

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA MARIA
CENTRO DE CIÊNCIAS NATURAIS E EXATAS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM FÍSICA**

**EXCHANGE BIAS EM MULTICAMADAS DE
NiFe/IrMn/Ta: UM ESTUDO ATRAVÉS DA
MAGNETORRESISTÊNCIA ANISOTRÓPICA**

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

Junara Villanova de Siqueira

Santa Maria, RS, Brasil

2015

**EXCHANGE BIAS EM MULTICAMADAS DE NiFe/IrMn/Ta:
UM ESTUDO ATRAVÉS DA MAGNETORRESISTÊNCIA
ANISOTRÓPICA**

Junara Villanova de Siqueira

Dissertação apresentada ao Curso de Mestrado do Programa de Pós-Graduação em Física, Área de Concentração em Física da Matéria Condensada, da Universidade Federal de Santa Maria (UFSM, RS), como requisito parcial para obtenção do grau de
Mestre em Física

Orientador: Prof^o. Dr. Marcos André Carara

Santa Maria, RS, Brasil

2015

Ficha catalográfica elaborada através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Central da UFSM, com os dados fornecidos pelo(a) autor(a).

Villanova de Siqueira, Junara
Exchange Bias em Multicamadas de NiFe/IrMn/Ta: Um
Estudo Através da Magnetorresistência Anisotrópica /
Junara Villanova de Siqueira.-2015.
80 p.; 30cm

Orientador: Marcos André Carara
Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa
Maria, Centro de Ciências Naturais e Exatas, Programa de
Pós-Graduação em Física, RS, 2015

1. Magnetorresistência Anisotrópica, Exchange Bias,
Anisotropia I. Carara, Marcos André II. Título.

© 2015

Todos os direitos autorais reservados a Junara Villanova de Siqueira. A reprodução de partes ou do todo deste trabalho só poderá ser feita mediante a citação da fonte.

E-mail: junarasiqueira@yahoo.com.br

**Universidade Federal de Santa Maria
Centro de Ciências Naturais e Exatas
Programa de Pós-Graduação em Física**

A Comissão Examinadora, abaixo assinada,
aprova a Dissertação de Mestrado

**EXCHANGE BIAS EM MULTICAMADAS DE NiFe/IrMn/Ta: UM
ESTUDO ATRAVÉS DA MAGNETORRESISTÊNCIA ANISOTRÓPICA**

elaborada por
Junara Villanova de Siqueira

como requisito parcial para obtenção do grau de
Mestre em Física

COMISSÃO EXAMINADORA:

Marcos André Carara, Dr.
(Presidente/Orientador)

Kelly Daiane Sossmeier, Dr. (UNILA)

Eleonir João Calegari, Dr. (UFSM)

Santa Maria, 07 de Agosto de 2015.

A Deus, meus pais e irmã!

AGRADECIMENTOS

Agradeço a todas aquelas pessoas que de uma forma ou de outra contribuíram durante essa caminhada. Peço desculpas se alguém não for lembrado.

Começo agradecendo a Deus, por ter me dado forças e por não ter me deixado sozinha em nenhum momento.

Ao professor Marcos Carara, pela orientação, confiança, ensinamentos acadêmicos, dedicação, amizade e, principalmente por sua enorme paciência.

Aos demais professores do LMMM, Luiz F. Schelp, Lúcio S. Dorneles e Ricardo Barreto, por suas contribuições em minha formação.

Ao professor Antônio Marcos (Teco) pela preparação das amostras.

Aos colegas e amigos do LMMM, Callega, Diego, Dieivase, Julia, Wagner, Luciane, Manoela, Tássia, Rafael (II). Agradeço em especial a Paula e o Oreci pelo auxílio na parte experimental e pelas longas discussões acadêmicas.

Aos ex-integrantes do LMMM, Mori, Rafael, Evgeni, Fábio. Em especial ao Josué, que sempre estava pronto para responder minhas perguntas.

Ao PPGFIS da UFSM, especialmente à Saionara, por seu empenho e disponibilidade em ajudar.

Às minhas amigas Deise, Franciele, Margaret por me fazerem companhia e estarem sempre me apoiando em todos os momentos.

Ao meu grande amigo Gustavo, que sempre esteve ao meu lado dando força e motivação nos momentos difíceis.

A minha irmã (Gabriela) e ao meu cunhado (Lúcio), pelo apoio, cumplicidade, conversas regadas de muitas risadas.

Por fim, agradeço ao meus pais (Eroni e Miria), que sempre foram referência de caráter e fonte de estímulo em minha vida. Obrigada por sempre me incentivar a estudar e aproveitar todas as oportunidades.

*“ Veja!
Não diga que a canção
Está perdida
Tenha fé em Deus
Tenha fé na vida
Tente outra vez! ”*
— RAUL SEIXAS

RESUMO

Dissertação de Mestrado
Programa de Pós-Graduação em Física
Universidade Federal de Santa Maria

EXCHANGE BIAS EM MULTICAMADAS DE NiFe/IrMn/Ta: UM ESTUDO ATRAVÉS DA MAGNETORRESISTÊNCIA ANISOTRÓPICA

AUTORA: JUNARA VILLANOVA DE SIQUEIRA

ORIENTADOR: MARCOS ANDRÉ CARARA

Local da Defesa e Data: Santa Maria, 07 de Agosto de 2015.

Neste trabalho, o estudo da interação de troca entre as camadas ferromagnética (NiFe) e antiferromagnética (IrMn) em multicamadas foi realizado através da caracterização estrutural, magnética e de transporte elétrico. Foram crescidos filmes de NiFe/IrMn/Ta com diferentes números de repetições dessa estrutura básica com o objetivo de avaliar as possíveis modificações nas anisotropias apresentadas pelas amostras. Foi implantado no Laboratório de Magnetismo e Materiais Magnéticos (LMMM) um sistema para medidas de Magnetorresistência Anisotrópica (AMR) em função do ângulo de aplicação do campo. A AMR consiste na variação da resistência elétrica e a magnetização do material e, portanto, sensível as modificações de anisotropia nas amostras. É apresentado um modelo simples para calcular as curvas de AMR em função do ângulo do campo e, na comparação com as curvas experimentais obter os parâmetros magnéticos que descrevem o sistema. No modelo, a direção de equilíbrio da magnetização é obtida a partir da minimização da energia livre magnética, que por sua vez é dada pela soma da energia Zeeman, uniaxial, unidirecional e magnetostática. As curvas de AMR apresentam uma assimetria em torno de 180 graus quando medidas em valores de campo menores que o campo de Bias. De acordo com os ajustes, foi verificado que esta assimetria pode ser causada tanto por um desalinhamento entre os eixos de anisotropias (uniaxial ou unidirecional) como por um desalinhamento entre o eixo da corrente de medição e o eixo de fácil magnetização da amostra. Não foi observado, conforme esperado, um aumento expressivo na dispersão da anisotropia uniaxial com o aumento do número de repetições das tricamadas. O mesmo ocorrendo com os valores dos campos de Bias e coercivo.

Palavras-chave: Magnetorresistência anisotrópica. Exchange Bias. Anisotropia.

ABSTRACT

Master's Dissertation
Programa de Pós-Graduação em Física
Universidade Federal de Santa Maria

EXCHANGE BIAS IN NiFe/IrMn/Ta MULTILAYERS: A STUDY THROUGH ANISOTROPIC MAGNETORESISTANCE

AUTHOR: JUNARA VILLANOVA DE SIQUEIRA

ADVISOR: MARCOS ANDRÉ CARARA

Defense Place and Date: Santa Maria, August 07th, 2015.

In this work a study of the exchange interaction between ferromagnetic (NiFe) and antiferromagnetic (IrMn) layers was done through structural, magnetic and electric characterization. NiFe/IrMn/Ta films were grown with different number of repetitions of this basic structure aiming to evaluate possible changes on the magnetic anisotropies presented by the samples. It was implanted in the Laboratório de Magnetismo e Materiais Magnéticos a system in order to measure the Anisotropic Magnetoresistance (AMR) as function of the applied field angle. The AMR consists in a change of the electric resistance of a ferromagnetic material as function of the angle between the electric current and the magnetization of the material and, by this way, sensible to changes in the anisotropy presented by the samples. It is presented a simple model to calculate the AMR as function of the angle field and, by comparing with the experimental curves, to obtain the magnetic parameters who describe the system. In the model the equilibrium direction of the magnetization is obtained from the minimization of the free magnetic energy, which is given by the Zeeman, uniaxial, unidirectional and magnetostatic energies. The AMR curves present an asymmetry around 180 degrees when measured at fields below the bias one. According to the fittings, it was found that such asymmetry can be due by a misalignment between the anisotropy axis (uniaxial and unidirectional) or by a misalignment between the measuring current and the easy magnetic axis of the samples. It was not observed, as expected, an expressive increase of the anisotropy dispersion of the uniaxial anisotropy with the increase of the number of trilayers. The same was observed with the bias and coercive fields.

Keywords: Anisotropic magnetoresistance. Exchange Bias. Anisotropy.

LISTA DE FIGURAS

2.1	Magnetização de saturação em função da temperatura para Fe, Co e o Ni [1].	15
2.2	Comparação do inverso da susceptibilidade em função da temperatura de um paramagneto, um ferromagneto e um antiferromagneto [2].	16
2.3	Diferentes configurações para os domínios magnéticos de uma amostra ferromagnética. As setas indicam a orientação da magnetização em cada domínio [3].	17
2.4	Parede de domínio de 180° ; δ_0 corresponde a espessura da parede [4].	18
2.5	(a) parede de Bloch, (b) parede de Néel (adaptado [2]).	18
2.6	Variação da magnetização de um material ferromagnético com o campo aplicado: (a) amostra inicialmente desmagnetizada; (b) curva de histerese [3].	19
2.7	Anisotropias magnéticas e energias de anisotropias associadas (adaptado de [5]).	20
2.8	Dependência da magnetização com os eixos cristalográficos para cristais de ferro (a) e de níquel (b) [1].	21
2.9	Dependência das curvas de magnetização com os eixos cristalográficos do cobalto [1].	22
2.10	Pólos criados na superfície da amostra resultando no campo desmagnetizante [6].	23
3.1	Curvas de histerese de partículas de Co (FM) cobertas por CoO (AFM) resfriadas a 77K. As linhas tracejadas mostram o ciclo de histerese quando o material é resfriado na ausência de um campo magnético. As linhas sólidas mostram o ciclo de histerese quando o material é resfriado na presença de um campo magnético de 10000 Oe [7].	25
3.2	Medida de torque feita em amostras de CoO-Co a 77K, com campo externo aplicado de 7500 Oe [8].	26
3.3	Modelo intuitivo para o EB [9].	27
3.4	Curva de histerese típica de amostras que apresentam EB (adaptado [9]).	28
3.5	Influência da espessura do AFM na T_B para filmes finos de NiFe(300Å)/FeMn(60-250Å) (linha sólida) e Ta(200Å)/NiFe(300Å)/FeMn(60-250Å) (linha pontilhada) depositados sobre substrato de vidro [10].	29
3.6	Dependência de H_{eb} e H_C com a espessura da camada FM. Amostras de NiCr/FeMn/NiFe (adaptado [9]).	30
3.7	Dependência de H_{eb} e H_C com a espessura da camada AFM. Amostras de NiFe/FeMn [9].	31
3.8	Caso típico de efeito de treinamento. Os campos coercivos são representados por H_{SW} [11].	32
3.9	Diagrama esquemático das configurações interfaciais colineares (a) interface compensada e (b) interface não-compensada (adaptado [12]).	33
3.10	Diagrama esquemático das configurações interfaciais não-colineares para o ângulo de 90° (adaptado [12]).	33
3.11	Ilustração esquemática dos spins interfaciais não-compensados da camada AFM. (a) Spins apontam na mesma direção do campo magnético (\vec{H}). (b) Diferentes classificações dos spins AFM da interface quando \vec{H} é invertido [13].	34

4.1	Resistência em função da temperatura para Ni e Pd. As curvas são normalizadas em relação a temperatura de Curie do Ni. Figura extraída de [14]. . . .	40
4.2	A figura representa a densidade de estados de spins <i>up</i> e <i>down</i> para (a) metais não-magnéticos ou ferromagnéticos acima da T_C e para (b) metais ferromagnéticos abaixo da T_C [14].	40
4.3	Origem da magnetorresistência anisotrópica [15].	41
4.4	Resistência em função do campo magnético externo para uma orientação paralela (R_{\parallel}) e outra perpendicular (R_{\perp}) entre o campo magnético e a corrente elétrica [14].	41
4.5	Resistividade em função da espessura de filmes finos de Py [16].	43
5.1	Figura esquemática das amostras utilizadas.	45
5.2	Componentes básicos de um sistema de deposição por <i>sputtering</i> [3].	46
5.3	Configuração das linhas de campo magnético em torno de um canhão (AJA International).	46
5.4	Magnetron Sputtering do LCN.	47
5.5	Difratômetro Brüker D8 Advance.	48
5.6	(a) Estrutura básica de um AGFM [17]. (b) AGFM existente no LMMM, em destaque a região do porta-amostras e o piezoelétrico [5].	49
5.7	Sinal do piezoelétrico em função da frequência para um campo aplicado de 100 Oe. A frequência de ressonância é aproximadamente 22 Hz [18].	50
5.8	Diagrama do aparato experimental usado para medir as curvas de AMR. . . .	51
5.9	Representação das ligações da fonte de corrente com o computador e com o nanovoltímetro.	51
5.10	Representação dos ângulos utilizados na formulação básica do modelo descrito.	53
5.11	Diferentes orientações nos eixos em relação ao eixo de referência na amostra. O $H_{eb}=137$ Oe e o $H_K=12$ Oe para a amostra usada nesse ajuste.	55
6.1	Medidas de difratometria de raios-x para as amostras estudadas. (a) R977, (b) R978, (c)R979, (d)R980, (e)R981.	57
6.2	Medidas de difratometria de raios-x a baixos ângulos para as amostras estudadas.	58
6.3	Medidas de magnetização feitas em 0^0 , 90^0 em relação ao eixo fácil das amostras. (a) R977, (b) R978, (c) R979, (d) R980, (e) R981.	59
6.4	Medidas de AMR e ajustes da amostra R977 para diferentes valores de campos aplicados.	62
6.5	Medidas de AMR e ajustes da amostra R978 para diferentes valores de campos aplicados.	63
6.6	Medidas de AMR e ajustes da amostra R979 para diferentes valores de campos aplicados.	64
6.7	Medidas de AMR e ajustes da amostra R980 para diferentes valores de campos aplicados.	65
6.8	Medidas de AMR e ajustes da amostra R981 para diferentes valores de campos aplicados.	66
6.9	Resistividade versus número de repetições das tricamadas.	67

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	13
2 ASPECTOS BÁSICOS DE MAGNETISMO	15
2.1 Ferromagnetismo e Antiferromagnetismo	15
2.1.1 Curva de magnetização e Domínios magnéticos	17
2.2 Energias e Anisotropias Magnéticas	19
2.2.1 Anisotropia magnetocristalina	20
2.2.2 Anisotropia magnetostática ou de forma	23
2.2.3 Anisotropia de troca	24
2.3 Energia livre magnética	24
3 EXCHANGE BIAS	25
3.1 Modelo intuitivo para descrição do EB	26
3.2 Características do EB	28
3.2.1 Dependência com a temperatura	28
3.2.2 Dependência do H_{eb} e H_C com a espessura da camada FM	29
3.2.3 Dependência do H_{eb} e H_C com a espessura da camada AFM	30
3.2.4 Efeito de treinamento	31
3.3 Fatores que influenciam no fenômeno de EB	32
3.3.1 Configuração dos spins interfaciais	32
3.3.2 Rugosidade interfacial	35
3.3.3 Cristalinidade e tamanho de grão	35
3.4 Modelos para a descrição do Exchange Bias	36
4 MAGNETORRESISTÊNCIA	39
4.1 Magnetorresistência normal	39
4.2 Magnetorresistência anisotrópica - AMR	41
4.3 Resistividade elétrica em filmes finos	42
5 TÉCNICAS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS	44
5.1 Amostras	44
5.2 Produção das amostras	45
5.3 Caracterização estrutural: Difração de raios-x	47
5.4 Caracterização magnética: Magnetização	49
5.5 Caracterização de transporte elétrico: Magnetorresistência	50
5.6 Descrição do modelo usado para ajustar as curvas de AMR	52
6 RESULTADOS E DISCUSSÕES	56
6.1 Medidas de difração de raios-x	56
6.2 Medidas de magnetização	57
6.3 Medidas e ajustes das curvas de AMR	60
7 CONCLUSÃO	68
REFERÊNCIAS	70
ANEXOS	76

1 INTRODUÇÃO

O fenômeno de Exchange Bias (EB) foi descoberto em 1956 por Meiklejohn e Bean [7] e vem sendo estudado até os dias atuais. Este fenômeno tem origem na interação interfacial entre um material ferromagnético (FM) e um material antiferromagnético (AFM). A sua principal manifestação é o deslocamento em campo da curva de magnetização. Sistemas com EB encontram grande aplicação em dispositivos magnetoeletrônicos.

Apesar do tempo em que o fenômeno de EB vem sendo estudado, existem ainda muitas questões quanto aos mecanismos responsáveis pela sua manifestação que não estão suficientemente esclarecidos. Não existe uma teoria que seja aceita por toda a comunidade científica, que explique e preveja todas as características de um sistema real com EB.

O Exchange Bias sendo um fenômeno interfacial sofre a influência de alguns parâmetros que desempenham um papel importante na sua existência e na sua intensidade, tais como, configuração dos spins interfaciais, espessura das camadas FM e AFM, rugosidade, entre outras [9]. Devido a estes parâmetros e ao fato do fenômeno ocorrer em um grande número de sistemas diferentes, vários modelos foram propostos ao longo dos anos buscando a sua melhor compreensão. Atualmente, a maioria desses modelos divide a interface entre os materiais FM e AFM em dois tipos de momentos ou grãos: estáveis e instáveis [19]. A técnica de magnetorresistência anisotrópica (AMR) é uma técnica versátil para se obter o entendimento do comportamento dos momentos magnéticos na interface FM/AFM.

Um dos motivos para realização deste trabalho foi fazer um estudo complementar à pesquisa já existente no Laboratório de Magnetismo e Materiais Magnéticos (LMMM), sobre sistemas com EB através da magnetometria de torque e ressonância ferromagnética [20, 21]. Foram produzidas novas amostras para verificar o comportamento e seguir o estudo, neste caso usando a técnica de AMR.

Nesta dissertação, é apresentado um estudo do comportamento magnético de multicamadas de NiFe/IrMn/Ta, que apresentam o fenômeno de EB. As amostras estudadas foram depositadas por *magnetron sputtering* e caracterizadas estruturalmente (através de medidas de difração de raios-x), magneticamente (através de medidas de magnetização no magnetômetro de gradiente de campo alternado) e eletricamente (através de medidas de AMR). As medidas de magnetorresistência anisotrópica foram realizadas e comparadas com os ajustes feitos através de um modelo simples para o fenômeno de EB.

No que diz respeito à organização deste trabalho, no capítulo dois são apresentados os aspectos básicos do magnetismo, como ferromagnetismo, antiferromagnetismo e anisotropias magnéticas. No capítulo três é dada ênfase ao fenômeno de EB e aos modelos mais relevantes propostos para à sua compreensão. O capítulo quatro é voltado para o efeito da magnetorresistência anisotrópica. No capítulo cinco são mostradas as técnicas e os procedimentos experimentais utilizados neste trabalho. No capítulo seis são discutidos os resultados experimentais e os ajustes feitos através do modelo proposto neste trabalho. No capítulo sete, são apresentadas as conclusões e as perspectivas para a continuação do trabalho.

2 ASPECTOS BÁSICOS DE MAGNETISMO

2.1 Ferromagnetismo e Antiferromagnetismo

Dois tipos de materiais magnéticos são relevantes em nosso estudo, os materiais ferromagnéticos (FM) e os antiferromagnéticos (AFM).

Nos materiais ferromagnéticos, os momentos magnéticos tendem a se alinhar paralelamente uns aos outros podendo produzir uma magnetização espontânea macroscópica, e apresentam um momento magnético resultante mesmo na ausência de um campo externo. A magnetização é definida como o momento magnético por unidade de volume do material. Mediante a aplicação de um campo, a magnetização pode aumentar até atingir um valor máximo, conhecido como magnetização de saturação (\vec{M}_S). A magnetização de saturação depende da temperatura, como pode ser visto na figura 2.1, para diferentes materiais. Acima de uma certa temperatura, conhecida como Temperatura de Curie (T_C), a magnetização de saturação cai a zero e o material não apresenta mais ordem ferromagnética, comportando-se como um paramagneto. A T_C é uma propriedade intrínseca de cada material.

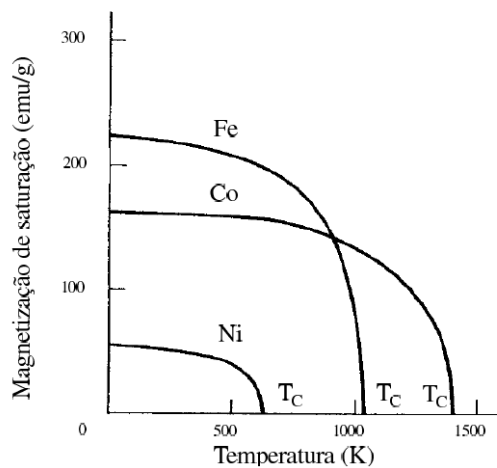


Figura 2.1 – Magnetização de saturação em função da temperatura para Fe, Co e o Ni [1].

Um dos primeiros modelos para o ferromagnetismo, e que continua a ser útil até hoje, foi proposto por Weiss em 1906. Weiss lançou a hipótese do campo molecular. Essa hipótese prevê que o FM é formado por inúmeros momentos magnéticos, provenientes dos átomos que o compõem e que interagem entre si.

O campo magnético, assumido por Weiss, é proporcional à magnetização local,

$$\vec{H}_m = \zeta \vec{M} \quad (2.1)$$

onde \vec{H}_m é o campo molecular e ζ é o coeficiente do campo molecular. ζ é um parâmetro adimensional e característico de cada material.

Weiss propôs uma outra hipótese para explicar porque os materiais ferromagnéticos podem ser encontrados em um estado desmagnetizado. Essa hipótese é a seguinte: um material ferromagnético no estado desmagnetizado é dividido em uma série de pequenas regiões chamadas domínios. Cada domínio é espontaneamente magnetizado para o valor de saturação, mas as direções da magnetização de vários domínios são tais que a amostra como um todo tem uma magnetização nula [1].

A origem física do campo molecular, foi compreendida e demonstrada somente em 1928, por Heisenberg, através da mecânica quântica. Trata-se de uma interação de troca (exchange) entre os momentos magnéticos do material resultante do princípio de exclusão de Pauli. A energia de troca (E_{ex}) associada a essa interação é dada por

$$E_{ex} = -2J_{ex}\vec{S}_i \cdot \vec{S}_j \quad (2.2)$$

onde \vec{S}_i e \vec{S}_j representam os momentos de spin de dois átomos (i e j), e J_{ex} é a chamada integral de troca [1].

A ordem existente num material magnético é determinada pelo sinal de J_{ex} . Quando $J_{ex} > 0$ o material apresenta ordem ferromagnética e a energia é mínima quando os spins estão paralelos. Quando $J_{ex} < 0$, o material apresenta ordem ferrimagnética ou antiferromagnética, pois a energia é mínima quando os spins estão antiparalelos. A interação de troca induz um alinhamento paralelo ou antiparalelo dos spins, afim de minimizar a energia de troca.

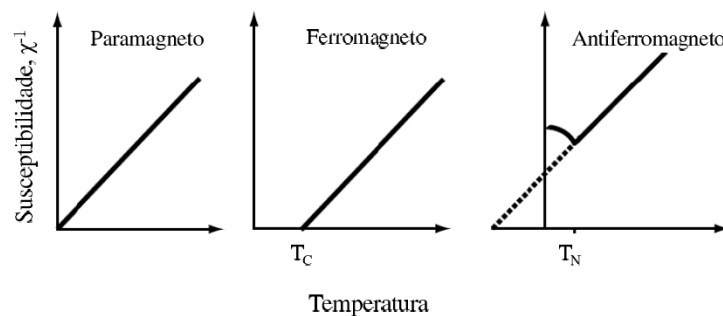


Figura 2.2 – Comparação do inverso da susceptibilidade em função da temperatura de um paramagneto, um ferromagneto e um antiferromagneto [2].

A primeira evidência da ordem antiferromagnética foi a variação muito peculiar da susceptibilidade (χ) com a temperatura, figura 2.2.

Do mesmo modo que para os materiais FM, nos materiais AFM também existe uma temperatura crítica, acima da qual o ordenamento AFM é perdido devido a agitação térmica e o material se comporta como um paramagneto. Esta é a chamada temperatura de Néel (T_N).

