

**UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA MARIA
CENTRO DE CIÊNCIAS NATURAIS E EXATAS
DEPARTAMENTO DE FÍSICA**

**MAGNETOIMPEDÂNCIA EM MULTICAMADAS
DE $\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}/\text{Ir}_{50}\text{Mn}_{50}$**

Monografia realizada sob a orientação do Prof. Dr. Ricardo Barreto da Silva e apresentada ao Curso de Física Bacharelado em preenchimento final dos requisitos para obtenção do grau de Bacharel em Física.

Greici Gubert

**Santa Maria, RS, Brasil
2014**

MAGNETOIMPEDÂNCIA EM MULTICAMADAS DE
Ni₈₁Fe₁₉/Ir₅₀Mn₅₀

por

Greici Gubert

Monografia apresentada ao Curso de Física Bacharelado da Universidade Federal de Santa Maria (UFSM, RS), como requisito parcial para obtenção do grau de **Bacharel em Física**.

Orientador: Prof. Ricardo Barreto da Silva

Santa Maria, RS, Brasil
2014

© 2014

Todos os direitos reservados a Greici Gubert.

A reprodução de parte ou do todo deste trabalho só poderá ser realizada com autorização por escrito do autor.

Endereço: Laboratório de Magnetismo e Materiais Magnéticos, Departamento de Física,
Centro de Ciências Naturais e Exatas, Universidade Federal de Santa Maria, Faixa de
Camobi, km 9,

Santa Maria, RS, CEP 97105-900.

Telefone: +55(55)3220-8618, +55(55)8406-5196

E-mail: greicigubert@gmail.com

Universidade Federal de Santa Maria
Centro de Ciências Naturais e Exatas
Curso de Física Bacharelado

A Comissão Examinadora, abaixo assinada, aprova a Monografia:

MAGNETOIMPEDÂNCIA EM MULTICAMADAS DE $\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}/\text{Ir}_{50}\text{Mn}_{50}$

elaborada por

Greici Gubert

Como requisito parcial para a obtenção do título de

BACHAREL EM FÍSICA

COMISSÃO EXAMINADORA:

Prof. Dr. Ricardo Barreto da Silva – Orientador, UFSM

Prof. Dr. Marcos André Carara, UFSM

Prof. Dr. Leandro Barros da Silva, UFSM

Santa Maria, Janeiro de 2014

Aos meus pais ♡.

AGRADECIMENTOS

Primeiramente, agradeço ao meu orientador Prof. Dr. Ricardo Barreto da Silva pela paciência e por ter aceitado a orientação no momento em que mais precisei. Aos professores e colegas do Laboratório de Magnetismo e Materiais Magnéticos (LMMM) pela contribuição neste e em outros trabalhos.

Aos meus amigos que sempre estiveram ao meu lado nos momentos felizes e infelizes, Anna Clara, Priscila, Lucio, Jaimeson, Letícia, Patrícia, Cláudia, Marco, Mateus, Maiara, Daiana, Thainá, Larissa, Louise e Taís.

Aos meus Profs. da UNIPAMPA em especial Prof. Edson M. Kakuno, Prof. André Gundel, Prof. Mauro Negrão.

Ao meu namorado Vinicius, pela compreensão, amizade, carinho e felicidade que me passa todos os dias.

A minha irmã Priscila por todo o teu amor de mãe e irmã. Muitas vezes fui acolhida pelos teus braços e através deles consegui chegar até aqui.

Aos meus pais que, apesar da distância, nunca deixaram de estar presentes de coração. Obrigada por terem me estimulado aos estudos e por todos os suores que gastaram no trabalho, dando a mim e a Priscila a melhor vida que poderiam proporcionar. Vocês são os grandes responsáveis desta vitória.

E, finalmente, a Deus, pelo teu consolo, ânimo, amor incondicional e por me dar a oportunidade de conviver com todas as pessoas que fazem parte deste agradecimento.

“Se eu vi mais longe, foi por estar de pé sobre ombros de gigantes.”

(Isaac Newton)

RESUMO

Trabalho Final de Graduação em Física
Curso de Física Bacharelado
Universidade Federal de Santa Maria

MAGNETOIMPEDÂNCIA EM MULTICAMADAS DE $\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}/\text{Ir}_{50}\text{Mn}_{50}$

AUTOR: Greici Gubert

ORIENTADOR: Ricardo Barreto da Silva

Data e Local da Defesa: Santa Maria, 16 de Janeiro de 2013.

Neste trabalho foi realizado um estudo da magnetoimpedância (MI) em multicamadas de $[\text{NiFe}(t)/\text{IrMn}(20\text{nm})/\text{Ta}(1\text{nm})] \times 20$, com $t = 10, 20, 40$ nm. As amostras foram depositadas sobre substratos de vidro num *magnetron sputtering*. O campo de *exchange bias* (EB) foi induzido por um campo magnético aplicado paralelamente ao plano dos substratos. Medidas de difração de raios-X mostraram que as camadas de NiFe/IrMn cresceram preferencialmente com a direção [111], perpendicular ao substrato de deposição. As curvas de histerese indicam que o campo de *Exchange bias* (H_{EB}) decresce de um valor máximo quando $\theta = 0^\circ$, configuração em que o campo externo (H) é aplicado na direção do H_{EB} , para aproximadamente zero quando $\theta = 90^\circ$, como esperado para um sistema com EB. Além disso, o H_{EB} diminui com o aumento da espessura das camadas de NiFe.

As curvas de magnetoimpedância foram calculadas utilizando uma expressão válida para regimes lineares e o procedimento descrito por Bekker e Seemann para a medida da permeabilidade, a partir dos dados do coeficiente de reflexão, medidos numa faixa entre 100 MHz e 5 GHz. Os resultados obtidos mostram que as curvas de magnetoimpedância são deslocadas pelo campo de *exchange bias*, permitindo que regiões lineares sejam ajustadas entorno de $H = 0$, uma característica útil para o desenvolvimento de sensores de campo de resposta linear. Além disso, a sensibilidade do efeito, em torno de $H = 0$, depende da intensidade do campo de *bias* e da frequência de medida, sendo esses os parâmetros que devem ser trabalhados na busca por uma maximização do sinal.

Palavras-chave: Magnetoimpedância. *Exchange Bias*. Multicamadas.

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	6
2	CONSIDERAÇÕES TEÓRICAS.....	8
2.1	Ferromagnetismo	9
2.2	Paramagnetismo.....	10
2.3	Diamagnetismo	11
2.4	Antiferromagnetismo.....	11
2.5	Histerese Magnética.....	12
2.6	Anisotropia Magnética	14
2.6.1	Anisotropia Magnetocristalina.....	15
2.6.2	Anisotropia de Forma	17
2.6.3	Anisotropia de Magnetoelástica	18
2.6.4	Anisotropia Induzida	20
2.6.5	Anisotropia de Troca	21
3	PROPRIEDADES MAGNÉTICAS DO IrMn/NiFe.....	24
4	EXCHANGE BIAS	25
5	DEPOSIÇÃO DAS AMOSTRAS	28
6	MAGNETOIMPEDÂNCIA	29
7	CÁLCULO DA MAGNETOIMPEDÂNCIA	31
8	CARACTERIZAÇÃO MAGNÉTICA.....	36
9	CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL	39
10	RESULTADOS	42
10.1	Caracterização Estrutural.....	42
10.2	Caracterização Magnética.....	42
10.3	Curvas de Magnetoimpedância	46
11	CONSIDERAÇÕES FINAIS	50
12	REFERÊNCIAS.....	51

1 INTRODUÇÃO

O efeito magnetoimpedância (MI) é macroscopicamente caracterizado por uma grande variação na impedância de um condutor ferromagnético quando o seu estado magnético é modificado pela ação de um campo externo (SOMMER & L.). O efeito, desde a sua redescoberta no início dos anos 90, vem sendo investigado em uma ampla gama de materiais (fios, microfios, nanofios, filmes finos) devido ao seu potencial de aplicação no desenvolvimento de sensores de campo magnético.

Um dos problemas para a aplicação do efeito em sensores é que em materiais ordinários a MI não apresenta uma resposta linear na região de campo nulo, em geral as curvas de Z vs. H tem um máximo em $H = 0$ ou dois máximos simetricamente dispostos em $H = \pm H_k$, onde H_k é o valor do campo de anisotropia da amostra. Esta resposta não linear impede a definição do sentido do campo magnetizante, portanto, o desenvolvimento de materiais MI com resposta linear é altamente desejável para aplicações em dispositivos sensores (KNOBEL, VAZQUEL, & KRAUS, 2003).

Geralmente, a linearização da MI é obtida pela aplicação de um campo extra (*bias field* ou *bias current*) a uma amostra ferromagnética (KITOH, K., & UCHIYAMA, 1995), de forma a produzir uma assimetria na configuração magnética estática e, conseqüentemente, induzir uma MI assimétrica (AMI – do inglês *asymmetrical magnetoimpedance*). Entretanto, este procedimento aumenta o consumo energético do dispositivo e dificulta a miniaturização. Isso explica o crescente interesse por materiais cuja resposta da MI é intrinsecamente assimétrica e que possam ser utilizados como elemento ativo em sensores de resposta linear (*auto-biased linear magnetic sensors*).

Recentemente foi demonstrado que AMI pode ser obtida em multicamadas de filmes ferromagnéticos intercalados com filmes antiferromagnéticos (FeMn/IrMn) quando estas são depositadas sob a ação de um campo magnético. Este tipo de amostra apresenta uma anisotropia de troca com sentido único (*exchange anisotropy*), cuja assinatura é uma curva de histerese deslocada de um valor H_{eb} (abreviatura do termo *exchange bias field*) em relação a $H = 0$ (NOGUES & SCHULLER, 1999). O campo de “*bias*” associado à anisotropia de troca entre as camadas ferro-antiferromagnéticas também produz um deslocamento na curva de MI,

de forma que a localização de regiões onde o sinal é aproximadamente linear pode ser controlada pela intensidade do campo de “*bias*” (SILVA, et al., 2009).

O objetivo deste projeto é estudar o efeito MI em multicamadas de NiFe/IrMn com *exchange bias* em função da orientação do campo magnetizante em relação ao campo de *exchange bias*. Em um primeiro momento o trabalho foi focado na caracterização estrutural e magnética das multicamadas. A estrutura cristalográfica foi inferida via medidas de difração de raios-X e a estrutura magnética estática a partir de curvas de histerese. As técnicas utilizadas, bem como os resultados obtidos, são apresentados e discutidos neste texto. Na seção final, apresento a realização das medidas de impedância e análise dos dados de MI.

2 CONSIDERAÇÕES TEÓRICAS

Na presença de um campo magnético, a matéria fica magnetizada, isto é, após um exame microscópico desta, serão encontrados inúmeros dipolos alinhados em uma direção. O estado de polarização magnética de um material, como o descrito, é representado por uma grandeza vetorial \mathbf{M} , definida como o momento de dipolo magnético por unidade de volume. \mathbf{M} é chamada de **magnetização**, a qual depende da intensidade do campo magnético (\mathbf{H}) externo aplicado na amostra (GRIFFITHS, 1999).

Consideremos um solenoide comprido, com n espiras por unidade de comprimento, com uma corrente I . A indução magnética no centro do solenoide é $B_o = \mu_o nI$. Esta expressão é conveniente se estivermos afastados das extremidades do solenoide. Se introduzirmos um material no interior do solenoide, haverá uma contribuição adicional à indução magnética do campo devido à magnetização do material. Se \mathbf{M} for o momento magnético por unidade de volume, a indução do campo \mathbf{B}_m provocada por esta magnetização será dada por uma expressão semelhante à anterior, $\mathbf{B}_m = \mu_o \mathbf{M}$ (TIPLER, 1990).

Os materiais ferromagnéticos, paramagnéticos, diamagnéticos e antiferromagnéticos, fazem parte do grupo de materiais magnéticos. Nos materiais paramagnéticos e diamagnéticos, a magnetização é, $\mathbf{M} = \chi_m \mathbf{H}$, proporcional à intensidade do campo magnético \mathbf{H} .

A constante de proporcionalidade χ_m é chamada de suscetibilidade magnética; ela é uma grandeza adimensional que varia de uma substância a outra — positiva para paramagnéticos e negativa para diamagnéticos. Os materiais que obedecem à equação acima são chamados de meios lineares (GRIFFITHS, 1999).

Nas substâncias diamagnéticas a suscetibilidade é essencialmente independente da temperatura, porém nas paramagnéticas a suscetibilidade diminui quando a temperatura aumenta. Esta dependência com a temperatura, no caso dos materiais paramagnéticos, é resultado da tendência das vibrações térmicas reduzirem o alinhamento dos momentos de dipolo permanente (TIPLER, 1990).

A soma da intensidade do campo magnético externo com a magnetização nos dá uma nova definição para a indução magnética, $\mathbf{B} = \mu_o (\mathbf{H} + \mathbf{M}) = \mu_o (1 + \chi_m) \mathbf{H} = \mathbb{B} \mathbf{H}$, onde

$\mu_r = 1 + \chi_m$ é a permeabilidade relativa e $\mu = \mu_r \mu_o$ é a permeabilidade do material (LORRAIN, CORSON, & LORRAIN, 1988). No vácuo, onde não há matéria para magnetizar, a suscetibilidade χ_m desaparece, e a permeabilidade é μ_o (GRIFFITHS, 1999).

2.1 Ferromagnetismo

Os materiais ferromagnéticos, abaixo de uma temperatura crítica, chamada de temperatura de Curie (T_c), possuem uma magnetização que pode persistir mesmo na ausência de um campo magnético externo. Os únicos elementos FM são o níquel, cobalto, ferro e suas ligas, alguns compostos de metais de terras raras, e alguns minerais de ocorrência natural, tais como a magnetita. Essas substâncias estão divididas em regiões microscópicas, chamadas domínios magnéticos (Fig 1), dentro das quais os dipolos (spins) estão todos espontaneamente alinhados numa mesma direção (LORRAIN, CORSON, & LORRAIN, 1988). Por sua vez, esses domínios são orientados aleatoriamente.

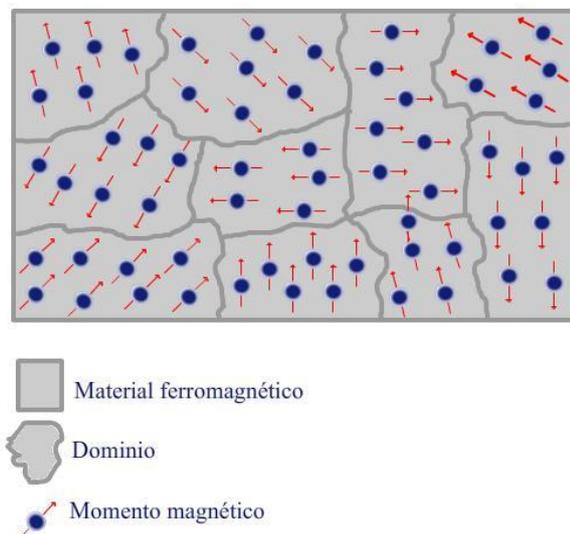


Figura 1- Representação da estrutura de domínios magnéticos no interior de um material FM (ALONSO, 2011).

