

3 Procedimento Experimental

3.1 *Deposição por Sputtering*

Quando átomos são acelerados em direção à superfície de materiais, três fenômenos básicos podem ocorrer dependendo da energia com que atingem o alvo. Um destes é a energia dos íons acelerados, que é da ordem de quatro vezes o calor de sublimação do material. O resultado é a ejeção, por transferência de momento, de átomos ou aglomerados de átomos (neutros) do alvo. Esta é a base do processo de sputtering, pois estes átomos ejetados poderão ser depositados em substratos devidamente posicionados.

A transferência de momento deve ser um parâmetro possível de se controlar e esta envolve diversos fatores, tais como: energia dos átomos incidentes, massa desses átomos, ângulo de incidência, dentre outros. O controle destes parâmetros afetará a taxa de deposição de um determinado alvo. Apesar da grande importância do fenômeno de “sputtering”. O processo é economicamente desfavorável devido a suas baixas taxas de deposição, mesmo com um bom controle dos parâmetros que determinam o processo.

Os átomos acelerados em direções ao alvo são em geral átomos de gases inertes ionizados como, por exemplo, o Ar a baixas pressões. Esta descarga é obtida através da aplicação de um *ddp* entre os eletrodos imersos no gás à baixa pressão este gás por sua vez produz igual número de íons e elétrons que são acelerados do ânodo ao catodo. A incidência dos íons no alvo provoca o “sputtering” e a emissão de elétrons secundários. Tendo um controle da pressão dentro da câmara e dos potenciais entre o ânodo e o catodo é possível se obter um estado de plasma estável e auto-sustentável. O livre caminho médio dos átomos e íons na câmara é menor que a distância do anodo e o catodo onde está localizado o substrato para a deposição do filme, de maneira que múltiplos espalhamentos podem ocorrer nos átomos até que o mesmo alcance o

substrato, acarretando assim deposição de átomos provenientes de direções diversas e com energias diferentes.

Utilizando-se o equipamento de “Sputtering” diodo DC, constituído basicamente por dois eletrodos planos posicionados frente a frente dentro da câmara evacuada, maiores taxas de deposição podem ser atingidas mediante um controle dos parâmetros citados acima, além de uma boa pressão de trabalho. Com pressões mais baixas cai a eficiência de ionização, aumentando o livre caminho médio (devido a menor concentração de íons). A concentração de íons fracamente acelerados próximo ao alvo provoca a queda da taxa de deposição e o plasma torna-se instável. Uma maneira de minimizar este efeito indesejável é introduzir um campo magnético, pois assim elétrons que não se deslocam paralelamente às linhas de campo são forçados a descrever trajetórias helicoidais em torno destas, aumentando a distância percorrida e, portanto, o rendimento da ionização do gás na câmara para um mesmo deslocamento linear. Este sistema é chamado de “magnetron sputtering”.

Esta técnica apresenta algumas vantagens que devem ser salientadas perante as outras técnicas expostas nas seções precedentes.

1. Com um controle adequado dos parâmetros, é possível a produção de filmes com as mesmas características;
2. Apresenta estequiometria do filme próxima a do alvo, parâmetro importante para deposição de ligas;
3. Possibilita a deposição de filmes bastante uniformes em áreas relativamente grandes;
4. Muito boa aderência do filme ao substrato;
5. Com o procedimento de “pré-sputtering” é possível eliminar a deposição de óxidos nativos nas superfícies do alvo.
6. Devido à taxa de deposição ser próxima para uma série de materiais tem-se a facilidade de depositar multicamadas.

A reprodutividade e o controle de qualidade de um filme dependem diretamente de alguns parâmetros importantes, como temperatura do substrato, pressão de fundo, pressão de Argônio, diferença de potencial entre o ânodo e o cátodo, corrente no gás,

dentre outros. Cada um dos parâmetros citados acima afeta em propriedades diferentes do filme.

Temperatura do substrato:

A temperatura do substrato afeta principalmente na estrutura cristalina do filme depositado e na introdução de tensões mecânicas durante a deposição. As tensões são causadas principalmente pela diferença entre o coeficiente de expansão térmica do substrato e das ligas a serem depositadas. Estes efeitos podem ser minimizados controlando-se a temperatura do substrato durante a deposição, o que muitas vezes não é trivial devido à configuração do aparato experimental.

Pressão de base:

A pressão de fundo, que é a denominação da pressão interna da câmara de deposição imediatamente antes da descarga, possui grande relevância para a obtenção de filmes com qualidade. Substâncias do ar como [52] o N, H₂O, CO₂, entre outras, estarão presentes dependendo das características de bombeamento seletivo da linha de vácuo. O elemento H₂O presente na câmara durante a deposição pode acarretar problemas de aderência do filme ao substrato. A própria água e o CO₂ podem dissociar-se liberando O₂, que irá incorporar-se ao filme, oxidando-o e acarretando uma queda na taxa de deposição. A degasificação das paredes da câmara pode trazer impurezas ao ambiente de deposição. Estes efeitos podem ser administrados de maneira satisfatória através de uma linha de vácuo controlada e com o aquecimento das paredes da câmara durante a obtenção do vácuo. Com isso, as impurezas presas nas paredes serão evacuadas, acarretando filmes com melhor qualidade.

A pressão de Ar durante a deposição possui extrema importância no que diz respeito à taxa de deposição. Com o aumento da pressão, aumenta-se a taxa de deposição até certo limite, onde a partir deste, tem-se uma queda abrupta devido ao espalhamento do material ejetado de volta ao alvo.

A voltagem entre o ânodo e o cátodo determina a energia com que os íons irão chegar ao alvo, de modo que esta voltagem está intimamente ligada a taxa de

“sputtering”. A relação entre a taxa de “sputtering” e a voltagem não é linear, chegando a um valor máximo é atingido para alguns Kev [52,53].

3.1.1 RF Sputtering

Quando o alvo a ser bombardeado é isolante, a chegada dos íons ao alvo gera um potencial de blindagem que interrompe a aceleração dos mesmos. Com isso não se tem mais emissão de elétrons secundários, sendo impossível a auto-sustentação do plasma. Uma forma de contornar este problema é utilizar RF “Sputtering”. Este sistema consiste em um prato metálico colocado sob o alvo ligado a uma fonte de tensão alternada. Este prato irá induzir uma tensão RF na superfície do alvo, forçando os elétrons a oscilarem devido ao campo alternado, aumentando a mobilidade dos mesmos antes de atingirem as paredes da câmara. Assim, o plasma torna-se novamente auto-sustentável. Sistemas que utilizam capacitores controlados manualmente auxiliam para um casamento da impedância da fonte e da câmara, aumentando assim a eficiência e utilização da potência emitida pela fonte RF.

3.2 Preparação dos Alvos para Sputtering

Neste trabalho foram utilizados alvos sinterizados a frio. No caso das ligas de FeCuNbSiB, utilizaram-se os elementos químicos a partir de pó com pureza, informada pelo fabricante, de 99,9 % (325 mesh, para o caso do Ni e Fe). Todos os pós utilizados são da mesma indústria (*CERAC Inc.*), acarretando assim uma qualidade homogênea nos alvos produzidos.

Após a seleção da composição de cada alvo, utilizando-se sua estequiometria percentual, foi calculada a massa de cada componente da liga que possibilitasse a produção de um alvo com 2” de diâmetro e 50 mils de espessura (onde a unidade *mil* significa 1 milésimo de polegada). Utilizando-se uma balança de alta precisão, foi realizada a pesagem de cada elemento separadamente para posterior mistura em um *cadinho*, por aproximadamente 20 minutos.

A sinterização foi realizada utilizando-se uma prensa, com uma pressão de 50 Ton, durante, aproximadamente, 30 min à temperatura ambiente. Para a formatação do alvo no formato desejado, de modo a ser utilizado posteriormente no “Sputtering”, foi desenvolvido um sistema auxiliar de prensagem.

Este sistema consiste em três limitadores, responsáveis pela formatação do alvo na forma desejada e uma caneca de cobre que serve com um “prato” para a acomodação da liga em forma de pó.

No caso do Cu foi utilizado u alvo sólido com as mesmas dimensões do alvo magnético.

3.3 Deposição dos Filmes

Todos os filmes produzidos neste trabalho foram depositados por “Magnetron Sputtering”, no próprio Laboratório de Magnetismo e Materiais Magnéticos (LMMM). O sistema de “Sputtering” está baseado em um sistema de vácuo BALZERS, constituído de uma bomba rotativa e de uma difusora. Este sistema possibilita adquirir uma pressão de base de até 4×10^{-6} Torr antes da deposição.

Com a câmara evacuada, parte-se para o processo de deposição, sendo o primeiro passo a obtenção de uma pressão diferencial, fechando-se a válvula tipo persiana existente na conexão da câmara com a difusora. Isto permite a redução do fluxo de bombeamento, preparado assim o ambiente para a admissão do Ar.

O Ar é admitido na câmara a uma pressão de $5.2mTorr$ para a grande maioria dos alvos a serem depositados. Este controle pode ser feito ajustando-se o fechamento das persianas citadas anteriormente e controlando a vazão para cerca de $20 \text{ cm}^3/\text{min}$.

No sistema do LMMM existem dois canhões que possibilitam a deposição utilizando-se dois alvos sem que a câmara seja aberta. Tais canhões são controlados por uma fonte DC e por uma fonte RF, e os parâmetros a serem controlados são a tensão/corrente ou potência, respectivamente. Para uma uniformidade maior dos filmes produzidos, existe um sistema com motor de passo de precisão, de modo que o substrato é móvel durante a deposição. Os motores de passo têm resolução de 10000 passos/volta

no movimento do shutter e 40000/volta no movimento do substrato. Assim, com o conhecimento da taxa de deposição de cada alvo é possível calcular a velocidade (constante) a qual o substrato deve passar sobre o plasma. Este movimento, associado ao campo magnético do canhão, possibilita ainda a indução de um eixo de anisotropia em materiais ferromagnéticos.