2.1.1 Curva de magnetização e Domínios magnéticos

A magnetização total de uma amostra de material ferromagnético sem campo aplicado é em geral muito menor do que a magnetização espontânea. Isto é devido a formação dos chamados domínios magnéticos.

A forma e o tamanho dos domínios magnéticos são determinados pela minimização da energia livre magnética que será discutida na secção 2.3. Na figura 2.3, são apresentadas três configurações diferentes de domínios em uma amostra de material ferromagnético. Se o alinhamento dos momentos magnéticos se der ao longo de todo material formando um monodomínio, a magnetização será uniforme, como ilustrado na parte (a) da figura. No entanto, essa configuração não se mantém em equilíbrio, pois os dipólos não compensados gerados nas extremidades criam um campo desmagnetizante ¹, não favorável à minimização da energia. Se metade da amostra tiver magnetização num sentido e metade no outro, como ilustrado na parte (b) da figura, o campo desmagnetizante será menor e a energia será reduzida aproximadamente à metade do valor em (a). A ilustração (c) da figura mostra uma situação de energia ainda menor, pois as linhas de campo se fecham internamente no material, de modo que o campo desmagnetizante é desprezível. As quatro regiões mostradas em (c) têm, internamente, magnetização saturada, porém a magnetização total é nula.

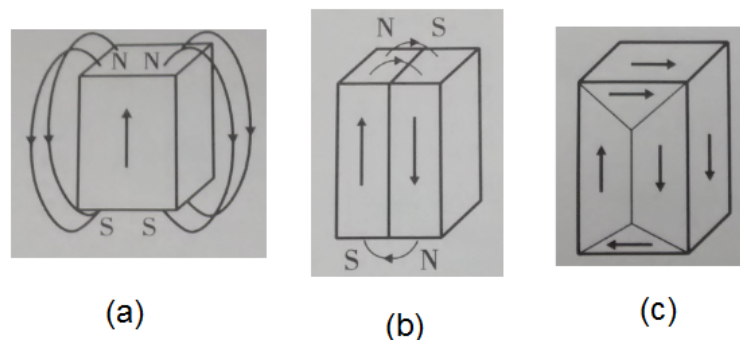


Figura 2.3 – Diferentes configurações para os domínios magnéticos de uma amostra ferromagnética. As setas indicam a orientação da magnetização em cada domínio [3].

Na fronteira entre dois domínios a energia é minimizada com a formação de uma ca-

¹ Campo interno macroscópico que atua no sentido oposto ao da magnetização.

mada onde a orientação dos momentos varia gradualmente. Esta camada é chamada Parede de Domínio, ilustrada na figura 2.4, na qual a magnetização afasta-se da orientação da magnetização de um dos domínios e, pouco a pouco, aproxima-se da orientação da magnetização de outro.

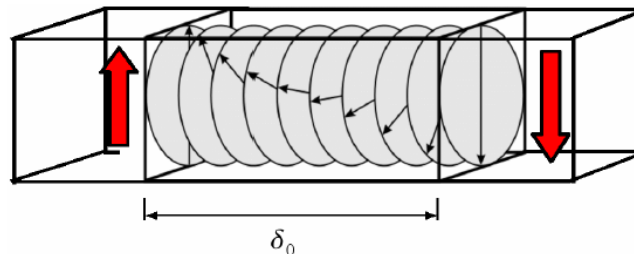


Figura 2.4 – Parede de domínio de 180° ; δ_0 corresponde a espessura da parede [4].

Dois tipos comuns de paredes de domínios, de Bloch e de Néel, estão ilustradas na figura 2.5. Nas paredes de Bloch, a rotação da magnetização ocorre no plano paralelo ao plano da parede de domínio e, nas paredes de Néel, a rotação da magnetização ocorre no plano perpendicular ao da parede.

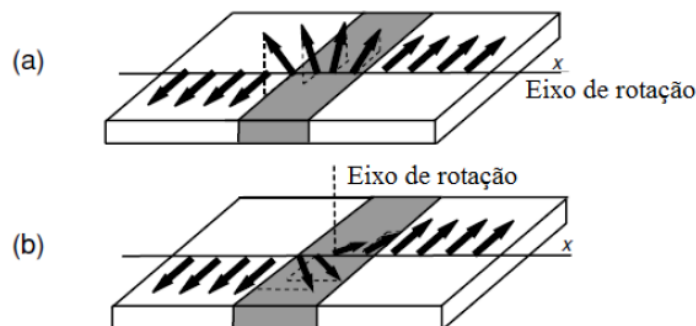


Figura 2.5 – (a) parede de Bloch, (b) parede de Néel (adaptado [2]).

A resposta não linear e irreversível de \vec{M} , quando submetida a um campo externo (\vec{H}) é uma característica de qualquer material ferromagnético. A forma da curva de magnetização em função do campo aplicado é determinada pelo comportamento dos domínios, como pode ser visto na figura 2.6. A curva (a) corresponde a um material inicialmente desmagnetizado, as direções de seus domínios magnéticos são tais que minimizam a energia livre magnética. A curva (b) mostra o comportamento da magnetização com a variação do campo após o material ter sido saturado. Com o aumento de (\vec{H}), os domínios em orientações favoráveis a ele aumentam o volume, isso acontece através do movimento das paredes de domínio.

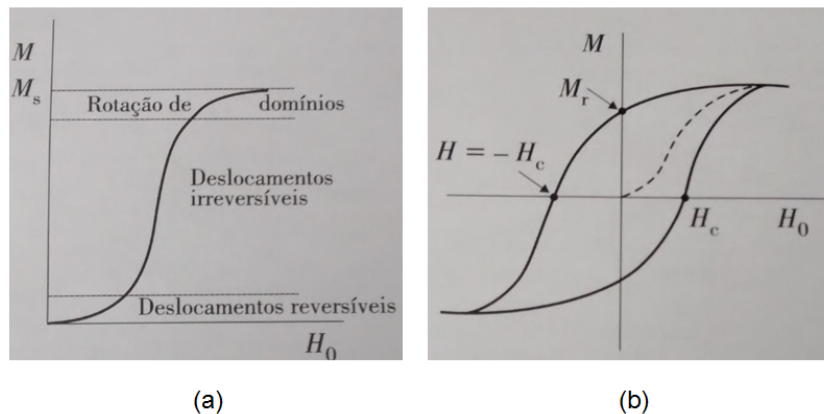


Figura 2.6 – Variação da magnetização de um material ferromagnético com o campo aplicado: (a) amostra inicialmente desmagnetizada; (b) curva de histerese [3].

Por meio de uma curva de $M \times H$ podemos obter, como indicado na figura 2.6 (b), as seguintes informações de uma amostra:

- Campo Coercivo (H_c): valor de campo necessário para zerar a magnetização e depois inverter seu sentido. Partindo da saturação.
- Magnetização de Saturação (M_s): valor máximo da magnetização, todos os momentos magnéticos estão alinhados na direção do campo externo.
- Magnetização Remanente ou Remanescência (M_r): magnetização que permanece na amostra quando o campo magnético externo é zerado. Após a saturação.

2.2 Energias e Anisotropias Magnéticas

Se tratando de magnetismo, um fato experimental de grande importância é que as propriedades magnéticas do material em estudo podem variar conforme as direções ao longo das quais são medidas, ou seja, possuem eixos preferenciais de orientação. Esse fenômeno denomina-se anisotropia magnética. A orientação espontânea da magnetização no material se dá na direção em que a energia é minimizada (direção de fácil magnetização). Uma amostra é anisotrópica quando existe um eixo de fácil magnetização ao longo de uma direção fixa.

A anisotropia magnética depende da forma do material, da estrutura cristalina, interações magnetoelásticas, entre outros. A mesma, pode ser induzida no momento em que a amostra é produzida ou através de tratamentos: tratamento térmico em um campo magnético, tratamento térmico simultaneamente com uma tensão mecânica aplicada e deformação plástica [1]. Cada tipo de anisotropia associa-se a uma energia de anisotropia. Cada termo de energia recebe o

nome relacionado à anisotropia com a qual está associado. A soma das diferentes energias de anisotropia é a energia livre magnética do material (E_T).

As formas mais comuns são:



Figura 2.7 – Anisotropias magnéticas e energias de anisotropias associadas (adaptado de [5]).

Para este trabalho as anisotropias magnéticas de maior interesse são: anisotropia magnetocristalina, anisotropia magnetostática e anisotropia de troca.

2.2.1 Anisotropia magnetocristalina

A anisotropia magnetocristalina é uma propriedade intrínseca que reflete a simetria da rede cristalina do material em estudo. Sua origem física está na interação spin-órbita.

Em um cristal ferromagnético, os momentos magnéticos orbitais estão fortemente ligados à rede cristalina, a qual possui determinada simetria. Nem mesmo campos magnéticos intensos podem mudar suas orientações.

Quando um campo magnético externo tenta orientar o spin de um elétron, a órbita do elétron também deve se reorientar, devido a interação spin-órbita. Contudo, a mesma está fortemente ligada à rede cristalina e resiste à mudança de orientação. A energia necessária para orientar os spins na direção do campo magnético externo superando a interação spin-órbita é denominada de energia de anisotropia magnetocristalina.

A energia magnetocristalina contribui para que a magnetização em um cristal se direcione ao longo de certos eixos cristalográficos que minimizem a energia de acoplamento entre os spins e os momentos magnéticos orbitais. Esses eixos são chamados de direções de fácil magnetização do cristal. As direções que são mais difíceis de serem magnetizadas são chamadas de

direções duras.

As curvas de magnetização, mostradas na figura 2.8 para monocristais de *Fe* e *Ni*, são medidas em diferentes direções cristalográficas, onde percebe-se claramente a anisotropia de origem magnetocristalina.

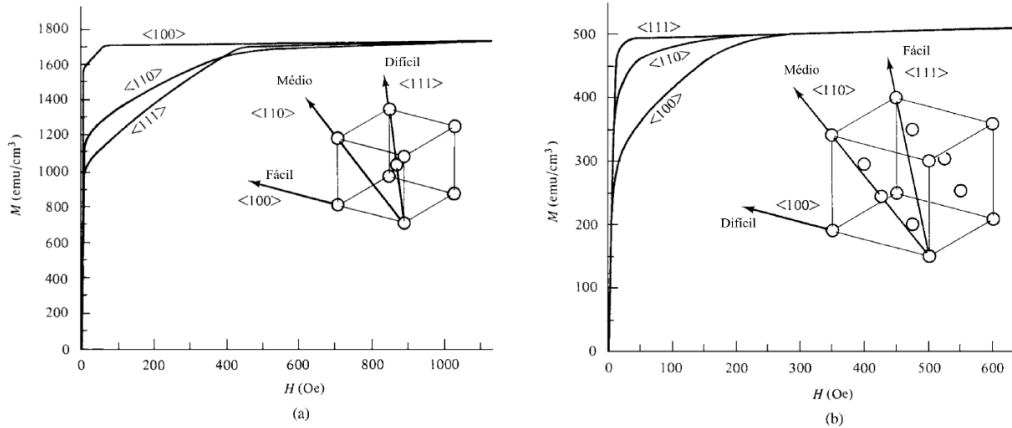


Figura 2.8 – Dependência da magnetização com os eixos cristalográficos para cristais de ferro (a) e de níquel (b) [1].

A energia de anisotropia magnetocristalina (E_k) é expressa quantitativamente por uma expansão em termos de cossenos diretores da magnetização (\vec{M}) em relação aos eixos do cristal. Para cristais de simetria cúbica, como o ferro e o níquel, a E_k pode ser escrita como:

$$E_k = K_0 + K_1(\alpha_1^2\alpha_2^2 + \alpha_2^2\alpha_3^2 + \alpha_3^2\alpha_1^2) + K_2(\alpha_1^2\alpha_2^2\alpha_3^2) + \dots \quad (2.3)$$

onde K_0 , K_1 , K_2 são constantes específicas do material a uma dada temperatura e representam a amplitude de cada termo da série. São expressos em erg/cm^3 ou J/m^3 no SI. Os α_i são os cossenos diretores dos ângulos entre \vec{M} e cada um dos eixos do cubo. O tamanho relativo de K_1 e K_2 , assim como seus sinais, definirá as direções de fácil magnetização.

Como pode ser visto na figura 2.9, em cristais com estrutura hexagonal como o cobalto (Co), a energia magnetocristalina é mais simples, por ter apenas um eixo de fácil magnetização e os demais eixos de difícil magnetização. Tem-se, nesse caso, uma anisotropia uniaxial. Assim, a energia de anisotropia E_k depende somente do ângulo (θ) entre a \vec{M} e o eixo c [1], podendo ser escrita como:

$$E_k = K_0 + K_1\cos^2\theta + K_2\cos^4\theta + K_3\cos^6\theta + \dots \quad (2.4)$$

A tabela 2.1 apresenta valores das constantes de anisotropias típicas para os elementos ferromagnéticos mais comuns.

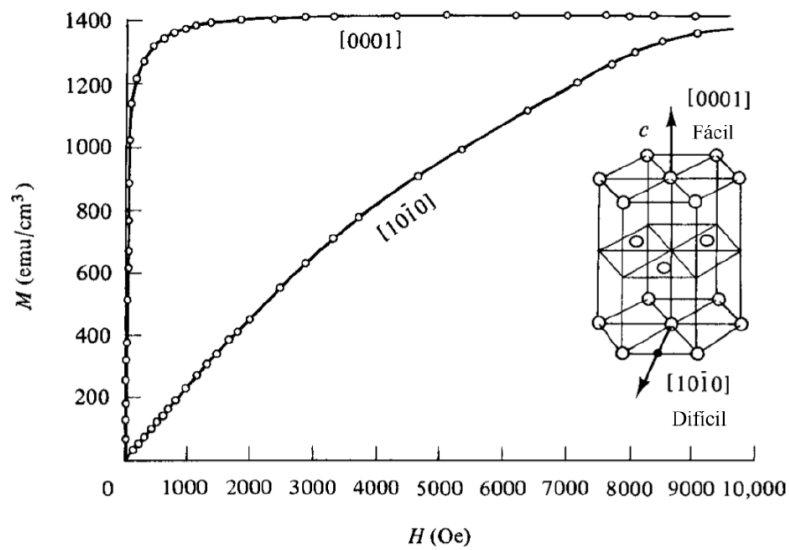


Figura 2.9 – Dependência das curvas de magnetização com os eixos cristalográficos do cobalto [1].

Material	Estrutura	K_1 ($10^4 J/m^3$)	K_2 ($10^4 J/m^3$)
Fe	b.c.c	4,8	+/- 0,5
Ni	f.c.c	-0,5	-0,2
Co	h.c.p	45	15

Tabela 2.1: Constantes de anisotropia magnetocristalina para Fe, Ni e Co, em temperatura ambiente [1].

Os valores relacionados na tabela 2.1 correspondem a materiais monocristalinos. Nestes materiais os cristais se repetem com a mesma orientação ao longo de toda a rede, e existirá uma forte anisotropia magnetocristalina, devido ao somatório das contribuições de todos os cristais de forma individual.

As amostras estudadas nesse trabalho são policristalinas, ou seja, são materiais onde estão contidos inúmeros monocristais e estes se repetem, mas não necessariamente com a mesma direção e a anisotropia magnetocristalina é dada por uma média ponderada dos cristais individuais.

O material pode exibir anisotropia magnetocristalina nula. Podem haver dois casos: os cristais estarem distribuídos de forma aleatória, sem uma direção preferencial ou o material ser amorfo, onde os átomos se distribuem de forma completamente irregular, não chegando a formar uma rede cristalina de longo alcance.

2.2.2 Anisotropia magnetostática ou de forma

A anisotropia magnetostática está ligada à geometria da amostra em estudo e sua descrição é feita pela energia magnetostática. A forma geométrica da amostra induz a anisotropia no sentido de favorecer a orientação da magnetização espontânea na direção do eixo mais longo da amostra. Isso se deve à formação de pólos livres na superfície da amostra e ao campo desmagnetizante (\vec{H}_d) que surge em seu interior, pode ser visto na figura 2.10. O \vec{H}_d ao longo do eixo de maior comprimento é mais fraco do que ao longo do eixo de menor comprimento.

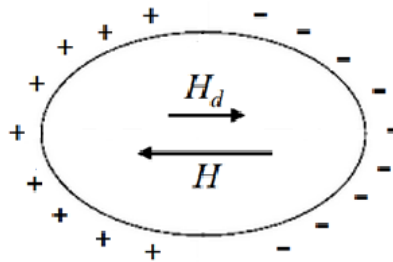


Figura 2.10 – Pólos criados na superfície da amostra resultando no campo desmagnetizante [6].

O campo \vec{H}_d é extremamente dependente do formato da amostra, a sua intensidade é proporcional à magnetização (\vec{M}) que o cria:

$$\vec{H}_d = -N_d \vec{M} \quad (2.5)$$

onde N_d é o fator desmagnetizante que depende principalmente da forma da amostra. O sinal negativo na equação indica que o campo desmagnetizante é antiparalelo à magnetização.

Quando um campo externo é aplicado a uma amostra, o campo efetivo (ou real) no seu interior é dado por $\vec{H}_{eff} = \vec{H}_{ext} + \vec{H}_d$. Dessa forma, o campo efetivo no interior da amostra será sempre menor do que o campo aplicado. A energia de anisotropia magnetostática pode ser escrita como:

$$E_s = -\frac{1}{2} \mu_0 \vec{H}_d \cdot \vec{M} = \frac{1}{2} \mu_0 N_d M^2 \quad (2.6)$$

A energia de anisotropia magnetostática é a principal responsável pelo surgimento de estruturas de domínios magnéticos (que são regiões que apresentam magnetização uniforme que surgem espontaneamente em materiais FM e AFM). A razão para o surgimento destas estruturas é que a energia magnetostática é reduzida quando o fluxo magnético fecha-se dentro do material.

A anisotropia magnetostática é mais intensa para eixos mais curtos da amostra, favorecendo a orientação de sua magnetização nas dimensões mais alongadas. No caso de filmes finos, onde uma dimensão é muito menor que as outras duas, a anisotropia magnetostática tende a manter a magnetização presa no plano do filme.

2.2.3 Anisotropia de troca

A anisotropia de troca está ligada a existência de uma direção preferencial dos momentos magnéticos que resultam de acoplamentos entre camadas magnéticas em sistemas com multicamadas. Dessa forma, a energia relacionada descreverá a interação de troca entre as camadas magnéticas.

Esta anisotropia leva em conta interações entre as camadas magnéticas, sejam mediadas por um espaçador metálico e não magnético (como para os casos de acoplamentos bilinear e biquadrático), bem como para interações diretas entre camadas (tal como é o caso do fenômeno de *Exchange Bias* [22, 23]).

Ao fenômeno de Exchange Bias (EB) será dada uma atenção especial neste trabalho, por se tratar do objeto de nosso estudo.

2.3 Energia livre magnética

Como mencionado anteriormente, a estrutura de domínios magnéticos resulta da minimização da energia livre magnética (E_{Total}). Deste modo, para melhor descrever o processo de magnetização, inclui-se todas as interações existentes na amostra ferromagnética numa equação para a energia livre magnética,

$$E_{Total} = E_{Zeeman} + E_{anisotropia} \quad (2.7)$$

O primeiro termo da equação representa a energia Zeeman que expressa a interação de um campo magnético externo (\vec{H}) com a magnetização da amostra (\vec{M}). O segundo termo representa a soma das energias associadas às anisotropias presentes na amostra em estudo. A energia Zeeman é dada por:

$$E_{Zeeman} = -\mu_0 \vec{M} \cdot \vec{H} \quad (2.8)$$

A constante μ_0 é a permeabilidade magnética do vácuo.

3 EXCHANGE BIAS

Em 1956 foi descoberto por *Meiklejohn e Bean* um fenômeno, descrito por eles como uma "nova anisotropia magnética"[7] e hoje conhecido como *Exchange Bias* (EB) [8, 9]. Eles realizavam um estudo em partículas de cobalto (FM) envolvidas por uma camada de seu óxido natural (AFM), CoO. Uma das manifestações do EB é o deslocamento em campo do ciclo de histerese, como pode ser visto na figura 3.1. Este deslocamento é admitido como sendo provocado pela interação de troca ou intercâmbio entre as interfaces dos materiais FM e AFM. Este último deve apresentar anisotropia muito mais forte do que o material FM.

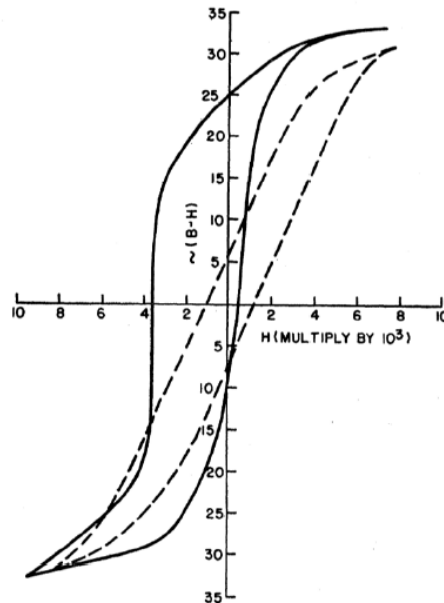


Figura 3.1 – Curvas de histerese de partículas de Co (FM) cobertas por CoO (AFM) resfriadas a 77K. As linhas tracejadas mostram o ciclo de histerese quando o material é resfriado na ausência de um campo magnético. As linhas sólidas mostram o ciclo de histerese quando o material é resfriado na presença de um campo magnético de 10000 Oe [7].

Outra manifestação do fenômeno de EB observada por *Meiklejohn e Bean* é vista nas medidas de torque, figura 3.2. Por ser uma anisotropia unidirecional, medidas de torque em materiais com EB resultam em curvas de torque proporcionais a $\sin\theta$, e não a $\sin 2\theta$, como em materiais de anisotropia uniaxial [7]. A energia magnética de anisotropia unidirecional pode ser expressa da seguinte forma,

$$E_{EX} = -J \cos\theta, \quad (3.1)$$

onde J é a constante de interação de troca entre as camadas FM e AFM e θ é o ângulo entre os momentos magnéticos da camada FM e a direção de anisotropia AFM. Isso indica que há

somente um estado de equilíbrio, com \vec{M}_s do material FM paralelo à direção de magnetização do material AFM [24].

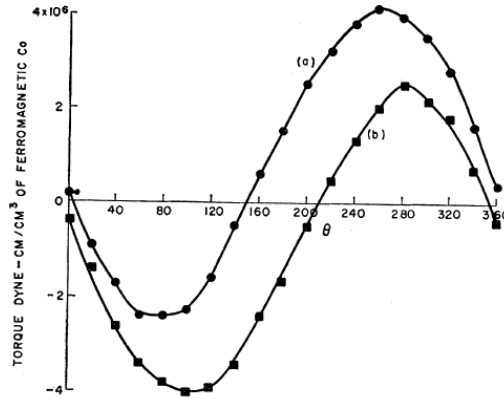


Figura 3.2 – Medida de torque feita em amostras de CoO-Co a 77K, com campo externo aplicado de 7500 Oe [8].

3.1 Modelo intuitivo para descrição do EB

A origem física do fenômeno de EB está na interação de troca existente entre os momentos magnéticos presentes na interface dos materiais FM e AFM [7]. Anterior à apresentação das principais características e teorias de EB, será descrito o modelo intuitivo apresentado por Nogués e Schuller, em seu artigo de revisão [9] o qual permite uma boa compreensão do fenômeno.

Nogués e colaboradores [9, 24], ilustram um modelo intuitivo baseado nos trabalhos de Meiklejohn e Bean [25, 7, 8] para uma bicamada de filmes finos composta de materiais FM/AFM, crescido sem campo magnético aplicado. Quando o sistema se encontra em uma situação em que $T_N < T < T_C$, os momentos magnéticos do FM irão se alinhar com o campo, enquanto os momentos do AFM estão desorientados, pois estão no estado paramagnético, como pode ser visto na figura 3.3(a). Após resfriar o sistema na presença de campo, até $T < T_N$, os momentos magnéticos da camada AFM próximos a interface se alinham paralelamente aos momentos da camada FM, figura 3.3(b), após isso todos os momentos magnéticos da camada AFM orientam-se de forma que sua magnetização líquida total seja nula.

Quando o campo magnético é invertido, os momentos magnéticos da camada FM tendem a girar, enquanto os da camada AFM mantêm-se praticamente inalterados devido à sua forte anisotropia, bem maior do que a da camada FM. Surge então, os efeitos da interação de troca entre os momentos interfaciais. Os momentos do AFM exercem um torque microscópico sobre os momentos da camada FM, tentando mantê-los na posição original, figura 3.3(c).

O campo magnético necessário para inverter completamente a magnetização do material FM será maior se ele estiver em contato com um AFM, já que é necessário um campo adicional para superar o torque originado pelo acoplamento entre as camadas. Os momentos magnéticos da camada FM giram até ser obtida a situação de saturação, figura 3.3(d). Variando-se o campo no outro sentido, aquele existente durante o resfriamento, os momentos da camada FM giram antes mesmo do que ocorreria caso não existisse o acoplamento, devido a atuação do torque entre os momentos interfaciais, como pode ser visto na figura 3.3(e), pois o estado de equilíbrio do sistema é aquele no qual os momentos magnéticos interfaciais estão paralelos.

