen.

Probe. Eine Übersicht der RMS-Rauigkeitswerte wird in Tabelle 4.2 dargestellt. Auffällig ist, dass bereits bevor die zusätzliche Si-Schutzschicht auf die Proben abgeschieden wurde, Rauigkeiten von bis zu $R_{\text{RMS}} = 17,45 \text{ nm}$ gemessen wurden. Die hohen Rauigkeiten vor der Siliziumabscheidung können durch Lackrückstände erklärt werden. Es zeigt sich, dass die Rauigkeit nach dem Abscheiden der zweiten Siliziumschicht weitestgehend zugenommen hat. Die Rauigkeit nahm dabei um bis zu 77 % bei einer Si-Abscheidung von $d_{\text{Si}} = 1600 \text{ nm}$ zu. Bei den Proben mit einer Si-Schichtdicke von $d = 400 \text{ nm}$ und $d = 800 \text{ nm}$ nahm die Rauigkeit ab, wobei letztere um 53 % abnimmt.

Tabelle 4.2: RMS-Rauigkeit R_{RMS} der streifenstrukturierten EB-Systeme vor und nach dem Abscheiden einer zusätzlichen Si-Schutzschicht.

	Si [nm]	200	400	600	800	1000	1200	1400	1600	1800	2000
R_{RMS}	vor [nm]	12,58	13,70	9,79	2,12	14,68	17,45	4,61	7,17	15,83	8,85
	nach [nm]	14,47	13,59	12,75	0,99	26,01	24,38	6,30	11,61	16,53	9,59
	ΔR_{RMS} [nm]	+1,89	-0,11	+5,78	-1,13	+11,33	+6,93	+1,69	+4,44	+1,15	+0,74
	ΔR_{RMS} [%]	+15	-0,8	+59	-53	+77	+40	+37	+62	+7	+8

Demnach ist eine signifikante Änderung der Rauigkeit der Oberfläche der Probe nach der Abscheidung einer zusätzlichen Si-Schutzschicht zu vermerken.

4.3 Bestimmung der magnetophoretischen Mobilität superparamagnetischer Partikel

Im Folgenden wird der gerichtete Transport superparamagnetischer Matrix-dispergierter Partikel über streifenstrukturierter Partikel mit einer zusätzlichen Si-Deckschicht untersucht. Die bisher in diesem Kapitel dargestellten Fluktuationen der magnetischen Eigenschaften, sowie die gezeigte Si-Schichtdickenabhängigkeit soll dabei bei der Untersuchung der magnetophoretischen Mobilität berücksichtigt werden. Durch diese Untersuchung soll nachgewiesen werden, dass eine Verteilung der magnetophoretischen Eigenschaften von kommerziell erhältlichen SPPs vorliegt und somit die Separation der Partikel nach ihrer magnetophoretischen Mobilität für die Verwendung in der medizinischen Diagnostik notwendig wäre.

Die Geschwindigkeit der SPPs während des Transports über die EB-Systeme wird in Abhängigkeit der Silizium Deckschichtdicke d und der Frequenz f des sich schrittweise ändernden externen Magnetfelds (siehe Kapitel 2.4) untersucht. Hierbei wurden während der Experimente Magnetfelder in x und in z Richtung verwendet. Durch Wahl der magnetischen Flussdichte kann die Geschwindigkeit der SPPs verändert werden.^[Hol15]. Aufgrund von Vorexperimenten wurde sich auf die Parameter $B_x = 3 \text{ mT}$ und $B_z = 5 \text{ mT}$ festgelegt. Die Frequenz wurde im Bereich von $f = 2,5 \text{ Hz}$ bis $f = 25 \text{ Hz}$, wobei eine Übersicht der untersuchten Frequenzen dem Anhang (Kapitel 6) zu entnehmen sind, variiert. Aus Vorexperimenten ergab sich, dass es sich bei $f = 25 \text{ Hz}$ um eine Grenzfrequenz handelt, bei der kein gerichteter Transport der SPPs zu beobachten ist.

Die Partikeltrajektorien wurden mit dem Programm Video Spot Tracker (VST) aus den aufgenommenen Videos ausgewertet. Mit diesem Programm kann die aktuelle Position der SPPs während des Videos gespeichert werden. Hierzu wurden die einzelnen SPPs markiert, wobei zu beachten sei, dass in den Einstellungen *darkspot*, *disc* sowie *optimize* ausgewählt sein müssen. Über *radius* wurde die Größe der Markierung an die Größe der SPPs angepasst.^[Koc13] Es wurden jeweils 40 bis 50 SPPs markiert. Wird das Video abgespielt, werden die Trajektorien der einzelnen Markierungen gespeichert. Die Trajektorien, welche für den Transport über eine Probe mit einer Si-Schichtdicke von $d = 800 \text{ nm}$ bei einer Frequenz von $f = 4,17 \text{ Hz}$ aufgenommen wurden, sind beispielhaft in Abbildung 4.7 dargestellt, wobei zur besseren Übersicht lediglich 20 SPPs markiert wurden.

Die gemessenen Trajektorien können mithilfe eines von DANA BLOSS geschriebenen Programms ausgewertet werden. In diesem Programm werden die Trajektorien der einzelnen Markierungen eingelesen und grafisch die x -Koordinate gegen die Zeit dargestellt. Es wurde lediglich die $x(t)$ -Abhängigkeit und die Bewegung in y -Richtung nicht weiter betrachtet, da bei der gewählten Magnetfeldsequenz und der *hh/tt* Domänenstreifenstruktur der Probe

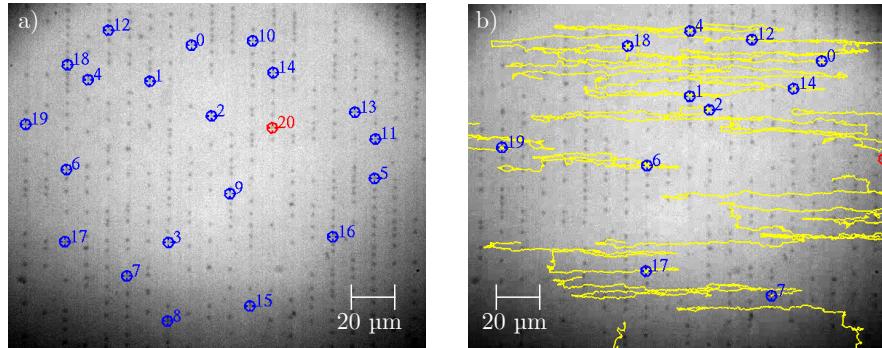


Abbildung 4.7: a) Reihenweise Anordnung der SPP über den Domänenwänden. b) Die Partikel wurden mittels VST markiert und die Bewegung aufgenommen

die Bewegung in y -Richtung vernachlässigbar gering ist. In einem interaktiven Graphen kann ein linearer Fit für die einzelnen Transportschritte erstellt werden. Über die Steigung des linearen Fits ergibt sich die mittlere Sprunggeschwindigkeit der SPPs, mit welcher sie in dem jeweiligen Schritt transportiert wurden. Als nächstes kann über das Bestimmtheitsmaß des linearen Fits abgewägt werden, welche erhaltenen Messdaten zur Bestimmung des Mittelwertes der Transportgeschwindigkeit verwendet werden. Es wurden nur lineare Fits mit einem Bestimmtheitsmaß von mindestens $R^2 = 0,9$ für die Mittelwertbestimmung betrachtet. Eine beispielhafte Auftragung der vom VST ermittelten x -Koordinaten gegen die Zeit ist in Abbildung 4.8 abgebildet. Die Punkte stellen dabei die Messdaten dar. In rot sind die linearen Fits gekennzeichnet. Die linearen Regressionsgeraden wurden dabei nur für den großen Transportschritt, welcher durch den Vorzeichenwechsel von H_z induziert wird, erstellt. Es ist deutlich zu erkennen, dass der gemessene Transport des SPPs schrittweise verläuft. Der Bereich eines Transportschritts aus Abbildung 4.8 ist in Abbildung 4.9 vergrößert dargestellt. Der Transportschritt setzt sich neben einem Bereich b) in dem die Geschwindigkeit konstant ist, aus Bereichen (Beschleunigungsphase a) und Entschleunigungsphase c)), in welchen sich die Geschwindigkeit verändert, zusammen. Des Weiteren ist der durch den Vorzeichenwechsel des H_x -Felds induzierte kleine Transportschritt d) zu erkennen.

Es zeigt sich, dass die SPPs bei dem kleinen Transportschritt über einen signifikant kleineren Bereich transportiert werden, sodass im Folgenden nur die Schritte, welche durch den Vorzeichenwechsel des H_z -Felds induziert werden betrachtet. Zur Mittelwertbestimmung der Gleichgewichtsgeschwindigkeit wurde jeweils über mindestens 50 Regressionsdaten gemittelt. Die Ungenauigkeit der Geschwindigkeit ergibt sich über die Standardabweichung des Mittelwerts der Stichprobe vom Mittelwert der Grundgesamtheit. Die Geschwindigkeiten in Abhängigkeit von der Frequenz und in Abhängigkeit von der Siliziumdeckschichtdicke werden in Abbildung 4.10 dargestellt.

