

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

**ESTUDO DO EXCHANGE BIAS EM FILMES  
FINOS DE NiFe/FeMn (BICAMADAS) E  
NiFe/IrMn (MULTICAMADAS)**

**DISSERTAÇÃO DE MESTRADO**

**Oreci Escobar da Silva**

**Santa Maria, RS, Brasil**

**2016**

**ESTUDO DO EXCHANGE BIAS EM FILMES FINOS DE  
NiFe/FeMn (BICAMADAS) E NiFe/IrMn (MULTICAMADAS)**

**Oreci Escobar da Silva**

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

**Orientador: Prof<sup>o</sup>. Dr. Marcos André Carara**

**Co-orientador: Prof<sup>o</sup>. Dr. Josué Neroti Rigue**

**Santa Maria, RS, Brasil**

**2016**

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

Escobar da Silva, Oreci

Estudo do Exchange Bias em Filmes Finos de NiFe/FeMn (Bicamadas) e NiFe/IrMn (Multicamadas) / Oreci Escobar da Silva.-2016.

201 p.; 30cm

Orientador: Marcos André Carara

Coorientador: Josué Neroti Rigue

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa Maria, Centro de Ciências Naturais e Exatas, Programa de Pós-Graduação em Física, RS, 2016

1. Exchange Bias 2. Magnetorresistência Anisotrópica  
3. Histerese Rotacional I. André Carara, Marcos II.  
Neroti Rigue, Josué III. Título.

---

© 2016

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

E-mail: orecidasilva@yahoo.com.br

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

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

**ESTUDO DO EXCHANGE BIAS EM FILMES FINOS DE NiFe/FeMn  
(BICAMADAS) E NiFe/IrMn (MULTICAMADAS)**

elaborada por  
**Oreci Escobar da Silva**

como requisito parcial para obtenção do grau de  
**Mestrado em Física**

**COMISSÃO EXAMINADORA:**

**Marcos André Carara, Dr.**  
(Presidente/Orientador)

**Fábio Beck, Dr. (UFSM-CS)**

**Artur Harres de Oliveira, Dr. (UFSM)**

Santa Maria, 23 de Março de 2016.

*A Família, Namorada e Amigos.*

## AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer a todos aqueles que de uma forma ou de outra contribuíram para meu crescimento científico e pessoal ao longo dessa jornada.

Ao prof. Dr. Marcos Carara, pela orientação, paciência, amizade e ensinamentos acadêmicos, tanto em sala de aula quanto no laboratório, os quais foram fundamentais na minha formação.

Ao Josué Rigue pela co-orientação, amizade, por sua disposição em querer ajudar, pelos ensinamentos sobre magnetometria de torque, e principalmente por sua enorme paciência com meus atrasos.

Aos demais professores do LMMM, Luiz F. Schelp, Lúcio S. Dorneles, Ricardo Barreto e Artur Harres, pelos ensinamentos passados.

Ao prof. Antônio Marcos (Teco) e ao Wagner Garcia pela preparação das amostras.

Aos colegas e amigos do LMMM, Callega, Julia, Diego, Dieivase, Wagner, Danian, Angélica, Manoela, Rafael (R2), Gazola e a Vivian, pela boa conversa, risadas e companheirismo.

Agradeço em especial a Junara e a Paula, famosa equipe Carara, que me acompanharam e ajudaram nos experimentos em boa parte dessa jornada, horas e horas medindo e muitas vezes sem obter o resultado esperado, mas confiantes que um dia daria certo.

Aos ex-integrantes do LMMM, Thiago, Rafael, Luciane e Evgeni.

Ao PPGFIS da UFSM, especialmente à Saionara que sempre esteve disposta a ajudar, principalmente no momento de conseguir a bolsa.

Agradeço à FAPERGS pelo apoio financeiro.

A minha namorada Carla Gimenez, por seu carinho, amor, amizade, incentivo e principalmente paciência, afinal era apenas uma fase.

E finalmente, agradeço aos meus pais (Joel e Joaquina), que mesmo longe, sempre me apoiaram e incentivaram a estudar. Sem vocês, certamente, não teria chegado até aqui. Essa conquista é de vocês, e de todos que contribuíram de alguma forma para realização deste trabalho, muito obrigado!

*“Nossa maior fraqueza está em desistir. O caminho mais certo de vencer é tentar  
mais uma vez.”*

— THOMAS EDISON

## RESUMO

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

### **ESTUDO DO EXCHANGE BIAS EM FILMES FINOS DE NiFe/FeMn (BICAMADAS) E NiFe/IrMn (MULTICAMADAS)**

AUTOR: ORECI ESCOBAR DA SILVA

ORIENTADOR: MARCOS ANDRÉ CARARA

CO-ORIENTADOR: JOSUÉ NEROTI RIGUE

Local da Defesa e Data: Santa Maria, 23 de Março de 2016.

O fenômeno de *Exchange Bias* (EB) consiste de um acoplamento de troca interfacial entre um material ferromagnético (FM) e um material antiferromagnético (AFM) e tem como características principais o surgimento de uma anisotropia unidirecional e a histerese rotacional (HR) em curvas de torque. Neste trabalho investigamos o comportamento de sistemas magnéticos com EB através de curvas de magnetização, magnetorresistência anisotrópica (AMR) e magnetometria de torque. Foram crescidos filmes via *magnetron sputtering*, de NiFe/FeMn (bicamadas) variando a espessura da camada de NiFe e filmes de NiFe/IrMn/Ta com diferentes números de repetições dessa estrutura básica (multicamadas). A partir da difração e refletividade de raios-X determinamos a direção preferencial de crescimento cristalográfico, espessura e o tamanho de grão das amostras estudadas. Foi implementado no Laboratório de Magnetismo e Materiais Magnéticos (LMMM) um aparato experimental para medidas de AMR: resistência em função do ângulo do campo aplicado e resistência em função do campo aplicado para um determinado ângulo escolhido. Para o ajuste aos dados das curvas de magnetização e AMR é apresentado um modelo fenomenológico para EB considerando quatro termos de energia: Zeeman, uniaxial, unidirecional e magnetostático. As curvas de AMR apresentam uma assimetria em torno de  $180^\circ$  quando medidas em valores de campo menores que o campo de Bias. De acordo com o modelo utilizado, tal assimetria pode ser causada por um desalinhamento entre os eixos de anisotropia (uniaxial e unidirecional) ou por um desalinhamento entre a direção da corrente de medida e o eixo fácil de magnetização da amostra. Não foi observado um aumento na dispersão da anisotropia uniaxial com o aumento das repetições das tricamadas, conforme esperado. Para o ajuste das curvas de torque médio utilizamos uma equação com dois termos harmônicos. Os parâmetros resultantes do ajuste das curvas de torque permitiram estudar a evolução das componentes harmônicas  $K_\theta$  e  $K_{2\theta}$ . Nas multicamadas quanto maior a energia associada ao torque médio maiores são as perdas de energia por HR. Já nas bicamadas, as perdas de energia por HR aumentam mesmo acima do campo de saturação. Tal comportamento foi associado à configuração de *spins* interfaciais e sugere a necessidade de uma contribuição adicional para a energia total do sistema magnético.