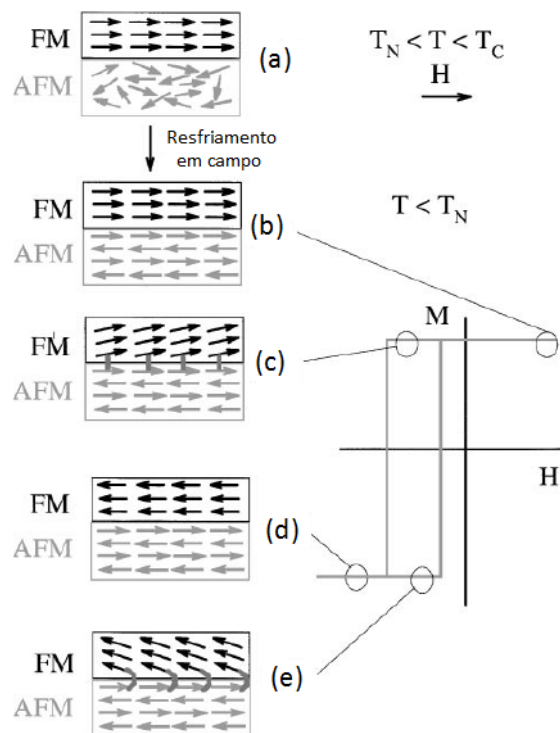


Figura 3.3 – Modelo intuitivo para o EB [9].

O sistema funciona como se houvesse um campo adicional sendo aplicado sobre ele. O valor de campo que corresponde ao deslocamento da curva de histerese é chamado de "*campo de bias*" ou "*campo de exchange*" (H_{eb}). Para a maioria dos sistemas magnéticos que apresentam EB, o centro do ciclo de histerese desloca-se para campos negativos se o campo durante o resfriamento for aplicado no sentido positivo, onde conforme o modelo intuitivo, os momentos magnéticos interfaciais das camadas FM e AFM acoplam-se ferromagneticamente. Em virtude da forma como esse acoplamento ocorre, ou seja, com um mínimo de energia apenas quando a magnetização está em um dos sentidos ao longo do eixo de anisotropia, ele ganhou o nome de unidirecional (tradução livre de "unidirectional" que do inglês indica apenas um sentido para a

anisotropia).

Esse modelo intuitivo permite apenas uma visão qualitativa do fenômeno, ele não é capaz de prever muitos efeitos e parâmetros associados com o EB que são importantes, os quais serão discutidos nas seções seguintes.

3.2 Características do EB

A principal característica do fenômeno de EB é o deslocamento em campo do ciclo de histerese magnética. Outra característica básica é o aumento da coercividade, quando comparado com aquela de um material FM desacoplado [26]. Uma curva típica de histerese magnética de um sistema com EB está mostrada na figura 3.4, onde estão localizados H_C e H_{eb} .

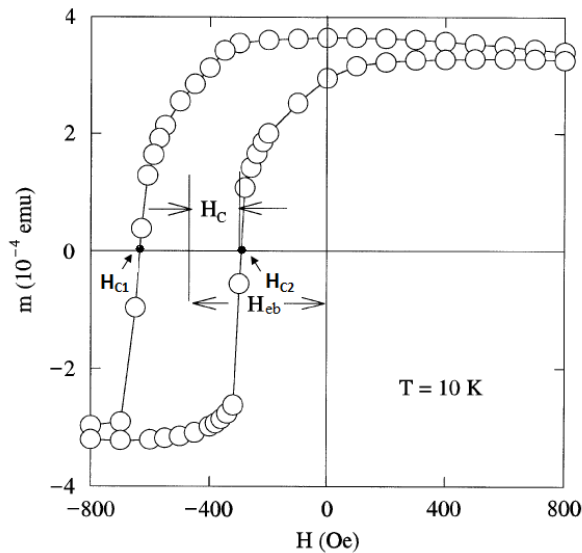


Figura 3.4 – Curva de histerese típica de amostras que apresentam EB (adaptado [9]).

Os campos coercivos e de exchange são definidos por:

$$H_C = -\frac{H_{C1} - H_{C2}}{2}, \quad (3.2)$$

$$H_{eb} = \frac{|H_{C1} + H_{C2}|}{2}. \quad (3.3)$$

A seguir serão discutidas outras características que influenciam no aparecimento e na intensidade com que o fenômeno de EB se manifesta.

3.2.1 Dependência com a temperatura

Nos sistemas com EB, a temperatura crítica a partir da qual o efeito se extingue é chamada *temperatura de bloqueio* (T_B). Em alguns casos a T_B pode ser menor que a T_N do

material AFM envolvido, em outros termos que a $T_B \approx T_N$. O valor da T_B pode estar relacionado a fatores como tamanho dos grãos interfaciais, anisotropia e espessura da camada AFM, podendo ser menor para filmes finos do que para materiais macroscópicos [9]. Acima de uma dada espessura da camada AFM, o valor da T_B tende a ficar estável, como pode ser observado na figura 3.5.

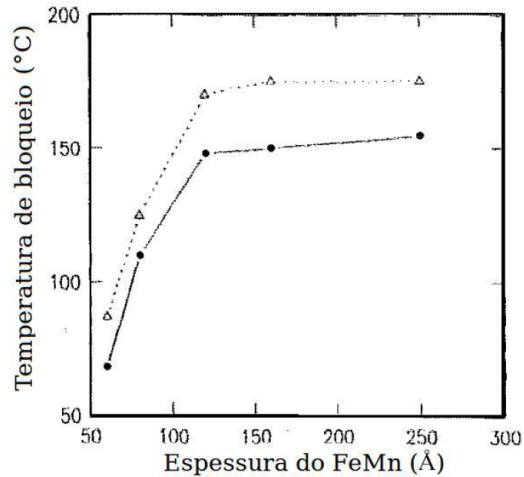


Figura 3.5 – Influência da espessura do AFM na T_B para filmes finos de NiFe(300Å)/FeMn(60-250Å) (linha sólida) e Ta(200Å)/NiFe(300Å)/FeMn(60-250Å) (linha pontilhada) depositados sobre substrato de vidro [10].

3.2.2 Dependência do H_{eb} e H_C com a espessura da camada FM

A influência da espessura da camada FM (t_{FM}) em filmes finos sobre o efeito de EB é uma questão bastante explorada em estudos experimentais. Em geral, H_{eb} é proporcional ao inverso da espessura da camada FM, indicando que o EB é um fenômeno de interface [9, 27]:

$$H_{eb} \propto \frac{1}{t_{FM}}. \quad (3.4)$$

A figura 3.6 apresenta a dependência do H_{eb} e H_C em função da espessura da camada FM.

Este comportamento se mantém em filmes finos relativamente espessos, com várias dezenas de nanômetros. No entanto, se a camada FM é muito fina, a relação não é mais válida [9], provavelmente porque a camada FM torna-se descontínua. A espessura em que isso ocorre (geralmente alguns nm) varia de sistema para sistema e depende do crescimento da camada FM.

Apesar da dependência de H_C ser semelhante ao comportamento de H_{eb} , como mostrado na figura 3.6, em alguns sistemas essa dependência se revela bem mais complexa, sendo

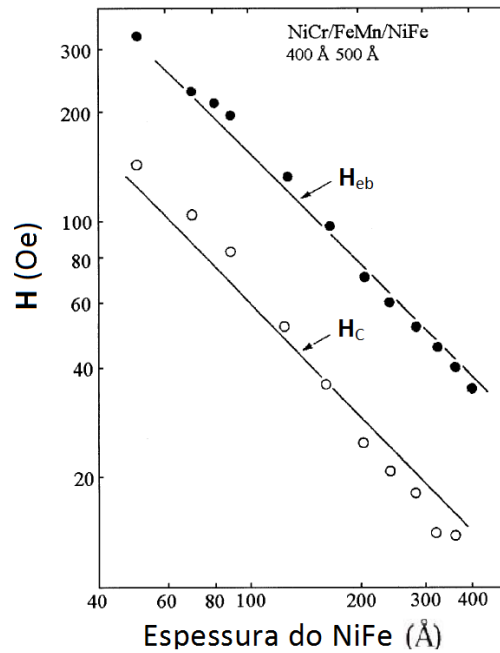


Figura 3.6 – Dependência de H_{eb} e H_C com a espessura da camada FM. Amostras de NiCr/FeMn/NiFe (adaptado [9]).

proporcional ao inverso da espessura em um expoente que admite valores entre 1 e 1,5 [28, 29].

$$H_C \propto \frac{1}{(t_{FM})^n} \quad (3.5)$$

3.2.3 Dependência do H_{eb} e H_C com a espessura da camada AFM

A dependência do H_{eb} e H_C com a espessura da camada AFM (t_{AFM}) é mais complicada. O fenômeno de EB só ocorre acima de uma dada espessura da camada AFM (espessura crítica) e, normalmente, o H_{eb} aumenta abruptamente até um valor máximo e onde se estabiliza [26, 9, 28], como mostra a figura 3.7. Em alguns casos pode ser observado um máximo de H_{eb} antes que este atinja um valor estável. A espessura exata em que cada um desses estágios é atingido depende do material em estudo, de sua estrutura microscópica e da temperatura da medida. Outro detalhe interessante é que normalmente a subida abrupta de H_{eb} é acompanhada por um pico no valor do H_C , como pode ser visto na figura 3.7.

Tais comportamentos podem estar ligados a fatores como o fato de que a anisotropia de um filme muito fino pode não ser suficientemente forte para impedir a rotação da camada FM, ou ainda, dependência da T_N com a espessura do AFM. Ao estudarem amostras com IrMn, Ali e colaboradores [30], explicam tais fatores associando-os à formação de uma parede de domínio parcial no AFM, paralela a interface [31]. Porém, a descrição desses comportamentos é complicada para ser descrita como um modelo geral, pois a espessura em que cada um dos estágios se

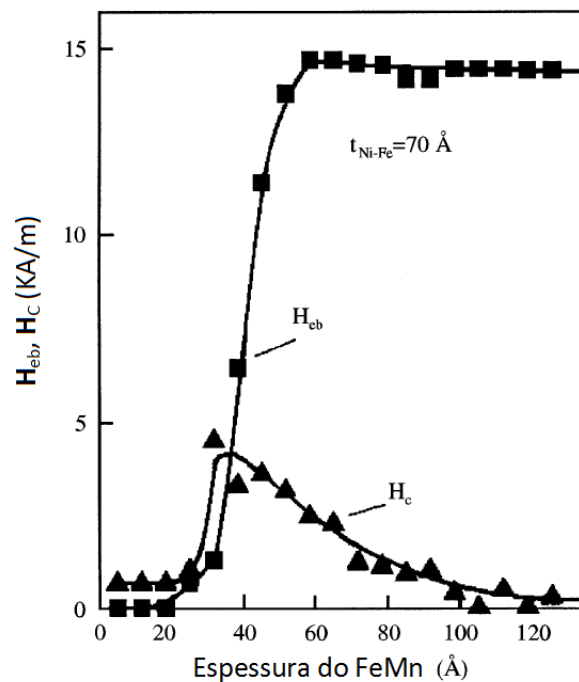


Figura 3.7 – Dependência de H_{eb} e H_C com a espessura da camada AFM. Amostras de NiFe/FeMn [9].

manifesta é dependente do material em estudo, do tamanho dos grãos, da temperatura de Néel, entre outros.

3.2.4 Efeito de treinamento

A curva de histerese de um material FM não acoplado com um AFM, geralmente é simétrica, tanto em relação ao eixo de magnetização quanto ao de campo magnético. Num sistema com EB isso nem sempre é verdade, observando-se com frequência uma assimetria entre o ramo descendente e o ascendente [32]. Esta é uma propriedade intrínseca do EB, contudo efeitos semelhantes podem estar relacionados com a reorientação parcial dos domínios do AFM que ocorre a cada ciclo completo da magnetização do material FM. Tais mudanças geralmente estão associadas a sistemas que apresentam os chamados *efeitos de treinamento* (ou "*training effect*"). Esse efeito foi observado pela primeira vez em 1966 por Paccard [33] em sistemas contendo interfaces de Co/CoO e NiFe/AFM. Consiste basicamente em uma redução nos valores de H_{eb} e H_C com o número de ciclos de histerese magnética consecutivos que é feito na amostra a uma temperatura fixa. A figura 3.8 apresenta o efeito para os 20 primeiros ciclos de histerese magnética de uma determinada amostra.

Foi demonstrado recentemente que o efeito de treinamento é dividido em dois estágios:

o primeiro ocorre entre o primeiro e o segundo ciclo de histerese e acarreta em uma acentuada queda no valor de H_{eb} . Essa parcela é conhecida como efeito de treinamento atérmico [34, 35], explicado por Hoffmann [36] a partir de um modelo simples de rotação coerente da magnetização, sugerindo que o efeito pode ser causado por um acoplamento do tipo *spin-flop* [37] (orientação perpendicular dos momentos FM relativos à direção de eixo fácil da camada AFM). O segundo estágio descreve a gradativa redução de H_{eb} na medida em que os ciclos de histerese vão sendo medidos [9].

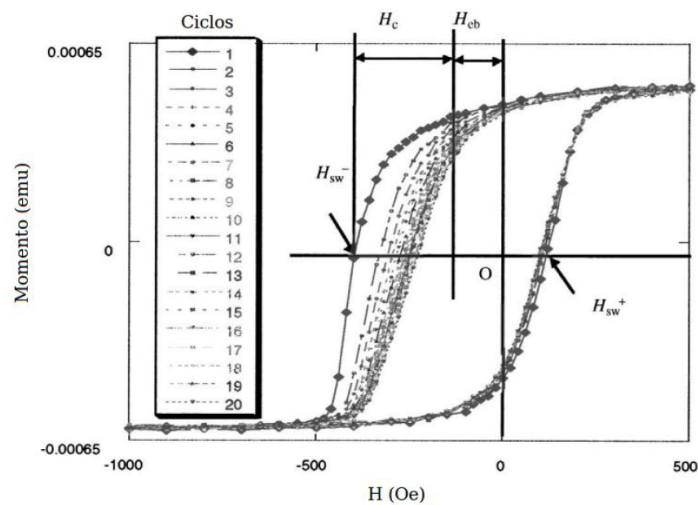


Figura 3.8 – Caso típico de efeito de treinamento. Os campos coercivos são representados por H_{SW} [11].

Outras origens para o efeito de treinamento foram propostas como, por exemplo, a simetria magnética do AFM [24] e movimento de paredes de domínios durante o ciclo de magnetização. O efeito não aparece em todos os casos em que há o fenômeno de EB, no entanto, é sempre importante certificar-se de sua existência, para garantir uma correta obtenção dos parâmetros a serem avaliados. Dessa maneira, pode-se avaliar a mudança de comportamento existente nas dez primeiras curvas de magnetização para um dada amostra [27].

3.3 Fatores que influenciam no fenômeno de EB

3.3.1 Configuração dos spins interfaciais

O fenômeno de EB é um fenômeno interfacial, se tratando disso um fator que deve-se levar em conta é a forte correlação entre a configuração de spins na interface FM/AFM. No modelo intuitivo da figura 3.3, a configuração que aparece é uma configuração colinear, ou seja,

os spins interfaciais das camadas FM e AFM estão alinhados na mesma direção. De modo geral, podemos considerar duas configurações interfaciais colineares: estrutura interfacial compensada (magnetização líquida da camada AFM na interface é nula, figura 3.9 (a)), e estrutura interfacial não-compensada (magnetização líquida da camada AFM não é nula na interface, figura 3.9 (b)).

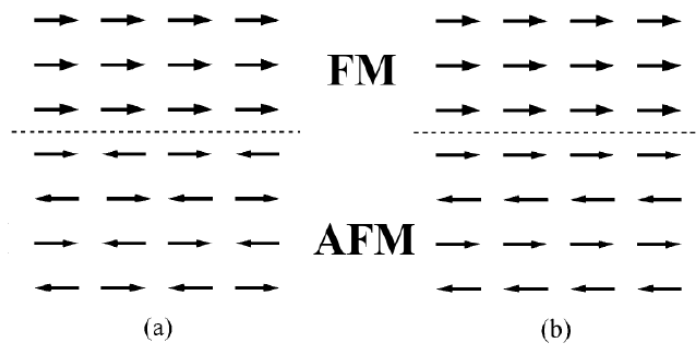


Figura 3.9 – Diagrama esquemático das configurações interfaciais colineares (a) interface compensada e (b) interface não-compensada (adaptado [12]).

Os spins FM e AFM interfaciais podem ainda formar configurações não-colineares, ou seja, que não estejam alinhados na mesma direção. Neste caso, os spins da camada AFM estão alinhados perpendicularmente aos spins da camada FM. A não-colinearidade pode gerar ângulos desde 0° até 180° entre os domínios AFM e FM. A figura 3.10 mostra um diagrama esquemático para o ângulo de 90° .

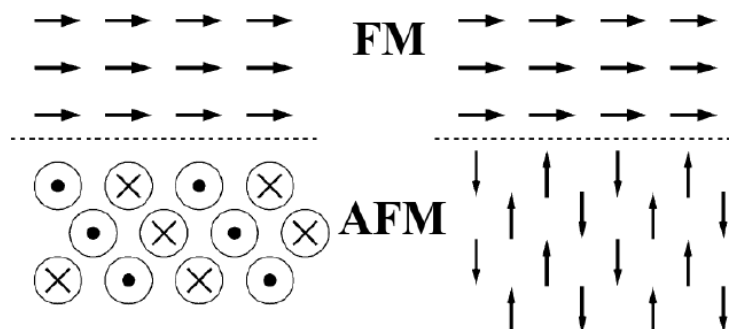


Figura 3.10 – Diagrama esquemático das configurações interfaciais não-colineares para o ângulo de 90° (adaptado [12]).

Outra configuração importante, com maior complexidade e aceitação atualmente, principalmente para materiais policristalinos, é que a interface entre os materiais FM e AFM pode ser decomposta, em pelo menos, duas categorias diferentes de grãos, ou aglomerado de grãos,

os quais se comportam individualmente como monodomínios [26, 19, 11, 38, 39, 13]. O'Grady *et al.* [26] atribuíram às características dessas regiões as diferentes interações que os spins interfaciais não-compensados do AFM mantém com o restante da rede. Berkowitz *et al.* [39] consideraram que os aglomerados de grãos eram partículas ferromagnéticas que se formaram através de reações químicas. Esses aglomerados podem ser divididos quanto a estabilidade que apresentam, em relação à direção de anisotropia do AFM, quando a magnetização da camada FM varia sua direção.

Em um dos seus trabalhos Fujiwara *et al.* [13] apresentam ambas estruturas (interfacial compensada e não-compensada) consideradas existentes na interface FM/AFM. Os spins não-compensados da camada AFM são divididos em estáveis e instáveis, figura 3.11. Os spins estáveis estão fixos na direção original e os spins instáveis mudam de direção com a mudança da direção da magnetização da camada FM. Além disso, considera que somente a magnetização líquida dessa camada deve estar apontando na direção de seu eixo de anisotropia, existindo assim a liberdade dos spins AFM estarem apontando em direções diferentes ou próximas a essas. A figura 3.11 (a) ilustra o comportamento dos spins interfaciais não-compensados da camada AFM, em um sistema FM/AFM, quando o campo magnético externo aponta na direção do acoplamento de troca entre as camadas, que é também a direção de anisotropia do AFM. Quando o campo magnético é invertido, a camada FM tende a girar junto com o campo, mas devido a presença do fenômeno de EB, os spins não-compensados da camada AFM aplicam um torque microscópico sobre os momentos da camada FM, dificultando a rotação. Mas como pode ser visto na figura 3.11 (b), nem todos os spins interfaciais do AFM se comportam dessa forma, existindo os estáveis que cumprem esse papel e os instáveis que giram irreversivelmente com o campo magnético que é aplicado.

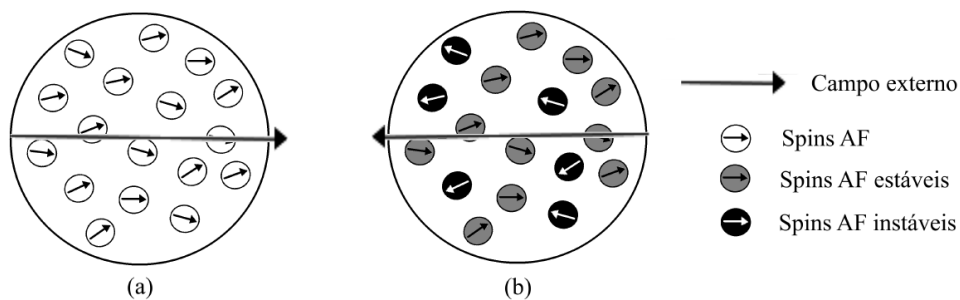


Figura 3.11 – Ilustração esquemática dos spins interfaciais não-compensados da camada AFM. (a) Spins apontam na mesma direção do campo magnético (\vec{H}). (b) Diferentes classificações dos spins AFM da interface quando \vec{H} é invertido [13].

A maioria dos autores ao utilizarem as classificações de grãos interfaciais mencionadas acima concordam em atribuir aos grãos estáveis do AFM o surgimento da anisotropia unidirecional que está relacionada com a magnitude do H_{eb} e aos grãos instáveis, manifestações como efeito de treinamento, aumento da coercividade e a existência de histerese rotacional.

3.3.2 Rugosidade interfacial

A rugosidade é uma outra característica da interface que influi sobre o EB, como interfaces reais sempre apresentam um certo grau de rugosidade e/ou de interdifusão entre os materiais. Grande parte dos resultados experimentais descrevem, em filmes finos texturizados, que a magnitude de H_{eb} decresce com o aumento da rugosidade interfacial [9, 40]. Contudo, alguns sistemas se mostram mais resistentes a sua influência [9, 41] e outros se comportam de maneira inversa, ou seja, quanto maior a rugosidade interfacial maior H_{eb} [9, 42].

A presença da rugosidade na interface pode provocar mudanças na formação dos domínios magnéticos e ainda alterar a compensação dos spins interfaciais. Experimentalmente, verifica-se que a influência da rugosidade sobre o EB não depende da estrutura interfacial, ou seja, aparece em estruturas não-compensadas, compensadas, colineares e não-colineares [9].

Refletividade de raios-x a baixo ângulo (XRR) é uma técnica usada com frequência para avaliar a rugosidade na interface. Esse parâmetro está relacionado com a atenuação das franjas de Kiessig e com a mudança no decaimento do espectro, e pode ser obtido através de um ajuste sob os pontos experimentais [42, 38, 43].

3.3.3 Cristalinidade e tamanho de grão

Outros dois parâmetros que devem ser controlados e caracterizados são a cristalinidade (ou textura cristalográfica) e o tamanho de grãos. Em materiais policristalinos, quando se trata de cristalinidade, a forma como a camada AFM cresce é essencial para o aparecimento e acentuação do fenômeno de EB, já que está ligada diretamente à forma com que os domínios localizados na interface estarão arranjados para interagirem com a camada FM.

O H_{eb} aumenta, na maioria das vezes, com a melhora da cristalinidade para uma amostra que possui uma única orientação preferencial [9]. No caso do material AFM ser o IrMn, que é o material AFM estudado neste trabalho, o crescimento do filme com textura (111) é fundamental para observação do fenômeno de EB [44, 45].

A influência do tamanho de grão sobre o EB é um parâmetro de difícil compreensão e

clareza. Em alguns sistemas foi verificado que o H_{eb} aumenta com o tamanho do grão [46] e em outros verifica-se o contrário [47]. Isso se deve ao fato de que o tamanho de grão AFM não varia de forma independente, afetando outros parâmetros como rugosidade, textura cristalina, anisotropia da camada AFM [9].

3.4 Modelos para a descrição do Exchange Bias

Desde a descoberta do fenômeno de EB, muitos modelos foram propostos e aprimorados. Alguns modelos obtiveram bons resultados, mas nenhum deles foi capaz de explicar de forma totalmente eficaz todos os seus aspectos.

Um bom modelo para o EB precisa levar em conta todos os efeitos que o acompanham e os diferentes tipos de amostras que serão estudadas. A seguir serão apresentados alguns modelos existentes.

Meiklejohn e Bean [7], em 1956 propuseram o primeiro modelo para explicar o fenômeno de EB. O modelo era simples (semelhante ao modelo intuitivo), e foi bem sucedido qualitativamente. Eles estudaram partículas de Co com uma camada oxidada de CoO (AFM). Ambas as camadas se comportavam como monodomínios, de forma que a camada FM invertia sua magnetização por rotação coerente e a camada AFM permanecia imóvel ao longo da direção de anisotropia. A interface entre as camadas apresentava uma estrutura de spins não-compensados. Este modelo é bem sucedido em prever o deslocamento do ciclo de histerese, porém, o valor previsto por ele para o deslocamento de Bias pode ser ordens de grandeza maior do que observado experimentalmente, para o caso de filmes policristalinos [26].