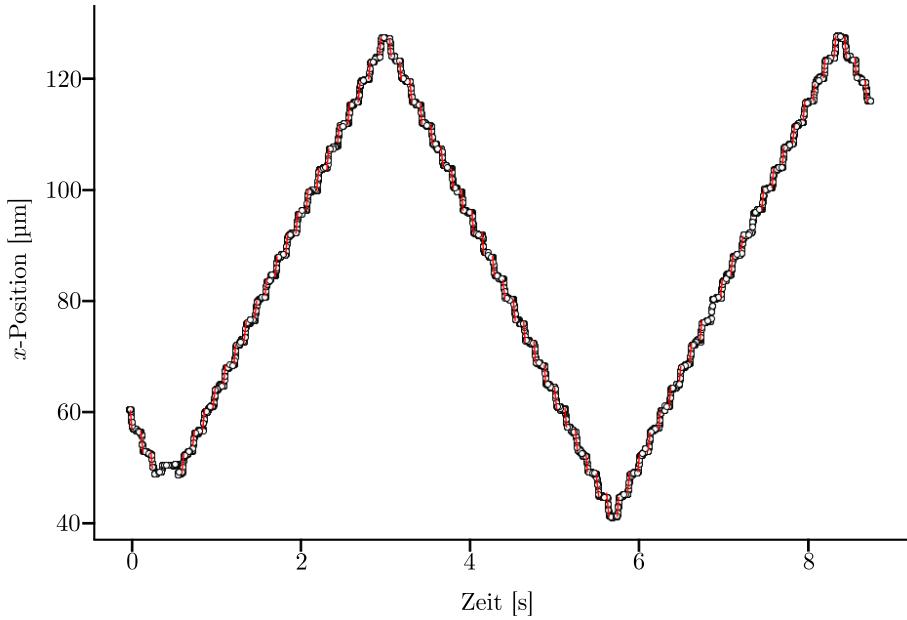


Abbildung 4.8: Trajektorie des gerichteten Transports superparamagnetischer Partikel. Die Punkte stellen gemessenen Koordinaten des VST dar. In rot sind die Ergebnisse der linearen Regression der großen Transportschritte, welche durch den Vorzeichenwechsel von H_z induziert werden gekennzeichnet. Das Transportexperiment wurde hierbei mit einer Probe mit einer Si-Deckschichtdicke von $d_{\text{Si}} = 800 \text{ nm}$ bei einer Frequenz von $f = 4,17 \text{ Hz}$ des externen Wechselfelds durchgeführt.

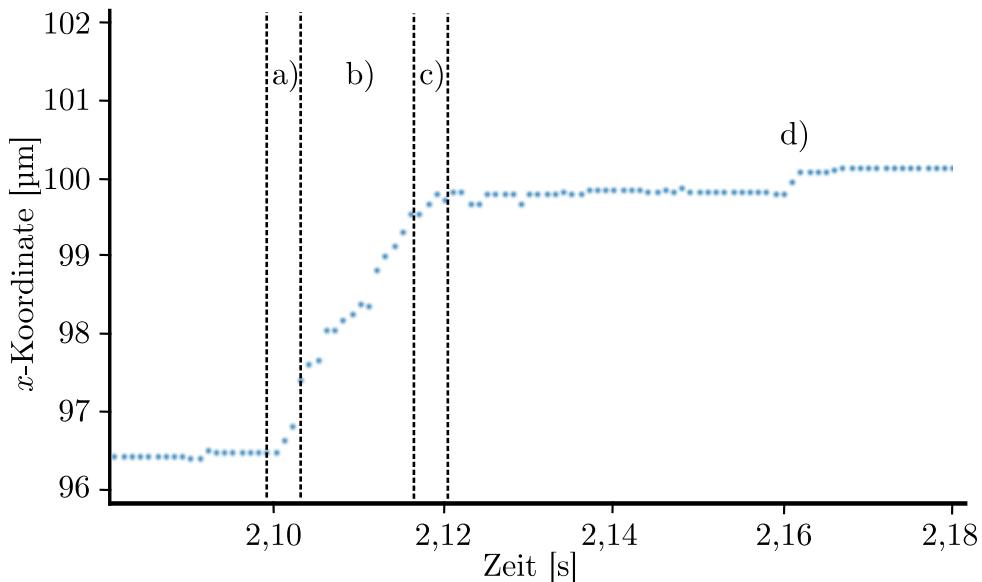


Abbildung 4.9: Gerichteter Transportschritt für einen Ausschnitt der in Abbildung 4.8 dargestellten Trajektorie eines SPPs. Der Transportschritt setzt sich aus einer Entschleunigungsphase a), einem Bereich in dem die Geschwindigkeit annähernd konstant bleibt und einer Entschleunigungsphase c) zusammen. d) markiert den kleinen Transportschritt, welcher durch den Vorzeichenwechsel von H_x induziert wird.

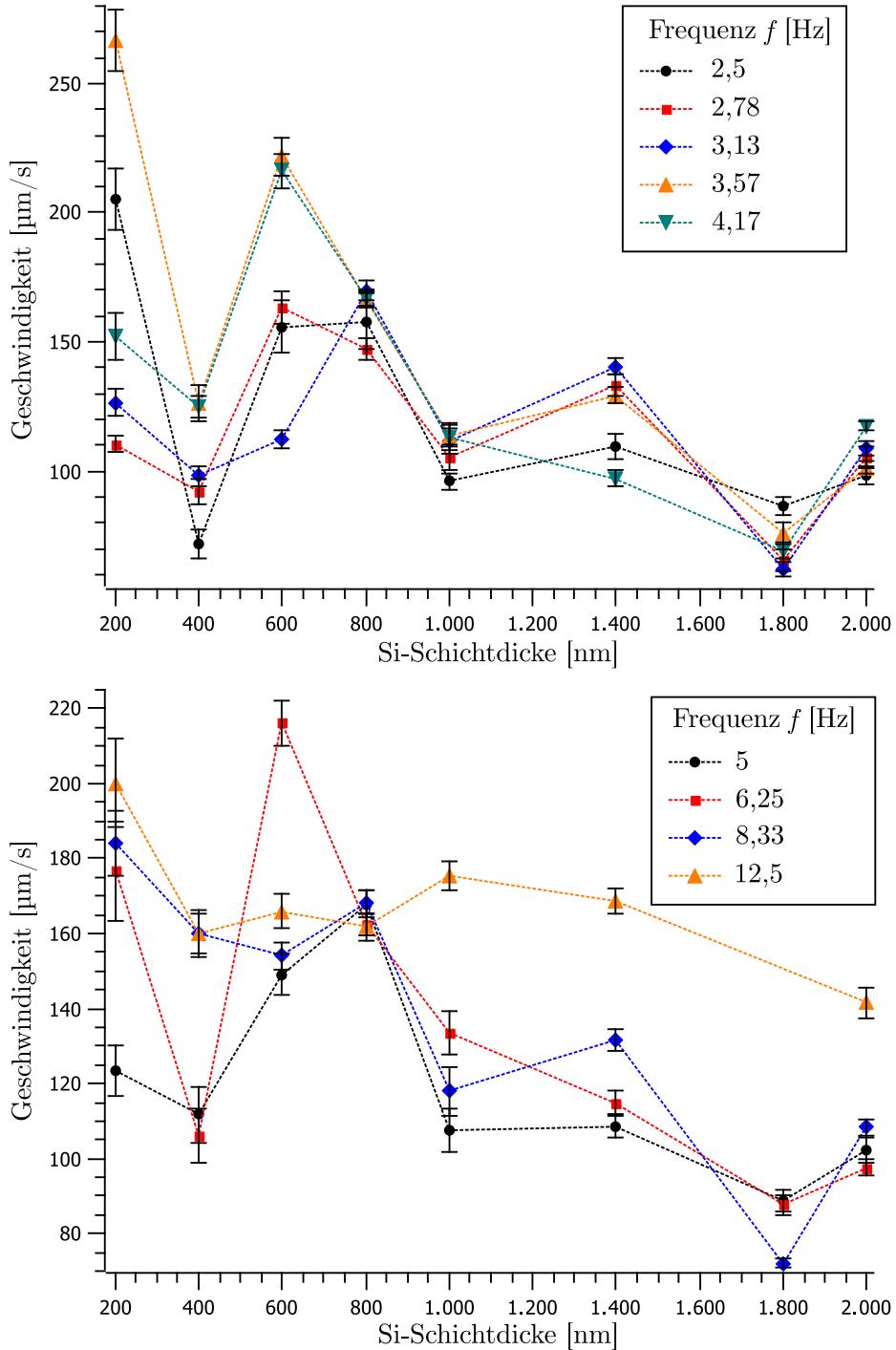


Abbildung 4.10: Gleichgewichtsgeschwindigkeiten der SPPs (Dynabead - MyOne) über streifenstrukturierten EB-Systemen mit einer Streifenbreite von $5\mu\text{m}$ und einer remanenten hh bzw. tt -Domänenkonfiguration in Abhängigkeit der Siliziumschichtdicke über dem EB-System. Die magnetische Flussdichte des externen Wechselfeldes betrug $B_x = 3\text{ mT}$ respektive $B_z = 5\text{ mT}$. Die Frequenz wurde in einem Bereich von $f = 2,5\text{ Hz}$ bis $f = 12,5\text{ Hz}$ variiert. Bei einer Frequenz von $f = 25\text{ Hz}$ war kein gerichteter Transport mehr beobachtbar.