**Palavras-chave:** Exchange Bias. Magnetorresistência Anisotrópica. Histerese Rotacional.



## ABSTRACT

Master's Dissertation  
Post-Graduate Program in Physics  
Federal University of Santa Maria

### **STUDY OF EXCHANGE BIAS IN THIN FILMS OF NiFe/FeMn (BILAYERS) AND NiFe/IrMn (MULTILAYERS)**

AUTHOR: ORECI ESCOBAR DA SILVA

ADVISOR: MARCOS ANDRÉ CARARA

COADVISOR: JOSUÉ NEROTI RIGUE

Defense Place and Date: Santa Maria, March 23<sup>th</sup>, 2016.

The Exchange Bias (EB) phenomenon consists of an interfacial exchange coupling between a ferromagnetic (FM) material and an antiferromagnetic (AFM) one and has as the main characteristics the rise of a unidirectional anisotropy and a rotational hysteresis (HR) in torque curves. In this work we have investigated the behavior of the magnetic behavior of systems presenting EB through magnetization curves, anisotropic magnetoresistance (AMR) and torque magnetometry. We have grown films, via magnetron sputtering, of NiFe/FeMn (bilayers) with different thickness of the FM layer and film structures of NiFe/IrMn/Ta with different repetitions of the basic structure. From the X-ray diffraction and reflectivity we have determined the preferential crystallographic growth direction, the thickness and the grain size of the studied samples. It was implemented at the Magnetism and Magnetic Materials Laboratory (LMMM) an apparatus to measure the AMR in two configurations: resistance as a function of the applied field angle and resistance as function of the field applied in a particular angle direction. To adjust the magnetization and AMR data we have used a phenomenological model for EB considering four energy terms: Zeeman, uniaxial, unidirectional and magnetostatic. The AMR curves have shown an asymmetry around  $180^\circ$  when measured at field smaller than the Bias one. According to the used model used, such asymmetry can be caused either by a misalignment between the anisotropy axes (uniaxial and unidirectional) or by a misalignment between the measurement current direction easy magnetization axis of the sample. It was not observed in the multilayers an increase on the uniaxial anisotropy dispersion with increasing on the trilayers number, as expected. In order to fit average torque curves, we have used an equation with two harmonic terms. The resulting parameters allow us to study the field evolution of the harmonic amplitudes  $K_\theta$  e  $K_{2\theta}$ . In the multilayer system as higher total energy is, higher is the energy losses by HR. In bilayers system, the HR energy losses still increases even above the saturation field. Such behavior was associated to the configuration of interfacial spins and suggests the need of an additional contribution to total energy of the magnetic system.

**Keywords:** Exchange Bias. Anisotropic magnetoresistance. Rotational Hysteresis.

## LISTA DE FIGURAS

Figura 2.1 – Magnetização de saturação em função da temperatura para Fe, Co e o Ni [10].	23
Figura 2.2 – Representação ilustrativa de um material no estado ferromagnético (a) e no estado paramagnético (b).	23
Figura 2.3 – Processo de magnetização de um material ferromagnético [10].	25
Figura 2.4 – Comparação do inverso da susceptibilidade em função da temperatura de um paramagneto, um ferromagneto e um antiferromagneto [12].	26
Figura 2.5 – Origem da interação de troca. As direções dos <i>spins</i> dependem da função de onda dos elétrons dos íons vizinhos [16].	27
Figura 2.6 – Representação ilustrativa da ordem ferromagnética (a), antiferromagnética (b) e ferrimagnética (c).	28
Figura 2.7 – Representação esquemática da curva de <i>Bethe-Slater</i> [10].	28
Figura 2.8 – Representação ilustrativa do estado de domínios magnéticos de um material FM desmagnetizado [15].	31
Figura 2.9 – Diferentes configurações dos domínios magnéticos de um material FM. As setas indicam a orientação da magnetização em cada domínio (adaptada de [10]).	31
Figura 2.10 – Rotação das paredes de domínios [18].	32
Figura 2.11 – Paredes de domínio de 180° (a) e 90° (b) [15].	32
Figura 2.12 – Rotação da magnetização através das paredes de domínios de <i>Néel</i> (a) e <i>Bloch</i> (b) [15].	32
Figura 2.13 – Estrutura de uma parede de domínios girando de 180° [10].	33
Figura 2.14 – Curva de histerese de um material FM (adaptada de [10]).	34
Figura 2.15 – Curva de histerese de um material FM "Macio" (a) e "Duro" (b) (adaptada de [19]).	36
Figura 2.16 – Ilustração de uma curva de magnetização, medida ao longo do eixo fácil (0°) e do eixo duro (90°).	37
Figura 2.17 – Anisotropias magnéticas e suas respectivas energias de anisotropia.	39
Figura 2.18 – Dependência da magnetização com os eixos cristalográficos para os cristais de ferro (a) e níquel (b) [10].	40
Figura 2.19 – Dependência da magnetização com os eixos cristalográficos para um cristal de cobalto [10].	41
Figura 2.20 – Representação dos momentos magnéticos no material feita por pequenos ímãs (a). Campo magnético externo e campo desmagnetizante (b). Ilustração das direções de $\mathbf{B}$ , $\mathbf{H}_d$ e $\mathbf{M}$ no interior do material (c). Adaptada de [31].	43
Figura 2.21 – Representação dos vetores magnetização e campo magnético em coordenadas esféricas.	47
Figura 3.1 – Curvas de histerese para as partículas de CoO, resfriadas de 300 K para 77 K. As linhas sólidas representam o ciclo de histerese quando a amostra é resfriada na presença de um campo magnético externo intenso de 10 kOe (1). As linhas tracejadas representam o ciclo de histerese quando o material é resfriado na ausência de um campo magnético externo (2) [1].	48
Figura 3.2 – Esquema do magnetômetro de torque utilizados por <i>Meiklejohn</i> e <i>Bean</i> . Sendo composto por uma mola (a), a qual mede o torque sobre a amostra (b), em presença de um campo magnético de um eletroímã (c) [2].	49