A uniformidade de deposição dos filmes se encontra na região central do substrato em toda a faixa de extensão devido ao movimento uniforme nesta direção. Deste modo, as regiões laterais dos filmes devem ser desprezadas para fins de medidas, pois não apresentam a espessura desejada.

A reprodutibilidade dos filmes é assegurada tomando-se constante os parâmetros descritos anteriormente, além, no caso do Sputtering do LMMM, da velocidade de passagem do substrato sobre o plasma e distância do mesmo com relação ao canhão. Para um controle ainda maior na espessura do filme, um “Shutter”, também móvel, possibilita a exposição ou não do substrato ao plasma. Uma representação esquemática da câmara está na Figura 3-1

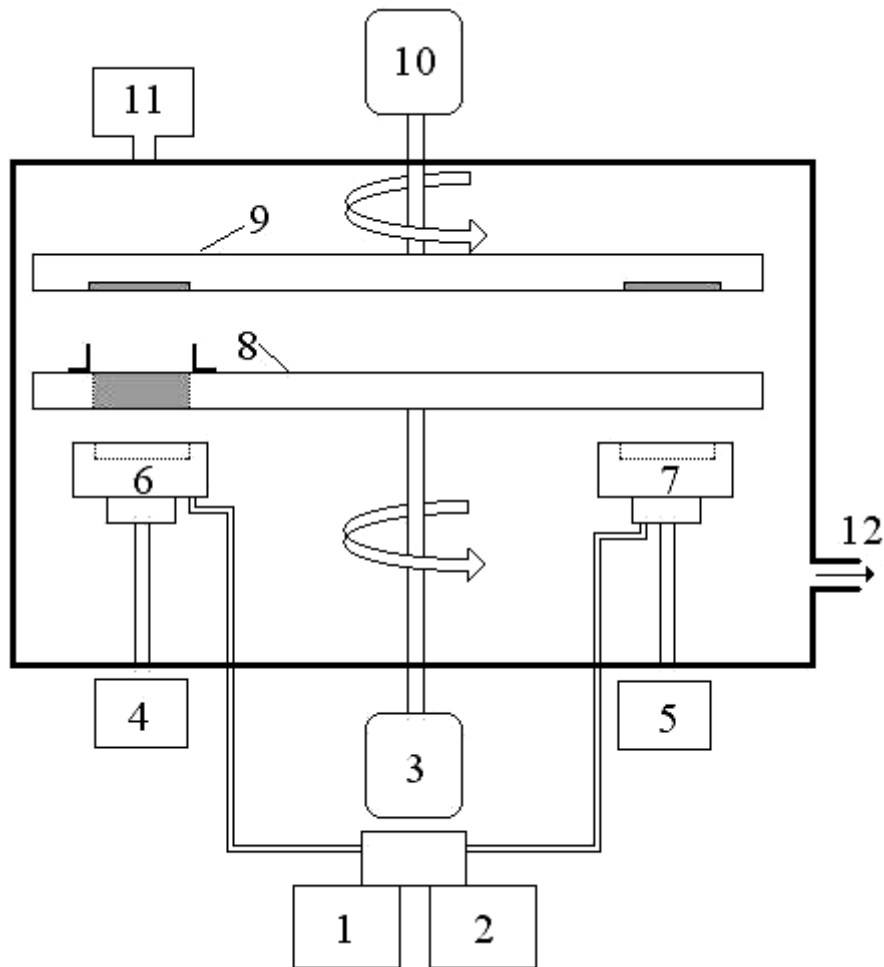


Figura 3-1 configuração da câmara do sputtering onde: 1- controlador do fluxo de Ar (Argônio), 2- controlador do fluxo O₂, 3- motor de passo para o controle do “shutter”, 4 – Fonte RF , 5 – Fonte DC, 6,7 – canhão (magnetron sputtering), 8 – shutter, 9 – porta substrato, 10 – motor de passo para o porta amostra, 11 – baratron , 12 – bombas difusora e mecânica para obtenção da pressão de base.

Para a deposição dos filmes ferromagnéticos deste trabalho, a pressão de Ar na câmara foi de $5,2 \text{ mTorr}$, com uma potência no canhão RF de 100 Watts . Para o Alvo com a composição $\text{Fe}_{73,5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13,5}\text{B}_9$, a taxa de deposição, para os parâmetros fixos, é de $3,294 \text{ \AA/s}$. Para o alvo de Cu, a taxa é de 3.198 \AA/s para os parâmetros de 50 mA no canhão DC e $5,2 \text{ mTorr}$ de pressão de Ar na câmara.

3.3.1 Calibração da taxa de deposição

A calibração da taxa de deposição para cada alvo é feita utilizando-se a técnica de difração de raios-X a baixos ângulos. Desta forma, uma análise da espessura de filmes finos (até 1000 \AA) pode ser obtida precisamente. Para o alvo de Finemet utilizado neste trabalho, o espectro de Raios-X de baixo ângulo utilizado para a calibração está representado na Figura 3-2, onde em (a) pode-se perceber a indexação dos picos de Bragg, relativos a interferência construtivas das ondas refletidas nas interfaces ar/Finemet e Finemet/vidro. Com a localização dos picos de Bragg, pode-se construir um gráfico do vetor de espalhamento ($q = 4\pi \sin(\theta) / \lambda$) versus o índice (Figura 3-2(b)), onde λ é o comprimento de onda do raio-X. A inclinação da reta resultante (P.A.) está relacionado com a espessura do filme Λ da seguinte forma

$$\Lambda = \frac{2\pi}{P.A.} \quad (88)$$

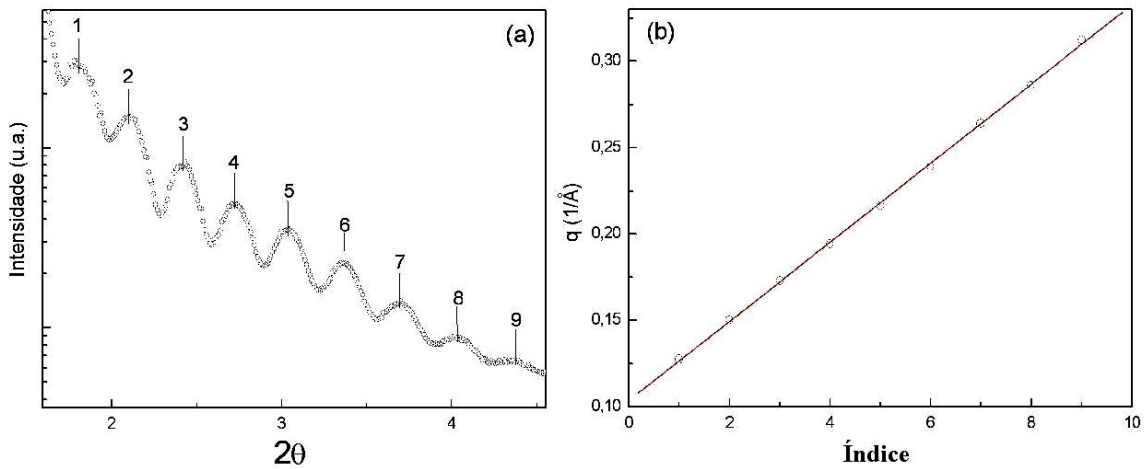


Figura 3-2 Difração de raio-X baixo ângulo para calibração da taxa de deposição para o alvo de Finemet (a) difração na configuração θ - 2θ . (b) gráfico do vetor de espalhamento $q = 4\pi \sin(\theta) / \lambda$ versus o índice dos picos de Bragg, com um ajuste linear. A inclinação da reta é de $0,02291 \text{ \AA}^{-1}$.

Tendo em mãos a espessura para cada amostra e conhecendo o tempo de exposição das mesmas no plasma, pode-se adquirir a relação $\text{\AA}/s$ indicada anteriormente.

3.3.2 Produção das amostras na forma de sanduíches

A obtenção das amostras sanduíchadas na forma desejada foi possível com a utilização de máscaras sobre o substrato. Foram produzidas máscaras com dimensões diferentes, previamente determinadas de acordo com trabalhos já realizados [33-39] as quais foram colocadas sobre os substratos durante a deposição, ficando assim exposta ao plasma apenas a área a ser depositada.

A forma das amostras desenvolvidas neste trabalho está exposta na Figura 3-3, onde F representa multicamadas de Finemet/Cu com espessuras de $(100\text{\AA}/10\text{\AA})\times 50$ e M é um metal, neste caso o Cu ($1\mu\text{m}$). A largura do filmes F é representada por $W_F = 4\text{ mm}$ e W_{Cu} variável de $0.3, 0.5$ e 1 mm . O comprimento do filme ferromagnético foi mantido constante, sendo $l = 12\text{ mm}$.