Es zeigt sich, dass die Gleichgewichtsgeschwindigkeit der SPP bei einer Si-Schichtdicke von $d_{\text{Si}} = 200 \text{ nm}$ für die jeweilige gewählte Frequenz vergleichsweise hoch. Anschließend nimmt die Geschwindigkeit bei $d_{\text{Si}} = 400 \text{ nm}$ ab und durchläuft erneut in einem Bereich der Si-Schichtdicke von $d_{\text{Si}} = 600 \text{ nm}$ bis $d_{\text{Si}} = 600 \text{ nm}$ erneut ein Maximum der Gleichgewichtsgeschwindigkeit. Nach Durchlaufen dieses Maximums nimmt die Geschwindigkeit der SPPs mit zunehmender Si-Schichtdicke ab. Dies lässt sich anhand der Abhängigkeit der magnetischen Streufeldlandschaft und deren räumlichen Gradienten erklären. Mit zunehmendem Abstand zu den Domänenwänden der EB-Streifendomänenstruktur nimmt der Gradient und die Stärke der magnetischen Streufeldlandschaft ab. Bei zunehmender Siliziumschichtdicke nimmt demnach die magnetische Kraft F_{mag} die auf die SPPs wirkt aufgrund des zunehmenden Abstandes ab. Dies hat zur Folge, dass der Abstand zwischen Probenoberfläche und Partikeloberfläche größer wird, da die abstoßende elektrostatische Kraft, welche von der Siliziumoberfläche auf die Partikeloberfläche wirkt, unbeeinflusst bleibt. Da der Abstand zwischen Partikel und Probenoberfläche mit zunehmender Deckschichtgröße größer wird, verringert sich ebenfalls der abstandsabhängige Reibungskoeffizient f_R . Es wird anhand von Arbeiten von HOLZINGER angenommen, dass der Reibungskoeffizient des Gleichgewichtsabstands zunächst einen Wert von $f_R = 1,5$ annimmt.^[Hol15] Durch Zunahme des Abstands zwischen Partikel und Probenoberfläche ergibt sich ein Reibungskoeffizient von $f_R = 1$ für größere Abstände. Folglich wird die während des Transportschrittes wirkende Reibungskraft F_R ebenfalls geringer. Dies hat zur Folge, dass sich prinzipiell wiederum vergleichsweise höhere Gleichgewichtsgeschwindigkeiten einstellen können. Allerdings nimmt die Streufeldstärke des Substrats exponentiell ab, wobei diese Abnahme größer als die Abnahme der Reibungskraft mit zunehmender Deckschichtdicke ist. Demnach sinkt die Gleichgewichtsgeschwindigkeit unter Vernachlässigung der Messung für eine Si-Schichtdicke von 400 nm kontinuierlich.

Die geringe Geschwindigkeit der SPP bei dem Transport über die Probe mit einer Schichtdicke von 400 nm kann über ihre Streifenstruktur erklärt werden (vgl Abbildung 4.11). Es ist zu erkennen, dass die Domänenwände vergleichsweise verschmiert erscheinen, woraus sich schließen lässt dass die Partialladungsdichte bei diesen Domänenwänden geringer ist weswegen die magnetische Streufeldlandschaft schwächer ausgeprägt sei. Dies hat zur Folge, dass der Gradient des magnetischen Streufeldes geringer ist und somit auch die Geschwindigkeiten der Partikel während des Transportes geringer sind. Des Weiteren zeigt sich bei größeren Deckschichtdicken, wie beispielsweise bei 1800 nm, dass die SPPs schon bei geringen Frequenzen in einen quasikontinuierlichen Transport über gehen. Die niedrigen Geschwindigkeiten können unter Hilfenahme des MFM Signals erklärt werden. In der Messung, welche in Abbildung 4.11 dargestellt wird, zeigt sich, dass das Signal vergleichsweise schwächer und insbesondere lateral breiter wird. Dies ist ein Indikator

für einen geringeren Streufeldgradienten entlang der x -Richtung. Demnach lässt sich Rückschluss ziehen, dass der Streufeldgradient dieser Probe vergleichsweise gering ist.

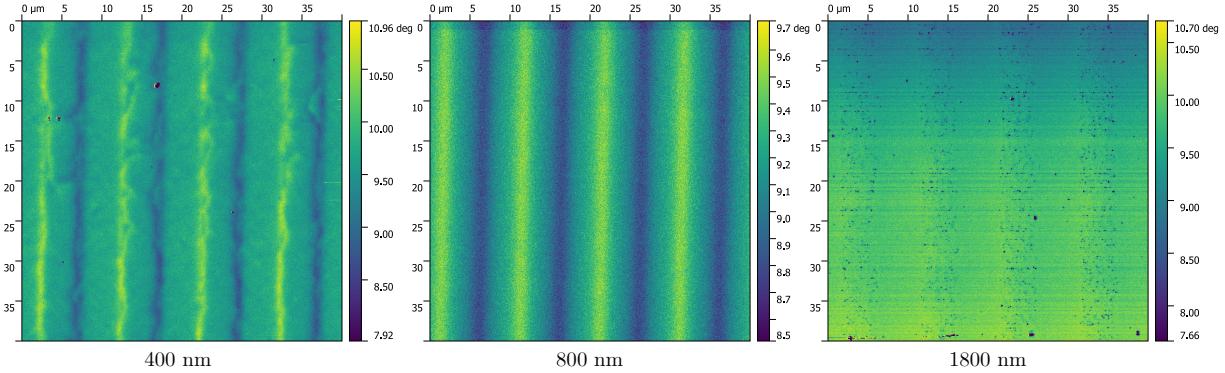


Abbildung 4.11: MFM Phasensignal für eine streifenstrukturiertes EB-System mit einer Schichtdicke von (links) $d_{\text{Si}} = 400 \text{ nm}$, (mitte) $d_{\text{Si}} = 800 \text{ nm}$, (rechts) $d_{\text{Si}} = 1800 \text{ nm}$

Bei Erhöhung der Frequenz verkürzt sich dabei die Plateauzeit der Magnetfeldsequenz, die Anstiegs- bzw. Abfallzeit der Sequenz bleibt dabei konstant. Es zeigt sich, dass sich die Geschwindigkeiten der SPP bei hohen Frequenzen aneinander annähern. Somit lässt sich schließen, dass bei höheren Frequenzen die Geschwindigkeit unabhängig von der Siliziumschichtdicke ist. Die bei hohen Frequenzen gemessenen Partikel, sind Partikel mit einer hohen magnetophoretischen Mobilität, da sich diese im Gegensatz zu den meisten Partikeln noch gerichtet bewegen.

Eine zentrale Schwierigkeit der Auswertung der Videos mittels des Programms *Video Spot Tracker* besteht darin, dass die Markierungen oft die SPPs, aufgrund eines zu geringen Kontrastes zwischen SPP und Substratoberfläche, verlieren und anschließend die Bewegung eines anderen SPPs markieren könnten. Des Weiteren passiert es, dass mehrere Markierungen im Laufe des Videos überlappen. Ziel zukünftiger Arbeiten wird daher die Entwicklung eines Tracking Algorithmus mit verbesserten Möglichkeiten zur Kontrastoptimierung und Erkennung der SPPs sein. Im Rahmen dieser Arbeit wurde für jede Si-Schichtdicke eine neue Probe hergestellt. Es kann bei manchen Proben dazu gekommen sein, dass möglicherweise durch Lackrückstände nach dem IBMP oder den veränderten physikalischen Eigenschaften der Deckschicht nach dem Ionenbeschuss das Wachstum der nachträglich aufgebrachten Si-Schicht beeinflusst wurde. Des Weiteren kann es sein, dass die tatsächlichen Domänenwände nicht immer exakt die gleiche Breite haben, da dies nicht über die MFM Messungen bestimmt werden kann. Außerdem könnte es sein, dass die Verteilung der magnetischen Partialladungen in den Domänenwänden nicht symmetrisch ist.

Die Videos, welche für die Substrate mit einer Schichtdicke von 1200 nm, sowie 1600 nm aufgenommen wurden, konnten nicht quantitativ ausgewertet werden. Ein Streifenmuster

ist bei den Substraten mit der Schichtdicke von 1200 nm in Abbildung 4.12(a) deutlich zu sehen. Dieses hat zur Folge, dass die Markierung im VST den SPP nach dem Transport über die Länge einer Domäne wieder verloren, da der Kontrast der SPPs auf den dunklen Streifen zu gering ist. Ein ähnliches Problem zeigt sich bei den Substraten mit einer Silizium Schichtdicke von 1600 nm. Hier scheint wie in Abbildung 4.12(b) zu sehen, die Oberfläche stark verunreinigt zu sein. Da die Verunreinigung im Kontrast und der Größe der SPPs sehr nahe kommt, ist es nicht möglich die Videos mittels Video Spot Tracker auszuwerten.