Figura 3.3 – Curva de histerese (a), curva de torque (b) e curva de energia para partículas de cobalto puro (sem o revestimento do seu óxido) [2]. . . . .	50
Figura 3.4 – Curva de histerese (a), curva de torque (b) e curva de energia para partículas de cobalto revestidas pelo seu óxido abaixo da $T_N$ do óxido [2]. . . . .	51
Figura 3.5 – Modelo fenomenológico de <i>Exchange Bias</i> para uma bicamada FM/AFM [37]. . . . .	53
Figura 3.6 – Curva de histerese para uma bicamada $FeF_2/Fe$ , em que estão definidos os campo de <i>Exchange Bias</i> ( $H_{EB}$ ) e o campo coercivo ( $H_C$ ) [3]. . . . .	55
Figura 3.7 – Dependência da $T_B$ com a espessura do material AFM para filmes finos de $Ta(200 \text{ \AA})/NiFe(300 \text{ \AA})/FeMn(60-250 \text{ \AA})$ (linha pontilhada) e $NiFe(300 \text{ \AA})/FeMn(60-250 \text{ \AA})$ (linha sólida) depositados sobre substrato de vidro [40].	57
Figura 3.8 – Dependência do $H_{EB}$ e do $H_C$ com a espessura da camada FM para o $Fe_{80}Ni_{20}/FeMn$ [3]. . . . .	58
Figura 3.9 – Dependência do $H_{EB}$ e do $H_C$ com a espessura da camada AFM para o $Fe_{80}Ni_{20}/FeMn$ [3]. . . . .	59
Figura 3.10 – Dependência do $H_{EB}$ e do $H_C$ com a espessura da camada AFM para o $Fe_{80}Ni_{20}/FeMn$ [3]. . . . .	60
Figura 3.11 – Variação do $H_{EB}$ e $H_C$ com a espessura do Ta [53]. . . . .	61
Figura 3.12 – $H_{EB}$ e $H_C$ de uma amostra de $NiO(450 \text{ \AA})/NiFe(45 \text{ \AA})/Ta(50 \text{ \AA})$ em função da rugosidade da camada AFM de NiO. [60]. . . . .	62
Figura 3.13 – $H_{EB}$ em função do tamanho médio do grão da camada AFM de IrMn para diferentes temperaturas [74]. . . . .	63
Figura 3.14 – Caso típico de efeito de treinamento. os campos coercivos são representados por $H_{SW\mp}$ [79]. . . . .	65
Figura 3.15 – Diagrama esquemático das configurações interfaciais colineares. Interface não-compensada (a) e interface compensada (b) [96]. . . . .	67
Figura 3.16 – Diagrama esquemático de possíveis configurações interfaciais não-colineares (ângulo de $90^\circ$ ) [96]. . . . .	67
Figura 3.17 – Ilustração dos <i>spins</i> interfaciais não-compensados da camada AFM. Em (a) temos os <i>spins</i> do AFM alinhados no mesmo sentido do campo magnético externo (a) e em (b) diferentes classificações dos <i>spins</i> do AFM quando o campo magnético externo é invertido [5]. . . . .	68
Figura 3.18 – Diagrama esquemático dos ângulos envolvidos em um sistema com <i>Exchange Bias</i> . Note que os eixos de anisotropia do FM e AFM são assumidos como colineares e que a magnetização do AFM, $M_{AFM}$ , possui dois sentidos [3]. . . . .	71
Figura 3.19 – Diagrama esquemático das partículas antiferromagnéticas isoladas acopladas com o filme FM [3]. . . . .	74
Figura 4.1 – Comparação da resistência reduzida em função da temperatura do Ni e do Pd. As curvas são normalizadas com relação a $R(T_C$ do Ni) [27]. . . . .	79
Figura 4.2 – Ilustração esquemática da densidade de estados de <i>spins up</i> e <i>spins down</i> para (a) metais não-magnéticos ou ferromagnéticos acima da $T_C$ e para (b) metais ferromagnéticos abaixo da $T_C$ [15]. . . . .	79
Figura 4.3 – Esquema representando a origem da magnetorresistência anisotrópica [119].	81
Figura 4.4 – Resistência em função do campo magnético externo para uma orientação paralela $R_{\parallel}$ e outra perpendicular $R_{\perp}$ entre o campo magnético e a corrente elétrica [15]. . . . .	81