Ao aplicarmos um campo magnético num ferromagnético, o torque $\boldsymbol{\tau}_M = \boldsymbol{m} \times \boldsymbol{B}$ tende a alinhar paralelamente os dipolos ao campo aplicado, onde m é o momento de dipolo

(GRIFFITHS, 1999). Da mesma forma, os domínios magnéticos crescem por meio da migração das paredes de domínios. Finalmente, perto da saturação, a magnetização roda para a direção imposta pelo campo externo (LORRAIN, CORSON, & LORRAIN, 1988).

A magnetização de uma amostra ferromagnética não se comporta, em geral, de forma linear com relação ao campo magnético externo, isto é, a relação constitutiva $\mathbf{B} = \mu_0 \mu_r \mathbf{H}$ não se verifica para materiais ferromagnéticos porque μ_r depende de \mathbf{B} e não pode ser representado por um único valor (SADIKU, 2004). Além disso, no caso dos materiais ferromagnéticos, a magnetização \mathbf{M} é, usualmente, muito maior que o campo magnético \mathbf{H} (TIPLER, 1990).

Acima da T_c um material magnético deixa de ser ferromagnético e passa ser representado pelo próximo grupo de materiais do nosso estudo.

2.2 Paramagnetismo

O estado paramagnético é caracterizado, do ponto de vista macroscópico, por uma resposta linear a um campo magnético aplicado. Alguns exemplos de materiais que possuem essa característica são: o alumínio, o magnésio, o sulfato de cobre, etc.

Na ausência de campo, uma amostra de material paramagnético não exibe magnetização. Aplicando-se um campo, a amostra adquire uma magnetização que cresce linearmente à medida que a intensidade do campo for aumentando. Se, por outro lado, o campo for reduzido até se anular, então a magnetização também se reduz e acaba se anulando. Para pequenos valores do campo aplicado \mathbf{H} , a magnetização \mathbf{M} de uma amostra no estado paramagnético é proporcional ao campo e a susceptibilidade magnética é positiva (OLIVEIRA M. J., 2013).

2.3 Diamagnetismo

Todos os materiais desse tipo apresentam uma componente diamagnética, isto é, apresentam uma magnetização contrária ao campo aplicado, ou seja, uma susceptibilidade magnética negativa, em geral, independente da temperatura. Desse modo, o momento magnético permanente (ou intrínseco) de cada átomo é zero, e os materiais são fracamente afetados pelo campo magnético. Para a maioria dos materiais diamagnéticos (por exemplo, bismuto, chumbo, cobre, silício, diamante, cloreto de sódio), χ_o é da ordem de -10^{-5} . Em certos tipos de materiais denominados supercondutores, a temperaturas próximas do zero absoluto, o “diamagnetismo perfeito” ocorre, neste caso: $\chi_o = -1$ ou $\mu_r = 0$ e $\mathbf{B} = 0$. À exceção dos supercondutores, na prática, os materiais diamagnéticos são raramente utilizados (SADIKU, 2004).

2.4 Antiferromagnetismo

O estado ordenado dos materiais antiferromagnéticos se caracteriza por apresentar momentos magnéticos antiparalelos (Fig. 2b), isto é, pode-se dividir o arranjo cristalino de íons magnéticos em duas sub-redes interpenetrantes, com os momentos magnéticos de cada sub-rede orientados em sentidos opostos (REIS, 2011).

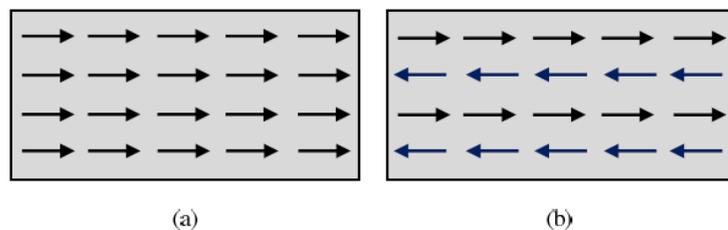


Figura 2 –Representação ilustrativa de uma possível ordem ferromagnética (a) e antiferromagnética (b) (OLIVEIRA A. H., 2011).

A primeira evidência da ordem antiferromagnética encontrada foi uma variação muito peculiar de χ com a temperatura (Fig. 3). Inicialmente se pensou que poderia tratar-se de um paramagneto anômalo, entretanto, um estudo mais minucioso revelou uma estrutura magnética completamente diferente. Assim como no caso de um ferromagnético, um material antiferromagnético também apresenta uma temperatura crítica, T_N , acima da qual se comporta como um paramagneto. Esta é a chamada temperatura de Néel, em homenagem a Louis Néel, físico francês que em 1936 deu uma das primeiras explicações do antiferromagnetismo.

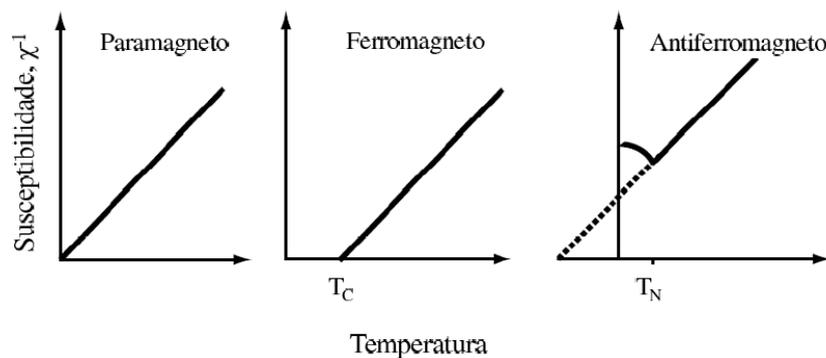


Figura 3- Comparação do inverso da susceptibilidade em função da temperatura de um paramagneto, um ferromagneto e um antiferromagneto (OLIVEIRA A. H., 2011).

Abaixo de T_N a lei de Curie não é válida para compostos antiferromagnéticos. Considerando a anisotropia, a susceptibilidade magnética antiferromagnética é praticamente constante abaixo de T_N quando o campo magnético é aplicado na direção perpendicular à direção do ordenamento antiferromagnético (CHIKAZUMI, 1959).

2.5 Histerese Magnética

Típicas curvas $M \times H$ são chamadas de curvas de magnetização. Os materiais diamagnéticos, paramagnéticos ou antiferromagnéticos possuem uma curva linear (Fig. 4 (a) e (b)), sobre circunstâncias normais. Por sua vez, a curva de magnetização dos materiais ferromagnéticos possui um comportamento bastante diferente, ela é não linear, chamada de histerese magnética.

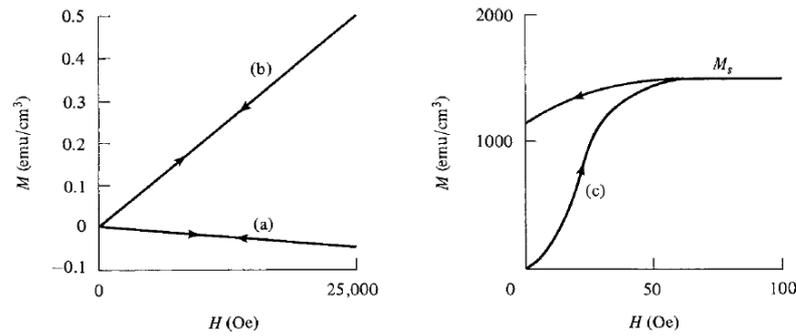


Figura 4- Curva de Magnetização de materiais: a) Diamagnético, b) Paramagnético ou Antiferromagnético e c) Ferromagnético ou Ferrimagnético (D. & GRAHAM, 2009).

A partir de um estado desmagnetizado ($M = H = 0$), nos materiais ferromagnéticos, a magnetização aumenta com um aumento do campo ao longo da curva OABC (Fig. 5) e finalmente atinge a magnetização de saturação. Na região OA o processo de magnetização é quase reversível, isto é, a magnetização volta para zero após a remoção do campo. A inclinação da curva da curva OA é a chamada suscetibilidade inicial χ_0 .

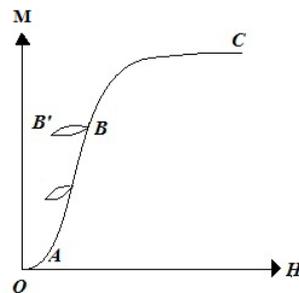


Figura 5- Curva inicial de magnetização e pequeno loop.

Adiante dessa região, os processos de magnetização já não são reversíveis. Se o valor do campo é reduzido a partir do ponto B , a magnetização volta ao longo do laço BB' , e não ao longo de BAO . A inclinação do BB' é chamada de suscetibilidade reversível χ_r .

Um aumento adicional do campo magnético externo no sentido negativo resulta num decréscimo contínuo da magnetização, que cai até zero (Fig. 6). O campo neste ponto é chamado de campo coercivo H_c . Após essa região a intensidade de magnetização decai até a saturação negativa da magnetização. Por fim, o campo é revertido positivamente e a

magnetização mudará ao longo de FGC. A curva fechada CDEFGC é chamada de curva de histerese (CHIKAZUMI, 1959).

Embora os ciclos de histerese tenham todos aproximadamente a mesma forma geral, assumem de fato formas diferentes, de acordo com a estrutura de domínios. Podem ser estreitos ou largos, ou mesmo retangulares, com lados quase verticais e quase horizontais.

Os materiais magnéticos macios possuem uma permeabilidade elevada e um ciclo de histerese estreito. Já, os materiais duros são caracterizados por ciclos de histerese largos (LORRAIN, CORSON, & LORRAIN, 1988).

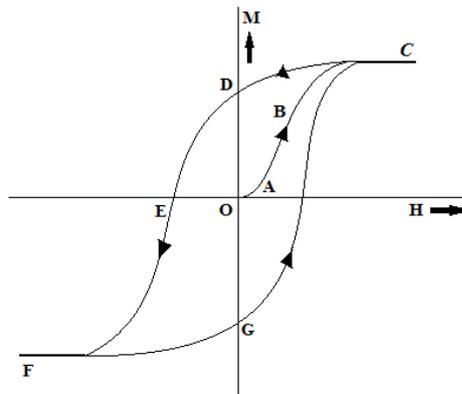


Figura 6 - Curva de Histerese

2.6 Anisotropia Magnética

A anisotropia magnética está relacionada à direção preferencial de magnetização. Portanto, as propriedades magnéticas da maioria dos materiais ferromagnéticos são dependentes da direção de magnetização da amostra.

Observando a Fig. 7, onde temos a curva de magnetização de uma amostra de Ni feita em três direções cristalográficas $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ e $\langle 111 \rangle$, pode-se perceber a maior facilidade para levar a amostra à saturação magnética quando se aplica o campo externo da ordem de 50 Oe na direção $\langle 111 \rangle$. Já para as outras direções um campo de aproximadamente 250 Oe é

necessário para saturá-la. Desta forma percebe-se um “eixo fácil de magnetização”, ou seja, possui uma anisotropia na direção $\langle 111 \rangle$.

No caso de filmes finos, a estruturação da amostra faz com que o eixo fácil esteja no plano do filme, existindo, em alguns casos, filmes com eixos fáceis na direção perpendicular ao plano (D. & GRAHAM, 2009). A anisotropia pode estar relacionada aos eixos do cristal, com a forma geométrica, com a superfície, com tensões mecânicas ou ainda com outros fatores (OLIVEIRA S. N., 2007).

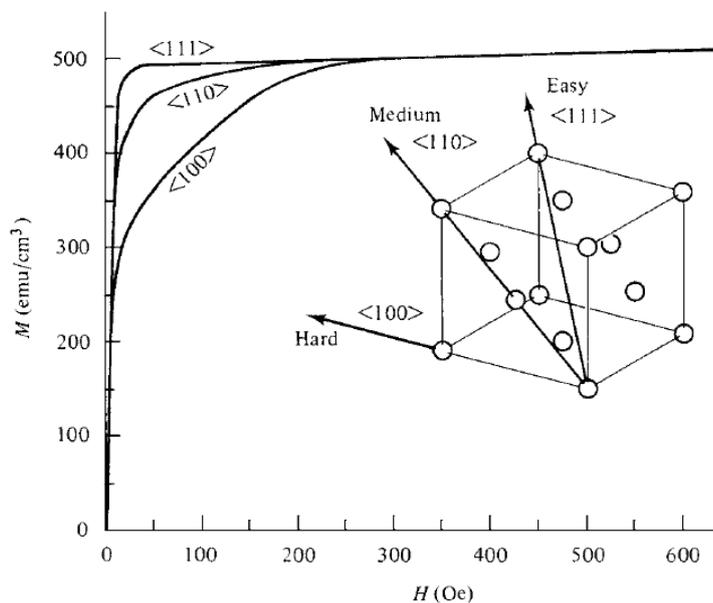


Figura 7 - Curvas de magnetização para um único cristal de Ni (D. & GRAHAM, 2009).

Existem vários tipos de anisotropia, e as mais relevantes para o presente trabalho serão discutidos brevemente a seguir.

2.6.1 Anisotropia Magnetocristalina

Supomos que um único cristal de estrutura cúbica é cortado na forma de um disco paralelo a um plano $\{110\}$. Esta amostra terá então direções do tipo $\langle 100 \rangle$, $\langle 110 \rangle$ e $\langle 111 \rangle$, como diâmetros, para o plano $(1\bar{1}1)$, como mostra a Fig. 8 (D. & GRAHAM, 2009).

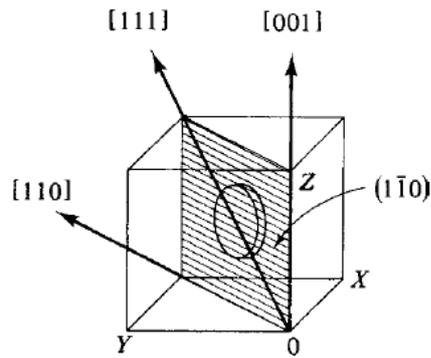


Fig. 8- As três principais direções cristalográficas no plano $(1\bar{1}1)$ de um material cúbico (D. & GRAHAM, 2009).

Ao observarmos curvas de histerese, $M \times H$, de um material ferromagnético, como o Ni e o Fe, podemos notar que o formato das curvas depende da direção em que elas são medidas. Os resultados para o Fe, o qual tem estrutura cúbica de corpo centrado (bcc), são mostrados na Fig. 9, e para o Ni, com estrutura cúbica de face centrada (fcc), na Fig. 7.