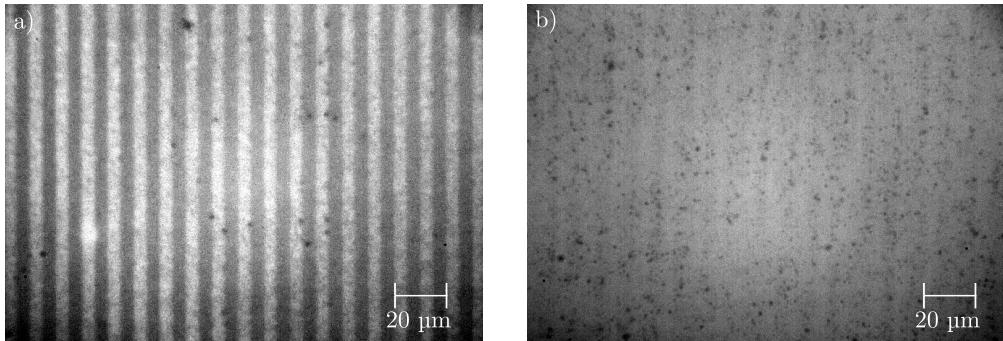


Abbildung 4.12: Lichtmikroskopaufnahmen, der EB-Schichtsysteme mit einer Dicke Siliziumschicht von a) 1200 nm und b) 1600 nm. Auf der linken Seite sind Streifen und auf der rechten Seite Punkte deutlich kontrastreich zu erkennen. Dies hat zur Folge, dass die Auswertung auf Basis der Hell-Dunkel-Kontrastanalyse des VST nicht möglich war.

Bei geringeren Frequenzen ($f = 2,5 \text{ Hz}$ bis $f = 6,25 \text{ Hz}$) ist ein schrittweiser Transport der SPP zu erkennen. Wird die Frequenz erhöht, so werden die Plateaus zwischen den jeweiligen kleinen und großen Transportschritten in denen die SPP über den Domänenwänden verweilen kleiner. Dies hat zur Folge, dass der schrittweise Transport der SPP in einen quasi-kontinuierlichen für Frequenzen ab ($f = 8,33 \text{ Hz}$) übergeht. Weiterhin zeigt es sich, dass einige SPP bei höheren Frequenzen ($f = 12,5 \text{ Hz}$ bis $f = 25 \text{ Hz}$) nicht mehr über die durch die Sequenzanzahl eingestellte Strecke transportiert werden können. Dieses Verhalten der SPP könnte neben der Tatsache, dass die SPPs bis zu verschiedenen Grenzfrequenzen transportiert werden, genutzt werden, um die Partikel nach ihren magnetophoretischen Mobilitäten in einer späteren Anwendung aufzutrennen. Zur Separation der SPPs könnte das externe magnetische Wechselfeld so gewählt werden, dass zunächst eine hohe Frequenz eingestellt wird und diese anschließend schrittweise verringert wird, sodass nach und nach SPP mit immer geringerer magnetophoretischen Mobilität transportiert werden. Es ist zu beobachten, dass bei hohen Frequenzen des Wechselfeldes, einige SPP lediglich um eine Domänenwand oszillieren einige wenige dahingegen noch transportiert werden.

In Abbildung 4.13 wird die Trajektorie der oszillatorischen Bewegung dargestellt. Die Partikel, welche sich oszillatorisch bewegen, werden beim Wechsel der Phasenbeziehung des H_x - und H_z -Feldes über die Breite von zwei Domänen transportiert und führen an-

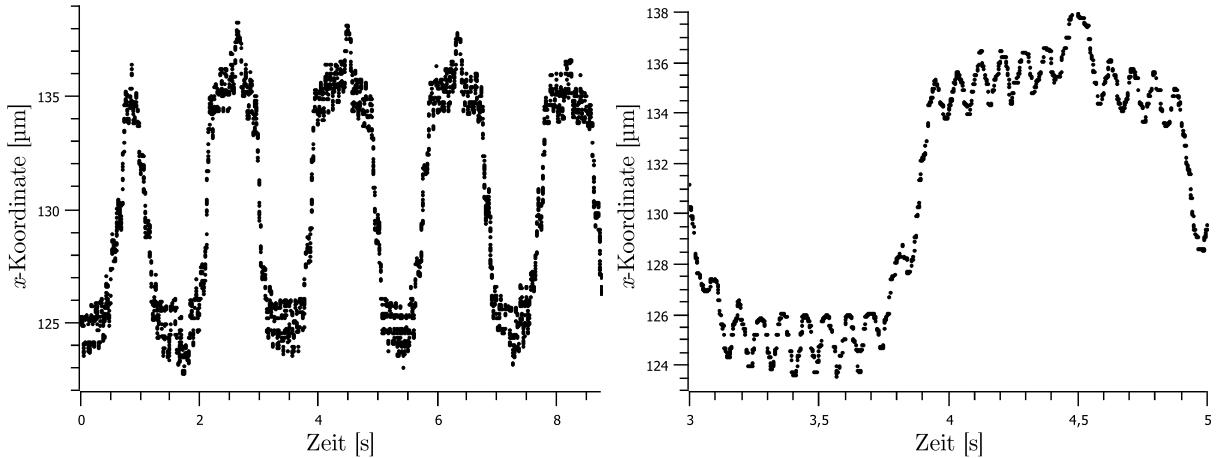


Abbildung 4.13: Trajektorie der oszillatorische Bewegung der SPP um eine Domänenwand. Beim Wechsel der Phasenbeziehung zwischen H_x und H_z werden die SPPs über die Breite von zwei Domänen transportiert. Es

schließend bei der übernächsten Domänenwand ihre oszillatorische Bewegung fort.

Es wurden lediglich aufgrund der zeitintensiven Auswertung maximal zehn der jeweils aufgenommenen Trajektorien der SPP ausgewertet. Im Hinblick auf die Anzahl der zu sehenden Partikel in den Videos kann angenommen werden, dass der tatsächliche Mittelwert der Gleichgewichtsgeschwindigkeit von dem ermittelten Werten in Abbildung 4.10 abweichen könnte, da der Stichprobenumfang im Vergleich zu der Anzahl der gesamten Partikel sehr gering ist. Des Weiteren wurden die Geschwindigkeiten über die Trajektorien mehrerer Partikel gemittelt, sodass die Mittelwertbildung der Geschwindigkeit jeweils über mindestens 50 Transportschritte durchgeführt wurde. Da sich die magnetophoretische Mobilität verschiedener Partikel unterscheiden kann, ist davon auszugehen, dass durch diese Art der Geschwindigkeitsbestimmung der tatsächliche Mittelwert der Geschwindigkeit verfälscht wird. Allerdings kann die Ungenauigkeit der gemittelten Geschwindigkeiten nicht ausschließlich mit der unterschiedlichen magnetophoretischen Eigenschaften verschiedener SPP erklärt werden, da es sich gezeigt hat, dass auch die Geschwindigkeiten der Transportschritte eines einzelnen, stark schwanken können. Die Geschwindigkeit der Transportschritte, welche in Abbildung 4.8 zu sehen sind schwanken beispielsweise in einem Bereich von $v_{\min} = 123,4 \mu\text{m}/\text{s}$ bis $v_{\max} = 203,9 \mu\text{m}/\text{s}$. Diese Schwankung kann auf Fluktuationen im magnetischen Substrat zurückgeführt werden. Demnach ist diese Art der Darstellung der Geschwindigkeit immer nur representativ für das untersuchte SPP Ensemble mit seinen fluktuierenden Eigenschaften. Die Messungenauigkeiten können als eine Superposition aus den Fluktuationen der magnetophoretischen Mobilitäten und den lokalen Fluktuationen des magnetischen Substrats sowie Fluktuationen der elektrostatischen Oberflächenkräfte verstanden werden.

Weiterhin wurde die Verteilung der Gleichgewichtsgeschwindigkeiten für den Transport der SPPs über ein Schichtsystem mit einer Siliziumschichtdicke von 800 nm und einer Frequenz von $f = 4,16$ Hz genauer untersucht. Dabei wurden 50 verschiedene SPPs betrachtet. Die Verteilung der Gleichgewichtsgeschwindigkeiten sind in Abbildung 4.14 dargestellt. Hierbei sind die Geschwindigkeiten nach ihrer Größe aufsteigend angeordnet. Die Messungenauigkeit der Geschwindigkeiten ergibt sich erneut aus der Stichprobenstandardabweichung der Grundgesamtheit. Es ist zu erkennen, dass die ermittelten mittleren Sprunggeschwindigkeiten in einem Bereich von $v = (143,87 \pm 3,74)$ $\mu\text{m}/\text{s}$ bis $v = (227,04 \pm 4,64)$ $\mu\text{m}/\text{s}$ schwanken. Die meisten SPPs haben dabei eine Geschwindigkeit in einem Bereich von $v = (160 - 170)$ $\mu\text{m}/\text{s}$. Bei Erhöhung des Stichprobenumfangs ist eine logarithmische Normalverteilung der Geschwindigkeit zu erwarten.

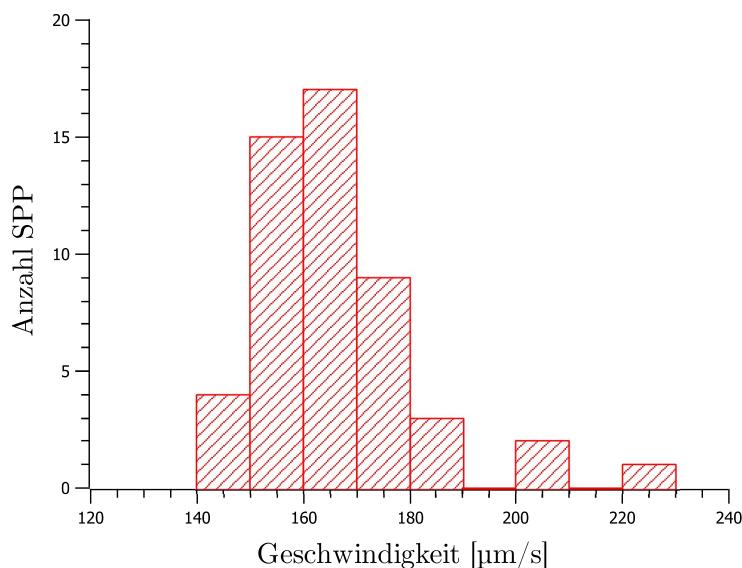


Abbildung 4.14: Verteilung der Gleichgewichtsgeschwindigkeit von Dynabeads MyOne mit $r = 1,05$ μm während des gerichteten Transports über streifenstrukturierten EB-Systemen mit *hh* und *tt*-Domänenkonfiguration.