O segundo modelo foi proposto por *Néel* em 1967 [48]. Neste, a interface AFM não-compensada poderia sofrer mudanças irreversíveis durante o processo de reversão da magnetização da camada FM, o que afetaria o H_{eb} e H_C . Esse modelo falha em obter valores razoáveis para o deslocamento em campo das curvas de histerese. Néel também considerou uma interface com degraus, aproximando de uma interface mais realista, fazendo com que exista algumas compensações dos momentos da camada AFM.

Em 1972, *Fulcomer e Charap* propuseram um modelo que é considerado um dos mais bem sucedidos quando se trata de EB [49, 50]. Nesse modelo foi proposto que o filme FM é coberto por inúmeras partículas AFM, que interagem somente com o filme FM e estão sujeitas a flutuações térmicas para temperaturas acima da T_B . Foram levados em conta diversos tamanhos e formatos de filmes e uma boa concordância ao prever a dependência do H_{eb} e H_C com a

temperatura que foi obtida para o "permalloy" oxidado. Atualmente, esse modelo serve como alicerce para os modelos granulares baseados em flutuações térmicas.

Em 1987, *Mauri e colaboradores* [51] propuseram o primeiro modelo de domínios do EB. Eles sugeriram que a formação de paredes de domínios paralelas a interface FM/AFM resulta em uma redução da energia interfacial, e conseqüentemente em valores mais razoáveis de H_{eb} . Contudo, o modelo de *Mauri* não explica características como o aumento de H_C , o efeito de treinamento, entre outros. Ainda no mesmo ano, *Malozemoff* [52] apresentou um modelo que introduzia uma interface com rugosidade aleatória entre as camadas FM e AFM e encontrou valores de H_{eb} na mesma grandeza de *Mauri*. O ponto fraco desse modelo é o fato de ser de difícil aplicação para filmes policristalinos. Além disso, o modelo é incapaz de prever EB em interfaces perfeitamente compensadas.

Koon [37] em 1997, propôs um modelo microscópico para explicar o fenômeno de EB em interfaces compensadas. Ele propôs que a magnetização do material FM tende a se orientar perpendicular ao eixo fácil do AFM. Com este acoplamento perpendicular tanto interfaces compensadas e não-compensadas são capazes de produzir valores semelhantes de H_{eb} . Isso se deve à formação de uma parede de domínio no AFM, paralela à interface, durante a reversão da magnetização do FM. A ideia do acoplamento *spin-flop* é o principal resultado desse modelo. *Koon* também observou uma pequena inclinação relativa entre os spins interfaciais da camada AFM.

Entre 1998 e 1999, *Shulthess e Butler* [53] combinaram os modelos de *Malozemoff e Koon* e resolveram a equação de *Landau-Lifshitz* incluindo o termo de amortecimento de Gilbert-Kelley para estudar o acoplamento de troca entre as camadas FM e AFM. Eles mostraram que se a interface for perfeitamente lisa, o acoplamento *spin-flop* não conduz ao deslocamento do ciclo de histerese, somente um aumento da coercividade é percebido. Adicionando defeitos na interface consegue-se obter valores de H_{eb} da mesma ordem de grandeza dos valores experimentais. O fato dos valores do H_{eb} dependerem da natureza e concentração dos defeitos interfaciais dificulta a aplicação desse modelo. O modelo somente é aplicado para sistemas onde FM e AFM são camadas monocristalinas e comportam-se como monodomínios.

Em 1999, *Stiles e McMichael* [19], propuseram um modelo que considera bicamadas de FM/AFM policristalinas com grãos interfaciais do AFM divididos em estáveis e instáveis, e não interagentes entre si. O acoplamento dos grãos FM e AFM ocorre via interação de troca e *spin-flop*, mediante a formação de uma parede de domínio parcial no AFM. Os grãos AFM estáveis

mantém sua ordem antiferromagnética durante a reversão da magnetização da camada FM, sendo responsáveis pelo deslocamento do ciclo de histerese. Já, os grãos AFM instáveis sofrem mudanças irreversíveis na ordem antiferromagnética durante a reversão e estão associados a efeitos histeréticos observados em curvas de torque e de ressonância ferromagnética. Alguns modelos mais atuais incluem o termo de anisotropia rodável [54, 55].

4 MAGNETORRESISTÊNCIA

A magnetorresistência (MR) é a mudança da resistência elétrica (R) do material quando submetido a um campo magnético externo. Na presença de um campo magnético externo, o arranjo dos spins altera a mobilidade dos elétrons provocando uma variação na resistência. A magnetorresistência pode ser definida como:

$$MR = \frac{R(H) - R(H = 0)}{R(H = 0)} = \frac{\Delta R}{R}, \quad (4.1)$$

onde $R(H)$ é a resistência para um determinado valor de campo H .

O valor da resistência $R(H)$ normalmente é expresso como uma variação percentual e, em alguns casos pode ser interessante definir a sensibilidade relativa da magnetorresistência:

$$S = \frac{\frac{\Delta R}{R}}{H_s} \cdot 100\%, \quad (4.2)$$

onde H_s é o menor valor de campo externo que permite a saturação do efeito magnetorresistivo [14] e a unidade de S é dada em $\%/ \text{Oe}$.

A magnetorresistência normal e a magnetoresistência anisotrópica (AMR) estão entre os mais importantes efeitos magnetorresistivos e serão discutidos a seguir.

4.1 Magnetorresistência normal

A magnetorresistência normal ou positiva é caracterizada por um aumento da resistência quando se aplica um campo magnético externo. Ela é melhor observada em materiais não-magnéticos como consequência da força de Lorentz. O campo magnético força os elétrons a se deslocarem em trajetórias espirais, diminuindo assim o livre caminho médio e como consequência a resistência aumenta.

Abaixo da temperatura de Curie, os metais de transição ferromagnéticos exibem uma redução na resistência quando comparados aos metais de transição não-magnéticos como o paládio, figura 4.1. Esta redução é chamada de magnetorresistência negativa. Em metais de transição, o transporte elétrico é devido, principalmente, aos elétrons s que exibem uma pequena massa efetiva. A resistência pode ser explicada pelo espalhamento de elétrons s pelos estados vazios da banda d próximos ao nível de Fermi E_F . Metais de transição são caracterizados pela grande densidade de estados (DOS) da banda d no nível de Fermi. Desse modo, a seção de espalhamento é grande e como consequência a resistência é relativamente alta. Já, os metais

nobres exibem uma baixa densidade de estados no nível de Fermi, que resulta em uma baixa resistência.

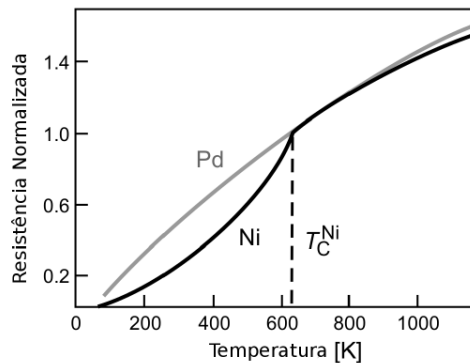


Figura 4.1 – Resistência em função da temperatura para Ni e Pd. As curvas são normalizadas em relação a temperatura de Curie do Ni. Figura extraída de [14].

Para metais não-magnéticos ou ferromagnéticos, acima da T_C , a densidade de estados é igual para os dois tipos de elétrons (s e d), figura 4.2 (a). Para um material magnético abaixo da T_C , há um desnível das bandas, figura 4.2 (b). Como consequência, a maioria dos elétrons s não podem ser espalhados para os estados d , causando um aumento na mobilidade e uma redução na resistência. Aplicando um campo magnético externo, aumenta-se o grau de ordenamento de spins e conseqüentemente a resistência diminui. Assim, observa-se a magnetorresistência negativa.

A magnetorresistência negativa não depende da direção de aplicação da corrente elétrica em relação à direção da magnetização, direção do campo externo ou da orientação dos eixos cristalinos, ou seja, se comporta isotropicamente.

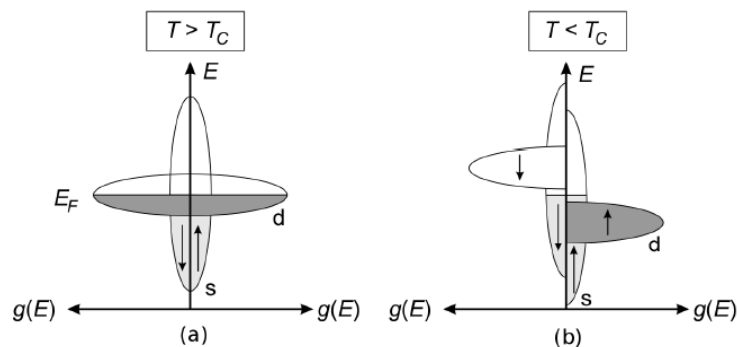


Figura 4.2 – A figura representa a densidade de estados de spins up e $down$ para (a) metais não-magnéticos ou ferromagnéticos acima da T_C e para (b) metais ferromagnéticos abaixo da T_C [14].

4.2 Magnetorresistência anisotrópica - AMR

O efeito chamado AMR consiste na variação da resistência de um material ferromagnético em função do ângulo entre a corrente elétrica e a magnetização do material. A AMR em materiais ferromagnéticos tem sua origem física no acoplamento spin-órbita nos orbitais $3d$ devido ao campo aplicado. Sem acoplamento spin-órbita (com $\mathbf{L}\cdot\mathbf{S}=0$), não pode acontecer o espalhamento s - d dos elétrons majoritários. Quando $\mathbf{L}\cdot\mathbf{S} \neq 0$, pode haver a ocorrência de espalhamento com inversão de spin (*spin-flip*), ou seja, os elétrons s majoritários podem ser espalhados por estados d minoritários, auxiliando para o aumento da resistência [14]. Além disso, o momento de um elétron espalhado precisa ser conservado o que, juntamente com o formato dos orbitais d , faz com que a seção de espalhamento seja diferente para uma orientação paralela ou perpendicular entre as direções da magnetização e da corrente elétrica, como mostrado na figura 4.3.

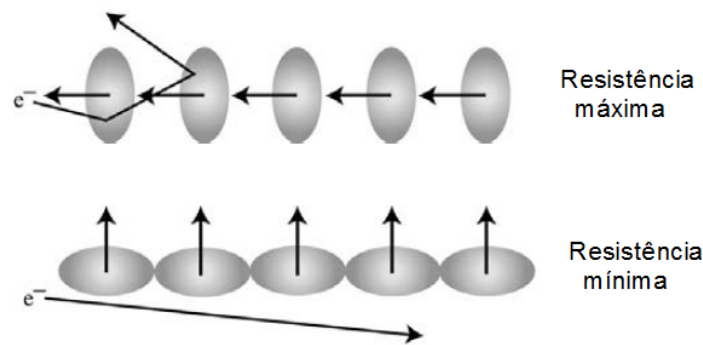


Figura 4.3 – Origem da magnetorresistência anisotrópica [15].

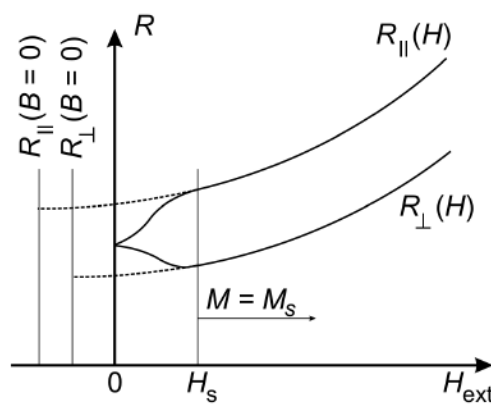


Figura 4.4 – Resistência em função do campo magnético externo para uma orientação paralela (R_{\parallel}) e outra perpendicular (R_{\perp}) entre o campo magnético e a corrente elétrica [14].

O valor da AMR depende do ângulo entre a densidade de corrente elétrica \vec{j} e a di-

reção da magnetização \vec{M} no material ferromagnético. Quando o material está no seu estado saturado, \vec{M} está alinhada com o campo aplicado, mas dependendo das circunstâncias pode ser influenciada por outros fatores como anisotropias magnetocristalina e de forma em filmes finos [14].

Na figura 4.3, pode ser observado que a resistência de uma amostra FM é máxima quando a corrente é paralela à direção da magnetização (R_{\parallel}) e mínima quando a corrente é perpendicular à magnetização (R_{\perp}). A figura 4.4, mostra a dependência do campo magnético com o efeito de AMR para filmes finos ferromagnéticos. Quando o campo externo é nulo não há diferença entre as resistências (R_{\parallel} e R_{\perp}). Aplicando um campo magnético a diferença entre R_{\parallel} e R_{\perp} , se torna perceptível, aumentando até um valor máximo (H_S). Após o campo ser maior do que o campo de saturação da amostra a diferença entre as curvas permanece constante.

A dependência angular da mudança da resistência devido ao efeito da AMR pode ser expressa como:

$$R(\phi) = R_{min} + \Delta R_{AMR} \cos^2(\phi_{FM} - \phi_I) \quad (4.3)$$

onde ΔR_{AMR} é a variação da resistência devido ao efeito AMR e $(\phi_{FM} - \phi_I)$ é o ângulo entre a posição de equilíbrio da magnetização e a direção da corrente. De acordo com essa relação, a mudança de resistência exibe uma periodicidade de 180° quando o material ferromagnético é rotacionado sob aplicação de um campo magnético constante. A equação 4.3 pode ser reescrita usando os termos:

$$\Delta R_{AMR} = R_{\parallel} - R_{\perp} \quad (4.4)$$

$$\Delta R_{min} = R_{\perp}. \quad (4.5)$$

Temos assim:

$$R(\phi) = R_{\perp} + (R_{\parallel} - R_{\perp}) \cos^2(\phi_{FM} - \phi_I) \quad (4.6)$$

4.3 Resistividade elétrica em filmes finos

A resistividade elétrica (ρ) é uma propriedade intrínseca de cada material. Classicamente, a origem da resistividade elétrica é explicada pelas colisões dos elétrons com imperfeições e com os íons da rede cristalina, os quais vibram em torno de suas posições de equilíbrio, devido à energia térmica.

A resistividade elétrica está relacionada ao livre caminho médio dos elétrons de condução (l). Geralmente, os valores de l são da ordem de centenas a milhares de ângstrons, ou

seja, são comparáveis às espessuras de filmes finos. Desse modo, em filmes de espessura (t) suficientemente fino ou $t < l$ existe a possibilidade que uma nova fonte de espalhamento, devido a superfície e/ou as interfaces, aumente sua resistividade.

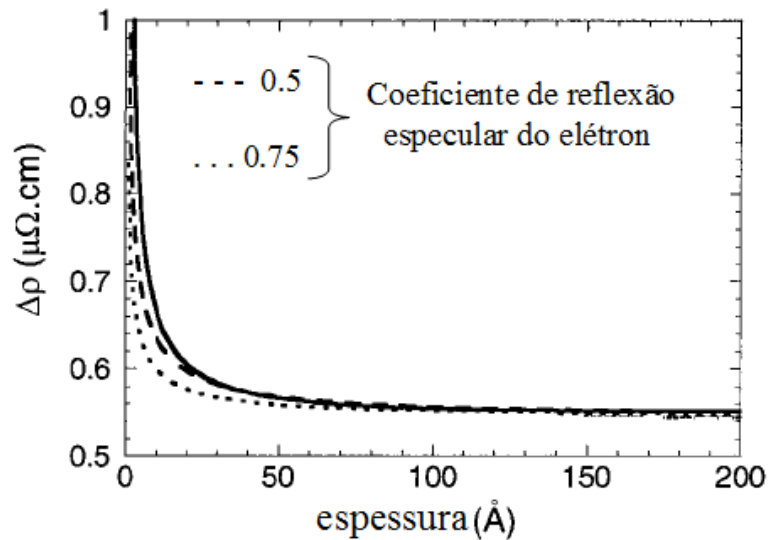


Figura 4.5 – Resistividade em função da espessura de filmes finos de Py [16].

A figura 4.5 apresenta um gráfico da resistividade em função da espessura medida em filmes finos de Py. Podemos observar que a partir de 50 Å de espessura a resistividade não varia. Para espessuras menores, o livre caminho médio dos elétrons de condução diminui, ou seja, $t > l$, resultando num aumento da resistividade.

A morfologia do filme fino tem papel fundamental na resistividade [56, 57], por exemplo, a rugosidade interfacial pode influenciar as propriedades magnéticas como coercividade, além da resistividade.

5 TÉCNICAS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

Este capítulo trata das técnicas e procedimentos experimentais adotados na produção e caracterização estrutural, magnética e de transporte elétrico das amostras.

5.1 Amostras

Para realização de nosso estudo foram produzidas amostras na forma de filmes finos com diferentes números de tricamadas, as quais apresentam o fenômeno de EB.

O sistema NiFe/IrMn/Ta foi escolhido para realizarmos o estudo do acoplamento entre as camadas FM e AFM. O material antiferromagnético ($\text{Ir}_{20}\text{Mn}_{80}$) apresenta várias propriedades de importância tecnológica, tais como boa resistência à corrosão, baixa espessura crítica (poucas camadas atômicas são suficientes para se manifestar o fenômeno de EB) e alta temperatura de bloqueio [58]. Acoplado ao antiferromagnético usamos o Permalloy ($\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}$). Esse material apresenta características como alta permeabilidade magnética, altos valores de magnetização de saturação, baixo campo coercivo, magnetorresistência anisotrópica significativa e baixa magnetização de remanência. Por essas características é muito utilizado em aplicações tecnológicas, como cabeçotes de leitura e gravação magnética, entre outras.

As amostras estudadas no presente trabalho foram produzidas no Laboratório de Conformação Nanométrica (LCN) do Instituto de Física da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS). A caracterização estrutural, magnética e de transporte elétrico foi feita no Laboratório de Magnetismo e Materiais Magnéticos (LMMM) da Universidade Federal de Santa Maria (UFSM). A tabela 5.1 apresenta a composição nominal das amostras.

Tabela 5.1 – Composição nominal das amostras.

Amostra	Ta (Å)	NiFe/IrMn/Ta (Å)	N	Ta (Å)
R977	150	100/120/30	1	120
R978	150	100/120/30	5	120
R979	150	100/120/30	10	120
R980	150	100/120/30	15	120
R981	150	100/120/30	20	120

N é o número de repetições da tricamada.

As amostras foram depositadas por *magnetron sputtering* sobre substratos comerciais de Si (100). Durante a produção das amostras, foi aplicado um campo magnético de $\sim 2\text{Koe}$

no plano da amostras a fim de induzir a direção de anisotropia. As amostras são mostradas esquematicamente na figura 5.1.

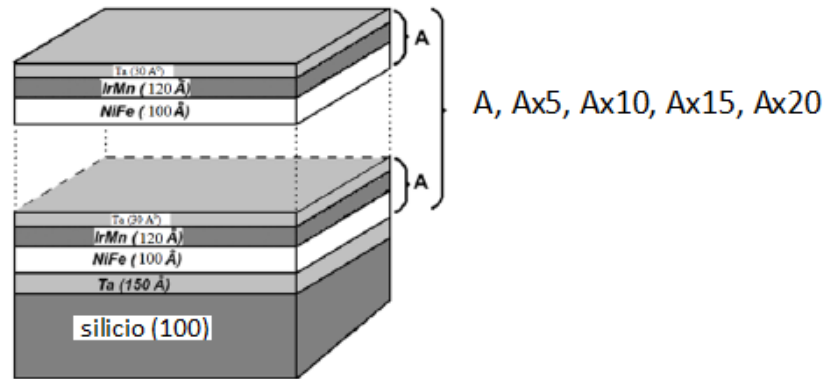


Figura 5.1 – Figura esquemática das amostras utilizadas.

5.2 Produção das amostras

Os filmes finos podem ser preparados por vários métodos diferentes, dependendo da composição, estrutura e aplicação. Todos eles se baseiam na deposição gradual de átomos ou moléculas do material desejado sobre a superfície de outro material que serve de apoio, chamado *substrato* [3].

As amostras estudadas nesse trabalho foram produzidas pela técnica de *magnetron sputtering* ou desbaste iônico. A deposição por *sputtering* é bastante utilizada para crescer filmes finos, devido à excelente reprodutibilidade das amostras produzidas, boa aderência ao substrato e a facilidade no controle da espessura.

A figura 5.2, ilustra o equipamento básico para a deposição de filmes finos por *sputtering*. Nessa técnica, antes do processo de deposição ser iniciado, a câmara é evacuada permanecendo com pressão muito baixa (10^{-9} - 10^{-7} Torr) durante várias horas, para eliminar gases residuais. Em seguida um gás nobre, geralmente argônio, é injetado na câmara com pressão da ordem de 10^{-3} Torr, formando uma atmosfera inerte. A emissão do material do qual se deseja obter um filme, ou seja, o *sputtering*, começa quando é aplicada uma diferença de potencial da ordem de alguns kV entre o porta-substratos e o alvo que contém a matéria-prima a ser pulverizada, ionizando o gás na região e formando um plasma. Os íons do plasma são acelerados pela diferença de potencial, e ao colidirem balisticamente com o alvo são capazes de remover átomos

de sua superfície e ejetá-los em todas as direções. Esses átomos acabam se depositando sobre o substrato formando o filme. A espessura do filme é controlada pelo tempo de exposição do substrato ao plasma, e conhecendo-se de antemão a taxa de deposição. Essa última é calibrada através de medidas de refletividade de raios-x a baixos ângulos, medidas em filmes do material que se deseja depositar. Os sistemas atuais de *sputtering* utilizam ímãs permanentes para criar um campo magnético que serve para se ter um maior controle sobre o plasma, aumentando a taxa de ionização do gás o que pode por sua vez aumentar a taxa de deposição [3].

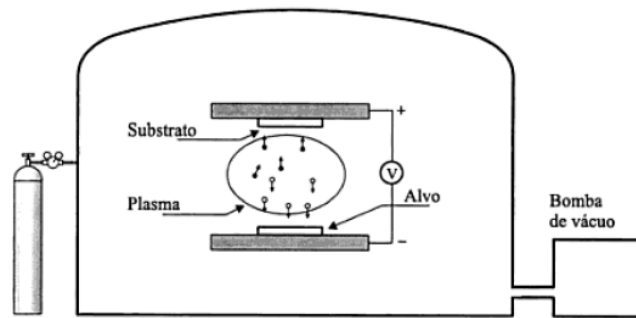


Figura 5.2 – Componentes básicos de um sistema de deposição por *sputtering* [3].

O sistema de ímãs que caracteriza a técnica como *magnetron sputtering* encontra-se nos canhões, abaixo do alvo. A configuração das linhas de campo magnético em torno de um canhão, figura 5.3, pode induzir uma anisotropia uniaxial nos filmes finos, devido à movimentação dos substratos sobre essa região durante a deposição.

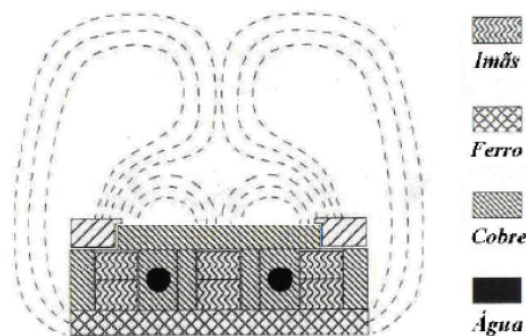


Figura 5.3 – Configuração das linhas de campo magnético em torno de um canhão (AJA International).

O equipamento Orion-8 UHV (sistema de *sputtering*) da empresa AJA Internacional Inc., figura 5.4, foi usado para deposição das amostras estudadas nesse trabalho. O mesmo está localizado no Laboratório de Conformação Nanométrica do Instituto de Física da UFGRS.



Figura 5.4 – Magnetron Sputtering do LCN.

As amostras estudadas nesse trabalho são constituídas de tricamadas de NiFe/IrMn/Ta, cuja composição nominal foi citada anteriormente. As espessuras variam de acordo com o empilhamento dessas tricamadas. Uma camada de Tântalo (Ta) de 150 \AA foi usada como camada base ("*buffer*") para uma melhor aderência do filme ao substrato e outra como camada protetora de 120 \AA sobre a estrutura final. As condições de deposição são as mesmas para as diferentes amostras, muda apenas a pressão de base (1×10^{-8} a 7×10^{-8} Torr).

A presença de uma camada de Ta entre as repetições impede que exista uma interação adicional entre as camadas consecutivas. Desse modo, as características da interface FM/AFM são preservadas e é possível considerar as amostras diferentes apenas em relação a influência das repetições.

5.3 Caracterização estrutural: Difração de raios-x

Em 1894 ocorreu a descoberta dos raios-x pelo físico alemão Wilhelm Conrad Röntgen e hoje é uma importante ferramenta utilizada para a caracterização estrutural da matéria.