Figura 4.5 – Resistência em função do ângulo entre $\mathbf{M}$ e $\mathbf{J}$ para um valor constante do campo magnético externo aplicado maior do que $H_S$ . . . . .	82
Figura 4.6 – Resistividade em função da espessura de filmes de Py. $p = 1$ significa que o espalhamento eletrônico nas interfaces é totalmente especular e $p = 0$ que é totalmente difuso. [122]. . . . .	84
Figura 5.1 – Curva de torque para amostras de Co-CoO, sendo a primeira medida a expor o fenômeno de EB [1]. . . . .	86
Figura 5.2 – Curvas de torque para amostras de $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$ apresentando um $H_C = 1051$ kA/m, em (a) temos uma medida de torque para $H_{ef} < H_C$ , em (b) uma medida com $H_{ef} \approx H_C$ e em (c) temos uma medida com $H_{ef} > H_S$ [124]. . . . .	87
Figura 5.3 – Em (a) temos uma curva de torque para amostras de Co-CoO, a qual apresenta uma histerese rotacional (HR). Na curva 1 a medida de torque foi realizada com o campo magnético girando no sentido anti-horário, enquanto a curva 2 representa o torque com o campo magnético girando no sentido horário. Em (b), as curvas 3 e 4 representam a curva de torque média e a diferença entre as curvas 1 e 2 (HR), respectivamente [2]. . . . .	88
Figura 5.4 – Medidas de torque e HR em função do ângulo de aplicação do campo magnético externo para diferentes amostras que apresentam EB: (a) NiFe/IrMn; (b) NiFe/FeMn; (c) NiFe/NiMn; [128]. . . . .	89
Figura 5.5 – Histerese rotacional para amostras de Co-CoO em função do campo magnético externo aplicado, em (a) $T = 300$ K e em (b) $T = 77$ K [34]. . . . .	90
Figura 5.6 – (a) Variação da HR com o inverso do campo magnético externo. (b) Variação das constantes de anisotropia $K_{an}$ e $K_{un}$ com o inverso do campo magnético externo [2]. . . . .	91
Figura 5.7 – Evolução das constantes de anisotropia associadas a sistemas com EB em função do campo magnético externo para $T = -75$ °C [139]. . . . .	93
Figura 5.8 – (a e c) representam a evolução das constantes de anisotropia e (b e d) representam as perdas por HR ( $tW_r$ ). Ambas em função do campo magnético externo para um sistema NiFe/IrMn [129]. . . . .	93
Figura 6.1 – Ilustração esquemática das amostras produzidas via <i>magnetron sputtering</i> . Em (a) temos amostras (multicamadas) e em (b) amostras (bicamadas). . . . .	97
Figura 6.2 – Ilustração esquemática do processo de deposição por <i>sputtering</i> . . . . .	98
Figura 6.3 – Configuração das linhas de campo magnético em torno de um canhão (AJA Internacional). . . . .	99
Figura 6.4 – Esquema ilustrativo de um tubo de raios-X. Elétrons são emitidos termicamente do cátodo aquecido e acelerados em direção ao ânodo (alvo) por uma diferença de potencial, de modo que raios-X são emitidos do alvo quando os elétrons são freados ao atingi-lo (alvo) [9]. . . . .	100
Figura 6.5 – Representação ilustrativa da difração de raios-X em um sólido cristalino. . . . .	101
Figura 6.6 – Difratômetro Bruker D8 Advance do LMMM, em destaque temos o porta-amostras. . . . .	102
Figura 6.7 – Esquema ilustrativo dos vetores de onda ( $\mathbf{k}_i$ e $\mathbf{k}_f$ ) e do vetor de espalhamento ( $\mathbf{q}$ ). . . . .	103
Figura 6.8 – Representação do alargamento do pico de difração associado ao tamanho de grão. Em (a) temos um pico de Bragg para um cristal infinito e em (b) um pico para um cristal finito. [143] . . . . .	105
Figura 6.9 – AGFM existente no LMMM (UFSM). Em destaque temos o porta-amostra, as bobinas sensoras e o piezoelétrico. . . . .	106

Figura 6.10 – Estrutura básica do AGFM existente no LMMM. ....	107
Figura 6.11 – Gráfico do sinal do piezoelétrico em função da frequência para um campo magnético aplicado de 100 Oe. Sendo a frequência de ressonância aproximadamente 22 Hz [154]. ....	108
Figura 6.12 – Esquema do circuito para medida de resistência pelo método de duas pontas [155]. ....	109
Figura 6.13 – Esquema do circuito para medida de resistência pelo método de quatro pontas [155]. ....	110
Figura 6.14 – Diagrama esquemático do aparato experimental montado para realizar as medidas de AMR no eletroímã. Em destaque temos o porta-amostra, o suporte e o motor de passo. ....	111
Figura 6.15 – Diagrama esquemático das ligações dos equipamentos utilizados nas medidas de AMR ( $R \times \theta_H$ ). ....	112
Figura 6.16 – Resistência em função do ângulo entre o campo magnético externo aplicado e a corrente elétrica passando ao longo do eixo fácil da amostra. ....	114
Figura 6.17 – Diagrama esquemático das ligações dos equipamentos utilizados nas medidas de AMR ( $R \times H$ ) para um determinado ângulo ( $\theta$ ). ....	115
Figura 6.18 – Resistência em função do campo magnético externo aplicado para um determinado ângulo ( $\theta$ ) entre o campo magnético externo e o eixo da corrente na amostra. ....	116
Figura 6.19 – Ilustração esquemático do magnetômetro de torque baseado no pêndulo de torção, e seus principais componentes e dimensões [158]. ....	118
Figura 6.20 – Sensor de posição angular. (A) Arranjo de placas similar ao transdutor capacitivo linear desenvolvido por <i>Peters</i> [193]. (B) Diagrama elétrico equivalente do sensor capacitivo [158]. ....	119
Figura 6.21 – Medida do ruído antes da realização das medidas. ....	122
Figura 6.22 – Medida do sinal de tensão em função do ângulo do campo magnético externo aplicado ( $V \times \theta_H$ ) para uma amostra de NiFe/FeMn (bicamada) sob a ação de um campo magnético de 18 Oe. ....	123
Figura 6.23 – Tabela de dados coletados a fim de se obter o contra-torque sobre a amostra. ....	124
Figura 6.24 – Gráfico do sinal de tensão em função do contra-torque sobre a amostra. Em vermelho temos o ajuste linear, onde se obteve um $K_{CT} = 8350,732 \frac{V}{Nm}$ . ....	125
Figura 6.25 – Representação esquemática do desvio do ângulo da amostra com relação ao campo magnético externo aplicado. ....	125
Figura 6.26 – Representação esquemática do método para obter a constante de torção do fio. ....	126
Figura 6.27 – Tabela de dados coletados a fim de se obter a constante de torção do fio. ....	127
Figura 6.28 – Gráfico do ângulo do desvio do laser em função do sinal de tensão produzido. Em vermelho temos o ajuste linear, onde se obteve um $K_{DL} = 5387,673 \frac{\text{graus}}{V}$ . ....	127
Figura 6.29 – Tabela de dados com os ajustes da curva de torque da figura 6.22. ....	128
Figura 6.30 – Gráfico do torque médio em função do ângulo do campo magnético aplicado (18 Oe) para a medida da figura 6.22. ....	129
Figura 6.31 – Representação esquemática dos ângulos utilizados na formulação básica do modelo de rotação coerente da magnetização. ....	131
Figura 6.32 – Gráficos obtidos a partir da simulação do modelo de rotação coerente para dois valores de $H_{EB}$ . ....	132