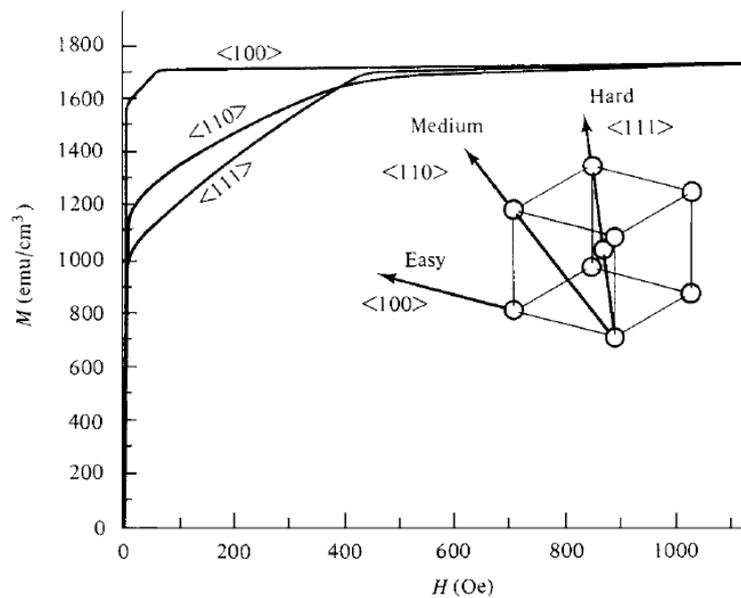


Figura 9 - Curvas de magnetização para um único cristal de Fe (D. & GRAHAM, 2009).

Para o Fe as medidas mostram que a saturação pode ser alcançada com campos da ordem de algumas dezenas de Oe no máximo, na direção $\langle 100 \rangle$, que é a sua “direção fácil” de magnetização. Dessa forma, a parede que separa dois domínios de um cristal pode ser movida através de um pequeno campo aplicado (D. & GRAHAM, 2009).

Ao submetermos um cristal à ação de um campo magnético, o campo terá de exercer trabalho para reorientar os spins e modificar os domínios, retirando-os de sua posição de equilíbrio. Desta forma o cristal armazena certa quantidade de energia, chamada de energia de anisotropia. Para o caso de um cristal cúbico, como o Fe e o Ni podemos escrever esta energia E , em função da orientação da M_s (magnetização de saturação), em relação a cada um dos eixos do cubo, por $E = K_0 + K_1(\alpha_1^2\alpha_2^2 + \alpha_2^2\alpha_3^2 + \alpha_3^2\alpha_1^2) + K_2(\alpha_1^2\alpha_2^2\alpha_3^2) + \dots$, em que K_0 , K_1 e K_2 são constantes particulares de cada material, com dimensão de energia por volume. Os α_i são os cossenos dos ângulos entre M_s em cada um dos eixos do cubo ($\alpha_1 = \text{sen}\varphi\text{cos}\theta$, $\alpha_2 = \text{sen}\varphi\text{sen}\theta$, $\alpha_3 = \text{cos}\varphi$) (Fig. 10) (D. & GRAHAM, 2009).

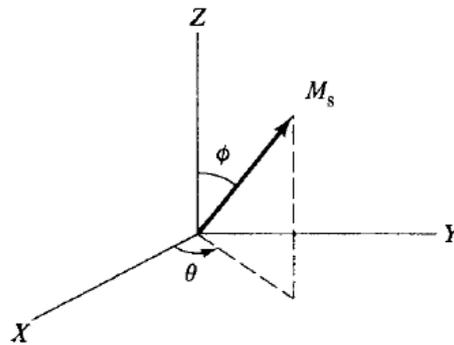


Figura 10- Definição dos ângulos φ e θ .

2.6.2 Anisotropia de Forma

Graças à baixa dimensionalidade, os filmes finos apresentam uma grande anisotropia de forma, conhecida também como anisotropia magnética dipolar. Uma amostra magnetizada possui polos na superfície que formam um campo contrário à magnetização, sendo, portanto chamado de campo desmagnetizante H_d , que dá origem a uma energia magnetostática, resultando assim na anisotropia de forma. Este campo desmagnetizante não será igual em todas as direções, criando um ou mais eixos preferenciais de magnetização (Fig. 11) (SALAZAR, 2012).

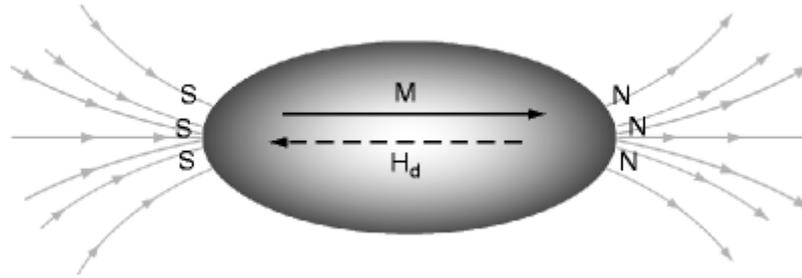


Figura 11- Campo desmagnetizante

Em filmes finos a energia de anisotropia de forma pode ser escrita como $E_d = \frac{1}{2} H_d M_s \cos^2 \vartheta$, onde $H_d = N_d M_s$ é o campo desmagnetizante (H_d é antiparalelo a M_s), N_d é o coeficiente de desmagnetização na direção de M_s , e ϑ é o ângulo entre a magnetização e a normal ao filme (OLIVEIRA S. N., 2007).

Se tomarmos uma amostra esférica, que não apresenta anisotropia cristalina, e medirmos sua magnetização em diferentes direções, não notaremos diferenças. Repetindo o mesmo procedimento para uma amostra em formato de elipsoide, como no exemplo da figura acima, observaremos o surgimento de uma anisotropia. Trata-se da anisotropia de forma, que se deve ao campo desmagnetizante da amostra (SALAZAR, 2012).

A anisotropia de forma é mais intensa para os eixos mais curtos do material, favorecendo a orientação de sua magnetização nas dimensões mais alongadas. No caso de filmes finos, onde a espessura é muito menor que o comprimento e a largura, a anisotropia de forma tende a manter a magnetização presa ao plano do filme (SALAZAR, 2012).

2.6.3 Anisotropia de Magnetoelástica

A anisotropia de *stress*, anisotropia magnetoelástica ou de magnetostricção é a ocorrência de uma deformação em materiais ferromagnéticos devido à presença de tensão e de um campo magnético aplicados (CHIKAZUMI, 1959).

Vimos, anteriormente, na sessão 2.1, que os materiais ferromagnéticos têm regiões, em que os momentos magnéticos estão orientados na mesma direção, chamadas domínios

magnéticos, os quais estão separados por zonas de transição, denominadas paredes de domínio. Por sua vez, no estado desmagnetizado a orientação magnética dos domínios é aleatória, de tal forma que a magnetização é nula. A Fig. 12 ilustra a estrutura de domínios quando o campo aplicado é zero, e ao aplicar um campo magnético H , os domínios tendem a se orientar de forma que, o comprimento L do cuboide aumenta e sua largura W diminui (PACHECO, 2007).

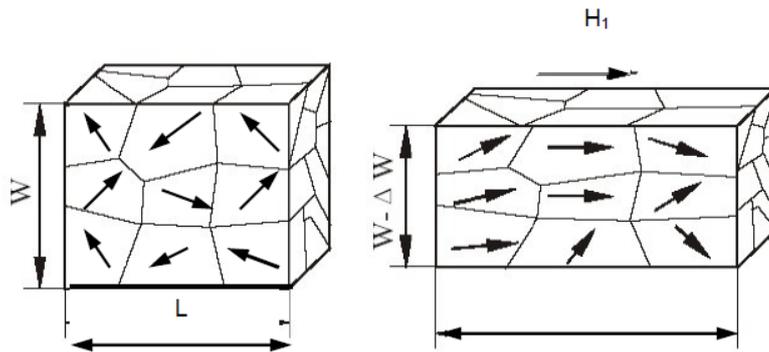


Figura 12- Estrutura de domínios magnéticos (a) sem aplicar campo ($H = 0$), (b) aplicando campo magnético ($H \neq 0$) (PACHECO, 2007).

O limite da deformação, que pode ser alcançado em um material magnetostrictivo, depende da distribuição prévia dos domínios. A orientação inicial dos domínios pode ser forçada, por exemplo, mediante uma deformação inicial ou a um tratamento térmico sob a ação de um campo magnético (PACHECO, 2007). Essa deformação, $\Delta l/l$, devido à magnetostricção, é bem pequena, na faixa de $10^{-5} \sim 10^{-6}$ (CHIKAZUMI, 1959).

A temperatura de Curie é a temperatura na qual os materiais magnéticos perdem suas propriedades ferromagnéticas, esta transição é reversível através do resfriamento do material. Os domínios são formados quando um material é resfriado abaixo da temperatura de Curie T_c .

A Figura 13 apresenta a dependência da deformação com a magnetização. Considerando uma esfera ferromagnética a uma temperatura maior que T_c , como se ilustra na Fig. 13(a), quando a temperatura fica abaixo de T_c , os domínios se formam e acontece uma magnetostricção espontânea λ_0 . Na Fig. 13(b), quando um campo é aplicado, os domínios se expandem até um valor máximo que é dado pela magnetostricção de saturação λ_s (PACHECO, 2007),

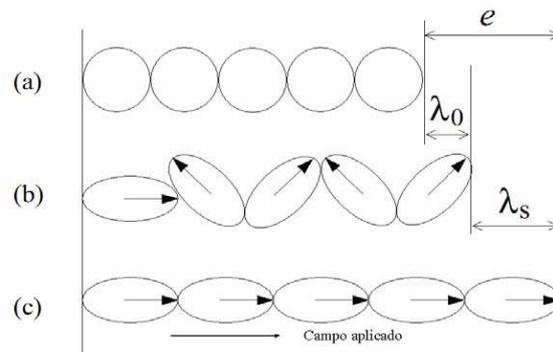


Figura 13- Processo de deformação de um material ferromagnético, (a) a uma temperatura maior que T_c , (b) a uma temperatura menor que T_c , se tem uma magnetostricção espontânea, (c) magnetostricção de saturação.

Num material sem campo magnético aplicado, os domínios são orientados aleatoriamente, cada um tem um ângulo θ diferente em relação a um referencial de medida. A magnetização total resultante é nula e a deformação $\Delta l/l$ espontânea de cada domínio na direção de interesse é dada por $\Delta l/l = e \cos^2\theta$. Onde e é a deformação medida para um ângulo θ relativo ao sentido da magnetização de saturação (CHIKAZUMI, 1959), (PACHECO, 2007).

2.6.4 Anisotropia induzida

Até agora, nós estudamos três tipos de anisotropia magnética: magnetocristalina, forma, e magnetoelástica. Várias outras anisotropias podem ser induzidas em certos materiais, principalmente soluções sólidas, por meio de tratamentos adequados. Os tratamentos que podem induzir à anisotropia magnética são: o recozimento magnético, o recozimento de *stress*, a deformação plástica e a irradiação magnética (D. & GRAHAM, 2009).

Fazer um recozimento magnético significa fazer um tratamento térmico na amostra com a presença de um campo magnético externo. Este procedimento pode induzir uma anisotropia em certas ligas (aqui o termo "ligas" inclui não apenas as ligas metálicas, mas também compostos de ferrites) (D. & GRAHAM, 2009).

O recozimento de stress segue o mesmo procedimento do anteriormente descrito, porém, neste o tratamento térmico ocorrerá na presença de uma tensão aplicada (D. & GRAHAM, 2009).

2.6.5 Anisotropia de Troca

Esta anisotropia é resultado de uma interação de troca interfacial entre os materiais ferromagnéticos (FM) e antiferromagnéticos (AFM) e, portanto, a mais importante para o presente trabalho. Nos mais de 40 anos desde a sua descoberta, o fenômeno da anisotropia de troca tornou-se a base para uma importante aplicação na tecnologia de armazenamento de informação, as válvulas de spin, com um alto nível de colaboração atual no mundo da pesquisa e das atividades de desenvolvimento (BERKOWITZ, 1999).

A anisotropia de troca foi descoberta, em 1956, por Meiklejohn e Bean. Em decorrência de um tratamento térmico, abaixo da temperatura ambiente, de uma amostra de cobalto parcialmente oxidada (ou seja, cada partícula de Co estava coberta por uma camada de CoO), e pela aplicação de um forte campo magnético externo, observaram o seguinte resultado (Fig. 14):

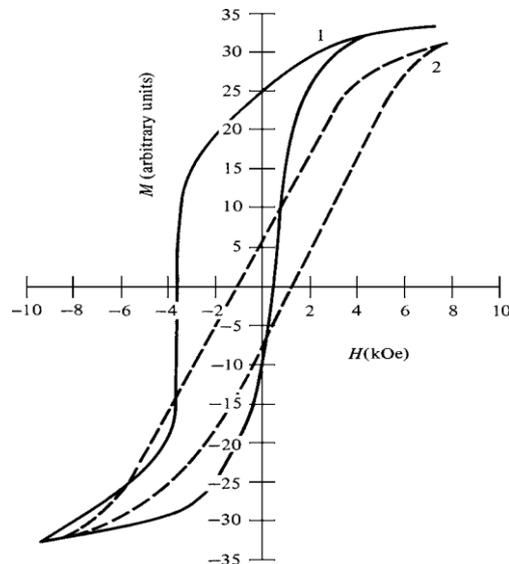


Figura 14- Curvas de histerese das amostras de Co revestidas pó CoO medidas a 77K. Laço (1): resultado do arrefecimento num campo de 10 kOe, no sentido positivo. Laço (2): resultado do arrefecimento no campo zero (D. & GRAHAM, 2009).

Este ciclo, mostrado pela curva completa da figura acima, não é simétrico em relação à origem, mas deslocou-se para a esquerda. Assim, o sistema funciona como se houvesse um

campo de “*bias*” (H_{EB}) interno. Se o material não é arrefecido num campo, o circuito é simétrico e inteiramente normal (curva tracejada) (D. & GRAHAM, 2009).

A temperatura de Néel T_N do CoO é cerca de 20° C. Quando um campo forte é aplicado à 20° C, o cobalto é magneticamente saturado mas o óxido, sendo paramagnético, é pouco afetado. No entanto, as rotações da primeira camada de íons de Co no óxido são forçadas a ser paralelas, por causa da força de troca positiva entre os spins dos átomos adjacentes de cobalto. Quando as partículas são arrefecidas, ainda no campo, a uma temperatura muito abaixo de T_N , o ordenamento antiferromagnético que ocorre no óxido tomará a forma esboçada na Fig. 15a (os spins da camada AFM próximos à interface se alinham paralelamente aos spins da camada FM). Além disso, este arranjo de spins vai persistir quando o campo for removido. Se agora um forte campo for aplicado no sentido descendente (negativo), como em Fig. 15b, os spins do cobalto inverter-se-ão, pois os spins interfaciais da camada AFM exercem um torque sobre os spins da camada FM, tentando mantê-los na posição original (D. & GRAHAM, 2009).