A técnica de difração de raios-x é relativamente simples, baseando-se no espalhamento da radiação incidente pelos átomos do material em análise. Esse espalhamento se dá em todas as direções, porém, quando se está examinando um material cristalino, existirão determinadas direções em que os feixes espalhados por diferentes planos atômicos se encontrarão completa-

mente em fase, interferindo construtivamente. Para que esta interferência construtiva ocorra é necessário que a diferença entre caminhos ópticos de raios distintos, corresponda a um múltiplo inteiro do comprimento de onda incidente [59]. Esta condição pode ser expressa através da Lei de Bragg:

$$2d\sin\theta = n\lambda \quad (5.1)$$

onde d é a distância entre as camadas, θ o ângulo entre estes planos e a radiação incidente, λ o comprimento de onda desta radiação e n um número inteiro.

A difração de raios-x é a técnica mais adequada e mais usada em estudos cristalográficos. Existe um grande banco de dados com os padrões de difração, sendo assim possível identificar fases em materiais policristalinos e também determinar suas quantidades relativas com base nas intensidades dos picos de difração. Dos difratogramas é possível também obter informações sobre orientação preferencial em policristais, tamanho de grão cristalino e rugosidade [60].

A figura 5.5 mostra parte do equipamento de difração de raios-x utilizado e que se encontra no LMMM. É um difratômetro Brüker D8 Advance, que possui goniômetro na geometria Bragg-Brentano ($\theta - 2\theta$), o tubo de raios-x possui o alvo de cobre, e o detector LinxEye de tiras de silício. Para selecionar apenas o comprimento de onda característico de uma transição eletrônica da camada L para a K de um átomo do alvo (emissão K_{α} de cobre e $\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$), são utilizados filtros que absorvem o espectro contínuo e as outras emissões de menor intensidade do Cu. O feixe é colimado usando *Sollers* e *Slits* na saída do tubo e na entrada do detector. O porta-amostras é fixo, sendo que o tubo e o detector são móveis e controlados por motores de passo.

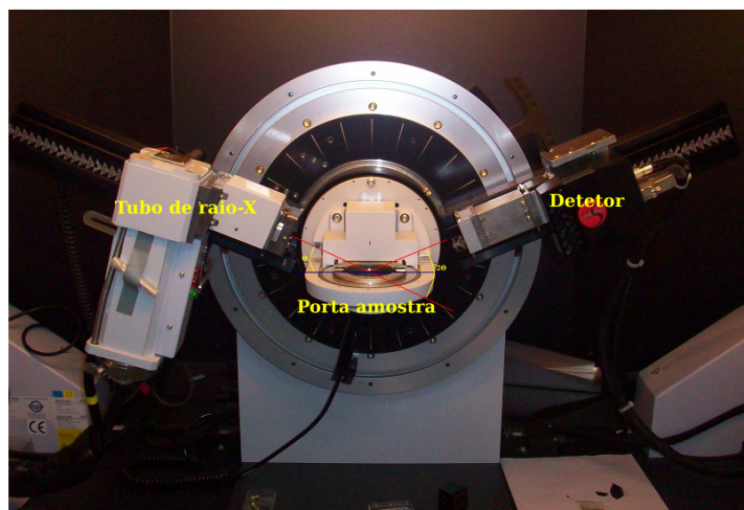


Figura 5.5 – Difratômetro Brüker D8 Advance.

5.4 Caracterização magnética: Magnetização

Para a caracterização magnética das amostras foi usado um *magnetômetro de gradiente de campo alternado (AGFM)*. O AGFM é um instrumento para medidas de variações do momento magnético. Nesse método, uma amostra uniformemente magnetizada é colocada em um gradiente de campo magnético alternado, sendo submetida a ação de uma força dada por:

$$F_x = \vec{m} \cdot \nabla H_x \quad (5.2)$$

onde \vec{m} é o momento magnético da amostra e ∇H_x é o gradiente de campo magnético.

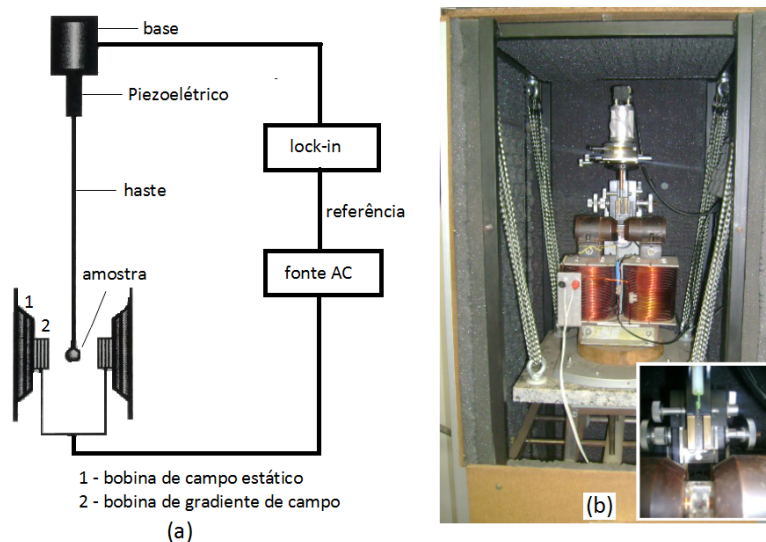


Figura 5.6 – (a) Estrutura básica de um AGFM [17]. (b) AGFM existente no LMMM, em destaque a região do porta-amostras e o piezoelétrico [5].

Como pode ser visto na figura 5.6 (a), a amostra é fixada em uma das extremidades de uma haste flexível não magnética e, então, colocada entre os pólos de um eletroímã, os quais geram um campo magnético estático (H). Paralelo aos pólos do eletroímã existem duas bobinas que geram um gradiente de campo alternado (H_{AC}) na região da amostra. Esse gradiente é utilizado para exercer uma força periódica na amostra magnetizada pelo campo magnético estático. Essa força deflete a haste na qual a amostra está fixada, fazendo-a oscilar com a mesma frequência do H_{AC} . A amplitude de deflexão é proporcional à magnitude do gradiente de campo e ao momento magnético da amostra [17, 18].

H. Zijlstra [61] desenvolveu o primeiro AGFM utilizando um microscópio ótico para observar a variação da amplitude de vibração da haste. Atualmente, utiliza-se um sensor piezoelétrico acoplado na extremidade fixa da haste. O sensor tem a propriedade de transformar

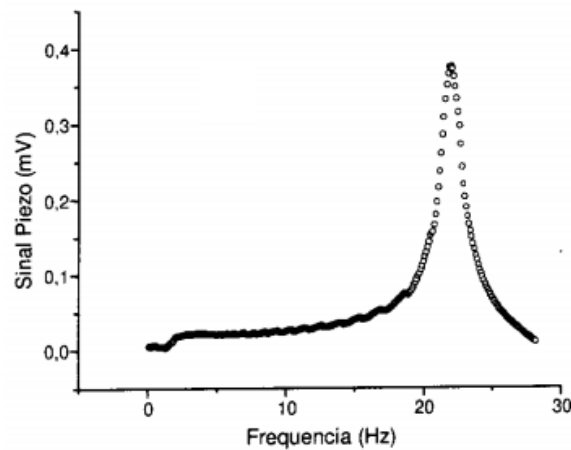


Figura 5.7 – Sinal do piezoelétrico em função da frequência para um campo aplicado de 100 Oe. A frequência de ressonância é aproximadamente 22 Hz [18].

uma oscilação mecânica em uma tensão elétrica alternada. A medida da tensão do piezoelétrico (proporcional ao momento magnético da amostra) é feita com o auxílio de um amplificador *lock-in*. A frequência usada para a realização desse tipo de medida é a próxima ao valor da ressonância mecânica da haste, visto que assim tem-se uma maior amplitude do seu movimento resultando em um sinal de maior intensidade. O valor da ressonância mecânica da haste é encontrado fazendo-se uma varredura do sinal do piezoelétrico em relação a frequência, figura 5.7.

O AGFM é montado de modo que o sistema experimental fique protegido contra vibrações mecânicas, pois as mesmas comprometem a medida, aumentando o ruído. Para a realização das medidas de magnetização desse trabalho utilizou-se o AGFM disponível no LMMM, figura 5.6 (b).

5.5 Caracterização de transporte elétrico: Magnetorresistência

As medidas de magnetorresistência anisotrópica (AMR) podem ser feitas de duas maneiras:

- Medida da resistência elétrica em função do campo externo aplicado ($R \times H$), para um ângulo (θ) escolhido;
- Medida da resistência elétrica em função do ângulo entre a corrente elétrica e o campo aplicado ($R \times \theta$).

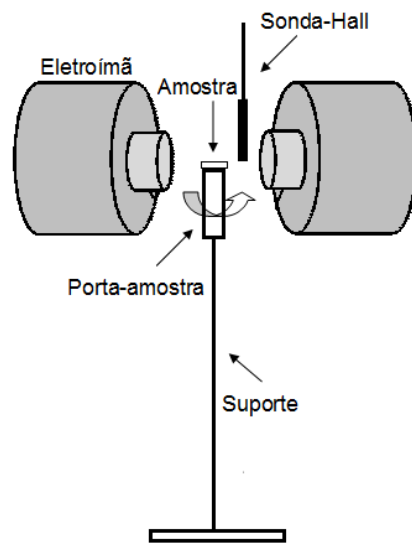


Figura 5.8 – Diagrama do aparato experimental usado para medir as curvas de AMR.

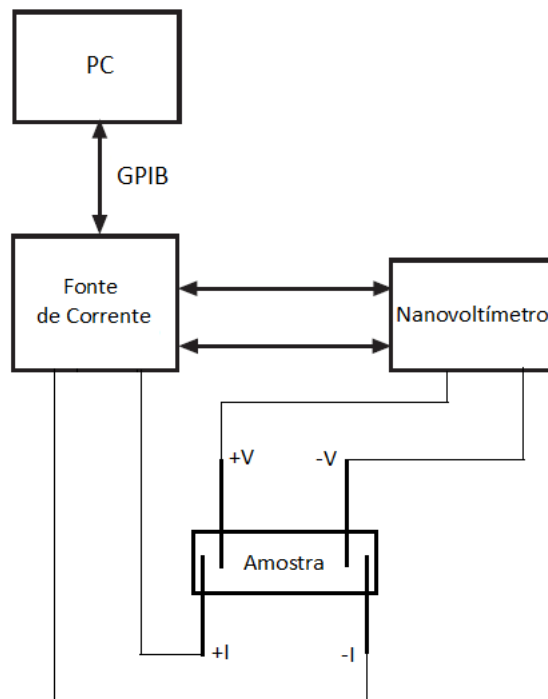


Figura 5.9 – Representação das ligações da fonte de corrente com o computador e com o nanovoltímetro.

A figura 5.8, mostra um diagrama do aparato experimental usado para a realização das medidas de AMR. O porta-amostras é montado de forma que a amostra seja posicionada no centro do eletroímã. O porta-amostras pode girar de 360° em ambos os sentidos e é movido por um motor de passos controlado por um computador. A leitura da sua posição angular é

feita contando os passos dados pelo motor. A medida é controlada utilizando um *software* desenvolvido em plataforma HP-VEE.

O modo de medida da resistência escolhido foi o método de 4 pontas. Neste, é utilizada uma fonte de corrente, que faz passar uma corrente elétrica (I) através da amostra e um nanovoltímetro que mede a diferença de potencial (ΔV) na amostra. A razão dessas duas quantidades é a resistência da amostra. A representação das ligações da fonte de corrente com o computador e com o nanovoltímetro está mostrada na figura 5.9.

5.6 Descrição do modelo usado para ajustar as curvas de AMR

O ajuste do modelo aos dados experimentais foi feito por meio de cálculos computacionais desenvolvidos no programa *Maple*, a fim de obter os parâmetros que descrevem o sistema magnético. O diagrama com o vetor magnetização, as direções de campo (H , H_{eb} e H_K) e o eixo da corrente (I) estão mostrados na figura 5.10. O campo (H) está aplicado no plano da amostra e as amostras tem anisotropia no plano. Os eixos x e y são eixos de referência e descrevem o plano da amostra. Os eixos de anisotropia uniaxial e unidirecional e a direção da corrente podem ser considerados como não coincidentes. O modelo permite que esses eixos possam ser orientados de diferentes maneiras, de modo que podemos alinhar e desalinhar os eixos de anisotropias e o eixo da corrente com o eixo x . Os termos de energia livre magnética utilizados no programa para os cálculos são:

$$E_{Total} = E_Z + E_K + E_{eb} + E_{MS}, \quad (5.3)$$

onde E_Z é a energia Zeeman, E_K é a energia uniaxial, E_{eb} é a energia de exchange bias (energia unidirecional) e E_{MS} é a energia magnetostática. Cada termo de energia é definido como:

$$E_Z = -\vec{M} \cdot \vec{H}, \quad (5.4)$$

$$E_K = -\frac{1}{2} \frac{(\vec{M} \cdot \vec{H}_K)^2}{M_S \cdot H_K}, \quad (5.5)$$

$$E_{eb} = -\vec{M} \cdot \vec{H}_{eb}, \quad (5.6)$$

$$E_{MS} = \frac{1}{2} \vec{M}_S \cdot \vec{H}_d. \quad (5.7)$$

onde \vec{M} é a magnetização da amostra, \vec{H} é o campo magnético aplicado, \vec{H}_K é o campo de anisotropia, \vec{H}_{eb} é o campo de exchange, \vec{M}_S é a magnetização de saturação e \vec{H}_d é o campo desmagnetizante.

A figura 5.10, mostra a representação dos ângulos utilizados na formulação do modelo. Onde ϕ_H é o ângulo do campo aplicado, ϕ_{FM} é o ângulo da magnetização, ϕ_{eb} é o ângulo do campo de exchange bias (unidirecional), ϕ_K é o ângulo do campo de anisotropia (uniaxial) e ϕ_I é o ângulo da corrente. Todos eles com relação ao eixo x da amostra. Para um dado campo aplicado e determinada as condições de energia do sistema, dadas pelo H_K e H_{eb} e suas orientações em relação ao eixo da amostra, o programa procura a orientação de ϕ_{FM} para a minimização da energia.

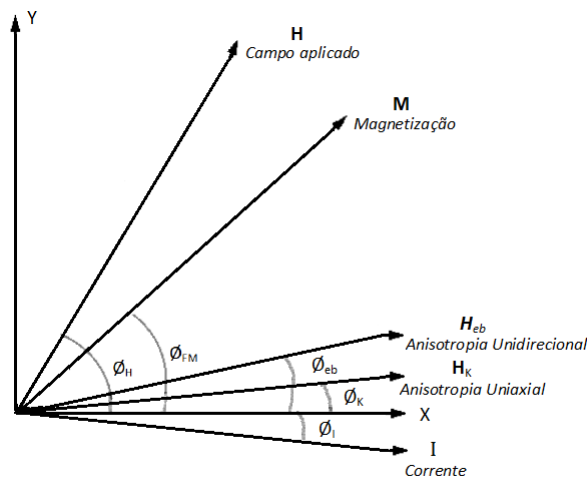


Figura 5.10 – Representação dos ângulos utilizados na formulação básica do modelo descrito.

A figura 5.11 apresenta exemplos da AMR em diferentes condições de campo aplicado e orientação dos eixos de campo e direção da corrente. Os parâmetros (H_{eb} e H_K) usados para calcular são àqueles próximos das amostras estudadas. Apresenta-se essas curvas para demonstrar como espera-se que seja o comportamento das experimentais. De modo geral, como pode ser observado nesta figura, a amplitude da AMR vai crescendo com o campo aplicado e, após este campo ser maior que o campo de saturação da amostra os mínimos apresentam forma mais arredondada e os vales se separam até a curva ficar com a forma de $\cos^2\theta$.

Na figura 5.11 (a) os eixos de anisotropias e o eixo da corrente estão alinhados com o eixo na amostra. Podemos observar no gráfico da resistência versus o ângulo entre a corrente elétrica e o campo aplicado que as curvas são simétricas em torno de $\theta = 180^\circ$. Acima do H_{eb} a amplitude da AMR atinge um valor máximo, permanecendo constante para valores maiores de campos aplicados.

Na figura 5.11 (b) o eixo de anisotropia unidirecional e o eixo da corrente estão alinhados com o eixo na amostra, enquanto o eixo de anisotropia uniaxial está desalinhado. No gráfico da

resistência versus o ângulo entre a corrente elétrica e o campo aplicado as curvas se comportam da mesma forma que na figura 5.11 (a), sendo simétricas em torno de $\theta = 180^\circ$. O valor do H_{eb} é bem maior que o valor do H_K . Desse modo, um desvio angular ϕ_k pequeno não causa assimetrias nas curvas.

Na figura 5.11 (c) o eixo de anisotropia uniaxial e o eixo da corrente estão alinhados com o eixo na amostra, enquanto o eixo de anisotropia unidirecional está desalinhado. Pode-se observar que para campos menores que o H_{eb} as curvas apresentam uma assimetria entre os mínimos. O mesmo ocorre quando os eixos de anisotropias uniaxial e unidirecional estão alinhados com o eixo na amostra e o eixo da corrente está desalinhado, figura 5.11 (d). Nesse ponto nos deparamos com a seguinte questão: essa assimetria pode ser causada por um desalinhamento entre os eixos de anisotropias ou por um desalinhamento entre o eixo da corrente de medição e o eixo de fácil magnetização da amostra. Na secção 6.3 será discutido melhor esse ponto.

A fim de ajustar as curvas de AMR, o ângulo de equilíbrio da magnetização (ϕ_{FM}) foi determinado usando o modelo de rotação coerente da magnetização (minimização da energia) com os quatro termos de energia citados acima. A AMR foi calculada de acordo com a equação 4.6 [14, 62].

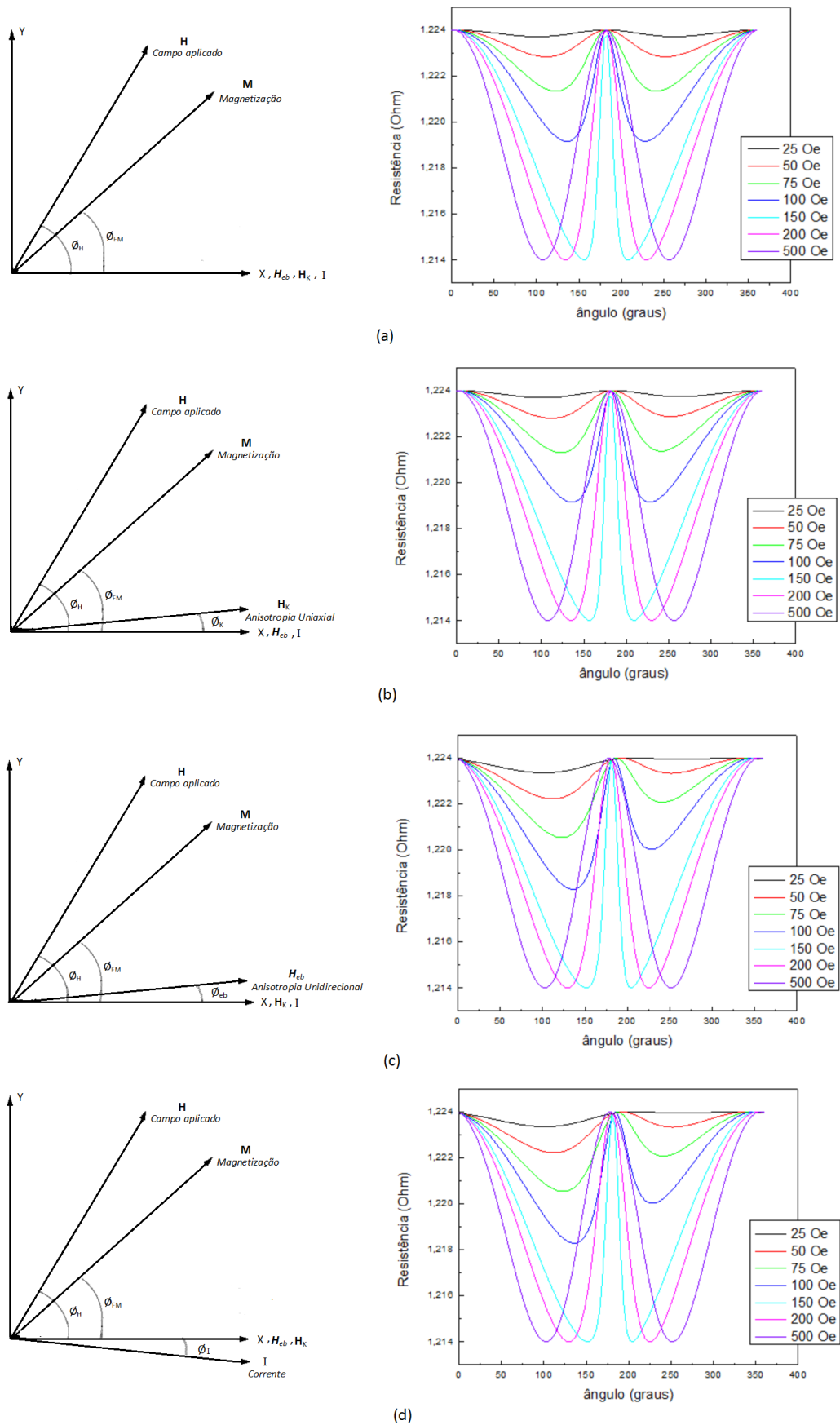


Figura 5.11 – Diferentes orientações nos eixos em relação ao eixo de referência na amostra. O $H_{eb}=137$ Oe e o $H_K=12$ Oe para a amostra usada nesse ajuste.

6 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Neste capítulo serão apresentados os resultados obtidos ao longo do trabalho de mes-trado. Nas amostras citadas anteriormente, foram realizadas medidas de difratometria de raios-x, magnetização e de magnetorresistência. Os dados obtidos para as cinco amostras estudadas são comparados para compreender e explicar as diferenças obtidas com o empilhamento das tricamadas. Ajustes das curvas de AMR foram feitos para diferentes valores de campo.

6.1 Medidas de difração de raios-x

Na figura 6.1 são mostrados os difratogramas de raios-x das amostras estudadas nesse trabalho. A linha vermelha indica o pico característico do IrMn, a verde o pico do NiFe e a linha azul o pico do Ta. Analisando a figura, pode ser visto que aparecem outros picos indicando outras direções de crescimento, mas os materiais FM e AFM apresentam a direção (111) como direção preferencial de crescimento em todas as amostras. A orientação (111) prevalece na medida que as camadas são repetidas (ou "empilhadas"), formando multicamadas. Um fator importante para a ocorrência do fenômeno de EB é que ambos os materiais FM e AFM, cresçam com essa textura cristalográfica [58].

Os difratogramas para as diferentes amostras foram obtidos nas mesmas condições de medidas, podemos observar que as intensidades relativas dos picos aumentam com o aumento da espessura.

A figura 6.2 mostra as medidas de raios-x a baixos ângulos (refletividade de raios-x). Destas medidas podemos calcular as espessuras das amostras, pela Lei de Bragg. A tabela 6.1, representa as espessuras nominais e calculadas das tricamadas através das medidas de refletividade de raios-x.

Tabela 6.1 – Espessura nominal e calculada das amostras.