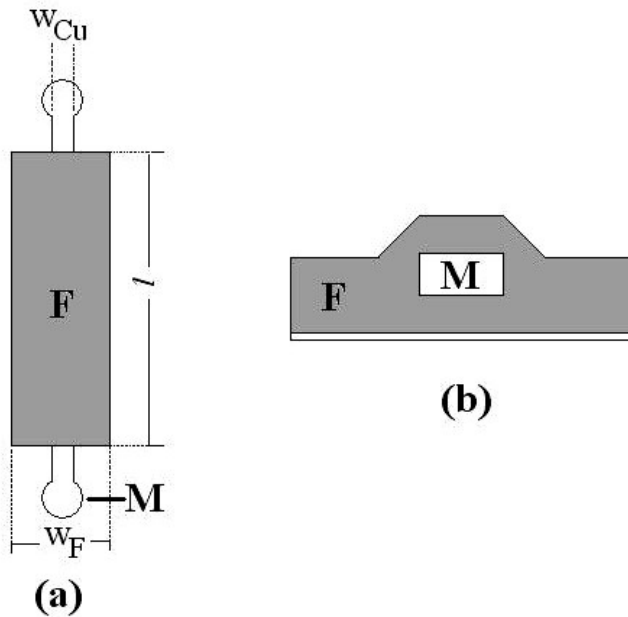


Figura 3-3 Estruturação dos filmes na forma de sanduíches, onde F = multicamadas Finemet/Cu e M = Cu. (a) visão superior da estrutura do sanduíche onde W_F é a largura do filme multicamada Finemet/Cu e W_{Cu} é a largura do caroço de Cobre e l é o comprimento do filme ferromagnético. (b) visão da seção transversal da estrutura produzida.

Para a obtenção das amostras na forma da Figura 3-3, foram produzidas máscaras que possibilitam a variação de diversos parâmetros, simplesmente posicionando-as de forma diferente sobre o substrato. A Figura 3-4, mostra tais máscaras, onde a largura dos orifícios (a) variava de 2,3,4 e 5 mm. Para a máscara (b) as larguras variam de 0.3, 0.5, 0.8 e 1mm.

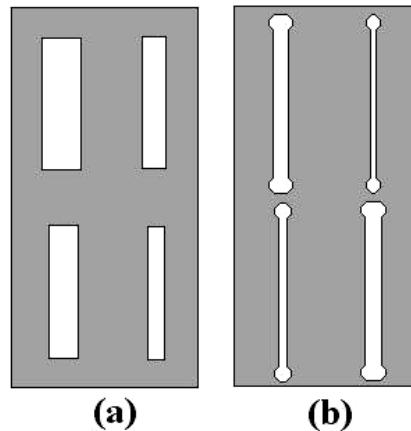


Figura 3-4 Máscaras utilizadas para a produção dos filmes na forma de sanduíches, cada máscara consiste em quatro orifícios com dimensões distintas. (a) máscara utilizada para deposição do ferromagneto com larguras de 2,3,4,5mm. (b) máscara utilizada para deposição do caroço de cobre com larguras de 0.3,0.5,0.8,1mm.

Foram produzidas amostras com características e espessuras previamente determinadas para cada tipo de estudo e medida. A tabela I mostra tais amostras, assim como suas espessuras e parâmetros de deposição.

Tabela I

Amostra	Espessura	Potência / pressão
S1	20 Å Ta / 10000 Å Finemet	100 W /5.2 mTorr
S2	20 Å Ta / 5000 Å Finemet	100 W /5.2 mTorr
S3	20 Å Ta / 15000 Å Finemet	100 W /5.2 mTorr
S4	20 Å Ta / 20000 Å Finemet	100 W /5.2 mTorr
S5	20 Å Ta/ 1000 Å Finemet	125 W /5.2 mTorr
S6	20 Å Ta/ 2000 Å Finemet	125 W /5.2 mTorr
M1	(100 Å Finemet / 10 Å Cu) X 50	100 W /5.2 mTorr
M2	(100 Å Finemet / 10 Å Cu) X 100	100 W /5.2 mTorr
M3	(100 Å Finemet / 10 Å Cu) X 50	100 W /5.2 mTorr
S7	5000 Å Finemet	100 W /5.2 mTorr
M4	(100 Å Finemet / 10 Å Cu) X 50	100 W /5.2 mTorr
SW1	5000 Å <i>bl</i> / 10000 Å Cu / 5000 Å <i>bl</i> (Si) ($W_{Cu} = 1$ mm)*	100 W /5.2 mTorr
SW2	5000 Å <i>bl</i> / 10000 Å Cu / 5000 Å <i>bl</i> (Si) ($W_{Cu} = 0.5$ mm)*	100 W /5.2 mTorr
SW3	5000 Å <i>ml</i> / 10000 Å Cu / 5000 Å <i>ml</i> (Si) ($W_{Cu} = 0.5$ mm)*	100 W /5.2 mTorr
SW4	20 Å Ta / 30000 Å <i>bl</i> / 10000 Å Cu / 30000 Å <i>bl</i> (<i>glass</i>)**	100 W /5.2 mTorr
SW5	20 Å Ta / 5000 Å <i>bl</i> / 10000 Å Cu / 5000 Å <i>bl</i> (<i>glass</i>) ($W_{Cu} = 1$ mm)**	100 W /5.2 mTorr
SW6	20 Å Ta / 5000 Å <i>bl</i> / 10000 Å Cu / 5000 Å <i>bl</i> (<i>glass</i>) ($W_{Cu} = 0.5$ mm)**	100 W /5.2 mTorr

*As mostras produzidas nesta série foram baseadas em substratos de Si (111)

**Para esta série utilizaram-se substratos de vidro

*** W_{Cu} indica a largura do núcleo de cobre depositado nas amostras sanduíchadas.

S = filmes monocamadas

M = filmes multicamadas Finemet/Cu

SW = sanduíches M/Cu/M, ou S/Cu/S

A caracterização das amostras seguiu uma seqüência que consistia de uma caracterização estrutural via difração de Raios-X, caracterização magnética utilizando-se um magnetômetro de amostra Vibrante (VSM), e finalmente a verificação do efeito da MI utilizando-se um analisador de impedância HP 4396B com uma cavidade de microondas projetada para a medida. Cada processo será detalhado separadamente, juntamente com os seus resultados, deixando para o próximo capítulo uma discussão dos resultados obtidos e as conclusões referentes a este trabalho.

3.4 Difração de Raios-X (XRD)

Com a técnica XDR, tem-se a possibilidade de se observar indiretamente a estrutura da rede da amostra, se realizado a alto ângulo. A baixo ângulo, a XDR nos informa a espessura da amostra como mencionado na seção 3.3.

Para se verificar a forma com que um filme do tipo Finemet se deposita em um substrato de vidro recoberto com Ta, foram produzidas amostras com espessuras de 0.5, 1, 1.5 e 2 μm e feitas medidas por XDR a alto ângulo, utilizando-se um equipamento de Raios-X Shimadzu da marca XD-7A na configuração θ - 2θ (ver Figura 3-5) existente no LMMM.

Foram realizadas medidas de difração de raios-X para tais amostras como fabricadas (sem tratamentos térmicos) e após, sucessivos tratamentos térmicos para se verificar a passagem da fase amorfa para a nanocristalina.

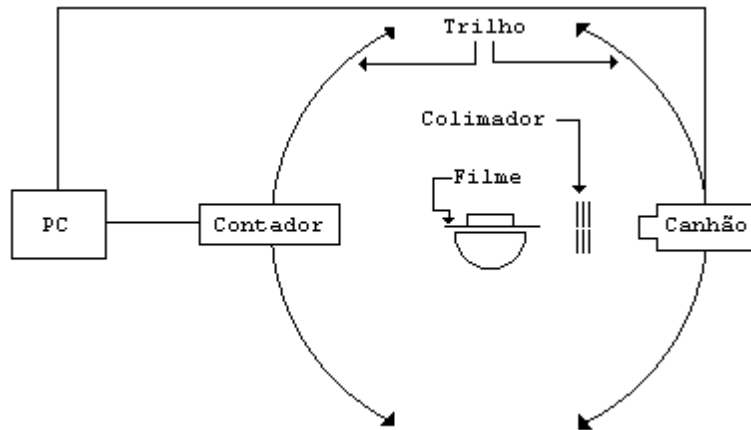


Figura 3-5 Configuração θ - 2θ para o raio-X existente no LMMM. Neste sistema tanto o tubo de raios-X quanto o contador de radiação giram controlados por motores de passo de alta precisão. O sistema é controlado por um PC.

3.5 Caracterização magnética (VSM)

O magnetômetro de amostra vibrante (VSM) foi um equipamento desenvolvido no final da década de 50 por S. Foner [54]. Este é o mais utilizado equipamento para obtenção de características magnéticas nos laboratórios. A partir deste trabalho outros surgiram de maneira a aperfeiçoar o modelo original [55].

Este sistema consiste em um atuador eletro mecânico, responsável pela vibração da amostra próxima a um jogo de bobinas sensoras com uma configuração previamente estudada [56], na presença de um campo externo estático. Pelo princípio de indução de Faraday-Lenz será produzido uma tensão nas bobinas sensoras. Esta tensão é então enviada a um lock-in amplificador. A tensão obtida nas bobinas pode tornar-se uma referência se for medido uma amostra conhecida como, por exemplo, o Ni, um ferromagneto que apresenta uma facilidade de se obter sua magnetização de saturação \vec{M}_s teoricamente. A relação entre a magnetização e a tensão em um VSM é dada por

$$V = mG(a)b\omega \sin\omega t \quad (89)$$

Onde m é o momento magnético da amostra, a o ponto médio de oscilação da amostra, b a amplitude de oscilação, $\omega = 2\pi \times f$ onde f é a frequência de vibração da amostra e G é um fator que depende da geometria utilizada para o posicionamento das bobinas sensoras.