Figura 6.33 – Eixos de anisotropia ( $H_K$ , $H_{EB}$ ) e corrente (I) alinhados em relação ao eixo X de referência na amostra. ....	133
Figura 6.34 – Eixo de anisotropia uniaxial ( $H_K$ ) desalinhado por um ângulo ( $\phi_K$ ) em relação ao eixo X de referência na amostra. ....	133
Figura 6.35 – Eixo de anisotropia unidirecional ( $H_{EB}$ ) desalinhado por um ângulo ( $\phi_{EB}$ ) em relação ao eixo X de referência na amostra. ....	134
Figura 6.36 – Eixo da corrente (I) desalinhado por um ângulo ( $\phi_I$ ) em relação ao eixo X de referência na amostra. ....	135
Figura 7.1 – Medidas de difratometria de raios-X a alto ângulo para as amostras de bicamadas de NiFe/FeMn variando a espessura da camada FM. ....	136
Figura 7.2 – Medidas de difratometria de raios-X a alto ângulo para as amostras de multicamadas de NiFe/IrMn variando o número de repetições da tricamada (NiFe/IrMn/Ta). ....	137
Figura 7.3 – Medidas de difratometria de raios-X a baixo ângulo para as amostras de bicamadas e multicamadas. ....	138
Figura 7.4 – Medidas de magnetização e ajustes das amostras 1635C, 1637A, 1637B e 1637C realizadas em relação ao eixo duro ( $90^\circ$ ). ....	140
Figura 7.5 – Medidas de magnetização e ajustes da amostra R977, R978, R980 e R981 realizadas em relação ao eixo duro ( $90^\circ$ ). ....	141
Figura 7.6 – Comparação entre os valores do campo de anisotropia, de <i>exchange bias</i> e coercivo para as amostras de bicamadas e multicamadas. ....	143
Figura 7.7 – Medidas de AMR ( $R \times \theta_H$ ) e ajustes da amostra 1635C para diferentes valores de campos aplicados. ....	145
Figura 7.8 – Medidas de AMR ( $R \times \theta_H$ ) e ajustes da amostra 1637A para diferentes valores de campos aplicados. ....	146
Figura 7.9 – Medidas de AMR ( $R \times \theta_H$ ) e ajustes da amostra 1637B para diferentes valores de campos aplicados. ....	147
Figura 7.10 – Medidas de AMR ( $R \times \theta_H$ ) e ajustes da amostra 1637C para diferentes valores de campos aplicados. ....	148
Figura 7.11 – Medidas de AMR ( $R \times \theta_H$ ) e ajustes da amostra R977 para diferentes valores de campos aplicados. ....	149
Figura 7.12 – Medidas de AMR ( $R \times \theta_H$ ) e ajustes da amostra R978 para diferentes valores de campos aplicados. ....	150
Figura 7.13 – Medidas de AMR ( $R \times \theta_H$ ) e ajustes da amostra R979 para diferentes valores de campos aplicados. ....	151
Figura 7.14 – Medidas de AMR ( $R \times \theta_H$ ) e ajustes da amostra R980 para diferentes valores de campos aplicados. ....	152
Figura 7.15 – Medidas de AMR ( $R \times \theta_H$ ) e ajustes da amostra R981 para diferentes valores de campos aplicados. ....	153
Figura 7.16 – Resistência em função do campo magnético externo aplicado para diferentes valores de corrente elétrica, ambos aplicados ao longo do eixo fácil da amostra. ....	156
Figura 7.17 – Medidas de AMR ( $R \times H$ ) e ajustes da amostra 1635C para diferentes ângulos ( $\theta_H$ ) entre o eixo fácil da amostra e o campo magnético externo aplicado. ....	157
Figura 7.18 – Medidas de AMR ( $R \times H$ ) e ajustes das amostras 1637A, 1637B e 1637C para diferentes ângulos ( $\theta_H$ ) entre o eixo fácil da amostra e o campo magnético externo aplicado. ....	158