Amostra	Espessura nominal da tricamada (Å)	Espessura calculada da tricamada (Å)
R977	250	–
R978	250	273
R979	250	299
R980	250	274
R981	250	220

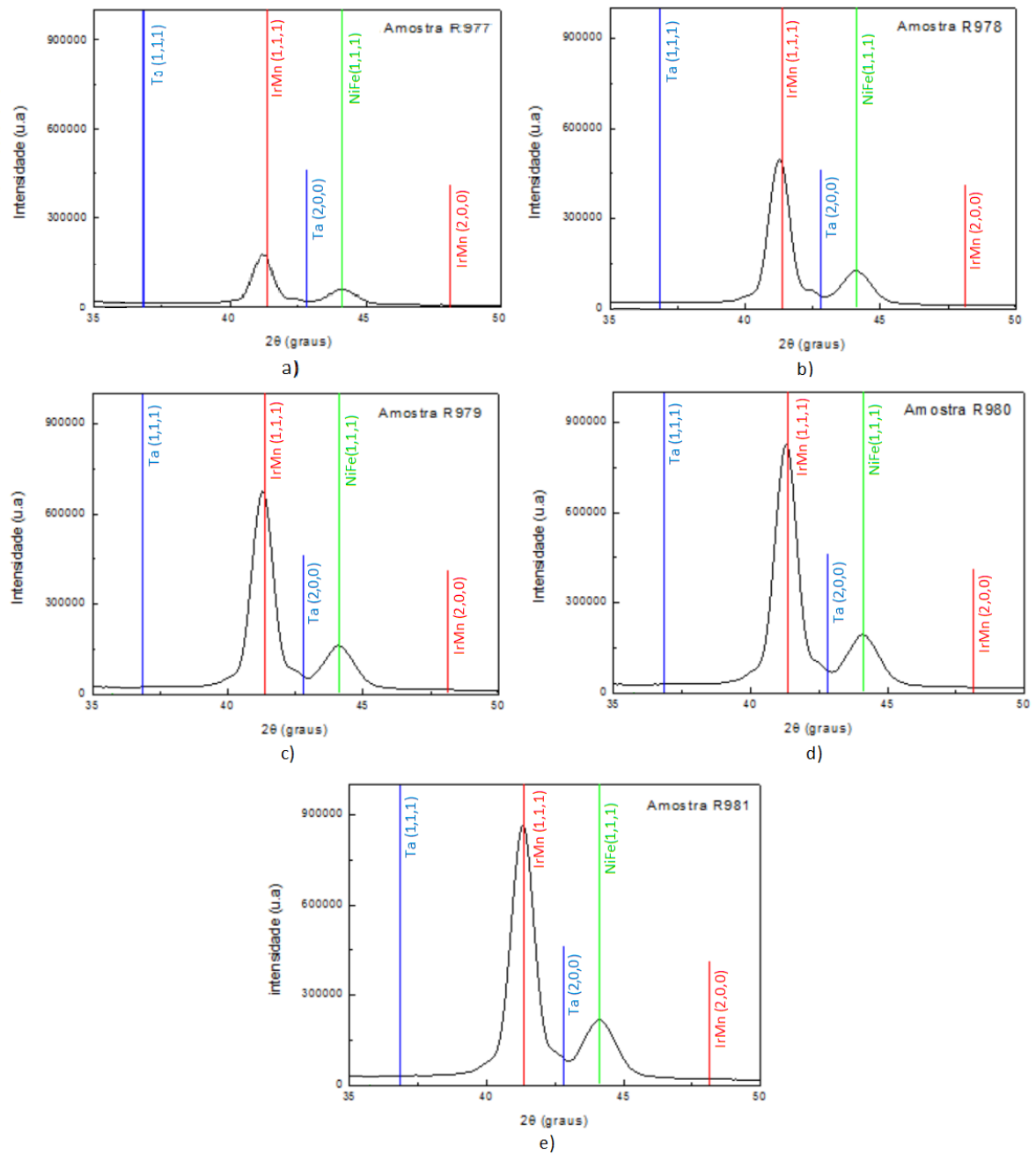


Figura 6.1 – Medidas de difratometria de raios-x para as amostras estudadas. (a) R977, (b) R978, (c)R979, (d)R980, (e)R981.

6.2 Medidas de magnetização

As medidas de magnetização foram realizadas no AGFM. Elas foram feitas a temperatura ambiente, com campo aplicado no plano da amostra e a diferentes ângulos (0° , 90°) em relação ao eixo fácil.

As curvas de magnetização medidas para diferentes ângulos estão mostradas na figura

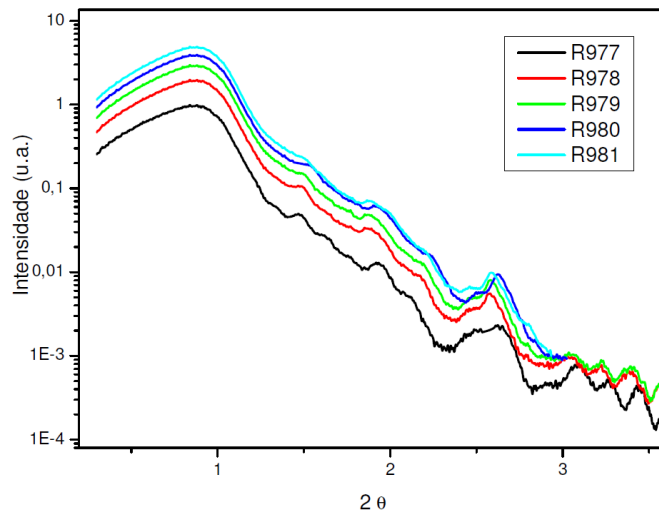


Figura 6.2 – Medidas de difratometria de raios-x a baixos ângulos para as amostras estudadas.

6.3. Pode-se observar claramente o deslocamento em campo da curva de magnetização, comprovando a ocorrência do fenômeno de EB nas amostras.

Esperava-se que com o aumento no número de repetições das tricamadas houvesse uma diminuição no valor do campo de anisotropia (H_K), devido a uma possível dispersão nos eixos de anisotropia das diferentes camadas, mas isso não foi observado nas medidas. O H_K se manteve praticamente constante, isso pode ser devido a um forte acoplamento entre as camadas FM e AFM. Os valores dos H_K , H_{eb} e o H_C obtidos pelas curvas de magnetização e pelos ajustes das curvas de AMR estão na tabela 6.2. Considerando que o material FM apresenta um comportamento uniaxial o valor de H_K retirado das curvas de magnetização foi obtido pela distância entre o H_{eb} e o ponto onde começa a saturação da curva medida ao longo do eixo fácil.

Tabela 6.2 – Valores do campo de anisotropia, coercivo e de exchange.

Amostra	H_K (Oe)-ajuste	H_K (Oe)-mag.	H_{eb} (Oe)-ajuste	H_{eb} (Oe)-mag.	H_C (Oe)
R977	10	9	105	112	6,9
R978	15	7	130	130	6,6
R979	15	7	130	133	6,9
R980	10	10	130	134	9,7
R981	12	10,5	135	137	9,1

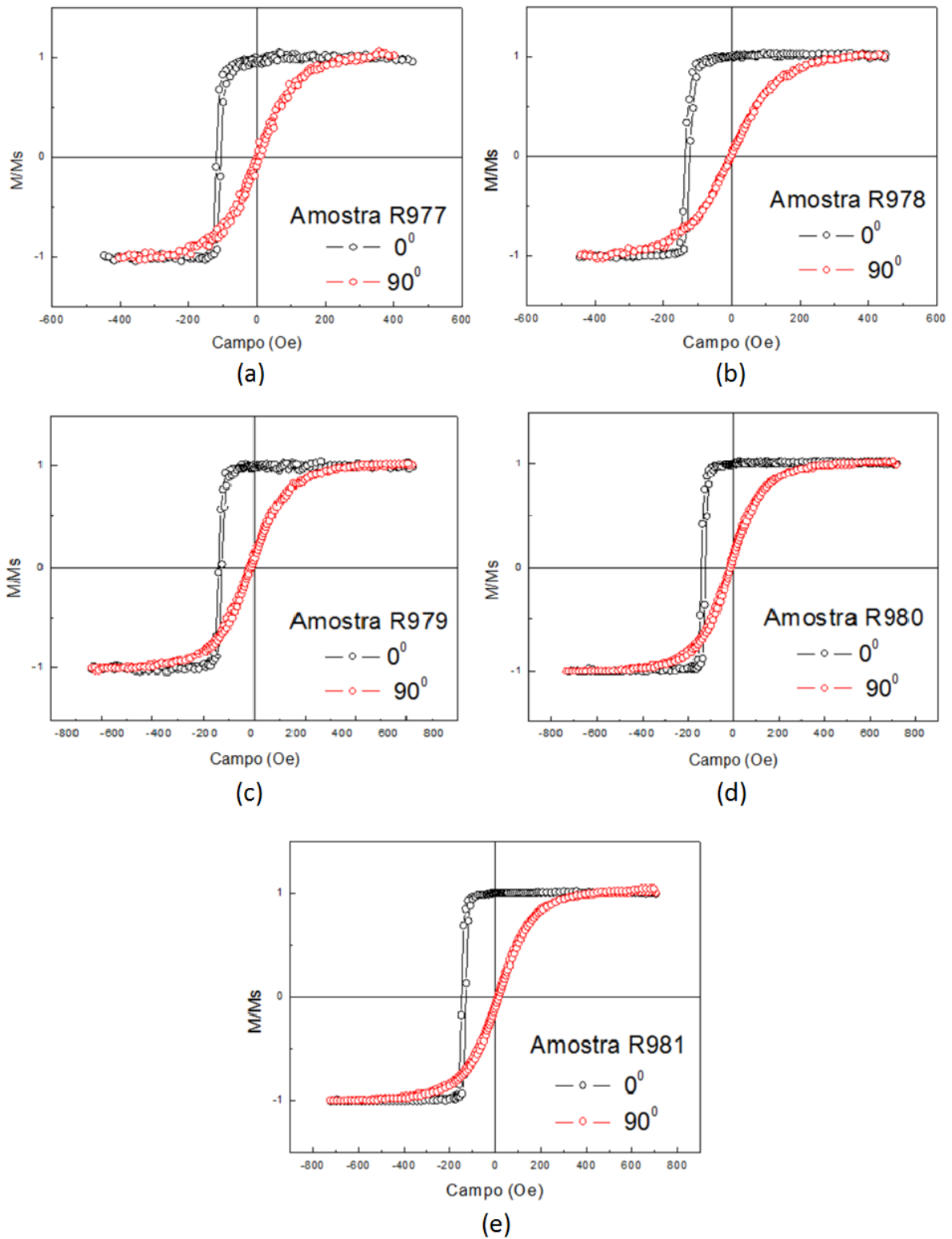


Figura 6.3 – Medidas de magnetização feitas em 0° , 90° em relação ao eixo fácil das amostras. (a) R977, (b) R978, (c) R979, (d) R980, (e) R981.

6.3 Medidas e ajustes das curvas de AMR

Para as medidas da resistência elétrica em função do ângulo entre a corrente elétrica e o campo aplicado ($R \times \theta$), o ângulo zero foi definido quando a corrente elétrica é aplicada paralela ao campo magnético externo, que é a mesma direção do eixo de fácil magnetização das amostras.

As medidas de AMR foram realizadas no sentido horário e anti-horário para vários valores de campos aplicados. Estão mostradas nas figuras 6.4 a 6.8 as medidas para o campo de 75 Oe, 100 Oe, 150 Oe, 250 Oe e 500 Oe. Nota-se claramente que há uma evolução na forma da AMR na medida que o campo aplicado aumenta até o campo de saturação. Após o H_{eb} , a amplitude da AMR não varia e os vales se afastam até a curva ficar com a forma de $\cos^2\theta$, como pode ser observado nas medidas com campos de 500 Oe.

Juntamente com as medidas experimentais são mostrados os ajustes feitos através do modelo descrito anteriormente. As curvas ajustadas apresentam boa concordância com os dados experimentais. A partir dos ajustes foi possível determinar o valor do H_K e H_{eb} , como pode ser visto na tabela 6.2. Para iniciar os ajustes os dados de R ($\theta=0$) e ΔR ($H>H_{Sat}$) são verificados nas curvas experimentais e mantidos fixos. A escolha dos demais parâmetros H_K , H_{eb} , ϕ_I , ϕ_k , ϕ_{eb} é feito ajustando as curvas medidas em 75 Oe, menor do que H_{eb} . Nesse caso, uma pequena variação nos parâmetros é bem percebida na curva calculada. Quando um bom ajuste é conseguido, os parâmetros são testados para o cálculo das curvas a campos mais altos.

Podemos perceber que para valores de campos aplicados menores que o H_{eb} existe uma assimetria (desnível) entre os mínimos. Essa assimetria pode ser causada por um desalinhamento entre os eixos de anisotropias [21, 63, 64, 65] ou por um desalinhamento entre a direção da corrente de medição e o eixo fácil de magnetização da amostra. Não é possível afirmar, apenas com as nossas medidas de AMR, qual desses desalinhamentos é responsável por esta assimetria. Isso porque nem sempre nossas amostras são cortadas de forma simétrica ou talvez os contatos não estejam colados tal que a corrente flua exatamente na direção do eixo fácil da amostra. Para resolver essa questão com maior precisão é necessário o uso de outras técnicas, como magnetometria de torque e/ou FMR.

Para campos aplicados maiores que o H_{eb} observa-se que a assimetria na amplitude dos mínimos praticamente desaparece. O campo de 150 Oe está abaixo do campo de saturação das amostras. Nas medidas feitas nesse campo é possível observar que as curvas apresentam míni-

mos mais agudos e mais próximos de $\theta=180^0$. Como foi comentado anteriormente na descrição do modelo, acima do H_{eb} a amplitude da AMR atinge um valor máximo permanecendo constante para maiores valores de campos aplicados. O campo de 250 Oe está próximo ao campo de saturação da amostra, sendo possível observar as curvas com mínimos mais arredondados e simétricos. Isso ocorre porque para campos aplicados próximos ou maiores que o campo de saturação das amostras, a magnetização praticamente acompanha o campo aplicado.

Para medidas realizadas com campos magnéticos externos elevados, ou seja, acima do campo de saturação da amostra, o comportamento para sistemas com EB é igual ao esperado para sistemas FM. Pode-se observar que as curvas são simétricas, os mínimos tem a forma mais arredondada, e os vales se separam até a curva ficar com a forma de $\cos^2\theta$.

Importante ressaltar que para uma mesma amostra foi possível fazer os ajustes para os diferentes campos aplicados com os mesmos parâmetros, ou seja, mesmos valores para o H_K , H_{eb} e ϕ_{eb} . Isso mostra que o modelo usado é adequado para a obtenção dos parâmetros das amostras.

Nas medidas de AMR realizadas é possível perceber também a presença de histerese rotacional, ou seja, as curvas de AMR medidas no sentido horário e anti-horário não são coincidentes. A histerese é bem percebida para valores de campos aplicados menores que o H_{eb} . A histerese rotacional pode estar associada à presença de grãos AFM instáveis na interface. A interface FM/AFM, em geral é considerada como sendo dividida em dois tipos de grãos: estáveis e instáveis, que se comportam de forma diferente quando a magnetização gira no plano da amostra, como já discutido na sub - seção 3.3.1. Enquanto os grãos interfaciais estáveis são mantidos alinhados ao AFM, os grãos instáveis giram de forma irreversível e com desvio de fase em relação a camada FM. A reversão da magnetização de tais grãos dá origem à histerese rotacional [13, 21] e também podem ser verificadas nas curvas de AMR. No entanto, essa análise não será feita aqui.

Usando aqui as considerações geométricas a resistividade das amostras pode ser calculada de acordo com a equação [66]:

$$\rho = \frac{R.L.t}{S} \quad (6.1)$$

onde R é a resistência elétrica, L é a largura, t é a espessura, S é a separação entre os contatos. Sendo a resistividade uma propriedade do material ela não deveria variar com a espessura, pois a espessura das nossas amostras está na região do gráfico, figura 4.5, onde a resistividade se mantém constante com o aumento da mesma. De acordo com gráfico da resistividade versus o

número de repetições das tricamadas, figura 6.9, a resistividade aumenta conforme aumenta o número de repetições. Desse modo, podemos concluir que as interfaces colaboram para aumentar a resistividade final do sistema.

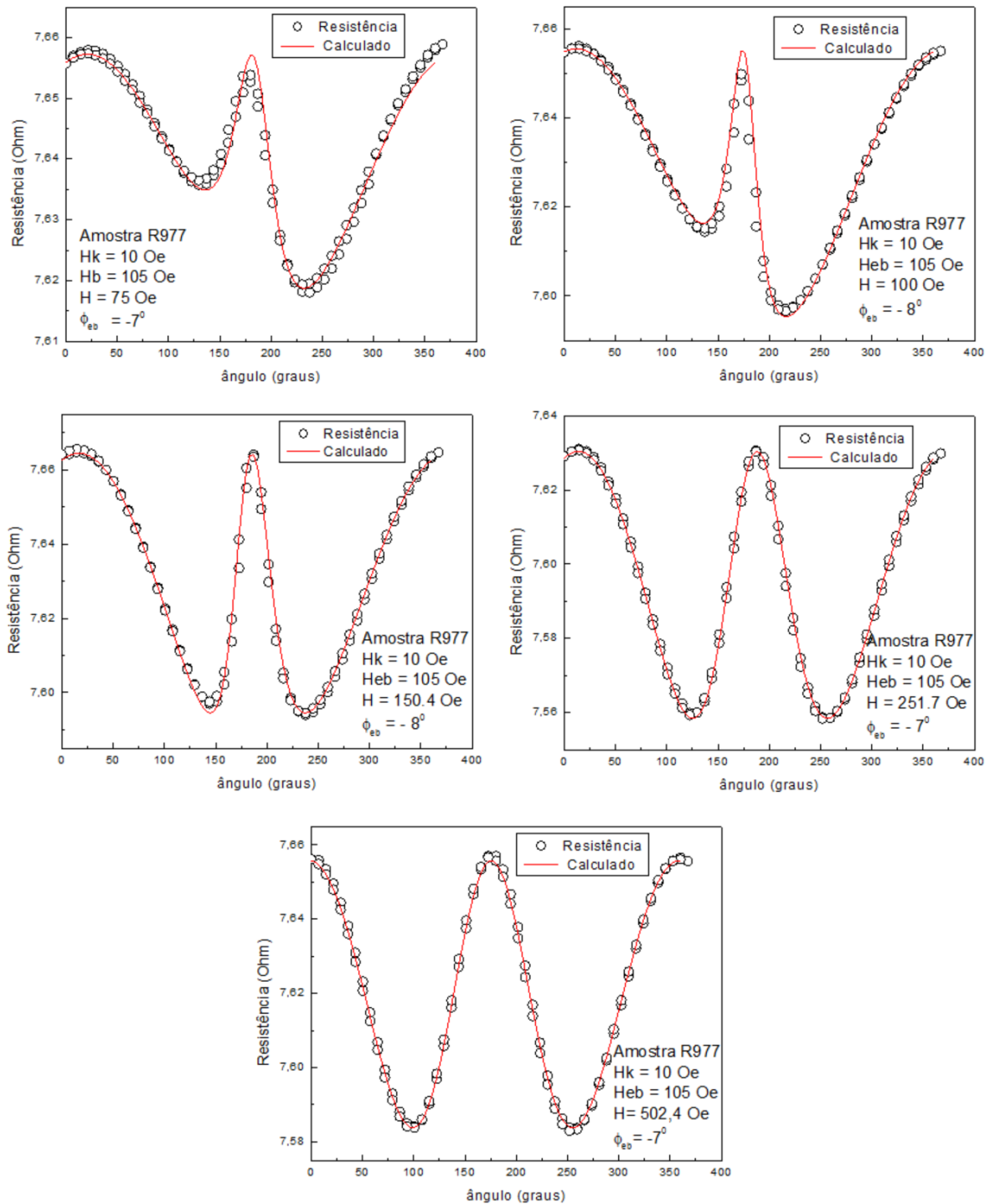


Figura 6.4 – Medidas de AMR e ajustes da amostra R977 para diferentes valores de campos aplicados.

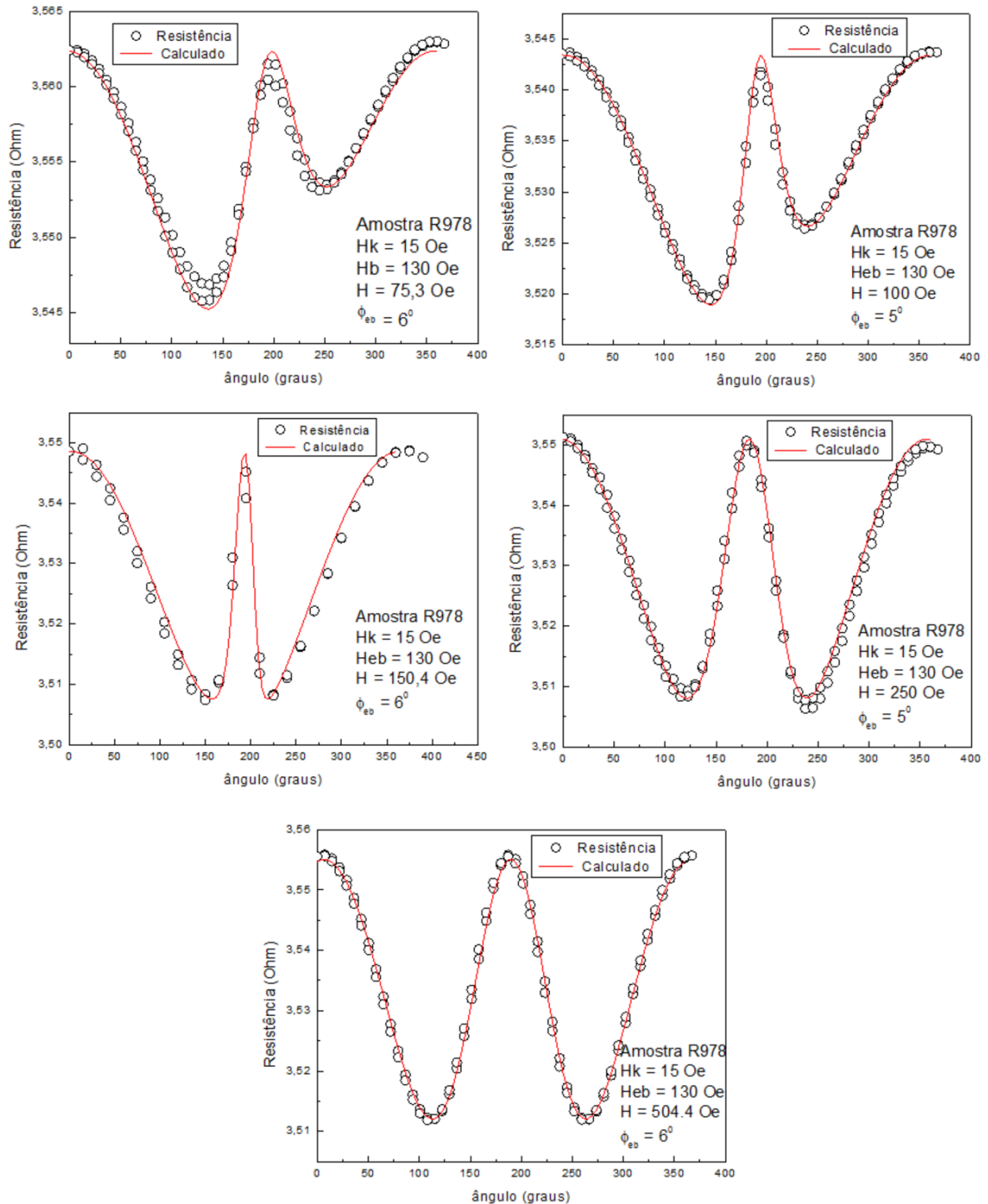


Figura 6.5 – Medidas de AMR e ajustes da amostra R978 para diferentes valores de campos aplicados.

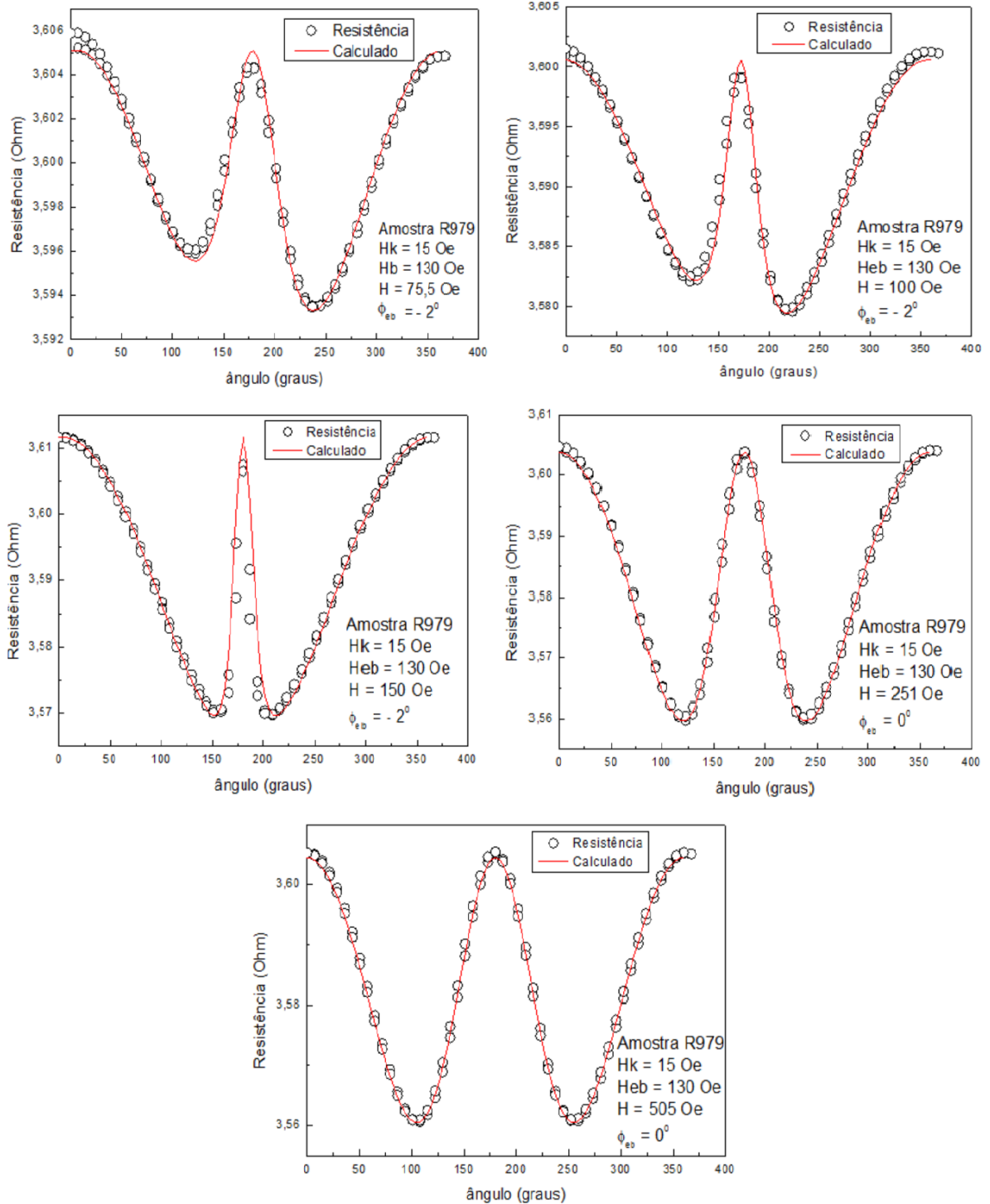


Figura 6.6 – Medidas de AMR e ajustes da amostra R979 para diferentes valores de campos aplicados.