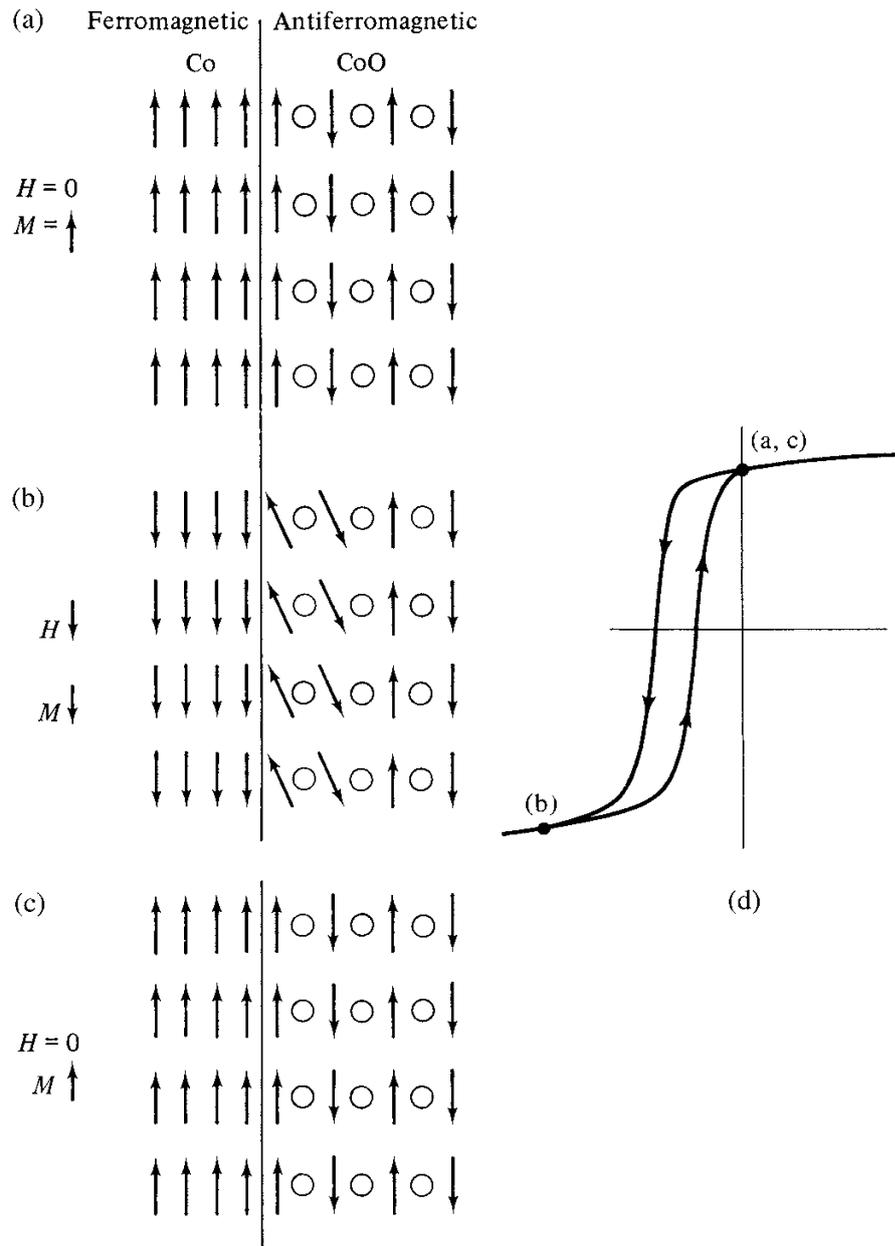


Figura 15- Mecanismo do deslocamento da curva de magnetização de Co-CoO. As setas representam a direção dos íons dos átomos de cobalto, e os círculos abertos são os íons de oxigênio. Os pontos (a) - (c) no *loop*, do lado esquerdo, correspondem aos três estados (D. & GRAHAM, 2009).

3 PROPRIEDADES MAGNÉTICAS DO IrMn/NiFe

Fenômenos físicos, tais como anisotropia magnética ou magnetorresistência gigante (GMR), que permitem o controle de correntes de spin eletrônico através de estruturas nanométricas magneticamente dopadas por um campo magnético externo, são de grande interesse tecnológico. Entre os materiais que desempenham um papel nestas nanoestruturas, os *permalloys* ocupam um lugar importante. O ferromagneto, NiFe, na composição de Ni₈₀Fe₂₀ (*permalloy*), é uma liga magnética macia de estrutura cúbica de faces centradas (fcc) que possui uma alta permeabilidade magnética, $10^5 \mu\text{N/A}^2$ (ou seja, o fluxo magnético passa com mais “facilidade” neste material) (GUPTA, GUPITA, & GUTBERLET, 2008).

Para aplicações práticas, IrMn é um material AFM promissor, uma vez que apresenta boa resistência à corrosão, elevada temperatura de bloqueio¹ ($T_B \sim 250^\circ \text{C}$) e baixa espessura crítica, ou seja, poucas camadas atômicas são suficientes para se manifestar o fenômeno de EB. Assim, o IrMn é capaz de induzir um forte campo de troca (H_{EB}) (DIJKEN, BESNIER, J., & COEY, 2005).

Além disso, o IrMn possui alta temperatura de Neel ($T_N = 416,85^\circ \text{C}$) possibilitando, aos dispositivos formados por este AFM, maior estabilidade térmica (NOGUÉS & SCHULLER, 1999).

¹ A temperatura de bloqueio refere-se à temperatura pela qual a magnetização espontânea é bloqueada ao longo da direção de fácil magnetização.

4 EXCHANGE BIAS

O *exchange bias* (EB) foi descoberto quase a meio século atrás por Meiklejohn e Bean. Sua principal característica está relacionada com o deslocamento do centro da curva de histerese ($H=0$ para $H_{EB} \neq 0$). Esse efeito ocorre em muitos sistemas compostos por um ferromagnético (FM) em contato atômico com um antiferromagnético (AFM), se a amostra for resfriada a partir de uma temperatura T maior do que a temperatura de Neel e menor do que a temperatura de Curie ($T_N < T < T_C$), na presença de um campo de magnético externo. Outra possibilidade para indução do EB é crescer o sistema FM/AFM na presença de um campo de deposição.

No primeiro caso, ao aquecermos o sistema até uma temperatura T , teremos um FM magnetizado, enquanto que o AFM estará desorientado, em um estado paramagnético (Fig. 16a) (OLIVEIRA S. N., 2007).

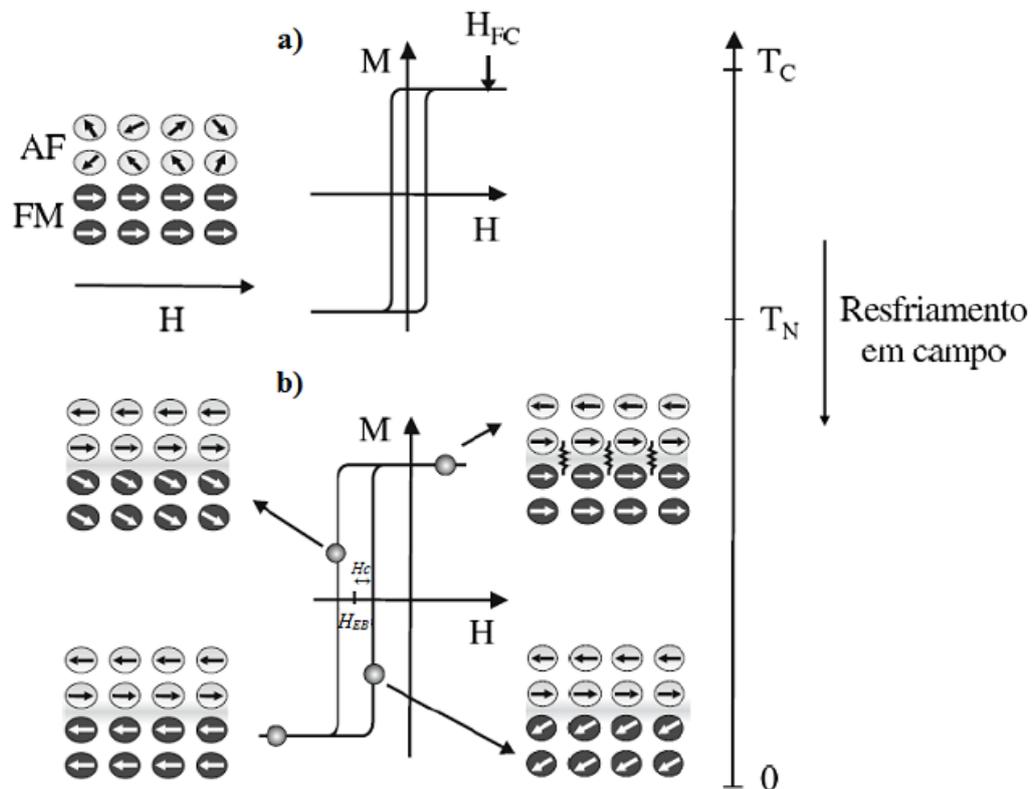


Figura 16- Curva de histerese, antes e depois da refrigeração. O Exchange bias, H_{EB} , e o campo coercivo, H_C , estão indicados na figura (OLIVEIRA S. N., 2007).

Se o processo de resfriamento for feito na presença de um campo magnético externo suficientemente grande, a tendência dos spins na camada FM será de se alinhar com tal campo, até atingirem um estado de saturação. Iremos nos referir a este campo como H_{FC} , onde FC são as iniciais de *field cooling*. Os spins interfaciais da camada AFM começarão a interagir com os da camada FM, tentando manter um alinhamento paralelo a estes. Conforme o sistema é resfriado, ainda na presença do campo, o AFM retorna ao seu estado antiferromagnético original. Entretanto, seus spins interfaciais permanecem alinhados com a camada FM. Como consequência, cada subcamada subsequente do AFM irá se orientar antiparalelamente a anterior, resultando em uma magnetização total nula (Fig. 16b).

A curva de histerese do sistema AFM-FM em $T_N > T$, após o processo de resfriamento, é deslocada, ao longo do eixo do campo, geralmente em sentido oposto ao campo de resfriamento. Este deslocamento da curva é conhecido como campo de *exchange bias*, H_{EB} . Em resumo, o EB é um fenômeno associado à anisotropia de troca criada na interface entre um material antiferromagnético e um ferromagnético (NOGUES & SCHULLER, 1999) (OLIVEIRA S. N., 2007).

Sistemas com EB na forma de filmes finos são intensamente estudados, principalmente pelo seu potencial em aplicações tecnológicas. Cabe, então, a pergunta: qual a influência da espessura destes filmes sobre o efeito? Esta é uma questão bastante explorada, e algumas tendências são observadas. Em geral, H_{EB} é proporcional ao inverso da espessura da camada FM, mas isso não é válido para filmes muito finos. Existe, também, uma forte relação entre EB e temperatura. Ao elevarmos a temperatura do sistema perceberemos que em certo momento o efeito some, e a temperatura em que isto acontece é chamada de temperatura de bloqueio, T_B . Em alguns casos T_B pode ser menor que T_N do material AFM envolvido, em outros temos $T_B \approx T_N$. O valor de T_B pode estar ligado ao tamanho dos grãos interfaciais ou a anisotropia do AFM, podendo ser menor para filmes finos do que para materiais macroscópicos. A cristalinidade e o tamanho dos grãos também são parâmetros que devem ser controlados e caracterizados. No caso do IrMn, que é o material AFM estudado neste trabalho, o crescimento do filme com uma textura [111] é fundamental para a observação do EB. O tamanho dos grãos AFM também pode ter influência, modificando, inclusive, a T_B do sistema (OLIVEIRA A. H., 2011).

Deve-se também considerar a dependência angular do H_{EB} , já que o acoplamento de troca na interface FM / AFM depende das várias direções das camadas magnéticas constituintes. Esta influência é de extrema importância para desvendar a natureza do

acoplamento de troca e tem sido observada em amostras com forte anisotropia uniaxial cristalina (AMBROSE, SOMMER, & CHIEN, 1997) (SUN & XING, 2008). No presente trabalho nós mostramos essa dependência através do gráfico $H_{EB} \times \theta$, onde θ é o ângulo entre o plano longitudinal do filme e o campo aplicado (H) (ver Fig. 17).

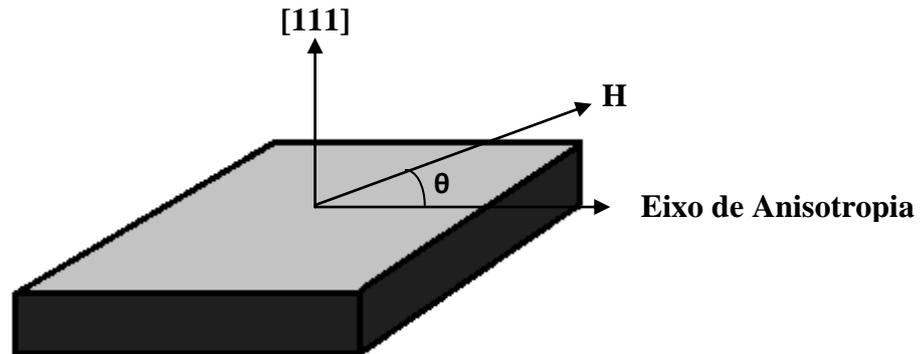


Figura 17- Ilustração esquemática da geometria de uma medida de magnetização no plano da amostra.

5 DEPOSIÇÃO DAS AMOSTRAS

As amostras estudadas foram cortadas na medida de $5 \times 3 \text{ mm}^2$, de uma matriz de $20 \times 20 \text{ mm}^2$, e depositadas pela técnica de desbaste iônico (“*Magnetron Sputtering*”), no Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas (CBPF). Esta técnica consiste em aplicar uma diferença de potencial entre um alvo, composto pelo material de interesse, e o substrato sobre o qual o filme será depositado. Usualmente, a pressão na câmara de deposição é reduzida a valores da ordem de 10^{-8} Torr e, posteriormente, o processo de deposição é realizado numa atmosfera inerte de argônio em pressões da ordem de 10^{-3} Torr. A diferença de potencial aplicada entre o alvo e o substrato ioniza o argônio, criando um “plasma”, que consiste de elétrons e íons de alta energia. Durante o *sputtering*, os íons são acelerados e se chocam com o alvo, arrancando átomos do material com energia suficiente para serem arremessados na direção do substrato, formando assim o filme (OLIVEIRA S. N., 2007).

Nesse trabalho foram utilizadas três amostras com a seguinte composição: $[\text{NiFe}(10,20,40\text{nm})/\text{IrMn}(20\text{nm})/\text{Ta}(1\text{nm})] \times 20$ (ver Fig. 18). Daqui pra frente as amostras serão denominadas A10, A20 e A40, de acordo com a espessura das camadas de NiFe, respectivamente. As amostras foram depositadas sobre substratos de vidro cobertos por 5nm de Ta. Um campo magnético de aproximadamente 1 kOe, gerado por ímãs permanentes, foi aplicado paralelamente ao plano dos substratos durante a deposição, de forma a induzir o EB (anisotropia uniaxial) nas camadas de NiFe. Medidas de difração de raios-x indicam que a estrutura FCC dos filmes de NiFe e IrMn cresce preferencialmente com a direção [111], orientada perpendicularmente ao plano do substrato.

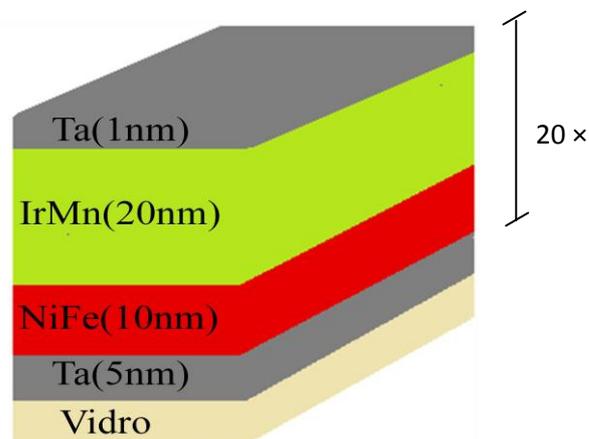


Figura 18- Estrutura esquemática da amostra A10.