Figura 7.19 – Medidas de AMR ( $R \times H$ ) e ajustes da amostra R977 para diferentes ângulos ( $\theta_H$ ) entre o eixo fácil da amostra e o campo magnético externo aplicado.	159
Figura 7.20 – Medidas de AMR ( $R \times H$ ) e ajustes das amostras R978 e R979 para diferentes ângulos ( $\theta_H$ ) entre o eixo fácil da amostra e o campo magnético externo aplicado. ....	160
Figura 7.21 – Medidas de AMR ( $R \times H$ ) e ajustes das amostras R980 e R981 para diferentes ângulos ( $\theta_H$ ) entre o eixo fácil da amostra e o campo magnético externo aplicado. ....	161
Figura 7.22 – Comparação esquemática entre as medidas de magnetização (a) e ( $R \times H$ ) (b). ....	162
Figura 7.23 – Comparação dos valores dos parâmetros ( $H_{EB}$ e $H_K$ ) obtidos a partir dos ajustes das curvas de magnetização, ( $R \times \theta_H$ ) e ( $R \times H$ ). ....	163
Figura 7.24 – Ilustração esquemática da forma geométrica das amostras. ....	164
Figura 7.25 – Resistividade para as amostras de bicamadas (a) e de multicamadas (b). ....	164
Figura 7.26 – Evolução das componentes $K_\theta$ ( $\text{sen } \theta$ ) e $K_{2\theta}$ ( $\text{sen } 2\theta$ ), em função do campo magnético aplicado para as amostras R978 e R981. ....	165
Figura 7.27 – Medidas de torque em função do ângulo do campo magnético externo aplicado para as amostras R978 e R981. ....	166
Figura 7.28 – Ajustes realizados sobre as medidas de torque médio da amostra R981, utilizando a expressão de torque com dois termos de energia. ....	167
Figura 7.29 – Evolução da energia (a) e da HR (b) para as amostras de multicamadas. ....	168
Figura 7.30 – Medidas de torque em função do ângulo do campo magnético externo aplicado para a amostra 1637A. ....	169
Figura 7.31 – Evolução das componentes $K_\theta$ ( $\text{sen } \theta$ ) e $K_{2\theta}$ ( $\text{sen } 2\theta$ ), em função do campo magnético aplicado para as amostras 1637A e 1637B. ....	170
Figura 7.32 – Ajustes realizados sobre as medidas de torque médio da amostra 1637A, utilizando a expressão de torque com dois termos harmônicos. ....	171
Figura 7.33 – Em (a) são apresentadas as fases das componentes ( $K_{2\theta}$ e $K_\theta$ ) e em (b) a mudança que ocorre quando a diferença de fase é desconsiderada nos ajustes. ....	172
Figura 7.34 – Evolução da energia e da HR com o campo magnético externo aplicado para as amostras de bicamadas 1637A (500 Å) e 1637B (600 Å). ....	173
Figura 7.35 – Evolução da energia e da HR com o campo magnético externo aplicado para a amostra de bicamada 1637C (700 Å). ....	174

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

<b>AFM</b>	Antiferromagnético/Antiferromagneto
<b>AGFM</b>	<i>Alternating Gradient Force Magnetometer</i> (Magnetômetro de Gradiente de Força Alternada)
<b>EB</b>	<i>Exchange Bias</i>
<b>FM</b>	Ferromagnético/Ferromagneto
<b>FMR</b>	<i>Ferromagnetic Resonance</i> (Ressonância Ferromagnética)
<b>H</b>	Campo Magnético Externo
<b>H<sub>an</sub></b>	Campo de Anisotropia Uniaxial
<b>H<sub>un</sub></b>	Campo de Anisotropia Unidirecional
<b>H<sub>C</sub></b>	Campo Coercivo
<b>H<sub>EB</sub></b>	Campo de <i>Exchange Bias</i>
<b>H<sub>K</sub></b>	Campo de Anisotropia
<b>H<sub>S</sub></b>	Campo de Saturação
<b>HR</b>	Histerese Rotacional
<b>K<sub>an</sub></b>	Constante de Anisotropia Uniaxial
<b>K<sub>un</sub></b>	Constante de Anisotropia Unidirecional
<b>M</b>	Magnetização
<b>M<sub>S</sub></b>	Magnetização de Saturação
<b>t<sub>AFM</sub></b>	Espessura da Camada Antiferromagnética
<b>t<sub>FM</sub></b>	Espessura da Camada Ferromagnética
<b>T<sub>B</sub></b>	Temperatura de Bloqueio
<b>T<sub>C</sub></b>	Temperatura de Curie
<b>T<sub>N</sub></b>	Temperatura de Néel
<b>XRD</b>	<i>X-ray Diffraction</i> (Difração de Raios-X)



## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO</b> .....	18
<b>1.1 Motivação e Objetivos</b> .....	19
<b>2 REVISÃO TEÓRICA SOBRE MAGNETISMO</b> .....	21
<b>2.1 Propriedades Magnéticas da Matéria</b> .....	21
<b>2.2 Ferromagnetismo e Antiferromagnetismo</b> .....	21
2.2.1 Interação de Troca .....	25
2.2.2 Interação de Troca Direta .....	28
2.2.3 Interação de Troca Indireta .....	28
<b>2.3 Estrutura de Domínios Magnéticos</b> .....	29
2.3.1 Paredes de domínios .....	31
<b>2.4 Curvas de Magnetização e Histerese Magnética</b> .....	32
2.4.1 Materiais Magnéticos Macios e Duros .....	34
<b>2.5 Anisotropias Magnéticas</b> .....	35
2.5.1 Origem da Anisotropia Magnética em Filmes Finos .....	37
2.5.2 Anisotropia Magnetocristalina .....	38
2.5.3 Anisotropia Magnetostática .....	41
2.5.4 Anisotropia de Troca .....	45
<b>2.6 Energia Livre Magnética</b> .....	45
<b>3 EXCHANGE BIAS - NOVA ANISOTROPIA MAGNÉTICA</b> .....	47
<b>3.1 Breve Histórico</b> .....	47
<b>3.2 Modelo Intuitivo</b> .....	51
<b>3.3 Características do Exchange Bias</b> .....	54
3.3.1 Dependência com a Temperatura .....	55
3.3.2 Dependência do $H_{EB}$ e $H_C$ com a Espessura da Camada FM .....	56
3.3.3 Dependência do $H_{EB}$ e $H_C$ com a Espessura da Camada AFM .....	57
3.3.4 Dependência do $H_{EB}$ e $H_C$ com a Espessura da Camada Buffer .....	59
3.3.5 Rugosidade Interfacial .....	60
3.3.6 Cristalinidade .....	61
3.3.7 Tamanho do Grão .....	62
3.3.8 Efeito de Treinamento .....	63
<b>3.4 Modelos para Descrição do Exchange Bias</b> .....	65
3.4.1 Configuração dos Spins Interfaciais .....	65
3.4.2 Principais Modelos em Exchange Bias .....	68
<b>4 MAGNETORRESISTÊNCIA</b> .....	77
<b>4.1 NMR - Magnetorresistência Normal</b> .....	77
<b>4.2 AMR - Magnetorresistência Anisotrópica</b> .....	79
<b>4.3 Resistividade Elétrica</b> .....	82
<b>5 ESTUDO DO EB VIA MAGNETOMETRIA DE TORQUE</b> .....	85
<b>5.1 HR - Histerese Rotacional</b> .....	87
<b>6 TÉCNICAS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS</b> .....	94
<b>6.1 Amostras Produzidas</b> .....	94
<b>6.2 Magnetron Sputtering</b> .....	96
<b>6.3 Caracterização Estrutural: Difração de Raios-X (XRD)</b> .....	98
6.3.1 Equação de Scherrer .....	103
<b>6.4 Caracterização Magnética: Magnetização</b> .....	105