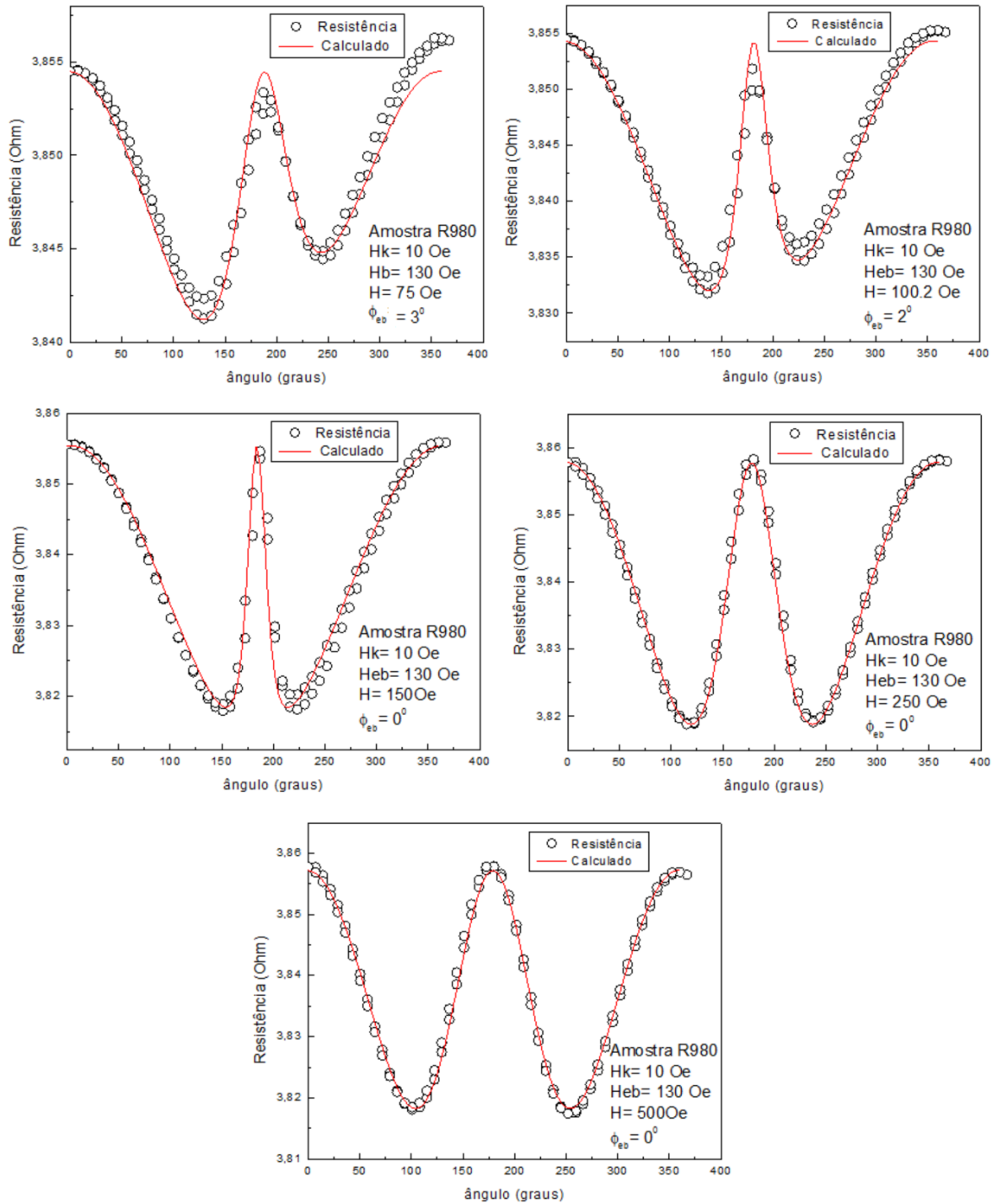


Figura 6.7 – Medidas de AMR e ajustes da amostra R980 para diferentes valores de campos aplicados.

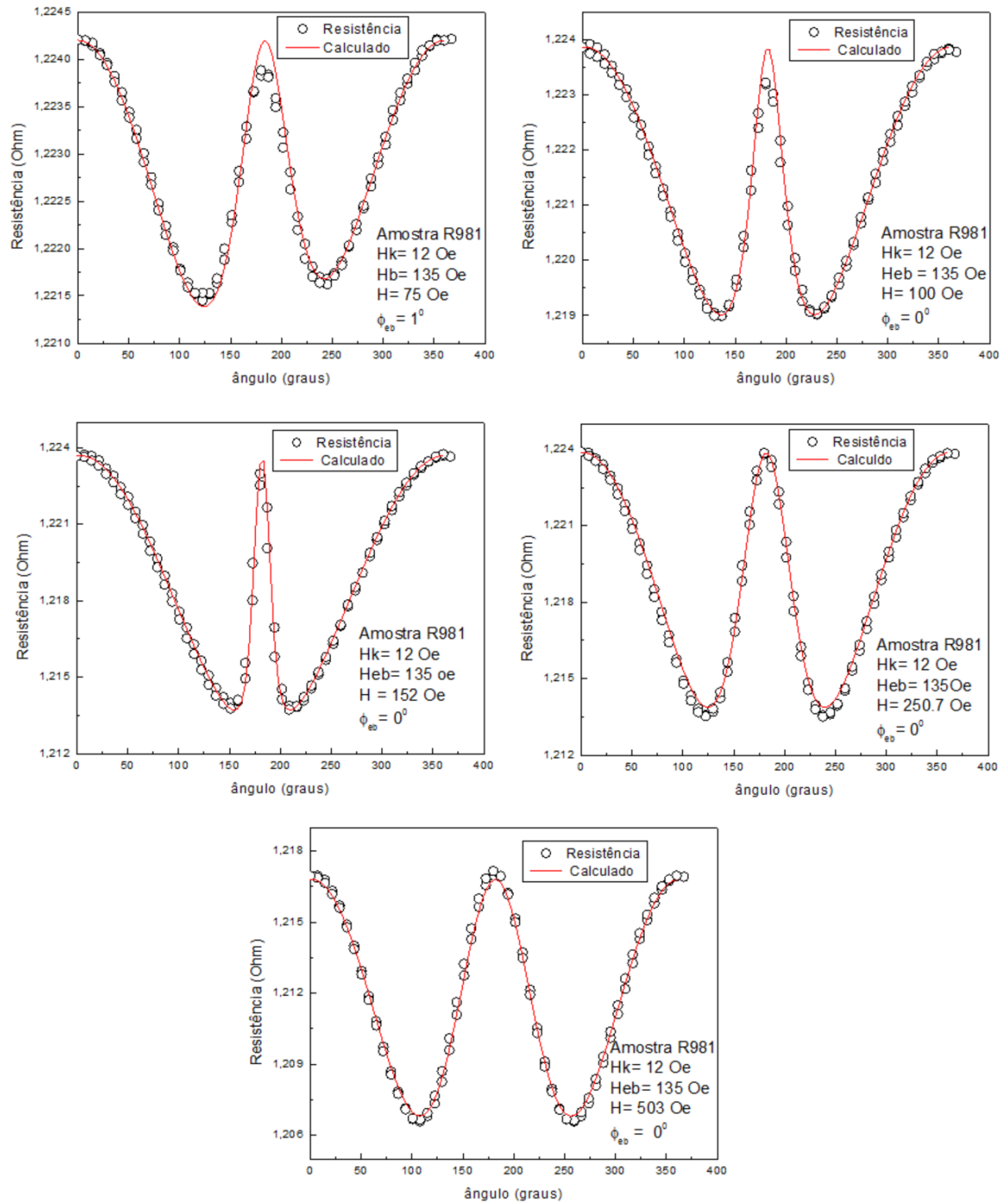


Figura 6.8 – Medidas de AMR e ajustes da amostra R981 para diferentes valores de campos aplicados.

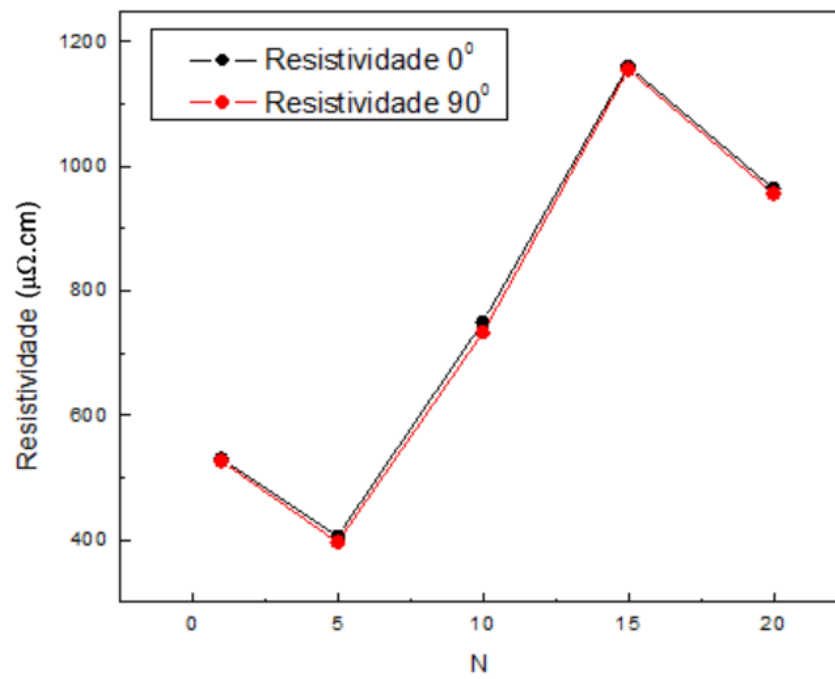


Figura 6.9 – Resistividade versus número de repetições das tricamadas.

7 CONCLUSÃO

Nesta dissertação, foi apresentado um estudo do comportamento magnético em amostras com multicamadas de NiFe/IrMn/Ta que apresentam o fenômeno de Exchange Bias (EB). As amostras foram produzidas por magnetron sputtering e caracterizadas estruturalmente, magneticamente e eletricamente. Medidas de magnetorresistência anisotrópica foram realizadas e comparadas com os ajustes feitos através de um modelo simples para o fenômeno de EB.

Na difratometria de raios-x nota-se o crescimento preferencial do NiFe e do IrMn na direção (111). Esta orientação prevalece na medida que as camadas são repetidas, formando as multicamadas. A intensidade dos picos aumenta conforme aumenta a espessura das amostras. Das medidas de refletividade de raios-x, obtemos através da Lei de Bragg a espessura das amostras, apresentando pequenas diferenças com relação aos valores nominais.

O valor do H_K se manteve praticamente constante nas diferentes amostras de onde se pode concluir que não houve um aumento na dispersão da anisotropia com o aumento na repetição das tricamadas. Isso pode ser devido a um forte acoplamento entre as camadas FM e AFM. O forte acoplamento está relacionado ao fato do valor do H_{eb} ser bem maior que H_K .

O modelo simples usado ajusta com boa precisão as curvas de AMR obtidas experimentalmente. Pelo modelo conseguimos observar que a assimetria presente nas curvas de AMR medidas em valores de campos aplicados menores o H_{eb} , pode ser devido a um desalinhamento entre os eixos de anisotropias (uniaxial e unidirecional) ou ainda devido a um desalinhamento entre o eixo da corrente de medição e o eixo de fácil magnetização das amostras em estudo. Somente pelas nossas medidas de AMR não podemos afirmar qual desses desalinhamentos é o responsável por tal assimetria, pois nem sempre as amostras são cortadas de forma simétrica ou nem sempre os contatos estão colados tal que a corrente flua exatamente na direção do eixo fácil da amostra. Para uma mesma amostra foi possível fazer os ajustes das curvas de AMR a diferentes campos aplicados com os mesmos parâmetros, ou seja, mesmos valores para o H_K , H_{eb} , ϕ_{eb} , ϕ_K e ϕ_I .

A resistividade em nossas amostras aumenta com o número de repetições das tricamadas, isto nos leva a concluir que as interfaces colaboram para o aumento na resistividade final do sistema.

Outros estudos podem ser feitos seguindo a linha de pesquisa abordada neste trabalho, tais como:

- Medidas de ressonância ferromagnética (FMR) e torque para analisar qual dos desalinhamentos é responsável por tal assimetria ;
- Produzir novos sistemas com variação na espessura do material FM e/ou AFM para tentar observar um eventual desalinhamento.

REFERÊNCIAS

- [1] CULLITY, B. D.; GRAHAM, C. D. *Introduction to Magnetic Materials*. Wiley, 2009.
- [2] COEY, J. M. D. *Magnetism and Magnetic Materials*. Cambridge University Press, 2009.
- [3] REZENDE, S. M. *Materiais e Dispositivos Eletrônicos*. Livraria da Física, 2012.
- [4] BECK, F. Dinâmica de paredes de domínio em microfios amorfos recobertos por vidro. Master's thesis, Programa de PG em Física, UFSM, 2010.
- [5] RIGUE, J. N. Anisotropias magnéticas em filmes finos de Co: Uma análise por magnetometria de torque. Master's thesis, Programa de PG em Física, UFSM, 2010.
- [6] CHIKAZUMI, S. *Physics of Ferromagnetism*. Oxford University Press, New York, 1997.
- [7] MEIKLEJOHN, W. H.; BEAN, C. P. New magnetic anisotropy. *Physical Review*, 102(5):1413–1414, 1956.
- [8] MEIKLEJOHN, W. H.; BEAN, C. P. New magnetic anisotropy. *Physical Review*, 105(3):904–913, 1957.
- [9] NOGUES, J.; SCHULLER, I. Exchange bias. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 192:203–232, 1999.
- [10] ALLEGRANZA, O.; CHEN, M. M. Effect of substrate and antiferromagnetic films thickness. *Journal of Applied Physics*, 73:6218–6222, 1993.
- [11] FUJIWARA, H.; ZHANG, K.; KAI, T.; and ZHAO, T. Effect of direct exchange coupling between antiferromagnetic grains on magnetic behavior of ferro/antiferromagnetic exchange coupled polycrystalline layer system. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 235:319–328, 2001.
- [12] KIWI, M. Exchange bias theory. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 234:584–595, 2001.
- [13] FUJIWARA, H.; HOU, C.; SUN, M.; CHO, H. S.; NISHIOKA, K. Effect of exchange coupling of polycrystalline antiferromagnetic layers on the magnetization behavior of soft magnetic layers. *IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS*, 35:3082–3087, 1999.

- [14] GETZLAFF, M. *Fundamentals of Magnetism*. Springer, Berlin, 2008.
- [15] SPALDIN, N. A. *Magnetic Materials Fundamentals and Applications*. Cambridge University Press, New York, 2010.
- [16] DIENY, B.; LI, M.; LIÃO, S. H.; HORNG, C.; and JU, K. Effect of interfacial specular electron reflection on the anisotropic magnetoresistance of magnetic thin films. *Journal Applied Physics*, 88(7):4140–4150, 2000.
- [17] TAKEUCHI, A. Y. *Técnicas de Medidas Magnéticas*. Livraria da Física, 2010.
- [18] SAMPAIO, L. C.; GARCIA, F.; CERNICCHIARO, G. R. C.; TAKEUCHI, A. Y. Técnicas de magnetometria. *Revista Brasileira de Ensino de Física*, 22:406–410, 2000.
- [19] STILES, M. D.; MCMICHAEL, R. D. Model for exchange bias in polycrystalline ferromagnet-antiferromagnetic bilayers. *Physical Review B*, 59:3722–3733, 1999.
- [20] RIGUE, J. N. *Estudo da Anisotropia Inidirecional e da Histerese Rotacional em Sistemas com Exchange Bias*. PhD thesis, Programa de PG em Física, UFSM, 2014.
- [21] RIGUE, J. N.; BECK, F.; de ANDRADE, A. M. H.; KERN, P. R.; SIQUEIRA, J. V.; and CARARA, M. Exchange bias in bilayer and multilayer NiFe/IrMn. *IEEE Magnetics Letters*, 6:3800204, 2015.
- [22] KRONMULLER, H.; PARKIN, S. *Handbook of Magnetism and Advanced Magnetic Materials*. Wiley, 2007.
- [23] BLUNDELL, S. *Magnetism in Condensed Matter*. Oxford, New York, 2001.
- [24] NOGUES, J.; SORT, J.; LANGLAIS, V.; SKUMRYEV, S.; SURIÑACH, S.; MUÑOZ, J. S.; and BARÓ, M. D. Exchange bias in nanostructures. *Physics Reports*, 442:65–117, 2005.
- [25] MEIKLEJOHN, W. H. Exchange anisotropy - a review. *Journal of Applied Physics*, 33:1328–1335, 1962.
- [26] O'GRADY, K.; FERNANDEZ-OUTON, L.; VALLEJO-FERNANDEZ, G. A new paradigm for exchange bias in polycrystalline thin films. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 322:883–899, 2010.

- [27] JUNGBLUT, R.; COEHOORN, R.; JOHNSON, M. T.; ANN DE STEGGE, J.; REINDERS, A. Orientational dependence of the biasing in molecular - beam - epitaxy - grown $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}/\text{Fe}_{50}\text{Mn}_{50}$ bilayers. *Journal of Applied Physics*, 75:6659–6664, 1994.
- [28] SEU, K. A.; HUANG, H.; LESOINE, J. F.; SHOWMAN, H. D.; EGELHOFF, W. F.; GAN, L.; and REILLY, A. C. Co layer thickness dependence of exchange bias for IrMn/Co and FeMn/Co. *Journal of Applied Physics*, 93(10):6611–6613, 2003.
- [29] ZHANG, S.; DIMITROV, D. V.; HADJIPANAYIS, G. C.; CAI, J. W.; and CHIEN, C. L. Coercivity induced by random field at ferromagnetic and antiferromagnetic interfaces. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 198:468–470, 1999.
- [30] ALI, M.; MARROWS, C. H.; AL-JAWAD, M.; HICKEY, B. J.; MISRA, A.; NOWAK, U.; and USADEL, K. D. Antiferromagnetic layer thickness dependence of the IrMn/Co exchange-bias system. *Physical Review B*, 68:2144201–2144207, 2003.
- [31] XI, H.; WHITE, R. M. Antiferromagnetic thickness dependence of exchange biasing. *Physical Review B*, 61(1):80–83, 2000.
- [32] RADU, F.; ZABEL, H. Exchange bias effect of ferro-/antiferromagnetic heterostructures. *Advances and Perspectives in Spinstructures and Spintransport. Berlin/Heidelberg; Springer-Verlag*, 2008.
- [33] PACCARD, D.; SCHLENKER, C.; MASSENET, O.; MONTMORY, R.; and YELON, A. A new property of ferromagnetic-antiferromagnetic coupling. *Physical States Solidis*, 16:301, 1966.
- [34] FERNANDEZ-OUTON, L.; VALLEJO-FERNANDEZ, G.; MANZOOR, S.; and O'GRADY, K. Thermal instabilities in exchange biased materials. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 303:296–301, 2006.
- [35] BITERNAS, A. G.; NOWARK, U.; and CHANTRELL, R. W. Training effect of exchange bias bilayers within the domain state model. *Physics Review B*, 80:134419, 2009.
- [36] HOFFMANN, A. Symetric driven irreversibilities at ferromagnetic-antiferromagnetic interfaces. *Physics Review Letters*, 93:097203, 2004.

- [37] KOON, N. C. Calculations of exchange bias in thin films with ferromagnetic/antiferromagnetic interfaces. *Physical Review Letters*, 78(25):4865–4868, 1997.
- [38] HARRES, A.; and GESHEV, J. Athermal training due to exchange and dipolar coupling within a granular model for exchange bias. *Journal Physics: Condense Matter*, 23(21):216003, 2011.
- [39] BERKOWITZ, A.; TAKAMO, K. Exchange anisotropy - a review. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 200:552–570, 1999.
- [40] PARK, C. -M.; MIN, K. -I; SHIN, K. H. Effect of surface topology and texture on exchange anisotropy in NiFe/Cu/NiFe/FeMn spin valves. *Journal of Applied Physics*, 79:6228, 1996.
- [41] HAN, D.; ZHU, G.; JUDY, J. H.; and SIVERTSEN, J. M. Texture and surface/interface topological effects on the exchange and coercive fields of NiFe/NiO bilayers. *Journal of Applied Physics*, 81:340, 1997.
- [42] FLEISCHMANN, C.; ALMEIDA, F.; DEMETER, J.; PAREDIS, K.; TEICHERT, A.; STEITZ, R.; BREMS, S.; OPPERDOES, B.; VAN HAESENDONCK, C.; VANTOMME, A.; and TEMST, K. The influence of interface roughness on the magnetic properties of exchange biased CoO/Fe thin films. *Journal of Applied Physics*, 107:1139071–1139077, 2010.
- [43] MALINOWSKI, G.; HEHN, M.; ROBERT, S.; LENOBLE, O.; SCHUHL, A.; and PANNISSOD, P. Magnetic origin of enhanced top exchange biasing in Py/IrM/Py multilayers. *Physical Review B*, 68:184404, 2003.
- [44] DRIEL, J. VAN.; BOER, F. DE.; LENSSEN, K. Exchange biasing by Ir₁₉Mn₈₁: Dependence on temperature, microstructure and antiferromagnetic layer thickness. *Journal of Applied Physics*, 88(2):975, 2000.
- [45] PAKALA, M.; HUAI, Y.; ANDERSON, G.; and MILOSLAVSKY, L. Effect of under-layer roughness, grain size, and crystal texture on exchange coupled IrMn/CoFe thin films. *Journal of Applied Physics*, 87:6653–6655, 2000.

- [46] TSUNODA, M.; KONOTO, K.; UNEYAMA, K.; and TAKAHASHI, M. Effect of surface cleanig of substrate on the exchange coupling field in Ni-Fe/25at Ni-Mn films. *IEEE Transactions on Magnetics*, 33(5):3688–3690, 1997.
- [47] UYAMA, H.; OTANI, Y.; FUKAMICHI, K.; KITAKAMI, O.; SHIMADA, Y.; ECHIGOYA, J. Effect of antiferromagnetic grain size on exchange coupling field Cr₇₀Al₃₀/Fe₁₉Ni₈₁ bilayers. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 71:1258, 1997.
- [48] NÉEL, L. *Annals of Physics*, volume 2. Paris, 1967.
- [49] FULCOMER, E.; CHARAP, S. H. Thermal uctuation aftereffect model for some system witch ferromagnetic-antiferromagnetic coupling. *Journal of Applied Physics*, 43:4190–4199, 1972.
- [50] FULCOMER, E.; and CHARAP, S. P. Temperature and frequency dependence of exchange anisotropy effects in oxidized nife films. *Journal of Applied Physics*, 43:4184, 1972.
- [51] MAURI, D.; SIEGMANN, H. C.; BAGUS, P. S.; and KAY, E. Simple model for thin ferromagnetic films exchange coupled to an antiferromagnetic substrate. *Journal of Applied Physics*, 62:3047–3049, 1987.
- [52] MALOZEMOFF, A. P. Random-field model of exchange anisotropy at rough ferromagnetic-antiferromagnetic interfaces. *Physical Review B*, 35:3679–3682, 1987.
- [53] SHULTHESS, T. C.; BUTLER, W. H. Consequences of spin-flop coupling in exchange biased films. *physical Review Letters*, 81(20):4516–4519, 1998.
- [54] HARRES, A.; and GESHEV, J. A polycrystalline model for magnetic exchange bias. *Journal Physics: Condense Matter*, 24:32004, 2012.
- [55] KIM, J. V.; STAMPS, R. L. Histeresis from antiferromagnetic domain-wall processes in echange-biased systems: Magnetic defects and thermal effects. *Physics Review B*, 71:094405, 2005.
- [56] CATTANI, M.; SALVADORI, M. C. Contribution of the morphological grain sizes to the electrical resistivity of platinum and gold thin films. *Surface Review and Letters*, 11:463–467, 2004.