6 MAGNETOIMPEDÂNCIA

O efeito magnetoimpedância (MI) corresponde a variação da impedância complexa (Z) de um material magnético sujeito simultaneamente a uma corrente alternada I_{ac} e a um campo magnético externo estático (H). Usualmente, a sensibilidade do efeito é aferida através da taxa de variação da impedância com o campo aplicado, definida como: $MI = \frac{Z(H) - Z(H_{m\acute{a}x})}{Z(H_{m\acute{a}x})}$, onde $Z(H_{m\acute{a}x})$ é a impedância da amostra num campo tal que a magnetização está saturada e $Z(H)$ é a impedância num campo externo qualquer (SILVA B. G., 2011). O efeito tem atraído bastante atenção nos últimos 20 anos devido ao seu potencial de utilização no desenvolvimento de sensores magnéticos de alta sensibilidade.

A impedância de um dispositivo linear é definida como a razão entre a amplitude da voltagem V , medida sobre o elemento, e a amplitude I de uma corrente senoidal que passa através dele. A impedância é uma grandeza complexa, sendo que sua componente real e a imaginária estão relacionadas com as amplitudes e fases relativas entre V e I , de forma que podemos escrever $Z = R + iX = \frac{V}{I}$, onde a componente real R é a resistência da amostra e a componente imaginária X é a reatância (SILVA B. G., 2011).

A origem da MI foi atribuída a um fenômeno eletromagnético denominado efeito “*skin*”, de acordo com o qual, uma corrente AC de alta frequência tende a concentrar-se próximo à superfície do condutor. O decaimento da densidade de corrente da superfície do metal para o seu interior é descrito pela profundidade de penetração eletromagnética,

$$\delta = \sqrt{\frac{\rho}{\pi f \mu}} \quad (1)$$

onde ρ e μ são, respectivamente, a resistividade e a permeabilidade do condutor (SILVA, et al., 2009). Aqui a permeabilidade relativa foi obtida pelo método descrito na seção 7.

Pode-se observar que este parâmetro está diretamente relacionado com a permeabilidade do meio e depende da frequência da corrente aplicada. Portanto, qualquer agente que produza uma variação na permeabilidade dará origem a MI, desde que a frequência seja alta o suficiente (SILVA B. G., 2011), (SILVA, et al., 2009).

Para correntes alternadas de pequena amplitude, um condutor ferromagnético comporta-se, aproximadamente, como um condutor linear, nestes casos a impedância de um filme ferromagnético pode ser calculada utilizando a bem conhecida expressão (KRAUS, 1999)

$$Z = R \frac{kt}{2} \cos^2(kt/2),$$

(2)

onde R é a resistência DC e t é a espessura do filme. A constante de propagação é dada pela relação $k = (1 - i)/\delta$, onde δ é a profundidade de penetração eletromagnética dada pela eq. (1) (KRAUS, 1999)

7 CÁLCULO DA MAGNETOIMPEDÂNCIA

Os trabalhos precursores sobre a magnetoimpedância foram realizados em regimes de baixa frequência. Nesses casos, as medidas de impedância eram obtidas com o tradicional método de quatro pontas. Nesse método, uma corrente alternada passa através da amostra e a partir da medida da diferença de potencial sobre as suas extremidades a impedância, $Z=V/I$, pode ser calculada para diferentes valores de campo e frequência (ANTONOV, 1997).

Em altas frequências, entretanto, é mais adequado o método da guia de onda. Nesse caso a amostra estudada é colocada como condutor central de uma guia de onda coaxial, no caso de fios, ou onda plana no caso de fitas e filmes. A guia de onda é, então, conectada a um analisador de rede vetorial (VNA), por meio de uma linha de transmissão coaxial de 50 Ohms, e a impedância de entrada da guia é calculada a partir de medidas do coeficiente de reflexão das ondas eletromagnéticas, usando relações similares as apresentadas na referência (ANTONOV, 1997).

Nesse trabalho os dados relativos à impedância das amostras foram obtidos utilizando um procedimento similar ao acima descrito. O coeficiente de reflexão de uma guia de onda do tipo *microstrip* (Fig. 19), que pode ser alterado pela presença da amostra magnética, foi medido numa faixa de frequência entre 100 MHz e 5 GHz, utilizando um analisador de rede *ROHDE & SCHWARZ* modelo ZVB 14 (Fig. 20).

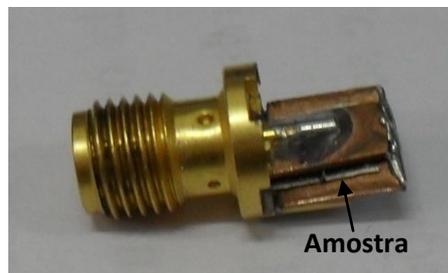


Figura 19- *Microstrip*

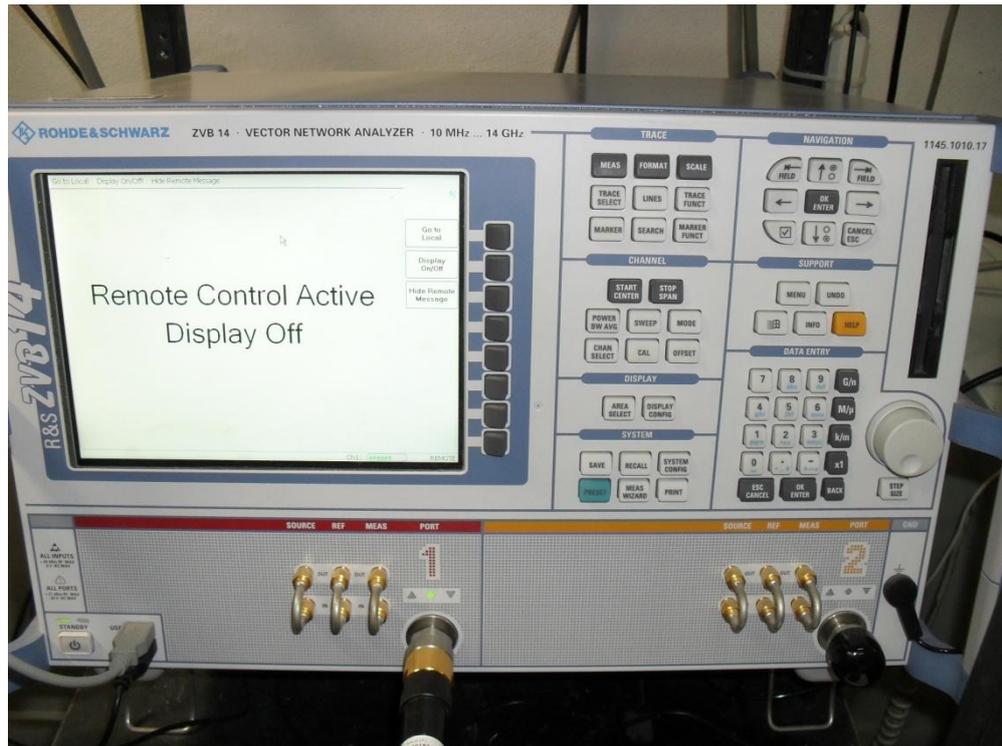


Figura 20- Analisador de rede modelo ZVB 14 da ROHDE & SCHWARZ.

Nesse trabalho os dados referentes à impedância foram calculados com a eq. 2, descrita anteriormente. Os valores da permeabilidade efetiva, necessários para os cálculos, foram obtidos a partir de medidas do coeficiente de reflexão, seguindo os procedimentos descritos na referência (BEKKER & SEEMANN, 2003). É importante salientar que esses procedimentos foram adotados tendo em vista que já são utilizados por pesquisadores do nosso laboratório (LMMM).

Utilizamos como porta amostra (permeâmetro ou linha de transmissão) o modelo *microstrip* (Fig. 19) o qual foi conectado no analisador de rede.

De acordo com essa técnica, para obter a permeabilidade das amostras foi necessário a realização de medidas do coeficiente de reflexão (S_{11}) da linha de transmissão (em função da frequência e do campo) em três situações: (i) com o permeâmetro vazio, (ii) com o substrato de vidro no *microstrip* e (iii) com o filme sobre o substrato (BEKKER & SEEMANN, 2003). Esse processo repetiu-se para as três amostras em estudo. O campo aplicado nos filmes, de até 220 Oe, foi gerado por bobinas de Helmholtz (Fig. 21). Devido ao limitado valor de campo, a frequência escolhida para a varredura foi de 100 MHz a 5 GHz, tendo em vista que o analisador trabalha até 14 GHz. Um programa feito em linguagem HPVEE foi usado para

obtenção dos dados da parte real e imaginária do parâmetro S11, em função dos valores de campo e da frequência. A fig. 22 mostra uma imagem do sistema experimental utilizado.

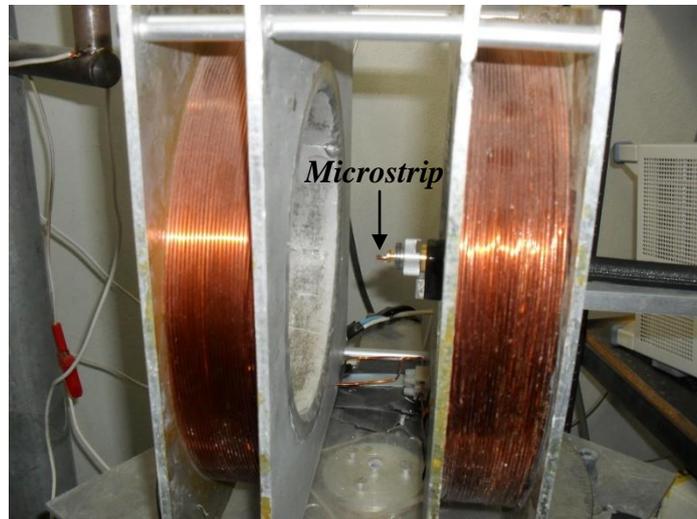


Figura 21- Amostra imersa no campo magnético gerado pelas bobinas.

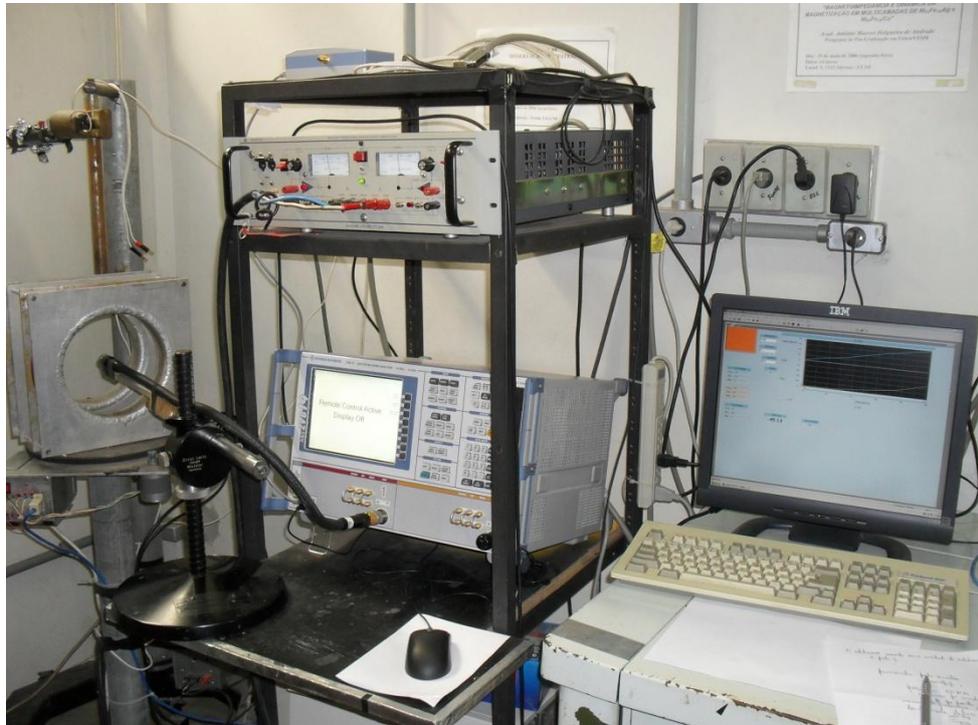


Figura 22- Montagem dos equipamentos utilizados na medida do parâmetro de espalhamento das amostras.

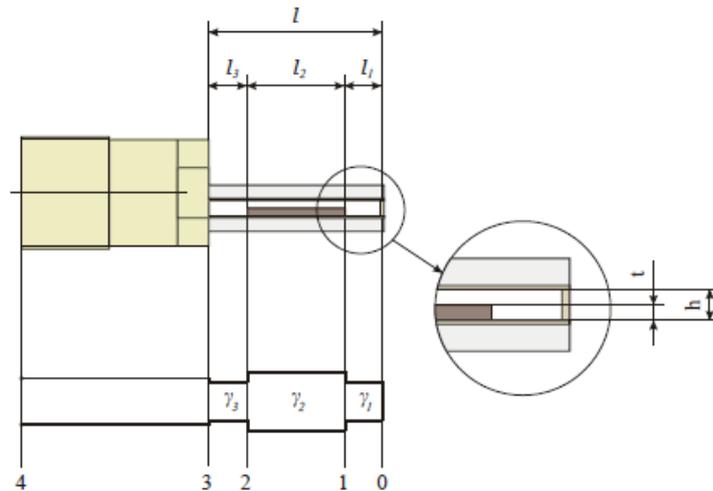


Figura 23- Desenho da *microstrip* (BEKKER & SEEMANN, 2003).