<b>6.5 Caracterização Elétrica: Magnetorresistência</b> .....	108
<b>6.6 Magnetometria de Torque</b> .....	115
<b>6.7 Descrição do Modelo Utilizado nos Ajustes das Curvas</b> .....	128
<b>7 RESULTADOS E DISCUSSÃO</b> .....	135
<b>7.1 Medidas de Difração de Raios-X</b> .....	135
<b>7.2 Magnetização</b> .....	138
<b>7.3 AMR</b> .....	143
7.3.1 AMR - $R \times \theta_H$ .....	143
7.3.2 AMR - $R \times H$ .....	154
<b>7.4 Medidas de Torque</b> .....	163
7.4.1 Multicamadas .....	164
7.4.2 Bicamadas .....	167
<b>8 CONCLUSÃO E PERSPECTIVAS</b> .....	174
<b>8.1 Sugestão de Trabalho Futuro</b> .....	176
<b>REFERÊNCIAS</b> .....	178

# 1 INTRODUÇÃO

O fenômeno de *Exchange Bias* (EB) foi descoberto em 1956 por *Meiklejohn e Bean* [1, 2], sendo consequência de um acoplamento de troca interfacial entre um material ferromagnético (FM) e um material antiferromagnético (AFM), o qual dá origem a uma anisotropia unidirecional. As principais manifestações observadas do fenômeno são: o deslocamento em campo magnético da curva de magnetização, o aumento do campo coercivo quando comparado com o material FM desacoplado e a existência de uma histerese rotacional (HR) em medidas de torque, a qual ocorre mesmo quando o campo magnético aplicado é maior que o campo de anisotropia da amostra.

Esse fenômeno tem sido muito investigado na área do magnetismo devido aos desafios científicos que apresenta, tendo importantes aplicações tecnológicas. Dentre as principais, encontram-se sensores de campo magnético e dispositivos baseados em magnetorresistência gigante (GMR), tais como cabeçotes de leitura e gravação magnética, bem como memórias magnéticas de acesso aleatório (MRAM) [3].

Ao longo desses quase 60 anos, o EB foi explorado por várias técnicas, muitos conjuntos de amostras foram produzidos e muitos modelos foram propostos para tentar explicar seus mecanismos, no entanto, não existe uma teoria definitiva que possa levar em conta todos os efeitos observados em um sistema real. Portanto, o tema é de fundamental importância, tanto do ponto de vista da física básica quanto de aplicações tecnológicas.

São muitos os parâmetros que influenciam na sua ocorrência e magnitude tais como, configuração de *spins* interfaciais, espessura das camadas FM e AFM, rugosidade nas interfaces, temperatura, entre outros [3, 4]. Portanto, construir um modelo que descreva a contribuição de todos estes parâmetros, sob diferentes aspectos, é uma tarefa árdua.

Atualmente, a maioria dos modelos considera a interface entre os materiais FM e AFM como sendo composta por grãos, classificados em dois tipos: estáveis e instáveis [5]. Cada grão interfacial é considerado como um monodomínio, mas com possíveis diferentes comportamentos durante o processo de reversão da magnetização. Os grãos estáveis permanecem alinhados no sentido do acoplamento de troca interfacial, mesmo quando a magnetização da camada FM é revertida. Tais grãos dão origem à anisotropia unidirecional e ao desvio nas curvas de magnetização. Já os grãos instáveis, rotacionam irreversivelmente durante o processo de inversão da magnetização, dando origem à HR e um aumento do campo coercivo.

## 1.1 Motivação e Objetivos

Motivado pelo interesse de uma compreensão mais aprofundada do fenômeno de *Exchange Bias*, foi realizado um estudo em uma linha de pesquisa já iniciada no Laboratório de Magnetismo e Materiais Magnéticos (LMMM) [6, 7]. Foram produzidos dois conjuntos de amostras com o objetivo de verificar o comportamento magnético dessas através das técnicas de magnetorresistência anisotrópica (AMR) e magnetometria de torque. Além disso, pretendemos responder algumas questões mais específicas, tais como:

1. O modelo utilizado, considerando quatro termos de energia, é adequado para à obtenção dos parâmetros relacionados as amostras?
2. Como  $H_{EB}$ ,  $H_K$ , a variação da resistência ( $\Delta R$ ) e a resistividade são afetados devido:
  - a) à diferença de espessura da camada FM;
  - b) ao empilhamento das camadas FM e AFM;
3. O magnetômetro de torque utilizado tem sensibilidade suficiente para medir HR?
4. Qual é a dependência da HR e das constantes de anisotropias com o valor do campo magnético externo?

No presente trabalho é apresentado um estudo do comportamento magnético de amostras de bicamadas (NiFe/FeMn) e multicamadas (NiFe/IrMn) que apresentam o fenômeno de *Exchange Bias*. Ambos os conjuntos foram produzidos via *magnetron sputtering*, tendo sido caracterizadas estruturalmente (difração de raios-X), magneticamente (magnetização e medidas de torque magnético) e eletricamente (via medidas de magnetorresistência anisotrópica). As medidas experimentais de magnetização e AMR foram ajustadas utilizando um modelo simples de minimização da energia e rotação coerente da magnetização, enquanto as medidas de torque foram ajustadas utilizando uma equação que leva em conta dois termos harmônicos. Ambos os ajustes apresentaram uma boa concordância com os dados experimentais, permitindo obter algumas conclusões a respeito do comportamento das amostras.