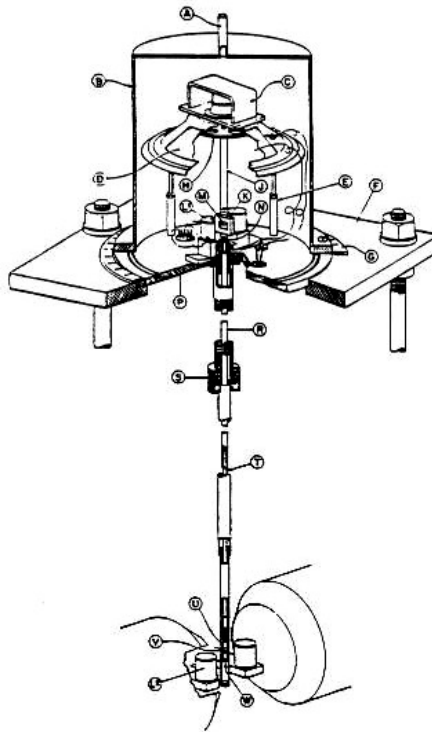


Figura 3-6 representação esquemática do VSM desenvolvido por S. Foner [54] em 1959.

Um VSM pode estar baseado por um eletroímã que possibilita obtenção de campos da ordem de KOe, ou ainda baseado em um par de bobinas de Helmholtz que não possibilita obtenção de altos campos, porém, fornece uma alta resolução permitindo “steps” muitos pequenos da ordem de 0.1 Oe. Um magnetômetro deste tipo foi desenvolvido no laboratório, pois frequentes medidas em amostras com baixos campos coercivos são feitas, e um sistema que possibilite uma varredura detalhada do campo tornou-se necessário.

Existem outras técnicas de magnetométrica dentre as quais se podem salientar também os histeresímetros, Magnetômetro tipo fluxgate, magnetometria Kerr, entre outros, que não serão descritos em mais detalhes neste trabalho mas são sistemas tão precisos quanto os citados acima.

A caracterização magnética das amostras produzidas foi realizada utilizando-se um VSM de baixos campos, baseado em bobinas de Helmholtz, montado completamente no LMMM. Para o posicionamento do conjunto de bobinas sensoras foi utilizada a configuração apresentada por Mallisson [56], utilizando-se dois pares de bobinas ligadas em oposição de fase em uma geometria previamente estudada. Tais bobinas foram acomodadas no centro das bobinas de Helmholtz, utilizando-se um suporte adequado de forma que não permitisse vibrações mecânicas. O sinal, captado nas bobinas sensoras, é enviado para um *Lock-in SR 830*, responsável pela amplificação do sinal, além de controlar a tensão enviada para a fonte de corrente. O Lock-in é conectado a um *PC* através de uma interface RS-232. Com isso um programa em ambiente *Basic* foi desenvolvido para o controle simultâneo dos aparatos necessários.

Esta configuração permite uma alta definição de campo, necessário quando a amostra é magneticamente macia.

As medidas foram realizadas a temperatura ambiente e a baixos campos (± 100 *Oe*) para as amostras na forma de multicamadas, que apresentaram características magnéticas macias, e campos da ordem de 300 *Oe* para as amostras monocamada, que se apresentaram mais duras como fabricadas.

3.6 Sistema de Medidas para Magnetoimpedância

As medidas de magnetoimpedância foram realizadas no LMMM utilizando-se um analisador de impedância da marca HP 4396B, uma mesa de medida de impedância e uma cavidade do tipo stripline. Na Figura 3-8 pode ser observado um diagrama de blocos do equipamento. Este equipamento nos permite estudar a evolução da impedância em uma faixa de frequência de 100KHz a 1.8 GHz.

Para um casamento perfeito entre a impedância da amostra e a do equipamento, fator crucial para a pesquisa deste efeito, é utilizada a calibração fornecida pelo fabricante, que realiza ajustes para medias de *aberto*, *curto* e *carga* (50Ω). Outra medida tomada para obtenção de resultados confiáveis foi o desenvolvimento de uma cavidade de microondas do tipo “strip line” (ver Figura 3-8), onde a linha de transmissão é o próprio filme sobre o substrato de vidro. Para o contato elétrico foi utilizado cola prata, devido a sua excelente propriedade condutora e fácil manuseio.

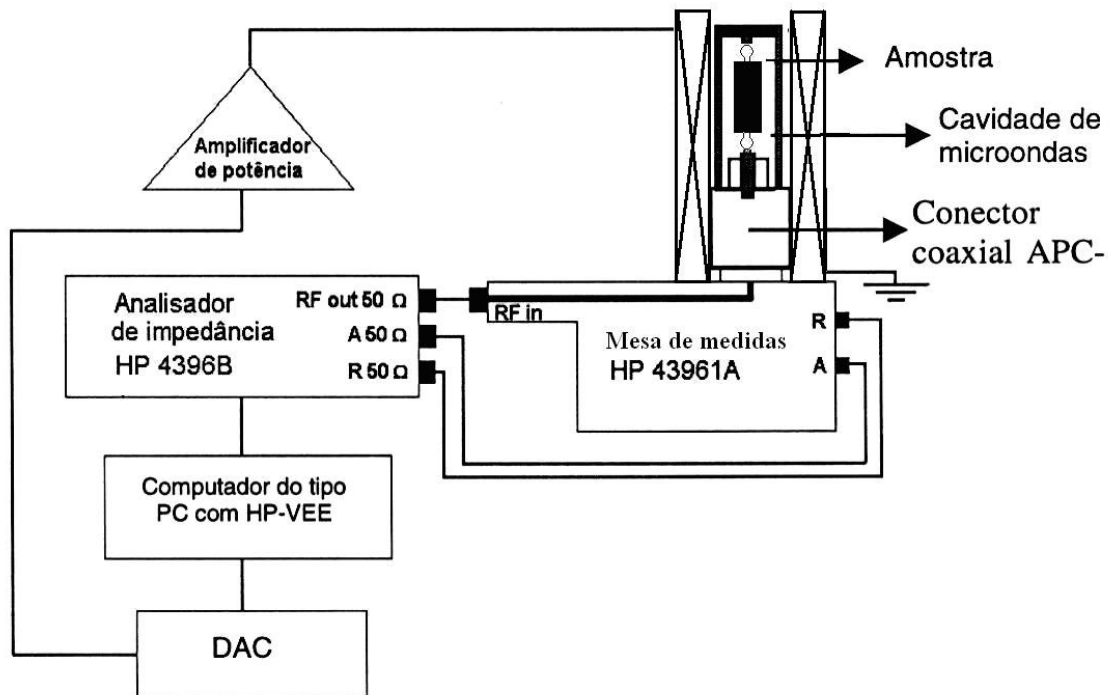


Figura 3-7 Diagrama de blocos do sistema de medidas para magnetoimpedância.

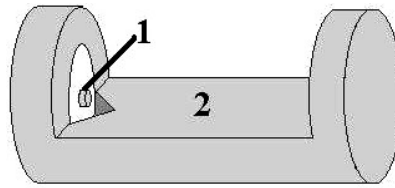


Figura 3-8 Cavidade do tipo “strip line” desenvolvida para este trabalho, as dimensões levaram em conta o comprimento do filmes na forma de sanduíches. 1- o pino central está isolado do restante da linha através de um espaçador de *teflon*. 2-posição onde se coloca o filme no substrato de vidro.

4 Resultados e discussões

Neste capítulo serão apresentados os resultados obtidos no estudo de Raios-X, Magnetização e magnetoimpedância da amostras produzidas durante o mestrado.

Os filmes foram submetidos à mesma seqüência de experimentos e obtenção dos resultados, sendo esta listada abaixo.

4.1 Espectros de Raios-X

A falta de uma estrutura ordenada na orientação das moléculas (amorfo) acarreta um espectro de raios-X característico [57], apresentando um único pico largo. Quando o material estudado tem uma estrutura cristalina, o espectro mostrará picos localizados e agudos em ângulos determinados pela lei de Bragg $2d \cdot \sin\theta = n\lambda$ onde d são os espaçamentos interfaciais. Neste trabalho foram realizados estudos de XDR para verificar a estrutura apresentada pelos filmes após serem produzidos e após a realização de tratamentos térmicos com diferentes temperaturas (150⁰C, 250⁰C, 350⁰C, 450⁰C), em ambiente previamente evacuado.

Na Figura 4-1 pode ser observada a evolução estrutural da amostras estudadas (M4) com relação à temperatura de tratamento térmico. Pode-se analisar na mesma que a estrutura apresentada pela amostra, sem qualquer tratamento térmico, é parcialmente amorfa e esta estrutura vai evoluindo gradativamente para uma estrutura nanocristalina, sendo que para uma temperatura de 450⁰C não se obteve ainda uma totalidade de cristalização.