Ein weiterer Punkt der die große Streuung der einzelnen Geschwindigkeiten erklären lässt, ist, dass teilweise bei sehr schnellen Transportschritten der VST, durch die Zeitauflösung (1000 fps) der Kamera bedingt, zu wenig Daten für den Schritt ermitteln kann. Für einen Schritt einer Länge von ungefähr 5 μm bei einer Geschwindigkeit von $v = 200$ $\mu\text{m}/\text{s}$ ergibt sich beispielsweise eine Transportzeit von $t = 25$ ms. Dies entspricht bei gegebener Zeitauflösung der Kamera 20 frames, wobei weiterhin die Beschleunigungs und Entschleunigungsphase berücksichtigt werden müssen, sodass sich 10 frames ergeben über die, die Geschwindigkeit ermittelt werden kann. Des Weiteren ist zu beobachten, dass des Öfteren ein Transportschritt nicht kontinuierlich wie beispielsweise der Transportschritt, welcher in Abbildung 4.9 zu sehen ist, verläuft, sondern während des Transportschrittes ein kurzes Plateau zu erkennen ist. Ein solcher Transportschritt ist in Abbildung 4.15 abgebildet.

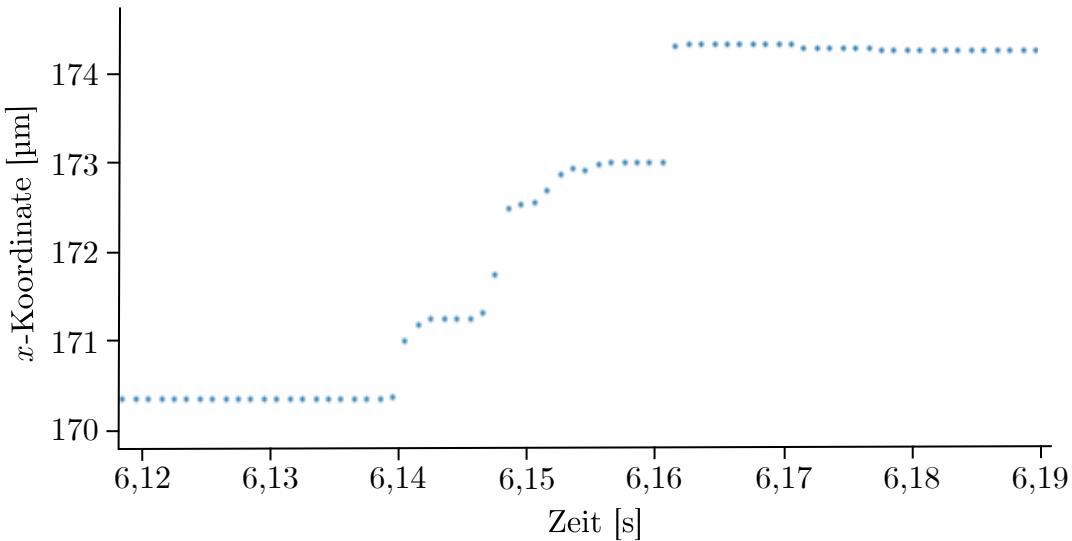


Abbildung 4.15: Transportschritt mit Plateau

Da bei der Auswertung über den gesamten Messbereich eines Transportschrittes gemittelt wird, wird die Steigung des Fits und somit die Geschwindigkeit des Schrittes aufgrund des Plateaus verringert. Es ist nicht auszuschließen, dass es sich bei diesen Plateaus um einen Fehler des VST handelt. Eine Erhöhung des zulässigen Bestimmtheitsmaß der linearen Regression von $R^2 = 0,90$ auf ein Bestimmtheitsmaß von $R^2 = 0,95$ ergab jedoch keine signifikante Veränderung der Geschwindigkeiten.

Die Schwankung der magnetophoretischen Mobilität einer Sorte Matrix-dispergierter SPP ist demnach zu erkennen. Allerdings kann die magnetophoretische Mobilität mit den durchgeführten Experimenten nicht quantitativ ausgewertet werden, da hierzu ebenfalls eine genaue Kenntnis der Gradienten der magnetischen Streufeldlandschaft und letztenendes der Gradienten des resultierenden Magnetfeldes notwendig wären (vgl. Gleichung 2.4.6. bzw. Gleichung 2.4.7). Die herstellungsbedingte Schwankung der magnetophoretischen Mobilität ist auf die Schwankung der Menge und der räumlichen Verteilung des in *Dynabead - MyOne* enthaltene $\gamma - \text{Fe}_2\text{O}_3$ zurückzuführen, da die Schwankung des Durchmessers der SPPs lediglich bei 2 % (vgl. Tabelle 2.1) liegt.

KAPITEL 5

ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK

Ziel dieser Arbeit war es die Anwendbarkeit von ionenbeschossenen magnetisch strukturierten Exchange Bias Dünnschichtsystemen für die Fraktionierung bzw. zur Bestimmung der magnetophoretischen Mobilität superparamagnetischer Partikel zu untersuchen. Hierzu wurden zunächst EB-Systeme mit einer periodischen magnetischen Streifenstruktur, mit einer hh/tt *in-plane* Domänenkonfiguration bezüglich der remanenten Magnetisierungsrichtung, hergestellt. Auf diese wurde nach der magnetischen Strukturierung eine zusätzliche Si-Deckschicht als Abstandshalter zwischen SPP und EB-Streifendomänenstruktur abgeschieden. Die Reproduzierbarkeit der magnetischen Eigenschaften dieser EB-System wurde mittels longitudinaler MOKE-Magnetometrie, wobei die Fluktuationen der EB- bzw. Koerzitivfelder betrachtet wurden, untersucht. Es konnte gezeigt werden, dass die magnetischen Eigenschaften vergleichsweise nach dem IBMP stark schwanken. Hierbei sind die Schwankungen auf lokale Inhomogenitäten der Lackstruktur zurückzuführen. Des Weiteren zeigt sich, dass die Fluktuation von H_{EB} im Vergleich zu den Schwankungen von H_C geringfügig sind. Die Abweichungen des Koerzitivfelds sind hierbei ebenfalls in der Winkelabhängigkeit der Koerzitivität begründet.

Des Weiteren wurde die Langreichweiteitigkeit der magnetischen Streufeldlandschaft bzw. die Projektion der magnetischen Partialladungen an die Siliziumoberfläche untersucht. Hierbei konnte gezeigt werden, dass das MFM-Signal bei zunehmender Si-Schichtdicke in dem betrachteten Bereich von $d_{Si} = 200$ nm bis $d_{Si} = 2000$ nm schwächer bzw. lateral verbreitert wird. Demnach ließe sich auf eine Abnahme der Magnetfeldstärke der magnetischen Streufeldlandschaft mit zunehmender Si-Schichtdicke schließen. Ein weiterer Aspekt dieser Arbeit war die Analyse der Oberflächenrauigkeiten der Proben vor und nach dem Abscheiden der Si-Deckschicht. Dabei wurde deutlich, dass bereits vor der Abscheidung des Siliziums eine signifikante Rauigkeit der Oberflächen der Proben vorlag. Diese nahm weitestgehend nach der Si-Abscheidung zu. Bezuglich der Oberflächenrauigkeit sind somit

Arbeiten zur Prozessoptimierung erforderlich, sodass die Zunahme der Oberflächenrauigkeit durch die Abscheidung des Siliziums minimiert wird.

Weiterhin konnte gezeigt werden, dass die Geschwindigkeit der SPPs während des gerichteten Transports oberhalb magnetisch streifenstrukturierter EB-Systeme abhängig von der Größe der Si-Deckschicht ist. Mit steigender Si-Deckschichtdicke kam es zu einer Abnahme der Gleichgewichtsgeschwindigkeit der SPPs. Fluktuationen der Geschwindigkeiten einzelner Transportschritte eines einzelner SPPs konnten beobachtet werden. Hierbei beruhen diese auf lokale Fluktuationen der magnetischen Eigenschaften und somit des Gradienten der magnetischen Streufeldlandschaft. Weiterhin sind die unterschiedlichen Geschwindigkeiten der Transportschritte auf lokale Unebenheiten der Oberfläche, welche wiederum zu lokalen Veränderungen der elektrostatischen Kräften führen, zurückzuführen. Im letzten Teil dieser Arbeit wurde die Verteilung der magnetophoretischen Mobilität investigiert. Eine Verteilung, die einer logarithmischen Normalverteilung ähnelt, konnte dabei beobachtet werden. Die Verteilung hat dabei ein Maximum bei einer Geschwindigkeit von $v = (160 - 170) \mu\text{m}/\text{s}$ und erstreckt sich in einem Bereich von $v = (140) \mu\text{m}/\text{s}$ bis $v = (230) \mu\text{m}/\text{s}$. Demnach befinden sich in der Charge der kommerziell erhältlichen matrix-dispergierten SPPs, Partikel mit unterschiedlichen magnetophoretischen Eigenschaften. Allerdings konnte die magnetophoretische Mobilität der SPPs nicht quantitativ bestimmt werden, da hierfür die genaue Kenntnis der Magnetfeldgradienten vonnöten wäre. Die Verteilung der magnetophoretischen Mobilität ist dabei auf die herstellungsbedingte Größenverteilung sowie der räumlichen Verteilung bzw. der Menge des superparamagnetischen Materials innerhalb des SPPs zurückzuführen. Für eine diagnostische Anwendung der SPPs sei folglich eine Separation der SPPs nach ihren magnetophoretischen Eigenschaften notwendig.