Segundo (BEKKER & SEEMANN, 2003), o parâmetro S_{11} , obtido nas medidas, representa o coeficiente de reflexão R do *microstrip*. De acordo com Bekker e Seemann, a permeabilidade relativa pode ser calculada a partir da expressão do coeficiente de reflexão da linha de transmissão, $R = R_o e^{-2\gamma l}$, onde γ é a constante de propagação, l é o comprimento de uma seção plana e R_o é o coeficiente de reflexão do *microstrip*. A constante de propagação é definida como $\gamma = \frac{i\omega\sqrt{\mu_{eff}\epsilon_{eff}}}{c_o}$, onde μ_{eff} é a permeabilidade efetiva, ϵ_{eff} é a permissividade efetiva e $c_o = \frac{1}{\sqrt{\epsilon_0\mu_0}}$ é a velocidade da luz no vácuo. Para o *microstrip* representado na Fig. 23, o qual exibe três regiões distintas, a equação do coeficiente de transmissão deve ser escrita como:

$$R = R_o e^{-2(\gamma_1 l_1 + \gamma_2 l_2 + \gamma_3 l_3)} \quad (3)$$

Na terceira etapa das medidas no analisador nós inserimos o filme dentro do *microstrip*. Devido a presença do material magnético, não podemos mais admitir o valor um para a permeabilidade efetiva, a qual, pode ser calculada através da equação abaixo,

$$\mu_{ef} = \left(\frac{ic_o \ln \left(\frac{1}{1 - S_{11}^{amostra}} \right)}{2\omega l_{amostra} \sqrt{\epsilon_{ef}^{sub}}} - \frac{\sqrt{\epsilon_{ef}^{vazio}} l_{vazio}}{\sqrt{\epsilon_{ef}^{sub}} l_{amostra}} \right)^2. \quad (4)$$

Na eq. 4 a permissividade efetiva da *microstrip* vazia foi obtida com a eq. 5, considerando que, neste caso, $\mu_{eff} = 1$:

$$\epsilon_{ef}^{vazio} = \left(\frac{ic_o \ln \left(\frac{1}{1 - S_{11}^{vazio}} \right)}{2\omega (l_{amostra} + l_{vazio})} \right)^2, \quad (5)$$

enquanto que a permissividade do *microstrip* com o substrato de vidro foi calculada com a equação 6:

$$\epsilon_{ef}^{sub} = \left(\frac{ic_o \ln \left(\frac{1}{1 - S_{11}^{sub}} \right)}{2\omega l_{amostra} \sqrt{\epsilon_{ef}^{sub}}} - \frac{\sqrt{\epsilon_{ef}^{vazio}} l_{vazio}}{\sqrt{\epsilon_{ef}^{sub}} l_{amostra}} \right)^2 \quad (6)$$

Como todas as amostras foram cortadas igualmente, o comprimento $l_{amostra} = 5$ mm.

A permeabilidade relativa da amostra com espessura t foi calculada usando a relação:

$$\mu_r = \frac{\mu_{ef} - 1}{K (t/h)} \quad (7)$$

Por fim, a impedância foi calculada substituindo os valores de medida nas equações 7, 1 e 2.

Deve-se considerar que todos esses cálculos foram determinados através de um programa em MAPLE desenvolvido pelo prof. Marcos A. Carara.

8 CARACTERIZAÇÃO MAGNÉTICA

Alternating Gradient Force Magnetometer, (AGFM) ou Magnetômetro de Gradiente de Força Alternada¹, é um dispositivo capaz de medir variações no momento magnético com alta sensibilidade ($\approx 10^{-9}$ Am²). Através dele é possível realizar medidas de magnetização em filmes com espessuras da ordem de 1nm. É um equipamento muito mais sensível que um VSM² convencional, e pode traçar curvas de histerese mais rapidamente que um magnetômetro SQUID³ (OLIVEIRA A. H., 2011). Seu princípio de funcionamento baseia-se na força que age sobre os momentos magnéticos quando uma amostra é submetida a um gradiente de campo magnético. Durante uma medida, a amostra é fixada com silicone na extremidade inferior de uma haste de vidro, que é imersa em uma região de campo magnético alternado, produzido por um par de bobinas denominadas bobinas de gradiente (Fig. 24). A amostra sofre a ação de uma força, $\vec{F}_m = -\vec{m} \nabla \vec{h}$, também alternada, que é proporcional ao momento magnético \vec{m} da amostra e ao gradiente de campo $\nabla \vec{h}$.

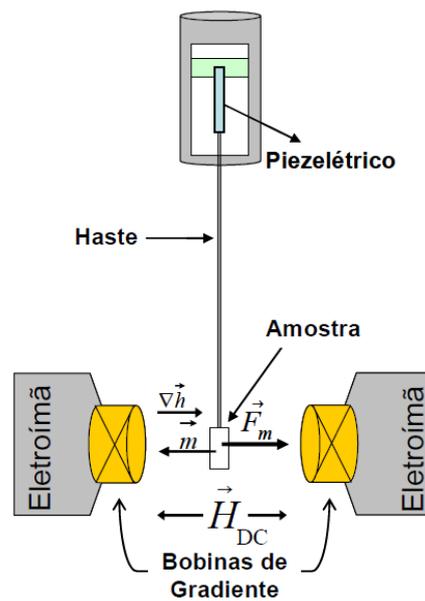


Figura 24- Esquema do AGFM (OLIVEIRA S. N., 2007).

¹ O AGFM utilizado na caracterização magnética das amostras estudadas no presente trabalho não é um equipamento comercial, tendo sido produzido em nosso próprio laboratório.

² *Vibrating sample magnetometer*, Magnetômetro de Amostra Vibrante.

³ *Superconducting quantum interference device*.

A extremidade superior da haste está fixada a uma lâmina de um material piezoelétrico que transforma a oscilação da haste em um sinal elétrico. A amplitude dessa oscilação é proporcional à força aplicada à amostra, que por sua vez é proporcional à componente da magnetização na direção do campo DC, como mostrado na figura 24 (OLIVEIRA S. N., 2007).

A medida de magnetização, neste caso, é feita com auxílio de um amplificador *Lock-in*, onde o sinal de entrada é a tensão proveniente do piezoelétrico. O gradiente de campo é usualmente aplicado na mesma frequência da ressonância mecânica do sistema (piezoelétrico, haste, porta-amostra e amostra), onde a amplitude é máxima, obtendo-se assim um sinal de maior intensidade, melhorando a razão sinal/ruído. Devido à sua alta sensibilidade e a detecção ser baseada em uma vibração mecânica da haste, o AGFM é montado em um sistema de proteção contra vibrações mecânicas. Segue abaixo um diagrama experimental do sistema utilizado no presente trabalho.

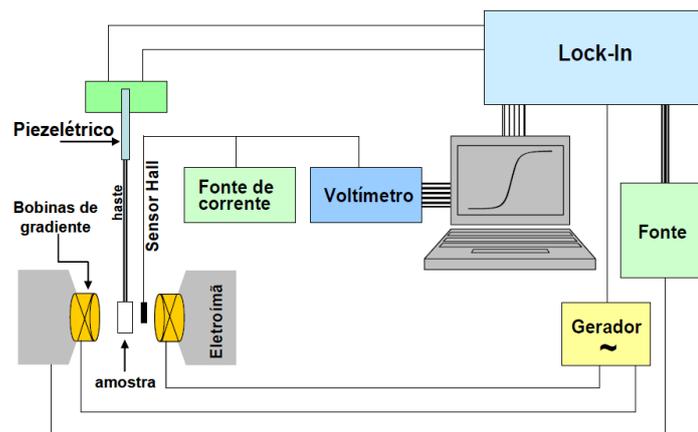


Figura 25- Diagrama de blocos e configuração do AGFM (OLIVEIRA S. N., 2007).

O *Lock-in*, além de executar a leitura do sinal proveniente do piezoelétrico, controla a fonte de alimentação das bobinas que magnetizam a amostra. Finalmente, os dados são recebidos por um computador, onde são armazenados e processados. A figura 26 mostra uma curva de histerese típica de uma amostra com *exchange bias* obtida com o AGFM, onde está representado o campo coercivo definido como $H_c = -\frac{H_C^1 - H_C^2}{2}$ e o campo de *exchange bias*

definido por $H_{EB} = \frac{H_C^1 + H_C^2}{2}$, correspondendo ao deslocamento da curva de histerese em relação a $H = 0$.

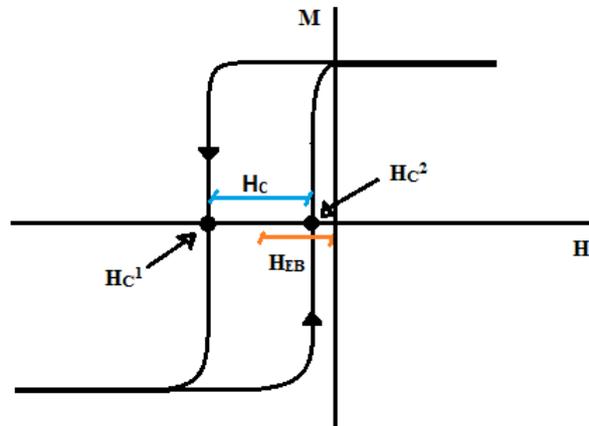


Figura 26- Curva de histerese típica de AGFM para amostras que apresentam *Exchange Bias*.

As medidas de magnetização obtidas no nosso trabalho foram realizadas utilizando o magnetômetro AGFM do LMMM (ver Fig. 27).



Fig. 27- AGFM

9 CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL

Por volta de 1912, Max Von Laue concebeu a possibilidade de realizar difração de raios-X utilizando uma estrutura cristalina¹ como rede de difração tridimensional (Fig. 28). Como, o comprimento de onda dos raios-X (radiação eletromagnética), dados por Röntgen², eram na ordem de 10^{-10} m, Laue percebeu que como os átomos dos cristais eram espaçados periodicamente em três dimensões e com distâncias na ordem de 10^{-10} m logo, os cristais serviriam como uma grade ideal para a difração de raios-X, já que, seus átomos serviriam de centros espalhadores desse tipo de radiação.

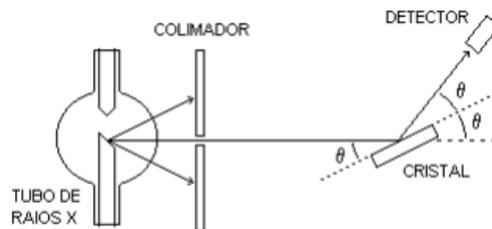


Figura 28- Difração de Laue

Quando um cristal é atravessado por raios-X, é possível observar um padrão de intensidade que depende da interferência das ondas espalhadas em cada átomo do cristal e de um fator característico dos átomos. Num cristal formado por vários tipos de átomos, cada tipo contribui diferentemente para o espalhamento (CULLITY & STOCK, 1992).

Agora, consideremos uma onda plana (raios-X), de comprimento de onda λ , incidindo com um ângulo θ sobre um conjunto de planos paralelos separados de uma distância d (Fig. 29). As ondas espalhadas interferem construtivamente, produzindo um máximo de intensidade na direção dos raios difratados em C e D, desde que sua diferença de percurso seja igual a um número inteiro de comprimentos de onda, ou seja, $2d \sin \theta = n \lambda$ para $n = 1, 2, 3, \dots$. Esta é a expressão matemática da lei de Bragg, a qual define a posição angular dos picos de máxima intensidade.

¹ Uma substância pode ser considerada cristalina quando os átomos (ou moléculas) que a constitui estão dispostos segundo uma rede tridimensional bem definida e que é repetida por milhões de vezes.

² Físico que descobriu os Raios-X.

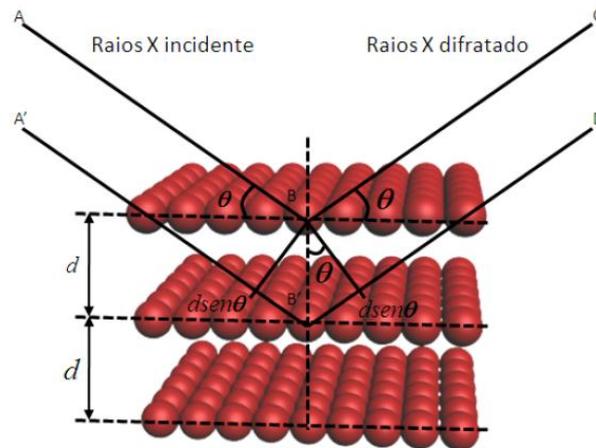


Figura 29- Difração de raios-X / Lei de Bragg (SOUZA, 2009).

Por intermédio da equação de Bragg, a determinação experimental do ângulo de difração permite calcular, conhecendo o comprimento de onda, o valor da distância entre dois planos reticulares sucessivos. Se tiver conhecimento do valor de λ , a equação de Bragg dará o valor de d e isso permitirá fazer o estudo dos espectros de raios-X, pode-se descobrir, por exemplo, de qual material é composta a amostra e qual a sua estrutura cristalina.

Num tubo de raios-X, a radiação é gerada pela colisão dos elétrons num alvo metálico, esta colisão arranca elétrons das camadas mais internas do átomo, gerando um decaimento de elétrons de camadas próximas emitindo, então, os raios-X. Este feixe de raios-X irá incidir sobre o plano do cristal, com ângulos diferentes, assim a intensidade (picos de intensidade do feixe difratado) será diferente. Este espectro pode ser representado por um gráfico, como, por exemplo, o da Fig. 30.

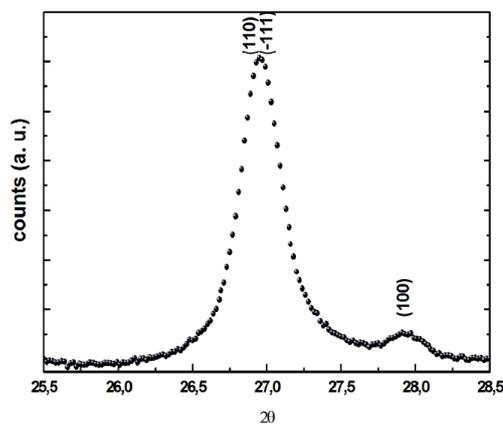


Figura 30- Exemplo de um espectro estrutural de difração de raios-X (SOUZA, 2009).

Esse padrão de difração é único para cada tipo de cristal. Dessa forma, é possível descobrir a composição e a estrutura cristalina dos materiais através da difração de raios-X. Esse processo é chamado caracterização estrutural (CULLITY & STOCK, 1992).

Os difratogramas dos filmes, neste trabalho, foram obtidos com um difratômetro de Raios-X Bruker D8 Advance, com alvo de Cu e detector de tiras de Si LynxEye, como visto na figura 31. A geometria usada foi a θ - 2θ (Fig. 28), restrita à região de altos ângulos.

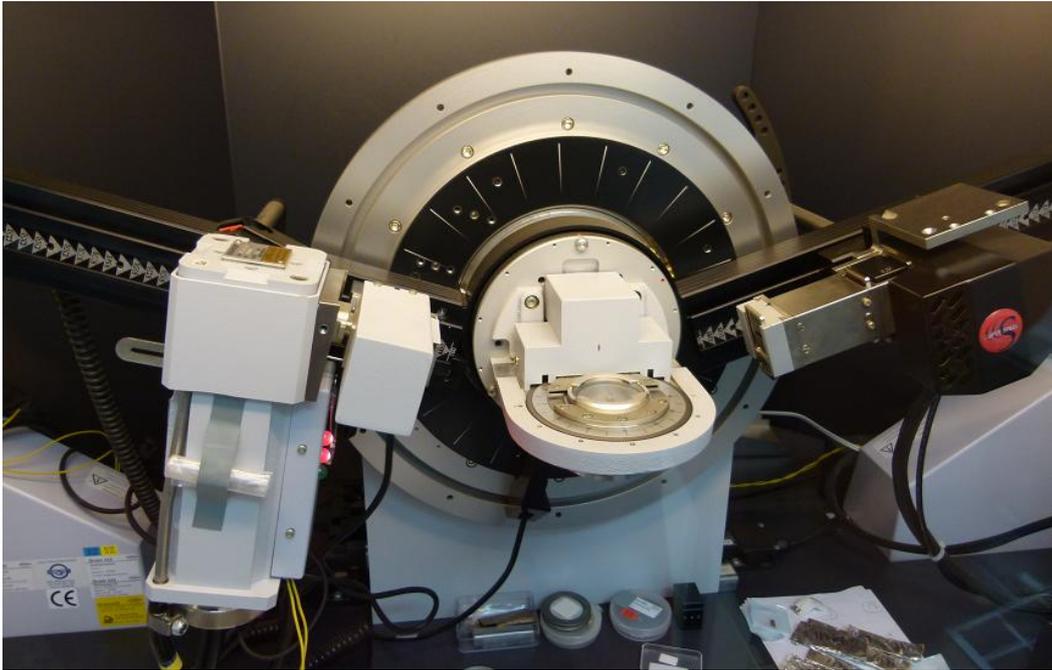


Figura 31- Difratômetro de Raios-x Bruker D8 Advance.