O objetivo principal de se fazer tratamentos térmicos em amostras Finemet é obter uma fase onde grãos de FeSi sejam formadas em meio a uma matriz amorfa. Se os grãos tiverem diâmetros de cerca de 10 nm ocorrerá otimização das propriedades magnética amorfos. Entretanto, quando trabalha-se com filmes a aderência ao substrato é de grande importância e deve-se levar em consideração a diferença entre os coeficientes de dilatação térmico do filme e substrato, pois, durante o processo de tratamento térmico e o resfriamento serão introduzidas tensões mecânicas que poderão tornar o filme magneticamente duro. Este “endurecimento” magnético foi verificado e pode ser visto

em maiores detalhes na seção referente às propriedades magnéticas apresentadas pelos filmes produzidos

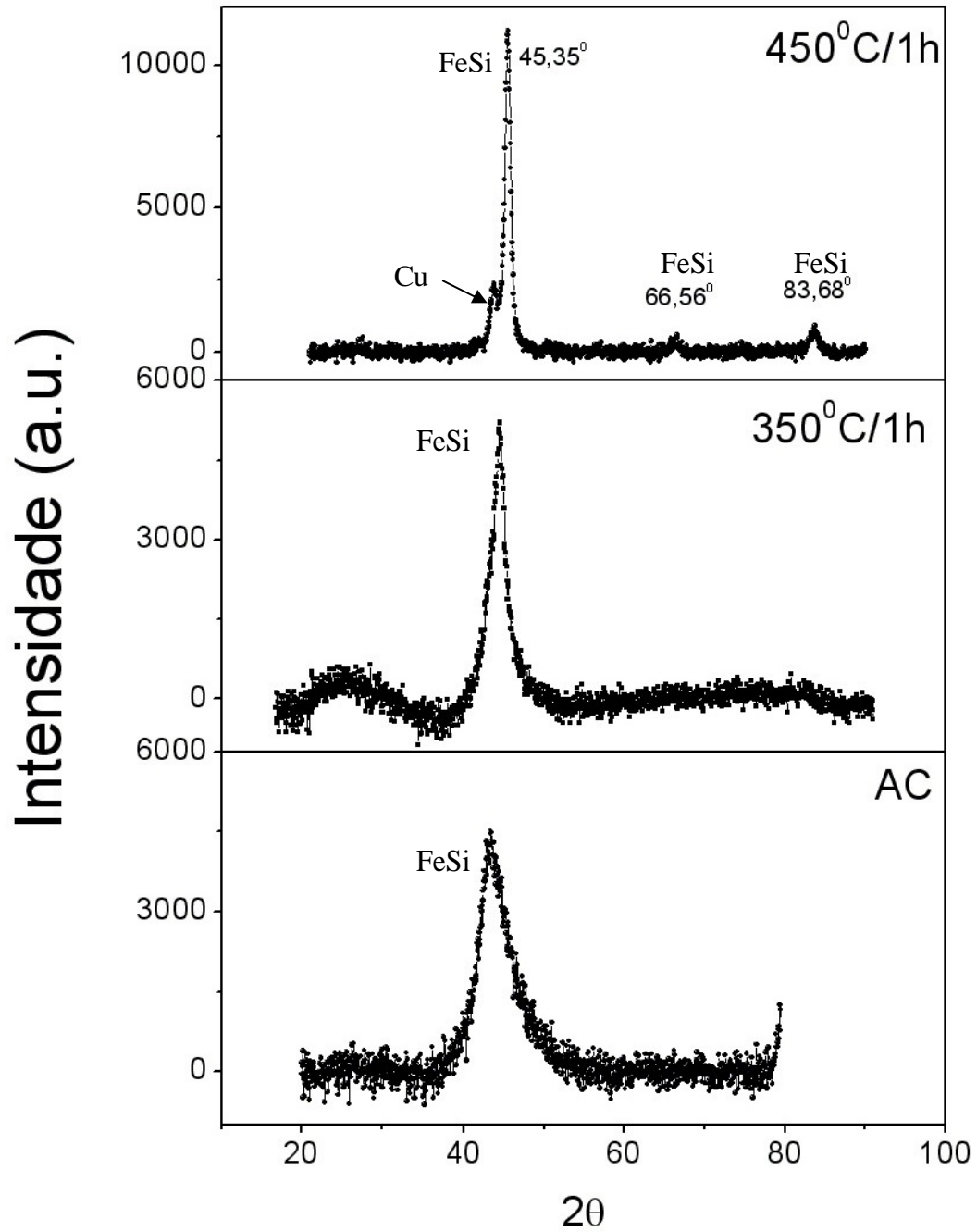


Figura 4-1 Espectro de raios-X para uma amostra multicamada de Finemet/Cu com 0.5 μm de espessura.

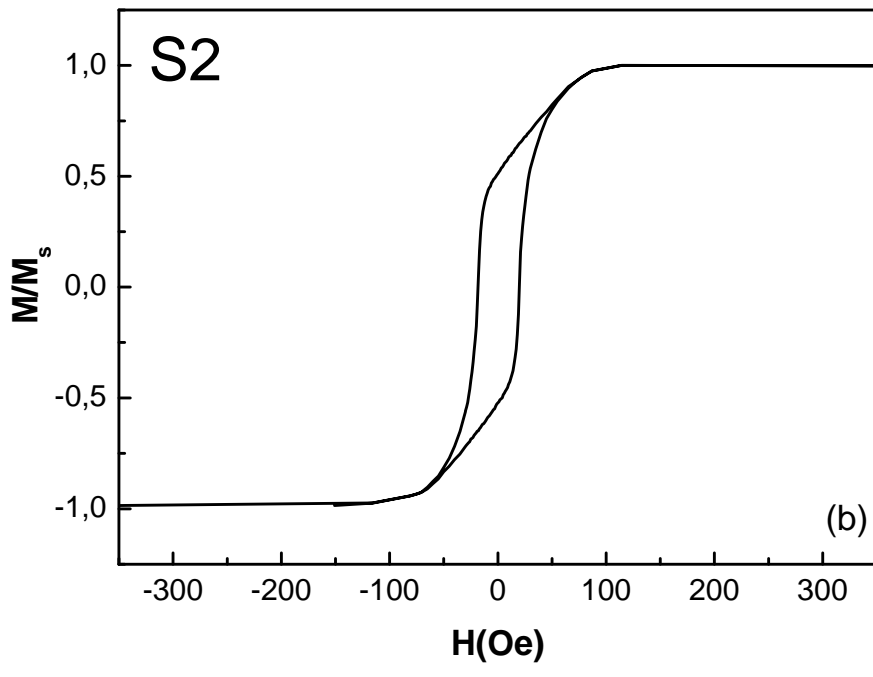
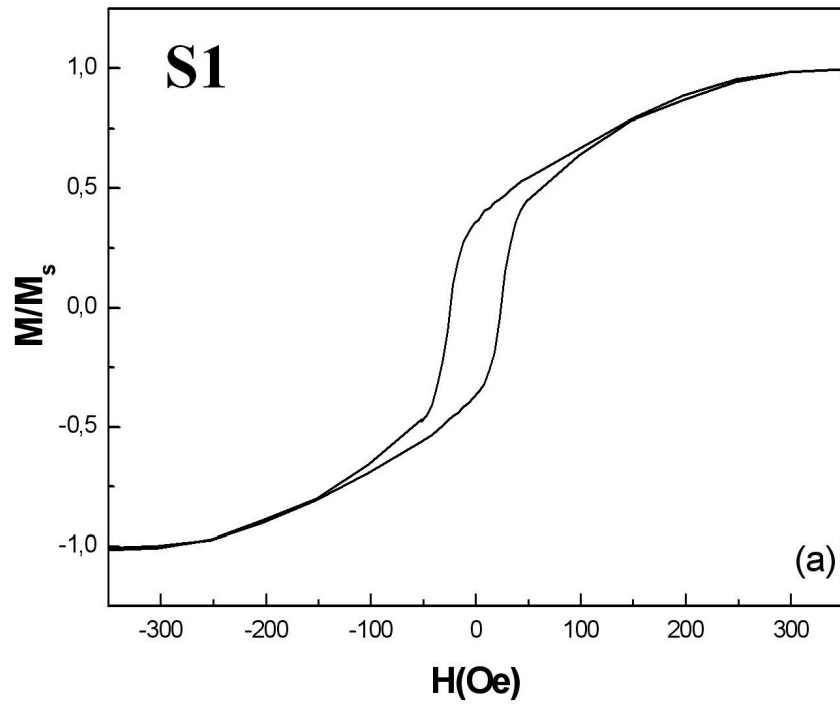
Apesar da possibilidade de se obter a fase nanocristalina para os filmes Finemet através de tratamentos térmicos, este objetivo não foi buscado neste trabalho de mestrado, já que as características magnéticas alcançadas com as multicamadas Finemet/Cu mostraram-se extremamente boas para uso em sensores de MI, o que não aconteceu com as amostras tratadas termicamente, pois estas apresentaram características magnéticas desfavoráveis ao estudo da MI com altos campos coercivos. Estes fatores levaram a escolha de amostras multicamadas que apresentavam uma estrutura parcialmente amorfa como fabricadas e propriedades magnéticas interessantes para o uso no estudo a MI.

4.2 Medidas de Magnetização (VSM)

Como já mencionado no capítulo anterior, as medidas de magnetização foram realizadas utilizando-se um VSM. Este magnetômetro possibilita a aplicação de campos da ordem de ± 300 Oe. Serão apresentados neste sub-capítulo os resultados referentes as amostras produzidas sem tratamentos térmicos e com sucessivos tratamentos com diferentes temperaturas. Será apresentada também uma comparação entre as características magnéticas das amostras monocamadas de Finemet e das multicamadas Finemet/Cu, além das medidas realizadas para amostras com diferentes cortes com relação a direção de deposição, afim de verificar-se a anisotropia induzida durante a deposição.

Na Figura 4-2 são apresentadas as curvas de magnetização para a série de amostras (S1, S2, S3, S4), onde as características podem ser verificadas na tabela I. Como pode ser visto na tabela, as amostras apresentaram as mesmas características magnéticas apresentadas por fitas amorfas com esta mesma composição, com um campo de anisotropia (H_K) elevado, assim como o campo coercivo (H_c).

Estas características mostram que as amostras produzidas por “magnetron sputtering” apresentam as mesmas características que as fitas amorfas produzidas por “melt spinning” com as mesmas espessuras.