Zur Bestimmung der magnetophoretischen Mobilität superparamagnetischer Partikel sowie zur Fraktionierung kommerzieller SPP-Dispersionen nach den magnetophoretischen Eigenschaften werden zurzeit in der AG EHRESMANN im Rahmen des LOEWE-Projekts *Purify-Mag* zwei Prototypen, die diese Aufgaben erfüllen sollen, entwickelt. Bei dem zu entwickelnden Prototypen zur Bestimmung der magnetophoretischen Mobilität wird ein externes Magnetfeld durch zwei Elektromagnete erzeugt. Der Gradient des Magnetfeldes kann mittels 3D-Magnetfeldmessungen bestimmt werden, sodass aufgrund der genauen Kenntnis des Magnetfeldgradienten aus der Geschwindigkeit der SPPs die magnetophoretische Mobilität quantitativ analysiert werden kann. Der schematische Aufbau dieses Prototyps wird in Abbildung 5.1 (links) abgebildet. Für die Analyse der Bewegung der SPPs wird hierbei ein Videoanalyse-Programm benötigt, welches auch für geringere Hell-Dunkel Kontraste, eine große Anzahl an SPPs erfassen und deren Trajektorie speichern kann. Die

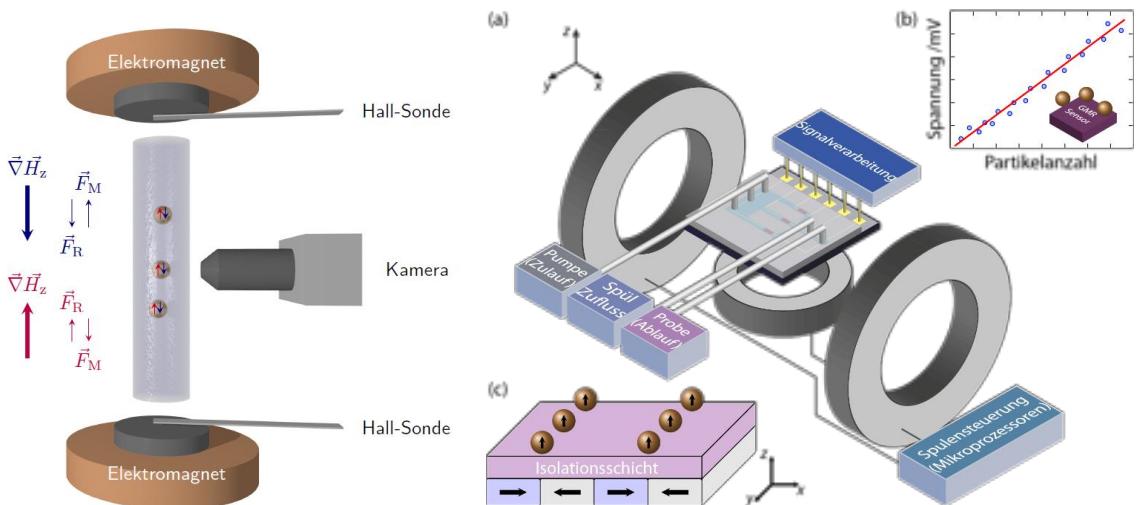


Abbildung 5.1: Skizzen der im Rahmen des LOEWE-Projekts geplanten Prototypen. (links) magnetophoretischer Mobilitäts Bestimmer, (rechts) SPP-Fraktionierer. [Hol17]

Entwicklung eines solchen Programms wird daher Inhalt zukünftiger Arbeiten sein.

Der zweite Prototyp des Projekts *Purify Mag*, dessen Aufbau in Abbildung 5.1 skizziert wird, soll die Fraktionierung der SPPs nach ihren magnetophoretischen Eigenschaften gewährleisten. Hierbei soll des Weiteren die Partikelkonzentration der jeweiligen Partikelfraktionen genau bestimmt werden. Zur Realisierung dessen, sollen in das EB-System magnetoresistive Sensorelemente integriert werden. Die Integrierbarkeit dieser Sensorelemente in das EB-System müsse daher im Weiteren näher untersucht werden.

Die Tatsache, dass sich die verwendeten EB-Systeme nach den Experimenten problemlos reinigen ließen, sodass auf der Probenoberfläche nahezu keine rückständigen SPPs zu beobachten waren, lässt sie für die Anwendung in Biosensoren attraktiv erscheinen. Es wären weitere Untersuchungen zur Beständigkeit unter Aussetzung von Ultraschall sowie von erhöhter Temperatur nötig, um die Reinigung der Dünnschichtsysteme für die Anwendung zu optimieren. Des Weiteren müsse die Wiederverwendbarkeit der verwendeten streifenstrukturierten EB-Systeme mit einer Si-Deckschicht über einen längeren Zeitraum analysiert werden. Über die Untersuchung der Topographie der Si-Oberfläche der Proben könnte, nach mehreren Transportexperimenten über einen längeren Zeitraum, beurteilt werden, ob und in welchem Maße sich die Siliziumdeckschicht nach den Experimenten verändert hat. Eine Veränderung der Si-Oberfläche hätte einen Einfluss auf die elektrostatischen Kräfte und würden somit den Transport der SPP beeinflussen.

KAPITEL 6

ANHANG

Tabelle 6.1: (links) Anzahl der Messlinien über die das Linienprofil des MFM-Phasensignals für die jeweiligen Proben mit den entsprechenden Si-Schichtdicken. (rechts) Übersicht der Frequenzen bzw. Zeiten der viertel Periode der Sequenz des äußeren Magnetfelds, für welch der Transport superparamagnetischer Partikel untersucht wurde.

d_{Si} [nm]	Messlinien	$T/4$ [s]	f [Hz]
200	80	0,1	2,5
400	128	0,09	2,78
600	128	0,08	3,13
800	128	0,07	3,57
1000	60	0,06	4,17
1200	28	0,05	5
1400	86	0,04	6,25
1600	128	0,03	8,33
1800	5	0,02	12,5
2000	40	0,01	25