10 RESULTADOS

10.1 Caracterização estrutural

A estrutura cristalográfica das amostras foi investigada através da técnica de difração de raios-X, descrita na seção 9. Os espectros a altos ângulos são mostrados na Fig. 32, os quais nos fornecem informações sobre a estrutura formada e a textura cristalográfica das multicamadas de NiFe/IrMn.

Os máximos de intensidade, marcados nos difratogramas, indicam que todas as amostras apresentam uma estrutura cristalográfica fcc orientada com a direção [111] perpendicular ao plano do filme (VAN DRIEL, 2000).

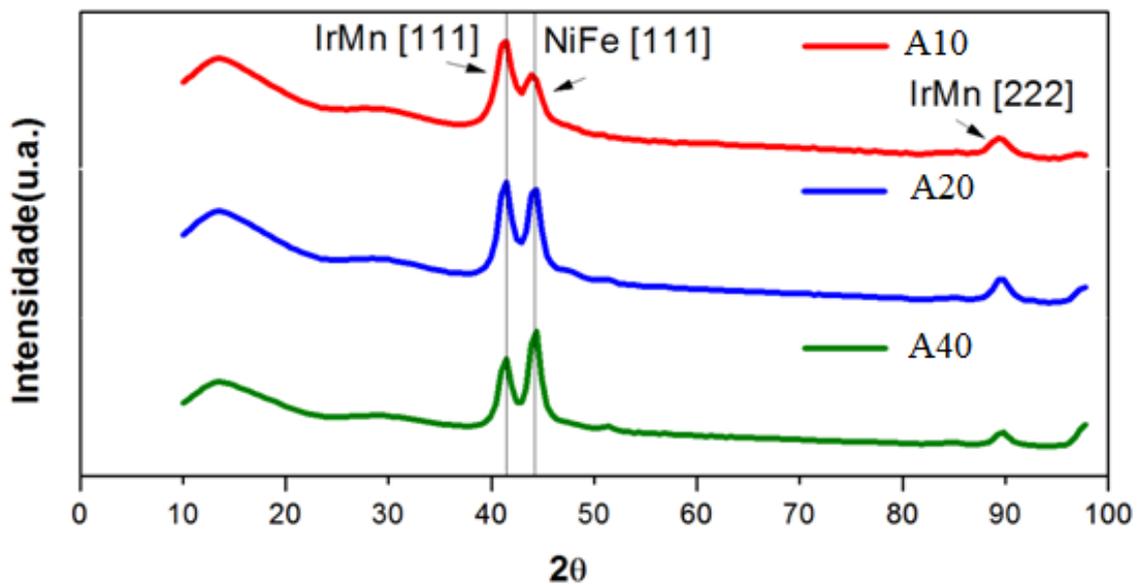


Figura 32- Difração de Raios-X dos filmes de NiFe/IrMn (identificados na pág. 28)

10.2 Caracterização Magnética

A configuração estática das amostras foi inferida via medidas de magnetização utilizando o AGFM descrito na seção 8. Todas as medidas foram realizadas em

temperatura ambiente, com um campo máximo de 500 Oe, suficiente para saturar magneticamente as camadas ferromagnéticas, aplicado em diferentes direções no plano das amostras. Um círculo graduado foi utilizado para que os filmes fossem girados de zero a noventa graus, variando de dez em dez. A direção do campo aplicado durante a deposição, que define a direção do campo de *exchange bias* e do eixo de anisotropia uniaxial, foi tomada como referência para o ângulo de medida.

As curvas de histerese das amostras, como feitas, são mostradas Nas Figs. 33, 34 e 35.

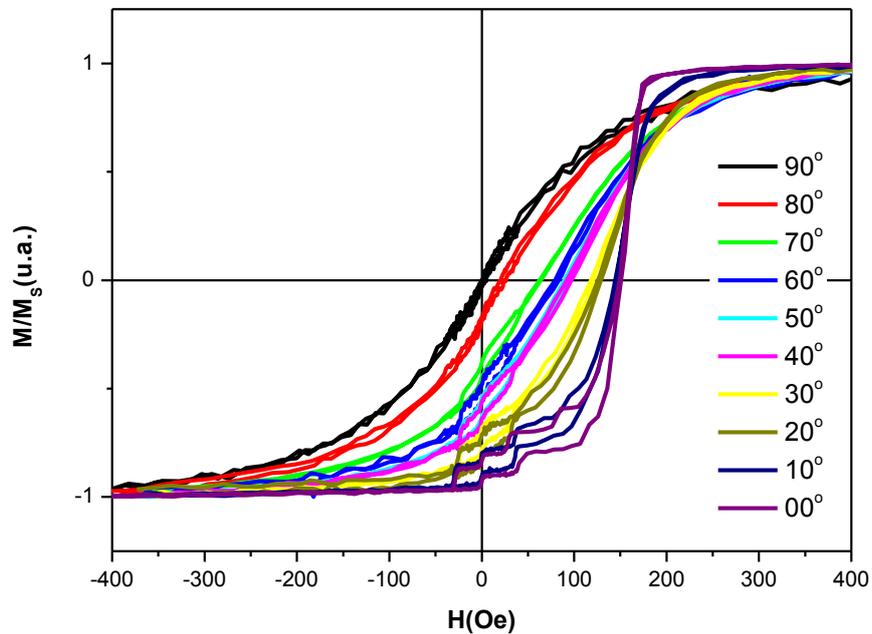


Figura 33- Curvas de histerese da amostra A10 [NiFe(10nm)/IrMn(20nm)/Ta(1nm)] \times 20.

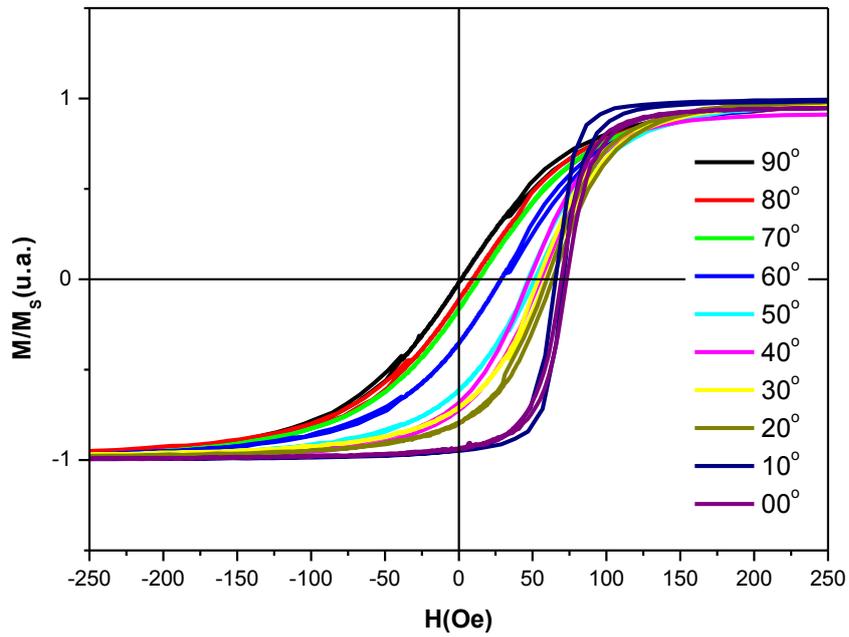


Figura 34- Curvas de histerese da amostra A20 [NiFe(20nm)/IrMn(20nm)/Ta(1nm)] \times 20.

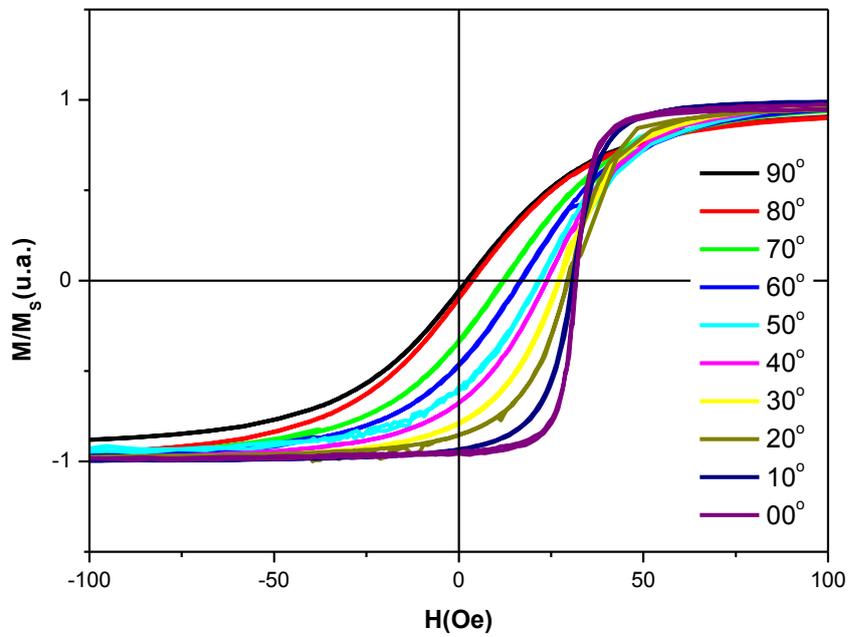


Figura 35- Curvas de histerese da amostra A40 [NiFe(40nm)/IrMn(20nm)/Ta(1nm)] \times 20.

É possível observar nas figuras acima que as curvas de histerese são deslocadas em relação à $H=0$, exceto para $\theta=90^\circ$. Estas características são consequências do EB, induzido durante a deposição. Como apresentadas, as curvas de histerese estão deslocadas para valores positivos de campo, neste caso, o campo de EB tem o sentido negativo.

A Fig. 36, abaixo, sintetiza a dependência do H_{EB} com o ângulo de aplicação do campo magnético durante as medidas de magnetização. O valores dos H_{EB} foram obtidos com a equação $H_{EB} = \frac{H_C^1 + H_C^2}{2}$, conforme discutido na seção oito. Observa-se nesta figura que H_{EB} decresce de um valor máximo quando $\theta = 0^\circ$, para um valor próximo de zero quando $\theta = 90^\circ$. No primeiro caso, o campo de magnetização é paralelo ao campo de *bias*, e a forma retangular das curvas de magnetização indicam que esta direção coincide com o eixo fácil de magnetização. No segundo caso, o campo de magnetização é aproximadamente perpendicular ao campo de *bias*, e as curvas de histerese inclinadas com remanência praticamente nula, indicam que o campo está sendo aplicado no eixo duro. Também, pode ser observado que a intensidade do H_{EB} decresce com o aumento da espessura de NiFe. Para $\theta = 0$, $H_{EB} = 32.5$, 72.3 e 151.4 Oe para espessuras das camadas de NiFe de 40, 20 e 10 nm, respectivamente.

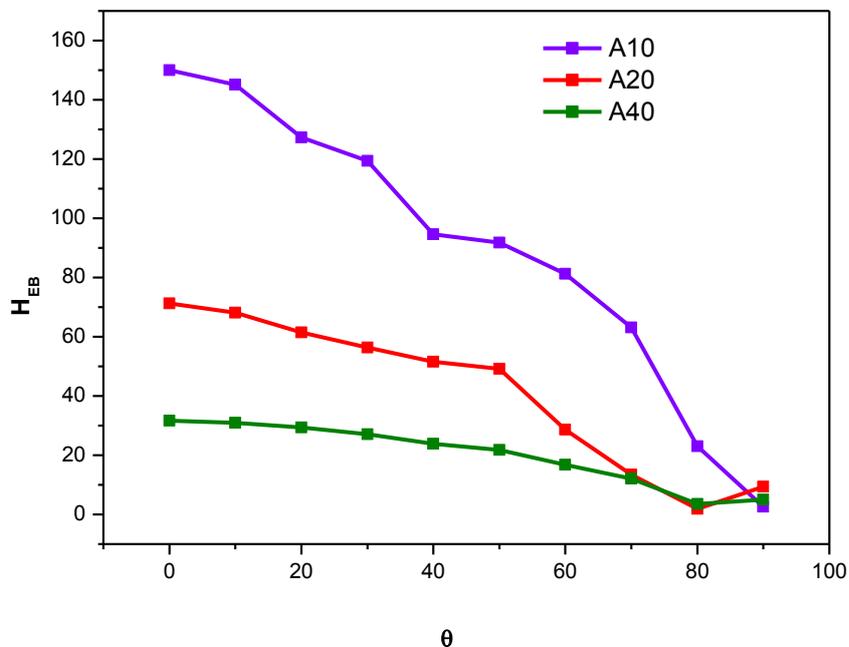


Figura 36- Dependência de H_{EB} com o ângulo formado entre o eixo de anisotropia da amostra e o campo magnético H para as 3 amostras.

10.3 Curvas de Magnetoimpedância

As figuras abaixo mostram as curvas de magnetoimpedância, para algumas frequências selecionadas, obtidas numa configuração experimental em que a direção do campo magnetizante e a direção de propagação do sinal eletromagnético coincidem com a direção do campo de EB ($\theta = 0$). As componentes, real e imaginária, assim como o valor absoluto da impedância, foram calculadas usando os resultados para a permeabilidade relativa, obtidos de acordo com o procedimento analítico-experimental descrito na seção 7.

As fig. 38 e 39 mostram que as curvas de MI, para as amostras A20 e A40, são inteiramente deslocadas para $H = H_{EB}$, seguindo o comportamento assimétrico observado nas curvas de histerese. Essas curvas também apresentam uma estrutura de picos duplos, simétricos em relação a $H = H_{EB}$, tipicamente observadas quando o campo e a corrente são aplicados na direção do eixo fácil da amostra (KRAUS, 1999).

O deslocamento das curvas permite que, em torno de $H = 0$, a MI apresente um comportamento linear, desejável de um ponto de vista aplicado. Claramente, a magnitude e o sinal do coeficiente angular, dessas regiões lineares, dependem da frequência de medida. É importante observar, que para frequências, acima de 2.5 GHz, o campo aplicado não é suficiente para saturar as amostras, entretanto, esta era uma limitação das bobinas utilizadas para a produção do campo.