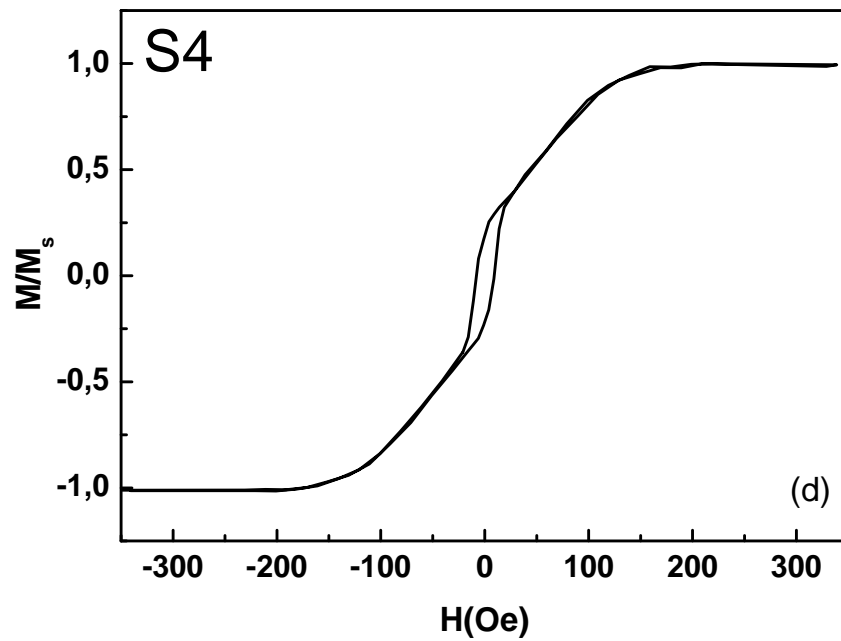
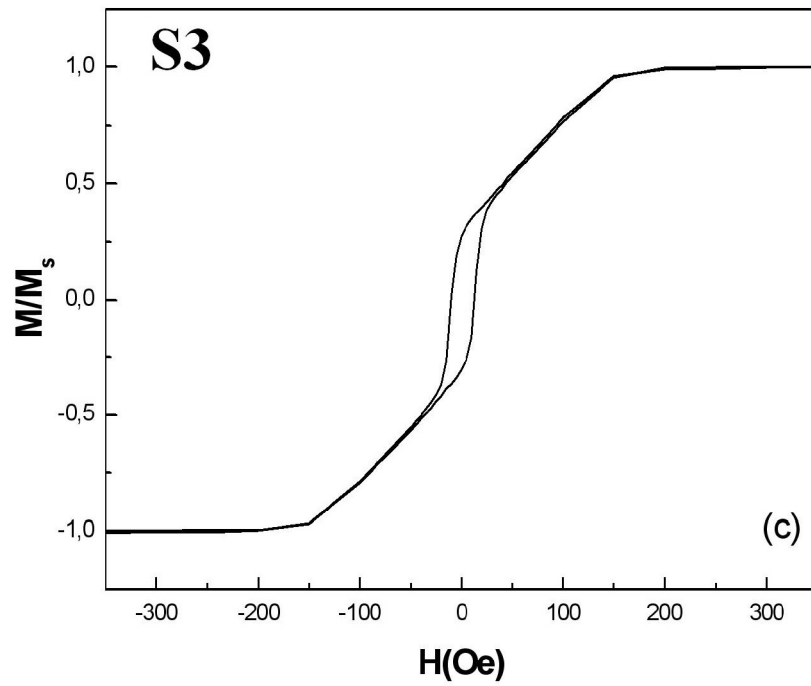
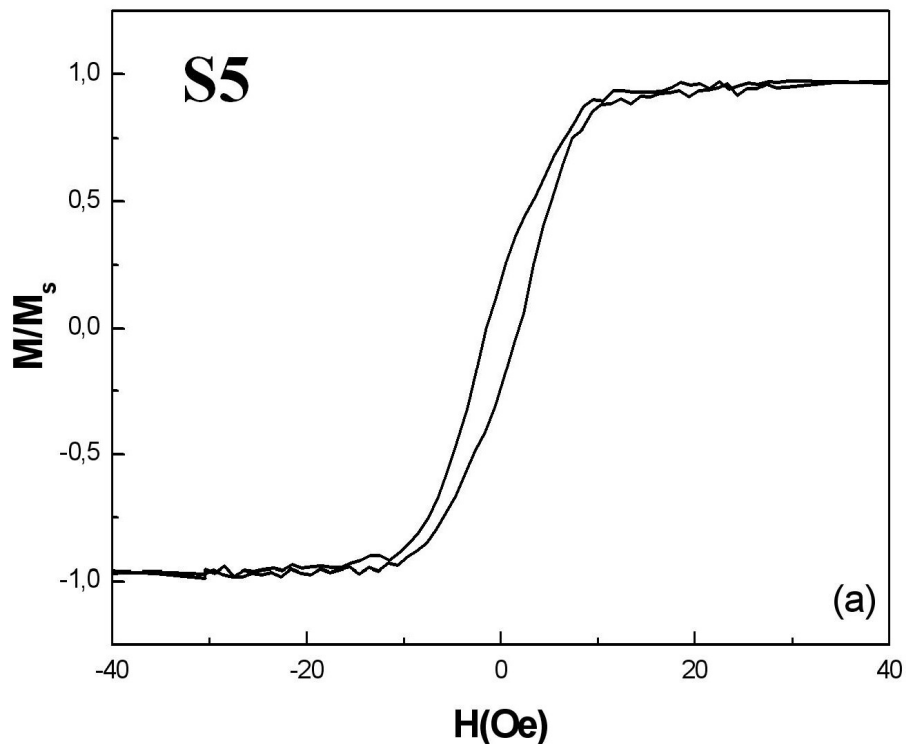


Figura 4-2 Curvas de magnetização para a série R355. (a) amostra S1(1 μm de Finemet) $H_c=23\text{Oe}$ e $H_s \sim 300\text{ Oe}$. (b) amostra S2 (0.5 μm de Finemet) $H_c =19\text{ Oe}$ e $H_s \sim 100\text{ Oe}$. (c) amostra S3 (1.5 μm de Finemet) $H_c= 13\text{ Oe}$ e $H_s \sim 150\text{ Oe}$. (d) S4 (2 μm de Finemet) $H_c=10\text{ Oe}$ e $H_s \sim 185\text{ Oe}$.

Estudos sistemáticos relacionando à espessura da amostra com a coercividade foram feitos. Na série S6 foram produzidas amostras com espessuras de 0.1 e 0.2 μm e caracterizadas magneticamente. Desta forma obteve-se uma seqüência com relação às espessuras da série (S1,S2,S3,S4). Na Figura 4-3 são mostrados as curvas obtidas para as amostra S5 e S6, com os parâmetros da tabela I. Pode-se observar a queda no campo de anisotropia H_K , assim como no campo coercivo para ambas as amostras, sem tratamentos térmicos.

Unindo os resultados obtidos da série (S1,S2,S3,S4) e (S5,S6) pode-se obter uma perspectiva para as características magnéticas de amostras menos espessas, obedecendo a um certo limite onde a direção de anisotropia sai do plano da amostra, caso que ocorre para amostras muito finas. Tais características podem ser observadas na Tabela II.



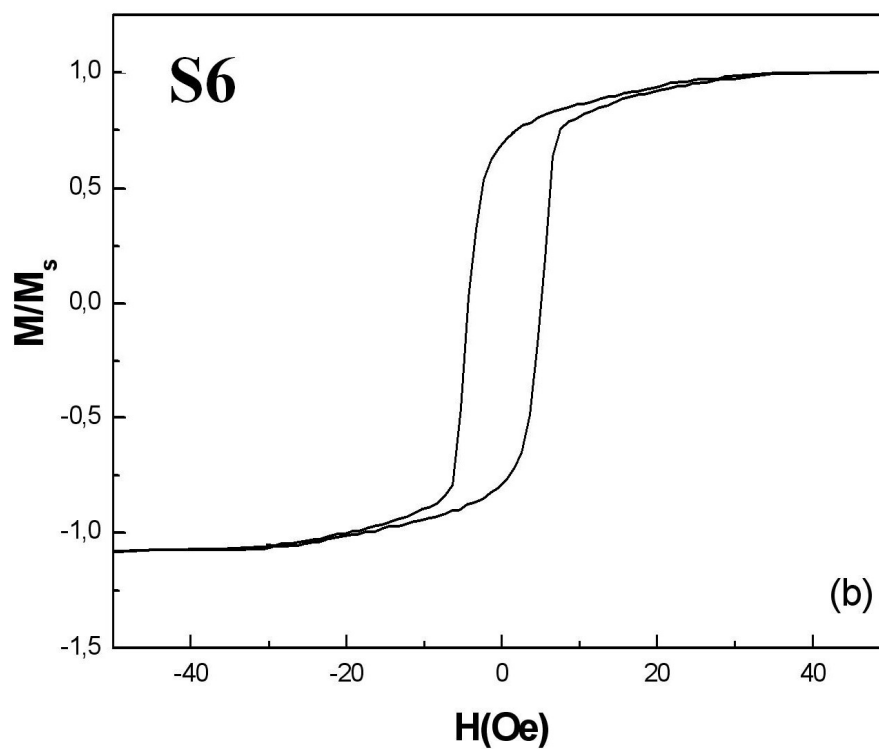


Figura 4-3 Curvas de magnetização para a série R356. (a) S5 (0.1 μm de Finemet) $H_c=2.5$ Oe e $H_s \sim 10$ Oe. (b) S6 (0.2 μm de Finemet) $H_c=5.3$ Oe e $H_s \sim 30$ Oe.