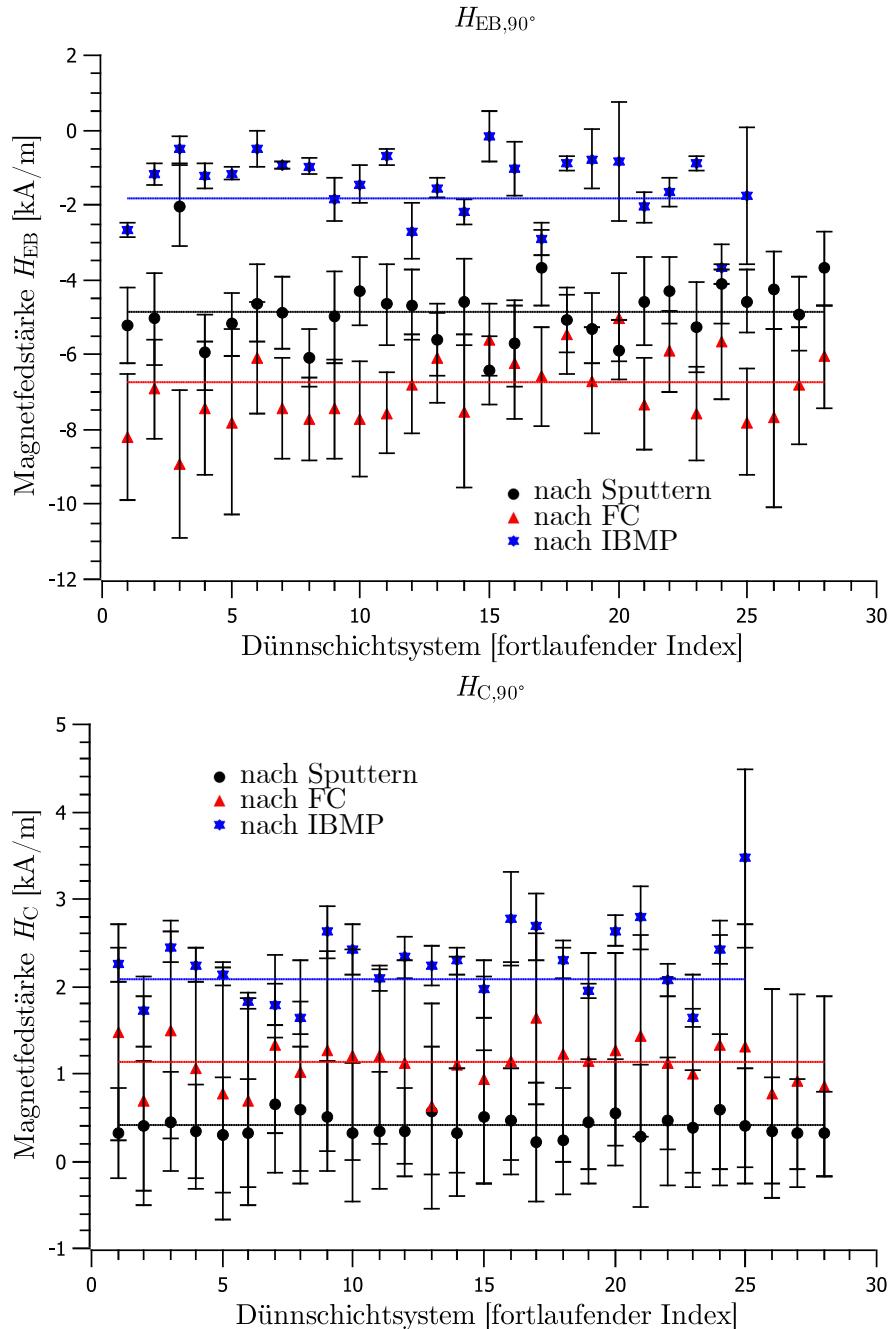


Abbildung 6.1: Mittels L-MOKE ermittelten Werte für H_{EB} (oben) und H_C (unten) der EB-Dünnschichtsysteme nach den einzelnen Bearbeitungsschritten (Sputtern, Feldkühlprozess, IBMP). Die Richtung des externen Magnetfeldes des L-MOKE H_{L-MOKE} ist senkrecht zu H_{EB} orientiert: $\alpha(H_{EB}, H_{L-MOKE}) = 90^\circ$. Die waagrechten Linien stellen jeweils den gewichteten Mittelwert \bar{H}_{EB} bzw. \bar{H}_C dar. Die einzelnen Werte wurden jeweils über eine 9-Punkt-Messung gemittelt.

Tabelle 6.2: Prozentuale Abweichung der jeweiligen H_{EB} und H_C nach den einzelnen Prozessschritten von dem jeweiligen gewichteten Mittelwert \bar{H}_i , welche in Abbildung 4.1 dargestellt sind. Alle Angaben in Prozent [%]

	$\Delta H_{EB,Sp}$	$\Delta H_{EB,FC}$	$\Delta H_{EB,IB,li}$	$\Delta H_{EB,IB,re}$	$\Delta H_{C,Sp}$	$\Delta H_{C,FC}$	$\Delta H_{C,IB,li}$	$\Delta H_{C,IB,re}$
1	12.0	17.2	13.9	39.0	1.8	54.5	112.0	31.4
2	4.0	10.7	9.2	61.0	2.2	23.6	5.0	8.8
3	10.0	5.0	6.4	19.4	4.5	18.0	80.9	37.8
4	2.6	2.6	6.7	1.1	1.0	47.2	102.0	11.1
5	0.3	0.8	7.9	36.1	4.7	10.2	61.1	4.1
6	3.2	4.0	1.8	6.7	9.2	27.9	5.7	7.5
7	0.7	1.0	3.2	19.3	1.8	34.8	18.5	24.0
8	6.3	6.8	3.5	18.3	15.2	13.6	12.6	18.7
9	2.9	1.7	9.6	9.2	4.9	30.6	23.2	36.0
10	0.7	2.2	3.6	7.1	2.3	14.7	25.7	32.1
11	1.2	1.5	6.9	21.0	1.5	7.5	41.8	3.1
12	5.5	4.3	1.7	31.1	6.5	10.1	78.8	26.7
13	1.5	5.2	6.4	13.3	3.9	25.8	93.3	3.1
14	2.2	0.2	1.3	11.8	5.7	11.9	62.0	30.1
15	1.0	3.8	2.5	8.3	0.9	19.6	2.6	1.2
16	1.2	3.0	2.5	2.2	2.4	3.1	76.4	42.4
17	1.3	3.9	8.3	30.4	8.4	28.7	60.3	41.1
18	7.6	11.5	10.4	8.0	6.3	5.0	30.1	22.7
19	0.7	1.0	3.3	4.1	2.5	10.8	40.5	14.9
20	4.2	0.3	2.9	19.9	13.9	15.4	56.4	28.9
21	4.7	1.6	6.9	20.5	7.8	25.1	143.1	36.4
22	2.9	3.6	0.1	4.9	0.8	3.3	28.3	31.1
23	5.2	2.5	7.6	6.1	7.7	20.7	20.1	20.8
24	5.8	9.8	3.6	31.5	9.0	1.1	87.3	17.9
25	1.3	5.7	8.4	44.7	5.6	52.7	132.7	69.1
26	4.5	4.3			1.5	23.4		
27	3.7	3.5			10.0	2.9		
28	1.1	5.0			13.5	34.7		

LITERATURVERZEICHNIS

- [AHF15] Ahrend, F., D. Holzinger, M. Fohler, S. Pofahl, U. Wolff, M. Dekieviet, R. Schaefer und A. Ehresmann. *Stray fields above artificial magnetic in-plane domains*. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 381, 292 (2015).
- [AVFK08] Aley, N. P., G. Vallejo-Fernandez, R. Kroeger, B. Lafferty, J. Agnew, Y. Lu und K. O'Grady. *Texture effects in IrMn/CoFe exchange bias systems*. IEEE Transactions on Magnetics, 44(11 PART 2), 2820 (2008).
- [BGK03] Butt, H.-J., K. Graf und M. Kappl. *Physics and Chemistry of Interfaces* (2003). URL <http://doi.wiley.com/10.1002/3527602313>.
- [BS05] Bergmann und Schäfer. *Lehrbuch der Experimentalphysik Band 6 Festkörper*. Walter de Gruyter, 2. auflage Auflage (2005).
- [BSD14] Basaran, A. C., T. Saerbeck, J. De La Venta, H. Huckfeldt, A. Ehresmann und I. K. Schuller. *Exchange bias: The antiferromagnetic bulk matters*. Applied Physics Letters, 105(7) (2014).
- [DDH12] Donolato, M., B. T. Dalslet und M. F. Hansen. *Microstripes for transport and separation of magnetic particles*. Biomicrofluidics, 6(2) (2012).
- [Dem13] Demtröder, W. *Experimentalphysik 2*. Springer-Lehrbuch, 7. auflage Auflage (2013). URL <http://link.springer.com/10.1007/978-3-642-29944-5>.
- [EEW06] Ehresmann, A., D. Engel, T. Weis, A. Schindler, D. Junk, J. Schmalhorst, V. Höink, M. D. Sacher und G. Reiss. *Fundamentals for magnetic patterning by ion bombardment of exchange bias layer systems*. Physica Status Solidi (B) Basic Research, 243(1), 29 (2006).
- [EJE05] Ehresmann, A., D. Junk, D. Engel, A. Paetzold und K. Röll. *On the origin of ion bombardment induced exchange bias modifications in polycrystalline layers*. Journal of Physics D: Applied Physics, 38(6), 801 (2005).

- [EKh15] Ehresmann, A., I. Koch und D. Holzinger. *Manipulation of superparamagnetic beads on patterned exchange-bias layer systems for biosensing applications.* Sensors (Switzerland), 15(11), 28854 (2015).
- [ESW11] Ehresmann, A., C. Schmidt, T. Weis und D. Engel. *Thermal exchange bias field drift in field cooled Mn₈₃Ir₁₇ / Co₇₀ Fe₃₀ thin films after 10 keV He ion bombardment.* Journal of Applied Physics, 109(2) (2011).
- [FC72] Fulcomer, E. und S. H. Charap. *Thermal fluctuation aftereffect model for some systems with ferromagnetic-antiferromagnetic coupling.* Journal of Applied Physics, 43(10), 4190 (1972).
- [FJM05] Fonnum, G., C. Johansson, A. Molteberg, S. Mørup und E. Aksnes. *Characterisation of Dynabeads® by magnetization measurements and Mössbauer spectroscopy.* Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 293(1), 41 (2005).
- [Gau17] Gaul, A. M. *Erzeugung remanent stabiler Domänenmuster in austauschverschobenen Dünnschichtsystemen mittels Heliumionenmikroskopie Dissertation.* (September) (2017).
- [HLS05] Häfeli, U. O., M. A. Lobedann, J. Steingroewer, L. R. Moore und J. Riffle. *Optical method for measurement of magnetophoretic mobility of individual magnetic microspheres in defined magnetic field.* Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 293(1), 224 (2005).
- [HMT08] Hornyak, G., J. Moore, H. Tibbals und J. Dutta. *Fundamentals of Nanotechnology.* CRC Press (2008). URL <https://books.google.de/books?id=mf7KBQAAQBAJ>.
- [Hol15] Holzinger, D. *Diss: Transport magnetischer Partikel durch maßgeschneiderte magnetische Feldlandschaften zur Anwendung in mikrofluidischen Mischprozessen.* (August 2015), 209 (2015). URL <https://kobra.bibliothek.uni-kassel.de/handle/urn:nbn:de:hebis:34-2016032150052>.
- [Hol17] Holzinger. *PurifyMag – Veredelung von Dispersionen magnetischer Partikel durch magnetophoretische Separation LOEWE-Antrag* (2017).
- [HRT97] Hubert, A., W. Rave und S. L. Tomlinson. *Imaging Magnetic Charges with Magnetic Force Microscopy.* Physica Status Solidi (B), 204(2), 817 (1997). URL [http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/1521-3951\(199712\)204:2%3C817%3E3.0.CO;2-D/abstract](http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/1521-3951(199712)204:2%3C817%3E3.0.CO;2-D/abstract)

1521-3951(199712)204:2;3-C817::AID-PSSB8173E3.0.CO;2-D/
asset/817{_}ftp.pdf?v=1{&}t=hn1veyc1{&}s=da21b452f6.