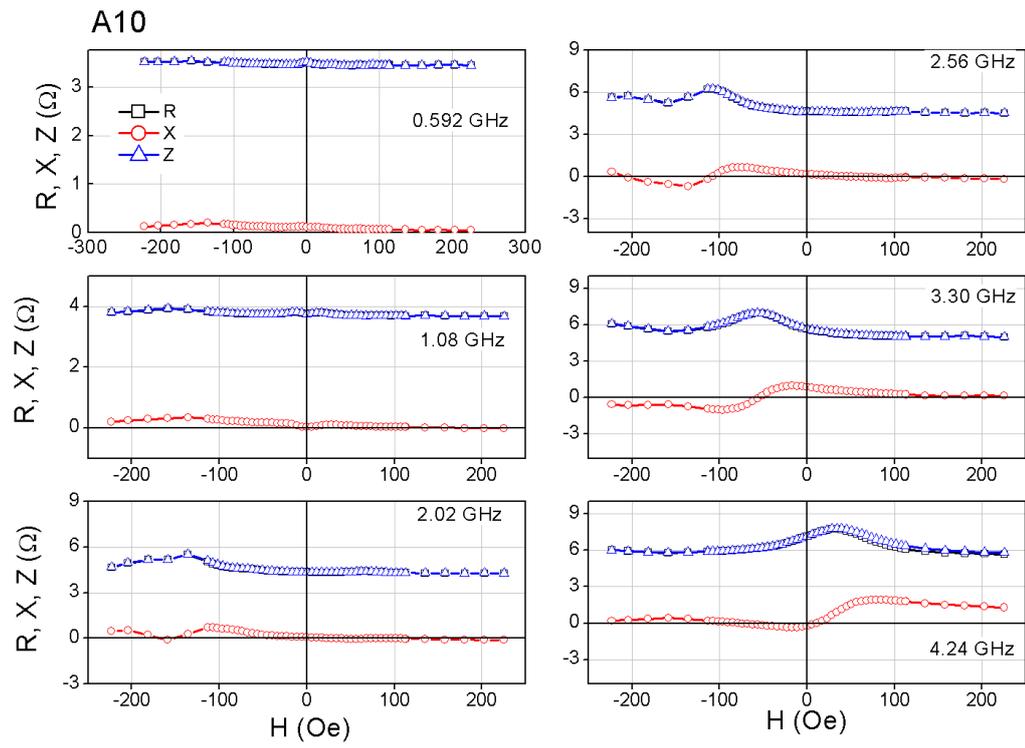


Figura 37- Curvas de magnetoimpedância da amostra A10 para algumas frequências selecionadas.

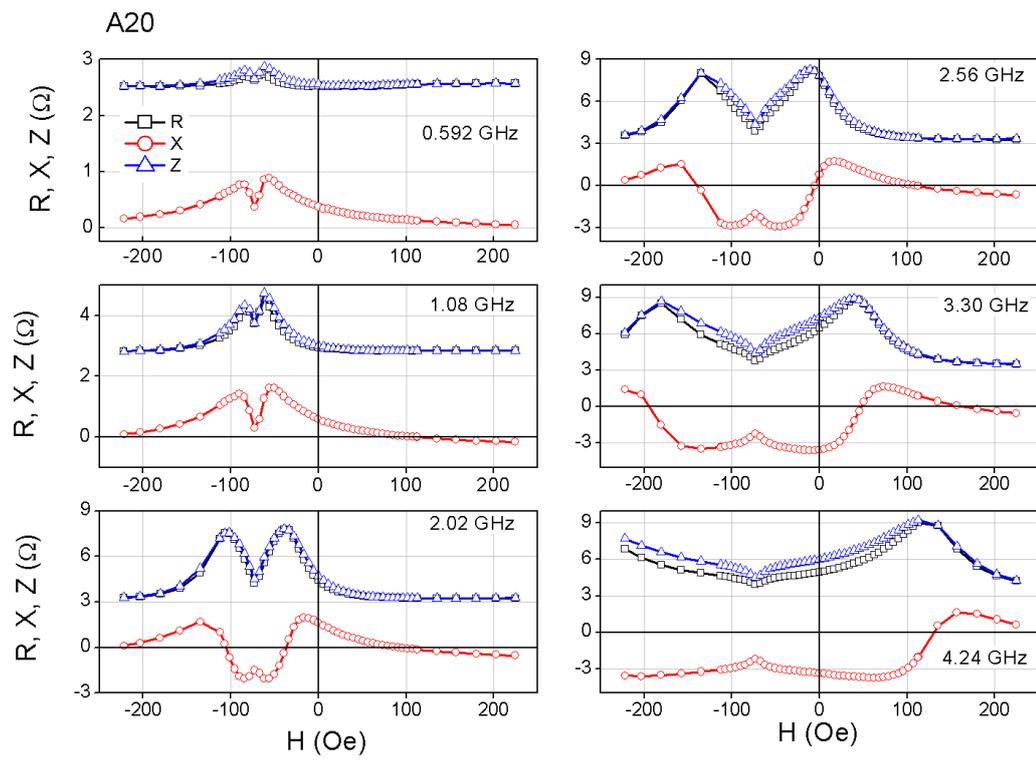


Figura 38- Curvas de magnetoimpedância da amostra A20 para algumas frequências selecionadas.

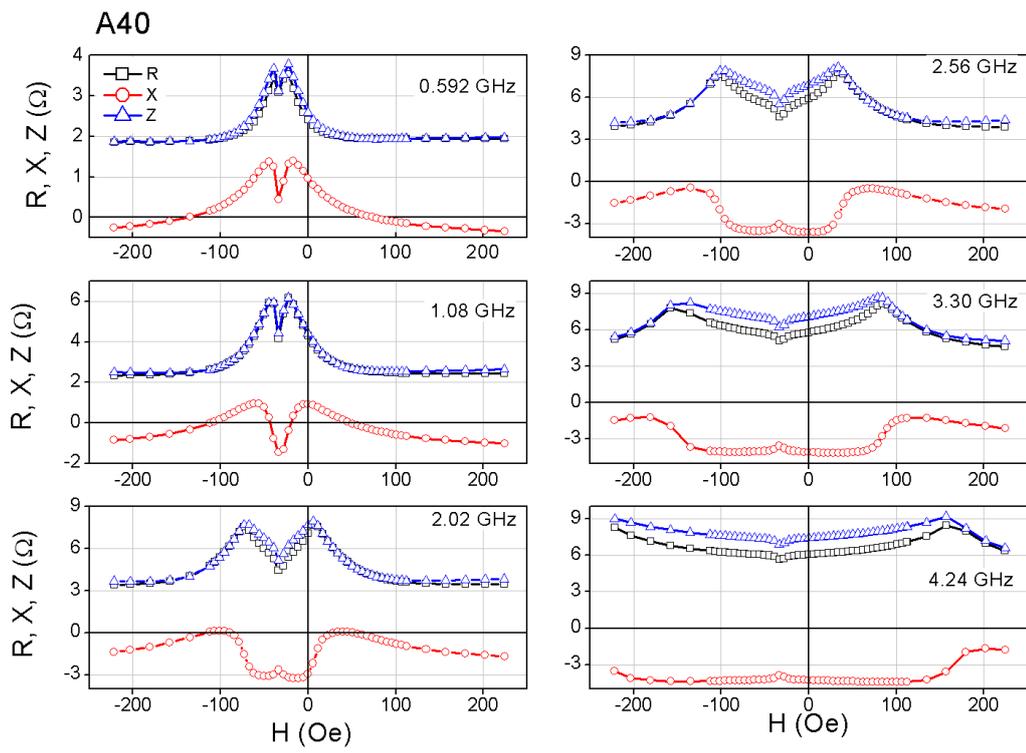


Figura 39- Curvas de magnetoimpedância da amostra A40 para algumas frequências selecionadas.

11 CONSIDERAÇÕES FINAIS

A primeira etapa do desenvolvimento deste trabalho foi caracterizada pelo uso de técnicas de caracterização estrutural e magnética. As medidas de difração de Raios-X obtidas mostraram que as camadas de NiFe/IrMn cresceram preferencialmente com a direção [111], perpendicular ao filme. As curvas de histerese indicam a presença de uma anisotropia de troca unidirecional, responsável pelo *exchange bias*, em que o campo de *exchange bias* decresce de um valor máximo quando $\theta = 0^\circ$ para aproximadamente zero quando $\theta = 90^\circ$ e em que o campo de *bias* diminui com o aumento da espessura das camadas de NiFe.

Na segunda etapa do projeto foram realizadas as medidas do coeficiente de reflexão das amostras, numa faixa de frequência entre 100 MHz e 5 GHz. As curvas de magnetoimpedância foram calculadas utilizando uma expressão da eletrodinâmica clássica, válida para regimes lineares, e o procedimento descrito pelos autores Bekker e Seemann para o cálculo da permeabilidade relativa, a partir dos dados para o coeficiente de reflexão. Os resultados obtidos mostram que as curvas de magnetoimpedância são deslocadas pelo campo de *exchange bias*, permitindo que regiões lineares sejam ajustadas entorno de $H = 0$, uma característica útil para o desenvolvimento de sensores de campo de resposta linear. Além disso, a sensibilidade do efeito, em torno de $H = 0$, depende da intensidade do campo de *bias* e da frequência de medida, sendo esses os parâmetros que devem ser trabalhados na busca por uma maximização do sinal.

Este trabalho foi desenvolvido durante os dois últimos semestres e permitiu que sua autora se familiarizasse com técnicas fundamentais de caracterização de materiais magnéticos (difração de raios-X e magnetometria de gradiente de campo alternado), com uma importante técnica de deposição de filmes finos (*magnetron sputtering*) e com um reconhecido efeito de magnetotransporte (a magnetoimpedância).

11 REFERÊNCIAS

ALONSO, D., **Curso multimedia de electromagnetismo**, Universidad de Vigo, Pontevedra, Spain, 2011.

ALOSO, L. **Modelo de *preisach* e análise FORC aplicados a filmes com *exchange bias*** Dissertação de Mestrado, USP, São Paulo, 2008.

AMBROSE T.; SOMMER R. L.; CHIEN C. L.; **Angular dependence of exchange coupling in ferromagnet/antiferromagnet bilayers**, PHYSICAL REVIEW B, 1997.

ANDRADE, A. M. H de.; **Magnetoimpedância e dinâmica da magnetização em multicamadas de $\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}/\text{Ag}$ e $\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}/\text{Cu}$** , Tese de doutorado, UFSM, Santa Maria, 2006.

ANTONOV A.; GRANOVSKY A.; LAGAR'KOV A; **The features of GMI effect in amorphous wires at microwaves**, Physica A 241 (1997) 420-424.

ARZUZA L. C.; **Análise, por meio da técnica FORC, do efeito da histerese a alta frequência no fenômeno da GMI**, Dissertação de Mestrado, UNICAMP, Campinas 2012.

BERKOWITZ, A.E. ; **Exchange Anisotropy**

BEKKER V.; SEEMANN K.; LEISTE H. **A new strip line broad-band measurement evolution for determining the complex permeability of thin ferromagnetic films**, Jornal of magnetim and magnetic materials, August 2003.

CHIKAZUMI, S.; **Physics of Magnetism**, Tokyo, Japan, 1959.

CULLITY, B. D.; GRAHAM, C. D. ; **Introduction to Magnetic Material**, 2rd ed., Canada 2009.

CULLITY, B. D; STOCK, S. R.; **Elements of X-Ray Diffraction**. 3^a ed. Prentice Hall, 1992.

DIJKEN, S. V.; BESNIER, M.; MORITZ J.; COEY, J. M. D.; **IrMn as exchange-biasing material in systems with perpendicular magnetic anisotropy**, Journal of Applied Physics 97, May 2005.

GRIFFITHS, D. J. ; **Introduction to electrodynamics**, 3rd ed. , New Jersey, 1999.

KITOH, T.; MOHRI K., UCHIYAMA, T. , **IEEE Trans. Magn.** 31, 3137 (1995).

KNOBEL, M., VAZQUEZ, M., KRAUS, L., in **Handbook of Magnetic Materials**, edited by K. H. J. Buschow Elsevier, Amsterdam, 2003, Vol. 15, p.497.

KRAUS L.; **Theory of giant magneto-impedance in the planar conductor with uniaxial magnetic anisotropy**, Jornal of magnetim and magnetic materials, January 1999.

LORRAIN, P. ; CORSON, D.; LORRAIN, F. **Electromagnetic field and waves**, 3rd ed., New York e Oxford, 1988.

NOGUÉS, J.; SCHULLER, I. K. ; **Exchange Bias**, Barcelona, San Diego, 1998.

NOGUES, J.; SCHULLER, I. K. **Exchange bias**.**J. Magn. Mater.**192,203–232 (1999).

OLIVEIRA, S. N.; **Exchange Bias em filmes de IrMn/Cu/Co**. Dissertação de mestrado, UFRGS, Rio Grande do Sul, 2007.

OLIVEIRA, A. H.; **Exchange Bias em filmes policristalinos: estudo da importância dos spins de interface e de volume do antiferromagneto**. Dissertação de mestrado, UFRGS, Rio Grande do Sul, 2011.

OLIVEIRA, M. J. ; **Termodinâmica**, 2^a ed., São Paulo, 2013.

PACHECO, C. J. ; **Aplicação de Materiais com Magnetostricção Gigante em sensores de Deslocamento sem Contacto**, Dissertação de mestrado, PUC, Rio de Janeiro, 2007.

RACHANA GUPTA, MUKUL GUPTA e THOMAS GUTBERLET, **Magnetization in permalloy thin films**, journal of physics, November 2008.

REIS, R. D.; **Efeito magnetocalórico anisotrópico em compostos a base de terras raras** Dissertação de mestrado, UNICAMP, São Paulo, 2001.

SADIKU, M. N. O. **Elementos de eletromagnetismo**, 3^a Ed. New York, 2004.

SALAZAR, J. B. **Modificação do efeito de *exchange bias* por inserção de Fe na interface IrMn/Co: tratamento térmico e irradiação iônica**. Dissertação de Mestrado, UFRGS, Rio Grande do Sul, 2012.

SILVA, B. G.; **Dinâmica da Magnetização em Nanoestruturas Cilíndricas Eletrodepositadas**, Dissertação de mestrado, CBPF, Rio de Janeiro, 2011.

SILVA, R. B. da; VIEGAS, A. D. C.; NASCIMENTO, V. P.; CORRÊA, M. A.; SCHELP, L. F.; BAGGIO-SAITOVITCH, E. ; SOMMER, R. L., **Appl. Phys. Lett.**94, 042501 (2009).

SOMMER, R. L.;CHIEN C. L.,**Appl. Phys. Lett.** 67, 857 (1995).

SOUZA, P. B. **Caracterização Estrutural, morfológica e estequiométrica de filmes finos de óxido de Vanádio**. Projeto final de graduação, UFSM, Rio Grande do Sul, 2009.

SUN L.; XING H.; **Angular dependence of longitudinal and perpendicular exchange biases in FeMn/(FeNi/FeMn)_n multilayers**, JOURNAL OF APPLIED PHYSICS 104, 2008.

TIPLER, P. A. **Física**. Vol. 2, 2ª Ed.. Traduzido por Horacio Macedo, UFRJ. Editora Guanabara Koogam S.A., Rio de Janeiro, 1990.

VAN DRIEL J.; BOER F. R.; LENSSEN K. M. H.; COEHOOOM R.; **Exchange biasing by Ir₁₉Mn₈₁: Dependence on temperature, microstructure and antiferromagnetic layer thickness**, JOURNAL OF APPLIED PHYSICS, July 2000.