Tabela II

Amostra	Espessura (\AA)	H_c (Oe)	H_K (Oe)
S5	1000 Finemet	2,5	10
S6	2000 Finemet	5,3	30
S1	5000 Finemet	19	100
S2	10000 Finemet	23	300
S3	15000 Finemet	13	150
S4	20000 Finemet	10	185

As amostras foram colocadas em ordem crescente de espessura.

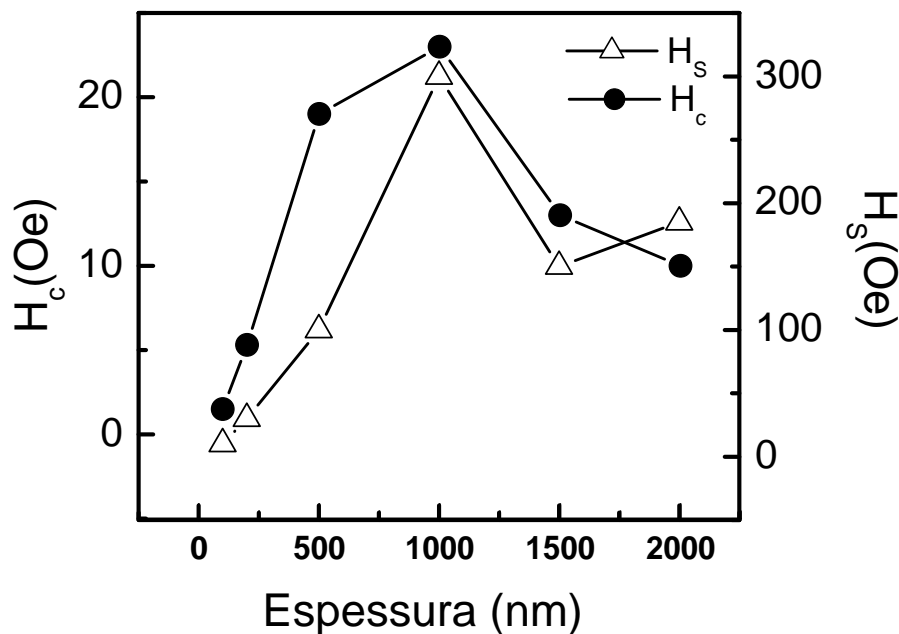


Figura 4-4 Comportamento da coercividade das amostras com relação à espessura, para as séries (S1,S2,S3,S4) e (S5,S6).

A seguir serão apresentadas as curvas de magnetização para as amostras multicamadas Finemet/Cu para diferentes espessuras e séries de amostras. Com isso, será apresentada a reprodutividade e consistência nas características magnéticas para séries produzidas em períodos diferentes, porém com os mesmos parâmetros de deposição para no “sputtering”. A Figura 4-6 mostra as curvas obtidas para a série (M1,M2), onde pode-se perceber as características magnéticas das multicamadas, como baixos campos coercivos e campos de anisotropia. Os campos coercivos são da ordem de 0.5 Oe para estas amostras.

Para a amostra M4, tratamentos com temperaturas de 340, 440 e 540⁰C foram feitos em ambiente evacuado. Desta forma, um estudo referente as características magnéticas em função da temperatura foi feito e pode ser verificado na Figura 4-7.

A configuração do sistema de “sputtering” do LMMM possibilita a indução de um eixo de anisotropia no momento da deposição. Tal eixo está relacionado com o próprio campo magnético do canhão e a direção de movimento do substrato sobre o plasma durante a deposição (ver Figura 4-5). Desta forma, medidas de magnetização em

diferentes cortes da amostra M1 (como feita), com as mesmas dimensões, foram realizadas de onde foram obtidos os resultados apresentados na Figura 4-8.

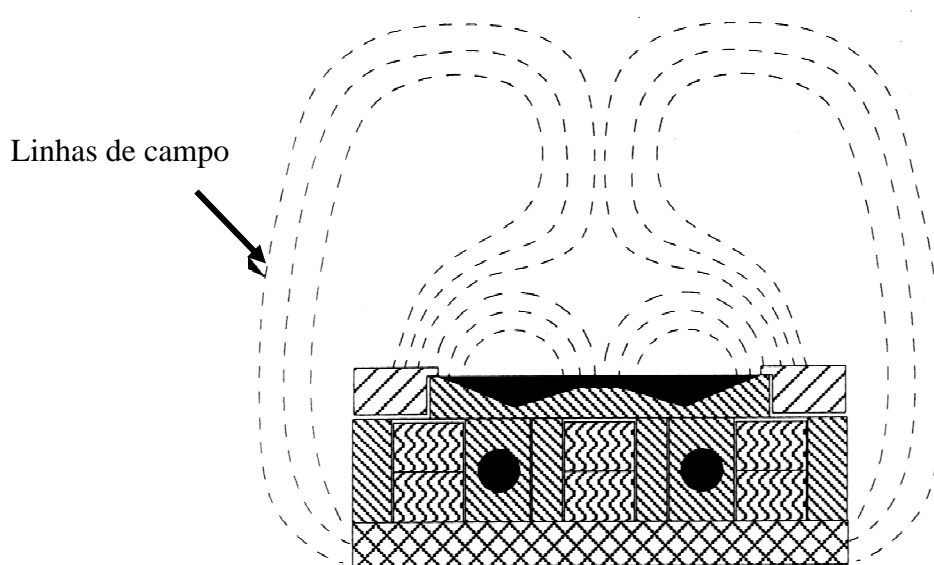


Figura 4-5: Configuração dos ímãs e das linhas de campos em que os substratos foram depositados. Configurações estas fornecidas pela AJA international.

Para as amostras estruturadas na forma de sanduíches as medidas de magnetização foram realizadas para a amostra SW5, tendo as outras amostras comportamentos magnéticos similares a esta. A medida de magnetização foi realizada no mesmo VSM que as amostras anteriores, com um cuidado maior, devido ao seu comprimento ser apenas alguns milímetros menores que o “gap” entre o jogo de bobinas sensores do equipamento. Esta medida pode ser verificada na Figura 4-9. Para as séries estruturadas na forma de sanduíches não foram realizadas curvas com relação ao ângulo de deposição para a verificação da anisotropia. Isto ocorreu devido às dimensões das amostras sanduíchadas serem grandes comparadas com o “gap” existente entre as bobinas sensoras do VSM, além do fato que a medida acarretaria em uma alta componente de fator desmagnetizante relativo à forma da amostra.

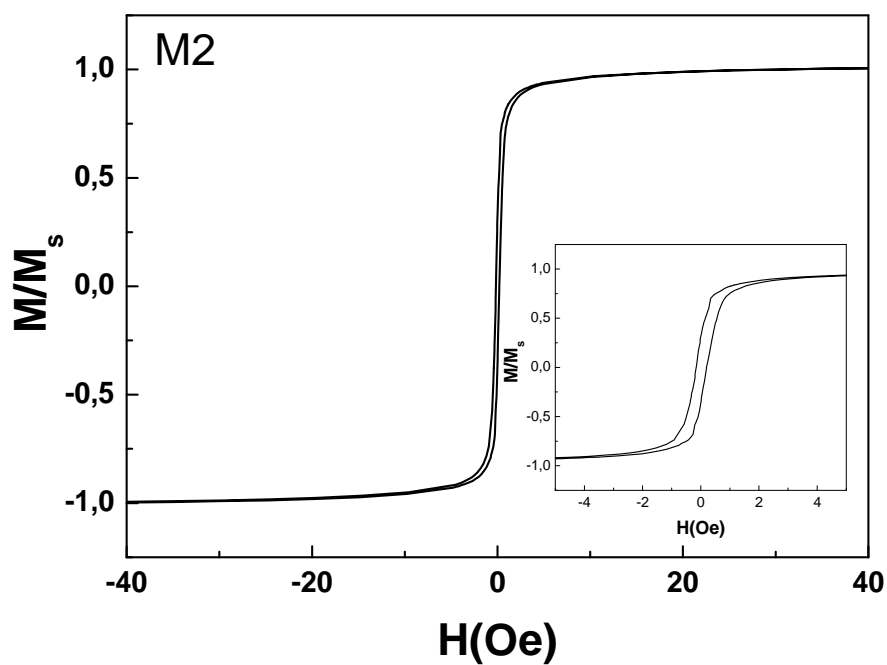
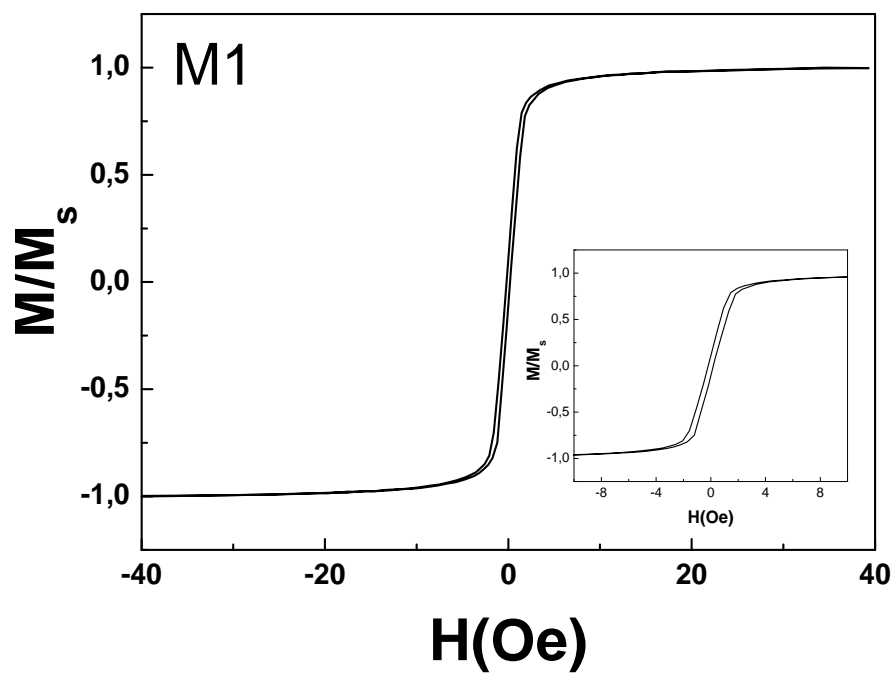


Figura 4-6 Série (M1,M2), onde foram produzidas amostras multicamadas Finemet/Cu com diferentes números de bicamadas. M1 (50 bicamadas) $H_c = 0.3$ Oe.M2 (100 bicamadas) $H_c = 0.19$ Oe.