- [HS98] Hubert Alex und R. Schäfer. *Magnetic Domains*, Volume 40 (1998).
- [Huc18] Huckfeldt, H. *Strukturelle und magnetische Veränderungen in Schichtsystemen mit Grenzflächenaustauschkopplung nach dem Beschuss mit keV-Heliumionen* (2018).
- [HZK13] Holzinger, D., N. Zingsem, I. Koch, A. Gaul, M. Fohler, C. Schmidt und A. Ehresmann. *Tailored domain wall charges by individually set in-plane magnetic domains for magnetic field landscape design*. Journal of Applied Physics, 114(1) (2013).
- [KL63] Kneller, E. F. und F. E. Luborsky. *Particle size dependence of coercivity and remanence of single-domain particles*. Journal of Applied Physics, 34(3), 656 (1963).
- [Koc13] Koch, I. *Grundlagen und Anwendungen zum domänenwandgetriebenen Transport magnetischer Partikel* (2013).
- [MB57] Meiklejohn, W. H. und C. P. Bean. *New magnetic anisotropy*. Physical Review, 105(3), 904 (1957).
- [MMW04] Moore, L. R., S. Milliron, P. S. Williams, J. J. Chalmers, S. Margel und M. Zborowski. *Control of magnetophoretic mobility by susceptibility-modified solutions as evaluated by cell tracking velocimetry and continuous magnetic sorting*. Analytical Chemistry, 76(14), 3899 (2004).
- [MPMCZ16] Martinez-Pedrero, F., H. Massana-Cid, T. Ziegler, T. H. Johansen, A. V. Straube und P. Tierno. *Bidirectional particle transport and size selective sorting of Brownian particles in a flashing spatially periodic energy landscape*. Phys. Chem. Chem. Phys., 18(38), 26353 (2016). URL <http://xlink.rsc.org/?DOI=C6CP05599K>.
- [Müg16] Müglich, N. D. *Exchange-Bias-D \ddot{u} nnschichtsysteme: Charakterisierung, Modellierung und Anwendung* (2016).
- [OFOVF10] O'Grady, K., L. E. Fernandez-Outon und G. Vallejo-Fernandez. *A new paradigm for exchange bias in polycrystalline thin films*. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 322(8), 883 (2010). URL <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmmm.2009.12.011>.

- [PCJ03] Pankhurst, J. Connolly, S. K. Jones, D. J, Q. A. P. Dobson, J. Connolly, S. K. Jones, J, Q. A. Pankhurst, J. Connolly, J. S. K. und J. Dobson. *Applications of magnetic nanoparticles in biomedicine*. Journal of Physics D: Applied Physics, 36(13), 167 (2003). URL <http://stacks.iop.org/0022-3727/36/i=13/a=201>.
- [Thea] Thermofisher. *Dynabeads MyOne Carboxylic Acid*. URL <https://www.thermofisher.com/de/de/home/references/protocols/proteins-expression-isolation-and-analysis/protein-isolation-protocol/dynabeads-myone-carboxylic-acid.html>.
- [Theb] Thermofisher. *Dynabeads MyOne Carboxylic Acid*. URL <http://www.thermofisher.com/order/catalog/product/65011>.
- [Thec] Thermofisher. *Technisches Datenblatt zu Dynabeads® MyOne™ Carboxylic Acid*.
- [TM07] Tipler, P. A. und G. Mosca. *Physik: für Wissenschaftler und Ingenieure* (2007).
- [WGM15] Wise, N., D. T. Grob, K. Morten, I. Thompson und S. Sheard. *Magneto-phoretic velocities of superparamagnetic particles, agglomerates and complexes*. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 384, 328 (2015). URL <http://dx.doi.org/10.1016/j.jmmm.2015.02.031>.
- [WKE08] Weis, T., I. Krug, D. Engel, A. Ehresmann, V. Höink, J. Schmalhorst und G. Reiss. *Characterization of magnetic force microscopy probe tip remagnetization for measurements in external in-plane magnetic fields*. Journal of Applied Physics, 104(12) (2008).
- [WSFX05] Wirix-Speetjens, R., W. Fyen, K. Xu, J. De Boeck und G. Borghs. *A force study of on-chip magnetic particle transport based on tapered conductors*. IEEE Transactions on Magnetics, 41(10), 4128 (2005).
- [WWY15] Wu, W., Z. Wu, T. Yu, C. Jiang und W. S. Kim. *Recent progress on magnetic iron oxide nanoparticles: Synthesis, surface functional strategies and biomedical applications*. Science and Technology of Advanced Materials, 16(2), 23501 (2015). URL <http://dx.doi.org/10.1088/1468-6996/16/2/023501>.
- [XW99] Xi, H. und R. M. White. *Angular dependence of exchange anisotropy in Ni₈₁Fe₁₉/CrMnPt_x bilayers*. Journal of Applied Physics, 86(9), 5169

- (1999). URL <http://scitation.aip.org/content/aip/journal/jap/86/9/10.1063/1.371495>.
- [ZAV17] Zingsem, N., F. Ahrend, S. Vock, D. Gottlob, I. Krug, H. Doganay, D. Holzinger, V. Neu und A. Ehresmann. *Magnetic charge distribution and stray field landscape of asymmetric néel walls in a magnetically patterned exchange bias layer system*. Journal of Physics D: Applied Physics, 50(49) (2017).
- [ZBT16] Zhou, C., E. D. Boland, P. W. Todd und T. R. Hanley. *Magnetic particle characterization—magnetophoretic mobility and particle size*. Cytometry Part A, 89(6), 585 (2016).
- [ZCL14] Zhu, T., R. Cheng, Y. Liu, J. He und L. Mao. *Combining positive and negative magnetophoreses to separate particles of different magnetic properties*. Microfluidics and Nanofluidics, 17(6), 973 (2014).
- [ZMZ05] Zhang, H., L. R. Moore, M. Zborowski, P. S. Williams, S. Margel und J. J. Chalmers. *Establishment and implications of a characterization method for magnetic nanoparticle using cell tracking velocimetry and magnetic susceptibility modified solutions*. The Analyst, 130(4), 514 (2005). URL <http://xlink.rsc.org/?DOI=b412723d>.

DANKSAGUNG

Abschließend möchte ich in diesem Teil meiner Bachelorarbeit allen danken, die mich beim Erstellen dieser Arbeit in jeglicher Weise unterstützt haben. Mein Dank geht dabei zunächst an Herrn PROF. DR. ARNO EHRESMANN zur Aufnahme in die Arbeitsgruppe und Bereitstellung eines interessanten Themas, dessen Forschung mir viel Spaß bereitet hat, sowie an Herrn PROF. DR. THOMAS GIESEN für die Übernahme des Zweitgutachtens.

Ein großer Dank geht hierbei an meinen Betreuer DR. DENNIS HOLZINGER, welcher immer Zeit für Probleme und Fragen, die während meiner Arbeit aufgetreten sind, hatte und immer eine passende Lösung parat hatte.

Des Weiteren danke ich der gesamten AG EHRESMANN für die gute Arbeitsatmosphäre und die schöne Zeit, die wir gemeinsam am Edersee, während der täglichen Kickerrunden und im Arbeitsalltag miteinander verbringen konnten.

Weiterhin möchte ich mich bei meinen Bürokollegen RICO HUHNSTOCK, SEBASTIAN HESS, JENDRIK GÖRDES sowie meinem Leidensgenossen MAXIMILIAN MERKEL bedanken. Mit euch hat das Arbeiten wirklich Spaß gemacht. Ich bin euch dankbar für die vielen fachlichen Diskussionen sowie den vielen nicht-fachlichen Gesprächen, welche oftmals in ausgiebigen Youtube-Exkursionen geendet sind.

Ebenso möchte ich DANA BLOSS und DAVID BISCHOF für die Programmierung des Programms *Hugo*, ohne dessen die Auswertung meiner Experimente wesentlich zeitintensiver gewesen wäre, danken.

Insbesonders möchte ich meinen Eltern VALENTINA und WALDEMAR sowie meiner Schwester LIANA für eure Unterstützung jeglicher Art während des Studiums danken. Ohne das leckere Essen, dass ich meistens nach dem Wochenende mit nach Kassel genom-

men habe, wär mir das Studium wahrscheinlich schwerer gefallen. Ich danke euch für euer Verständnis, dass ich zum Ende des Studiums sehr wenig Zeit für euch hatte.

Ein besonderer Dank geht an meine Freundin ALINA LITZENBAUER, für deine Liebe und dein Verständnis, dass ich in den letzten Wochen kaum Zeit für dich hatte, sowie, dass du immer die passenden Worte gefunden hast, sodass ich wenn ich mal demotiviert war, motiviert weiterarbeiten konnte.

EIGENSTÄNDIGKEITSERKLÄRUNG

Hiermit bestätige ich, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig verfasst und keine anderen als die angegebenen Hilfsmittel benutzt habe. Die Stellen der Arbeit, die dem Wortlaut oder dem Sinn nach anderen Werken (dazu zählen auch Internetquellen) entnommen sind, wurden unter Angabe der Quelle kenntlich gemacht.

Ort, Datum

Unterschrift