- [57] SALVADORI, M. C.; VAZ, A. R.; FARIAS, R. J. C.; and CATTANI, M. Electrical resistivity of nanostructured platinum and gold thin films. *Surface Review and Letters*, 11:223–227, 2004.
- [58] DEVASAHAYAM, A. J.; SIDES, P. J.; KRYDER, M. H. Magnetic, temperature, and corrosion properties of the NiFe/IrMn exchange couple. *Journal of Applied Physics*, 83:7216, 1988.
- [59] CULLITY, B. D. *Elements of X-ray Diffraction*. Addison-Wesley Publishing Company, 1956.
- [60] WAINFAN, N.; and PARRATT, L. G. X-ray reflection studies of the anneal and oxidation of some thin solid films. *Journal Applied Physics*, 31(8):1331–1337, 1960.
- [61] ZIJLSTRA, H. A vibrating reed magnetometer for microscopic particles. *Review of Scientific Instruments*, 41:1241–1243, 1970.
- [62] WALTER, R.; VIRET, M.; SINGH, S.; and BELLAICHE, L. Revisiting galvanomagnetic effect in conducting ferromagnets. *Journal of Physics*, 26:432201, 2014.
- [63] LE GRAET, C.; SPENATO, D.; POGOSSIAN, S. P.; DEKADJEVI, D. T.; and BEN YOUSSEF, J. Probing misalignment in exchange biased systems: A dynamic approach. *Applied Physics Letters*, 94:262502, 2009.
- [64] POGOSSIAN, S. P.; SPENATO, D.; DEKADJEVI, D. T.; and BEN YOUSSEF, J. Experimental method to determine the misalignment of the easy axis of ferromagnetic and antiferromagnetic films in exchange biased bilayers. *Physical Review B*, 73:174414, 2006.
- [65] SPENATO, D.; POGOSSIAN, S. P.; LE GALL, H. Asymmetric magnetization reversal in exchange-biased polycrystalline f/af bilayers. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 262:294–301, 2003.
- [66] KITTEL, C. *Introduction to Solid State Physics*. John Wiley, 2005.

ANEXOS

ANEXO A – Artigo Publicado

Neste anexo está apresentado o trabalho publicado no período de mestrado.

Magnetization Dynamics

Exchange Bias in Bilayer and Multilayer NiFe/IrMn

J. N. Rigue¹, F. Beck², A. M. H. de Andrade³, P. R. Kern⁴, J. V. Siqueira⁴, and M. Carara^{4*}

¹Instituto Federal Farroupilha, Rio Grande do Sul, Santo Augusto 98590-000, Brazil.

²PPG em Engenharias, Universidade Federal do Pampa, Alegrete 97546-550, Rio Grande do Sul, Brazil.

³Instituto de Física, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre 91501-970, Rio Grande do Sul, Brazil.

⁴Departamento de Física, Universidade Federal de Santa Maria, Santa Maria 97105-900, Rio Grande do Sul, Brazil.

*Member, IEEE

Received 19 Dec 2014, revised 14 Jan 2015, accepted 19 Jan 2015, published 27 Jan 2015, current version 4 Mar 2015.

Abstract—The exchange bias effect in bilayer and multilayer samples of NiFe/IrMn was studied. Using techniques such as torque magnetometry, anisotropic magnetoresistance, and magnetization curves, a simple model valid for polycrystalline samples was used to fit the experimental curves. The model considers, beyond the stable grains, the presence of unstable ones at the ferro/antiferromagnetic interface, which gives rise to rotational hysteresis in the torque curves. From the obtained parameters, it was possible to evaluate and compare how the stacking of the layers affects the coupling of the ferromagnetic layers with the two kinds of interfacial grains.

Index Terms—Magnetization dynamics, exchange bias, rotational hysteresis, torque measurements, unidirectional anisotropy.

I. INTRODUCTION

The exchange bias phenomena occurs in thin layered films and is due to the coupling between ferromagnetic (F) and antiferromagnetic (AF) materials. The observed manifestations of the phenomena are the field shift in the magnetization curves, the increase in the coercive field when compared to the uncoupled F material, and a difference in the clockwise (cc) and counterclockwise (ccw) torque curves, called rotational hysteresis (RH), which occurs even when the measuring magnetic field is higher than the saturation field [Meiklejohn 1957].

In samples of polycrystalline thin films, the F/AF interface can be described as constituted, at least, by two kinds of grains [Fujiwara 1999, O'Grady 2010, Harres 2012]. Each grain behaves as a single-domain but presents a different behavior during the magnetization reversal process. The first one, called a stable grain, remains aligned with the bias coupling direction even when the magnetization of the F layer is reversed. Such grains give rise to the unidirectional anisotropy and the field shift in the magnetization curves [Meiklejohn 1957]. The second kind of grain, the unstable one, rotates irreversibly during the magnetization reversal process, giving rise to the RH and increase in the coercive field [Fujiwara 1999].

In relation to the magnetic applied field, there are at least two ways to study the exchange bias phenomena: 1) by changing the magnetic field intensity, maintaining its direction relative to some axis of the sample or 2) by keeping the applied field intensity fixed and changing its direction relative to this axis. All techniques bring out different and complementary information on the subject. In some cases the obtained parameters, which describe the samples, can be very different depending on the applied technique [Xi 1999]. Additionally, some techniques present some peculiarities, as is the case of the HR in the torque measurements [Meiklejohn 1957].

In this paper, we have used a phenomenological model to describe the magnetic behavior of polycrystalline samples, which present the exchange bias phenomena. We have presented results obtained by magnetization curves [above classified as 1)] and torque measurements and anisotropic magnetoresistance (AMR), classified as 2). The model describes the results obtained from different techniques very well. The study was applied to two samples, similar in thickness and composition but one of them in the form of a bilayer and the other one as a multilayer, in order to investigate how the stacking of layers affects the exchange bias and the stability of the interfacial grains.

II. EXPERIMENTAL TECHNIQUES

The samples were deposited onto Si(1 0 0) substrate at room temperature using a magnetron sputtering system. One of the samples is composed by a buffer layer of Ta(150 Å), a bilayer of Ni₈₁Fe₁₉(300 Å)/Ir₂₀Mn₈₀(150 Å), and a capping layer of Ta(50 Å). The other sample is a multilayer, where the above bilayer + capping layer was 20× repeated over Ta(150 Å) buffer layer. We expect no dipolar coupling between the NiFe layers due to the Ta spacers. The base pressure to grow both samples was less than 10⁻⁷ Torr and the Ar⁺ partial pressure during the deposition was 2 mTorr. The deposition occurred in the presence of a static magnetic field of 1.0 kOe, applied parallel to the substrate plane, in order to define the anisotropy direction.

The samples' structural character were checked via X-ray diffraction and indicate a (111) preferential growth direction for both the Ni₈₁Fe₁₉ and Ir₂₀Mn₈₀ layers.

The magnetization curves were measured using an alternate gradient field magnetometer (AGFM). The magnetic field (H), ranging from -220 Oe to +220 Oe, was great enough to saturate the sample in any direction. No training effects were observed on both samples. The torque curves were measured using a torque magnetometer, as described in Rigue [2012]. The AMR was measured using a Wheatstone bridge configuration. In both techniques, H was made to rotate in the cc and

Corresponding Author: M. Carara (marcos.carara@gmail.com). IEEE Magnetics Society Summer School, Rio de Janeiro, Brazil, 10-16 Aug. 2014.
Digital Object Identifier 10.1109/LMAG.2015.2397396

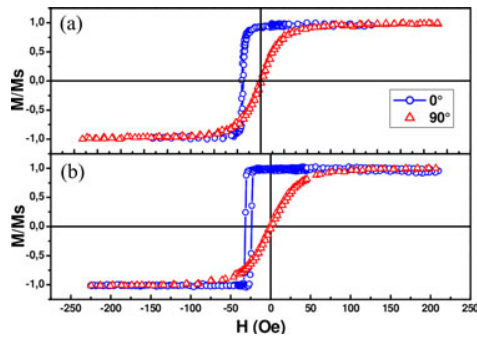


Fig. 1. Normalized magnetization curve from the studied samples, measured along the easy (blue circles) and hard axes (red triangles).

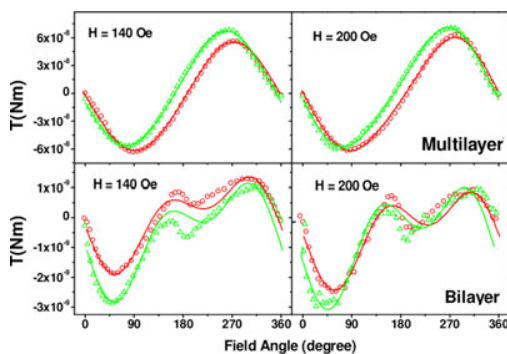


Fig. 2. Magnetic torque curves of the studied sample with the applied magnetic field ranging cc (red circles) and ccw (green triangles). Solid lines were calculated using the model discussed in the text.

ccw directions, using the same procedure: first a field of -200 Oe was applied to the sample along the easy axis, then the field was reduced to zero and the positive measuring field was set, and finally the data were measured. All experimental data were obtained at room temperature and with the magnetic field applied in the samples' plane.

III. RESULTS AND DISCUSSION

The panels (a) and (b) of Fig. 1 present the magnetization curves of the multilayer and the bilayer samples, respectively. From the curves, it can be seen that the exchange coupling is present in both samples and the bias fields are 38 and 28 Oe for the multi- and bilayer samples, respectively. By comparing the magnetization curves, it can be seen that the approach to saturation is more abrupt for the bilayer sample compared to the multilayer one.

Some measured torque curves are shown in Fig. 2. The top panels show the data obtained from the multilayer sample and the bottom panels show the data obtained from the bilayer one. Red circles in the figure represent torque data measured in the cc direction, while green triangles represent the data obtained in the ccw direction. The RH can be observed as the difference between the curves.

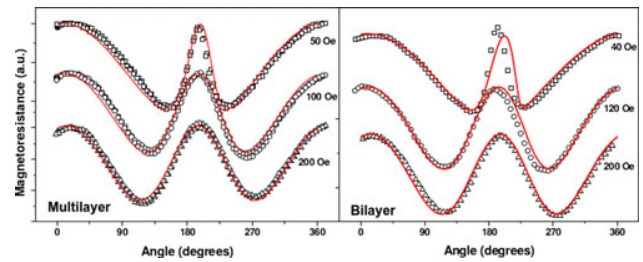


Fig. 3. Measured AMR (symbols) as function of the angle of the applied field relative to the measuring current direction. Solid lines were calculated using the model described in the text.

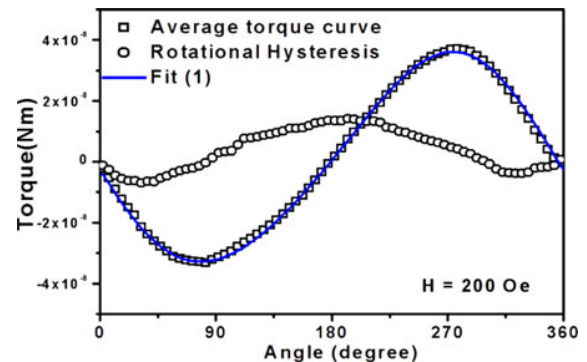


Fig. 4. Averaged torque curve measured at 200 Oe (squares) for the multilayer sample and RH (circles). Solid line was calculated using the model described in the text.

Fig. 3 presents the AMR measurements as a function of the angle between the measuring current and the applied field at different field intensities for both multilayer and bilayer samples.

By comparing the torque curves of the two samples, it can be seen that while the multilayer sample presents a predominant unidirectional character, the bilayer sample also presents the fingerprint of the uniaxial anisotropy.

Usually, two kinds of investigations are made using the torque curves. The first, and most common one, is made by averaging the cc and ccw torque data [Meiklejohn 1957], as shown by the open squares in Fig. 4, for the multilayer sample. By fitting the average torque curve, measured at fields higher than the saturation one, it is possible to quantify the effective uniaxial anisotropy of the F layers, as well as the unidirectional anisotropy. Although this kind of analysis is useful in several situations [Meiklejohn 1957, Greiner 1961], it disregards the interfacial contributions from the unstable grains. In order to consider such contributions, the RH curves, open circles in Fig. 4, must be analyzed.

A better insight on the magnetic properties of the studied system can be obtained using a simple model, suitable to polycrystalline samples and similar to that presented by Harres [2012]. However, the model here discussed considers the F/AF interface composed by just two kinds of grains, as proposed by Fujiwara [1999] and sketched in Fig. 5.

The model and the fitting procedure will be presented in two steps. First, it is considered just the F layer, with the volume V , and its interaction with the applied field and the stable interfacial

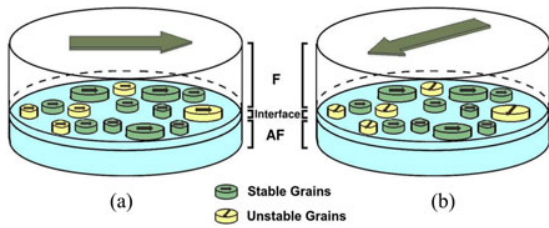


Fig. 5. Sketches represent the F/AF interface structure of the studied samples. (a) All interfacial grains are aligned with the AF layer. (b) As the F layer rotates, accompanying the external field, some grains remain aligned to the AF layer, called stable grains. Additional grains, the unstable ones, follow the F layer but with a phase difference.

Table 1. Parameters used to fit the experimental curves shown in Figs. 2, 3, and 4 for the studied samples.

Technique/Parameter	MULTILAYER		BILAYER	
	AMR	Torque	AMR	Torque
M_s (emu/cm ³)	800	800	800	800
H_k (Oe)	5	8	38	40
H_b (Oe)	37	37	25	25
ϕ_{un} (degree)	7	8	32	33
V_1/V	0	0.18	0	0.18
H_{k1} (Oe)	–	1.6	–	24
H_{b1} (Oe)	–	7.4	–	16
ϕ_{unst} (degree)	–	35	–	5

The last four parameters were used to fit just the torque curves to account the rotational hysteresis, as discussed in the text.

grains [Fujiwara 1999, Harres 2012, Blomqvist 2004]

$$E = VM_S (-H \cos(\alpha - \phi_F) + H_K \sin^2(\phi_F) - H_b \cos(\phi_F - \phi_{un})) \quad (1)$$

where the first, second, and third terms are the Zeeman, uniaxial, and unidirectional energies, respectively. The uniaxial and unidirectional anisotropies are considered as being noncollinear and ϕ_{un} accounts for such misalignment which is associated with a frustration of the exchange coupling between the F and AF layers [Pogossian 2006, Jiménez 2009]. α and ϕ_F are the applied field angle relative to the uniaxial anisotropy and the equilibrium angle of the magnetization of the F layer, respectively. For each H and α pair, the ϕ_F angle was found by numerical minimization of (1), considering coherent rotation of the magnetization. This approach is valid for $H > H_{sat}$ (saturation field). The M_S values were 800 emu/cm³. The H_K , H_b , and ϕ_{un} values were chosen in order to obtain the best fit to the experimental data. With the calculated ϕ_F equilibrium angles, the AMR $\times \alpha$ curves were calculated [McGuire 1975]. The torque over the sample was calculated by differentiating (1) relative to ϕ_F [Meiklejohn 1957].

This approach has been proved good to describe the AMR and average torque data, as shown by the solid lines in Figs. 3 and 4. Note that the results obtained for AMR were well fitted even for $H \sim H_b$. It is worth noting for both techniques, the used set of fitting parameters was almost the same and are shown in Table I.

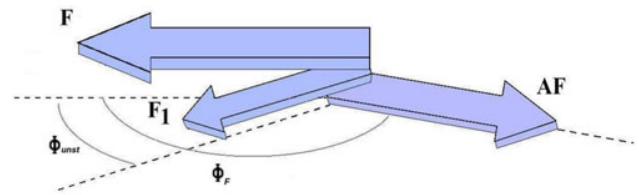


Fig. 6. Sketch of the magnetic moment of the ferromagnetic layer coupled to the stable grains (F moment) and unstable grains (F1 moment) at the interface.

For an additional discussion, which includes the rotational hysteresis, it is necessary to introduce the unstable interfacial grains. The interface F/AF is considered as divided in two kinds of grains, as depicted in Fig. 5, which behave differently when the magnetization rotates in the sample's plane. While the first type of interfacial grains (stable grains) are maintained aligned to the AF, the unstable grains rotate irreversibly and with a phase shift relative to the F layer. The magnetization reversion of such grains gives rise to the rotational hysteresis.

In our model, the role of the unstable grains was taken into account by the addition of another magnetic moment F_1 corresponding to the average behavior of the ferromagnetic layer coupled to the unstable grains, as sketched in Fig. 6.

ϕ_{unst} accounts for the phase difference between the magnetic moments F and F_1 . The additional term occupies a V_1 volume and it is subjected to the same energies of the main layer, but with H_{k1} and H_{b1} , uniaxial and unidirectional anisotropy fields, respectively. The model can be written as

$$E = VM_S (-H \cos(\alpha - \phi_F) + H_K \sin^2(\phi_F) - H_b \cos(\phi_F - \phi_{un})) \pm V_1 M_S \left[-H \cos(\alpha - \phi_F - \phi_{unst}) + H_{K1} \sin^2(\phi_F - \phi_{unst}) - H_{b1} \cos(\phi_F - \phi_{un} - \phi_{unst}) \right] \quad (2)$$

Again, for each pair α and H the equilibrium angle ϕ_F is numerically calculated. The signal (\pm) in (2) is related to the fact that the V_1 portion of the sample rotating with a phase lag. Therefore, in (2) the (+) signal is used to analyze the torque data measured in the ccw direction and the (–) signal is used to analyze the data obtained with the field angle ranging in the cc direction.

The calculated torque curves are shown as the solid lines in Fig. 2 for the multilayer and bilayer samples, and the values of the additional terms are presented in Table I. As can be seen in Fig. 2 for the multilayer sample, both measured curves, in the cc and ccw direction, were well fitted by (2). By comparing the calculated curve with the measured one for the bilayer sample, it can be seen that the fitting is not so good in comparison to the multilayer sample. However, the average torque curves for both samples are well fitted to the model. This is an indication that the fitting difficulty is associated with the unstable grains. We believe that the fitting around 180° could be improved by the introduction of an additional moment F_2 in (2), similar to the F_1 above discussed, with its proper anisotropy energies and relative orientation to the easy axis. A similar approach

was made by Harres [2012] to fit the magnetization curves of bilayer samples presenting exchange bias.

It is worth noting that the amplitudes of the calculated torques are strongly influenced by the amplitude of the anisotropy fields, saturation magnetization, the sample's volume, and the misalignment between the uniaxial and unidirectional anisotropy axis ϕ_{un} . In fact in (2), these three parameters act in order to determine the amplitude of each term. On the other hand, the Zeeman term depends only on M_S , V , and V_1 . As a consequence, by fitting the total torque curves it was possible to extract the relative volumes independently from the anisotropy fields. Considering the RH present in the torque measurements, we have determined the relative volume coupled to the unstable grains, $\sim 18\%$ of the total one, for both samples.

The signature of the presence of a misalignment between the uniaxial and unidirectional anisotropies ϕ_{un} can be seen on the asymmetric evolution of AMR measurement around 180° . Such misalignment was determined, and it is presented in Table I. ϕ_{un} is higher in the bilayer sample compared to multilayer one. This fact and the reduced value of the H_K for the multilayer sample is an indication of a dispersion of the anisotropy axes as the layers are being stacked. The higher anisotropy dispersion in the multilayer sample can be caused by the rounding shape in approach to saturation in the magnetization curve of the multilayer sample when compared to the bilayer one.

By comparing the H_b and ϕ_{unst} values between the samples, it can be seen that such values are lower in the bilayer sample. These parameters are due to the interface effects and no similarities in the interfaces between the samples are expected. In fact, as the layers are being stacked in order to build the multilayer sample, the roughness is increased modifying, by this way, the F/AF interfaces. Probably, the higher value of H_b of the multilayer sample is due to the higher number of uncompensated regions at the interfaces promoted by both the increase on the number of interfaces and roughness [Nogués 1999, Fleischmann 2010].

IV. CONCLUSION

The simple model expressed in (2) has proved useful to describe experimental data of the F/AF system obtained from different techniques. Basically, the model describes the reversion of magnetization of the F layer exchange coupled by exchange bias to an AF one. The existence of the RH in torque measurements was introduced in the model by means of an additional ferromagnetic layer (F_1) coupled to unstable grains, whose re-

version presented a phase shift relative to the main one. From the fitting, it was also possible to evaluate the volumetric fraction of the ferromagnetic layer coupled to the unstable grains in the interface V_1 .

Comparing the parameters from the two samples, it can be seen that stacking the layers in order to build the multilayer sample reduces the average uniaxial anisotropy field and misalignment relative to the unidirectional anisotropy axis. The ratio V_1/V of both samples is very similar; on the other hand, the torque curves and the RH have different shapes in view of the different H_b/H_K ratio presented by the samples. The multilayer sample has presented a higher H_b , which is probably due to a higher interfacial roughness.

REFERENCES

- Blomqvist P, Krishnan K M, Girt Er. (2004), "Magnetization processes in exchange-biased MnPd/Fe bilayers," *J. Appl. Phys.*, vol. 95, pp. 8487–8489, doi: [10.1063/1.1751230](https://doi.org/10.1063/1.1751230).
- Fleischmann C, Almeida F, Demeter J, Paredis K, Teichert A, Steitz R, Brems S, Opperdoes B, Van Haesendonck C, Vantomme A, Temst K (2010), "The influence of interface roughness on the magnetic properties of exchange biased CoO/Fe thin films," *J. Appl. Phys.*, vol. 107, 113907, doi: [10.1063/1.3391470](https://doi.org/10.1063/1.3391470).
- Fujiwara H, Hou C, Sun M, Cho H S, Nishioka K (1999), "Effect of exchange coupling of polycrystalline antiferromagnetic layers on the magnetization behavior of soft magnetic layers," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 35, pp. 3082–3087, doi: [10.1109/20.801092](https://doi.org/10.1109/20.801092).
- Greiner J H, Croll I M, Sulich M (1961), "Unidirectional properties in the iron-iron sulfide system," *J. Appl. Phys.*, vol. 32, pp. 188S–189S, doi: [10.1063/1.2000395](https://doi.org/10.1063/1.2000395).
- Harres A, Geshev J (2012), "A polycrystalline model for magnetic exchange bias," *J. Phys., Condens. Mater.*, vol. 24, 326004, doi: [10.1088/0953-8984/24/32/326004](https://doi.org/10.1088/0953-8984/24/32/326004).
- Jiménez E, Camarero J, Sort J, Nogués J, Mikuszeit N, García-Martin J M, Hoffmann A, Dieny B, Miranda R (2009), "Emergence of noncollinear anisotropies from interfacial magnetic frustration in exchange-bias systems," *Phys. Rev. B*, vol. 80, 014415, doi: [10.1103/PhysRevB.80.014415](https://doi.org/10.1103/PhysRevB.80.014415).
- McGuire T R, Potter R I (1975), "Anisotropic magnetoresistance in ferromagnetic 3d alloys," *IEEE Trans. Magn.*, vol. 11, pp. 1018–1038, doi: [10.1109/TMAG.1975.1058782](https://doi.org/10.1109/TMAG.1975.1058782).
- Meiklejohn W H, Bean C P (1957), "New magnetic anisotropy," *Phys. Rev.*, vol. 105, pp. 904–913, doi: [10.1103/PhysRev.105.904](https://doi.org/10.1103/PhysRev.105.904).
- Nogués J, Schuller I K (1999), "Exchange bias," *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 192, pp. 203–232, doi: [10.1016/S0304-8853\(98\)00266-2](https://doi.org/10.1016/S0304-8853(98)00266-2).
- O'Grady K, Fernandez-Outon L E, Vallejo-Fernandez G (2010), "A new paradigm for exchange bias in polycrystalline thin films," *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 322, pp. 883–899, doi: [10.1016/j.jmmm.2009.12.011](https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2009.12.011).
- Pogossian S P, Spenato D, Dekadjevi D T, Ben Youssef J (2006), "Experimental method to determine the misalignment of the easy axis of ferromagnetic and antiferromagnetic films in exchange biased bilayers," *Phys. Rev. B*, vol. 73, 174414, doi: [10.1103/PhysRevB.73.174414](https://doi.org/10.1103/PhysRevB.73.174414).
- Rigue J, Chrischon D, de Andrade A M H, Carara M (2012), "A torque magnetometer for thin films applications," *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 324, pp. 1561–1564, doi: [10.1016/j.jmmm.2011.12.002](https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2011.12.002).
- Xi H, White R M, Rezende S M (1999), "Irreversible and reversible measurements of exchange anisotropy," *Phys. Rev. B*, vol. 60, pp. 14837–14839, doi: [10.1103/PhysRevB.60.14837](https://doi.org/10.1103/PhysRevB.60.14837).