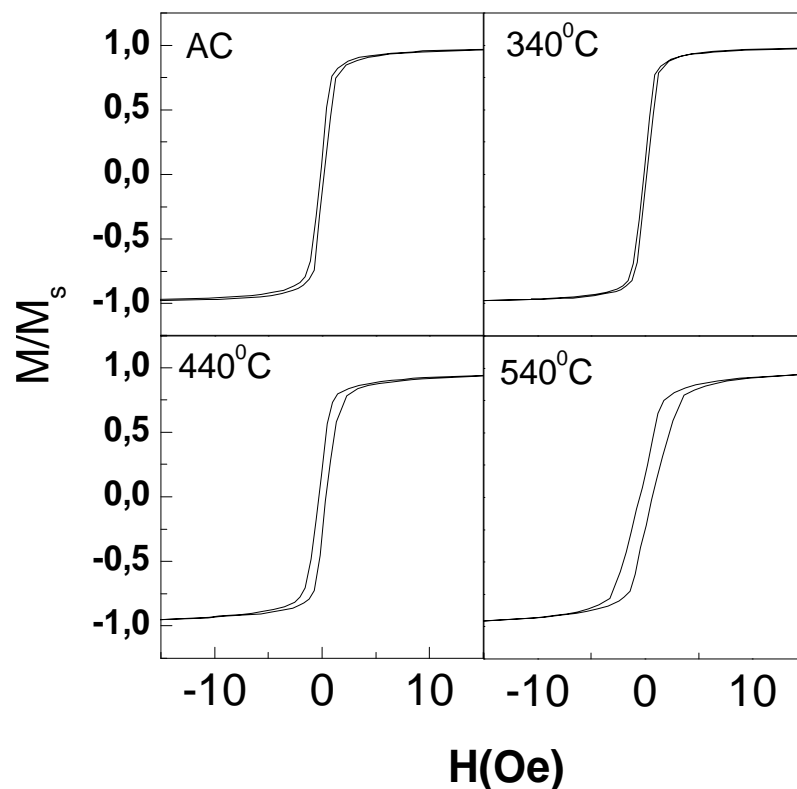


Figura 4-7 Nesta série foram produzidas amostras multicamadas com (100Å Finemet / 10Å Cu) x 50. Foram realizados tratamentos térmicos a temperaturas de 340°, 440° e 540° C durante 1 hora. Nesta figura pode ser verificada a evolução do campo coercivo e do campo de anisotropia em função da temperatura.

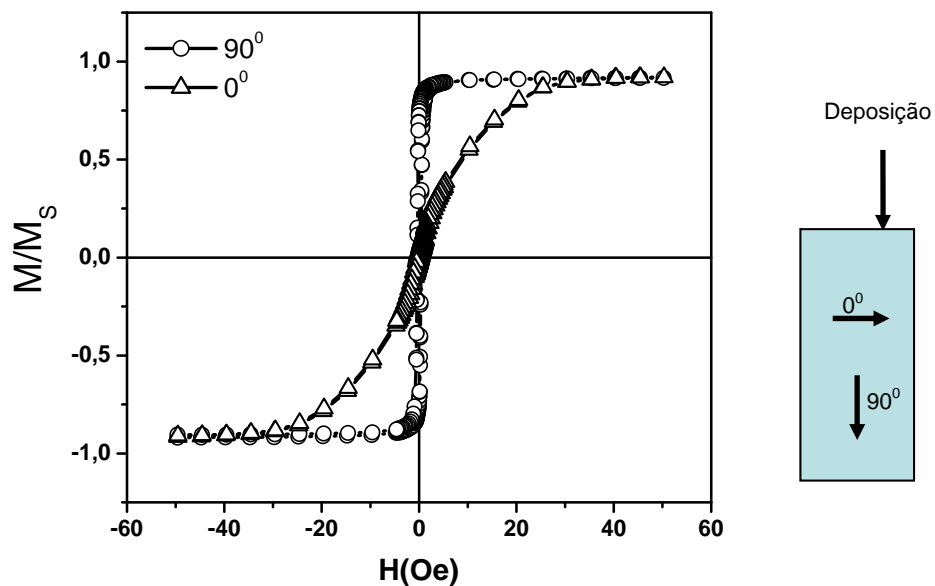


Figura 4-8 Curva de magnetização para a amostra M1 (como feita) com diferentes cortes com relação a direção de deposição. Desta forma pode ser verificada a indução de uma anisotropia para um ângulo de 90° com relação a deposição.

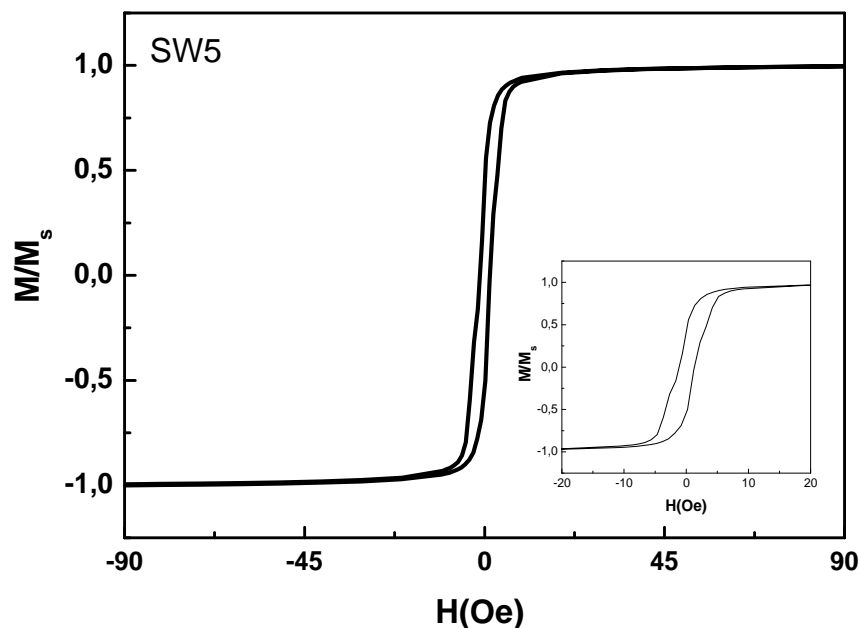


Figura 4-9 Curva de magnetização para a amostra SW5 estruturada na forma de sanduíche com o caroço de cobre no interior do filme multicamadas. Em detalhe o comportamento da magnetização a baixos campos.

4.3 Medidas de Magnetoimpedância

As medidas de magnetoimpedância serão mostradas em ordem cronológica de produção das amostras, salientando-se a comparação entre as amostras com monocamadas de Finemet e multicamadas de Finemet/Cu.

Serão expostas para cada amostra o comportamento da parte Real (R) e da parte Imaginária (X) da impedância (Z), além da variação percentual da MI em função do campo e da frequência.

Para a amostra monocamada S2 (5000Å), sem tratamento térmico, o comportamento da impedância pode ser verificado na Figura 4-10 e na Figura 4-11 onde pode ser observado o comportamento não simétrico da MI em função do campo. Este comportamento é consequência das características magnética da amostra. Esta mostrou-se magneticamente dura e com um alto campo de anisotropia. Comparando esta última com a amostra M1 (multicamadas), que apresentou características magnéticas macias,

sem tratamento térmico, como pode ser visto na Figura 4-8, pode-se verificar variações na MI da ordem de 280 %, além de um comportamento simétrico com relação ao campo (Figura 4-13).

A comparação descrita acima leva a conclusão de que as amostras na forma de multicamadas *como feitas* (sem tratamentos térmicos) apresentam vantagens consideráveis no estudo da MI se comparadas com monocamadas do mesmo material ferromagnético. Desta maneira será possível eliminar a necessidade de sucessivos tratamentos térmicos para obtenção da fase nanocristalina da liga $\text{Fe}_{73.5}\text{Cu}_1\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$, necessária para obtenção das características magnéticas ideais para os estudo da MI, tais com alta anisotropia e baixos campos coercivos.

Como pode ser verificado na Figura 4-13 ocorre o deslocamento do pico de impedância em função do campo para a amostra M1. Esta característica é uma das formas de se identificar o efeito da ressonância ferromagnética em sistemas que estudam o MI, como mencionado anteriormente. A configuração experimental adotada para o estudo da MI favorece a obtenção de FMR. Outra forma de se comprovar a ressonância ferromagnética é analisando-se o comportamento da impedância em função da frequência. A Figura 4-14 mostra a passagem da parte real (R) pelo seu máximo simultaneamente com a passagem da parte imaginária (X) pelo zero, para determinados valores de campo. Na Figura 4-15 está representado o comportamento da MI_{max} em função da frequência.