Quanto a organização deste trabalho, no capítulo dois é realizada uma breve revisão sobre magnetismo, expondo conceitos básicos sobre ferromagnetismo e antiferromagnetismo,

interação de troca, estrutura de domínios, curva de magnetização e anisotropias magnéticas. No capítulo três é dada ênfase ao fenômeno de *Exchange Bias*, suas principais características e dependências, bem como os principais modelos propostos para a sua descrição e compreensão. O capítulo quatro é voltado a revisão da magnetorresistência anisotrópica e da resistividade elétrica. No capítulo cinco é apresentado um estudo do EB via magnetometria de torque, dando ênfase à histerese rotacional. No capítulo seis são apresentadas as técnicas e procedimentos experimentais realizados neste trabalho, bem como o modelo que foi utilizado no ajuste das curvas experimentais. No capítulo sete são apresentados e discutidos os resultados experimentais e no capítulo oito são apresentadas as conclusões e perspectivas para continuação do trabalho.



## 2 REVISÃO TEÓRICA SOBRE MAGNETISMO

Para auxiliar no nosso estudo sobre *Exchange Bias*, vamos fazer uma revisão teórica sobre os principais conceitos físicos envolvidos nessa dissertação.

### 2.1 Propriedades Magnéticas da Matéria

As propriedades magnéticas dos materiais podem ser compreendidas pelo que ocorre com seus átomos e elétrons. Como não existem monopolos magnéticos, isto é, partículas às quais se possa associar apenas um pólo magnético, a estrutura com efeitos magnéticos mais simples é uma partícula com um momento (de dipolo) magnético, ou seja, uma partícula que se comporta como um pequeno imã [8]. Assim, o elétron, tem um momento magnético intrínseco associado ao seu *spin*. Por outro lado, como uma espira com uma corrente elétrica (convencional) tem um momento magnético com direção perpendicular ao plano da espira e sentido dado pela regra da mão direita, por analogia, um elétron numa órbita atômica tem um momento magnético orbital perpendicular ao plano da órbita mas com sentido contrário aquele dado pela regra da mão direita [9]. De modo que o momento magnético total de uma amostra de um dado material por unidade de volume é o que se chama de magnetização desse material. Esses materiais podem ser classificados em vários grupos conforme seus comportamentos quando em presença de um campo magnético externo. Aqui serão discutidos três grupos básicos, os materiais ferromagnéticos (FM), antiferromagnéticos (AFM) e os paramagnéticos [10].

### 2.2 Ferromagnetismo e Antiferromagnetismo

A manifestação mais marcante do magnetismo em sólidos é a magnetização espontânea de determinados materiais em temperatura ambiente. Estes são denominados ferromagnéticos (FM) e apresentam momento magnético resultante mesmo na ausência de campo magnético externo. Quando na presença de um campo magnético, sua magnetização pode aumentar, atingindo um valor máximo, conhecido como magnetização de saturação ( $M_S$ ). Como pode ser visto na figura 2.1, para diferentes materiais a magnetização de saturação possui uma dependência com a temperatura. Conforme a temperatura aumenta, a  $M_S$  diminui, atingindo um valor nulo para uma determinada temperatura crítica, conhecida como temperatura de *Curie* ( $T_C$ ), a qual é uma propriedade intrínseca de cada material. Acima da  $T_C$  o material deixa de apresentar

ordem ferromagnética e comporta-se como um material paramagnético [10].

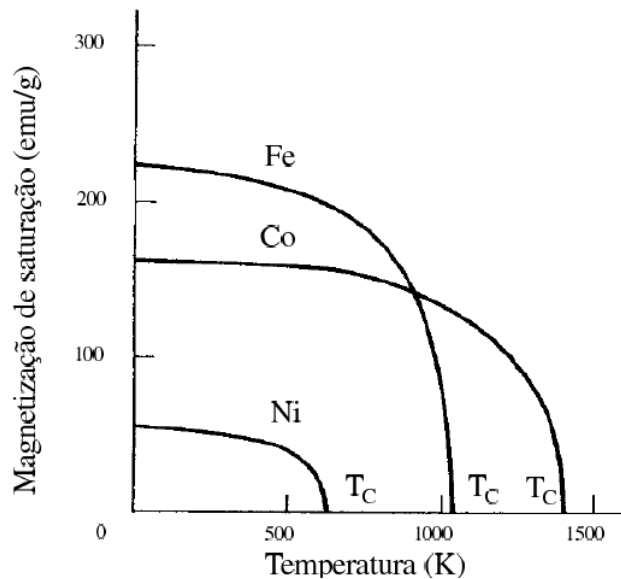


Figura 2.1 – Magnetização de saturação em função da temperatura para Fe, Co e o Ni [10].

Na figura 2.2 está ilustrado o comportamento dos momentos magnéticos quando a temperatura  $T < T_C$  (momentos ordenados) ou  $T > T_C$  (momentos aleatórios).

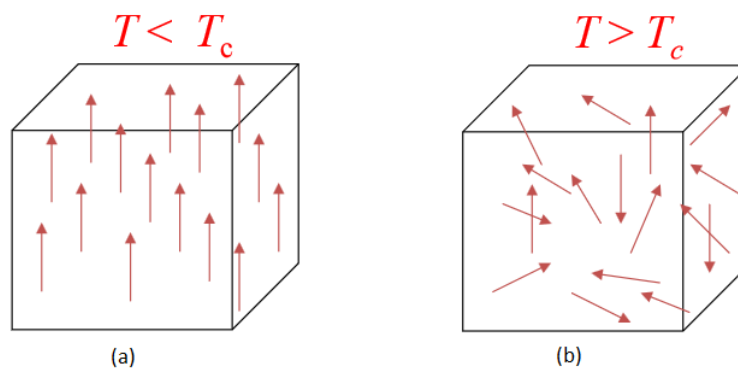


Figura 2.2 – Representação ilustrativa de um material no estado ferromagnético (a) e no estado paramagnético (b).

Um material paramagnético, na ausência de um campo magnético aplicado, apresenta seus momentos magnéticos apontando em direções aleatórias, como ilustrado na figura 2.2 (b), de modo que não se observa magnetização resultante. Mediante a aplicação de um campo magnético, existe uma tendência de os mesmos se alinharem em direção ao campo magnético aplicado, apresentando assim uma magnetização resultante diferente de zero. No entanto, a agitação térmica se opõe a este alinhamento, mantendo os momentos magnéticos aleatoriamente orientados. Em 1895, *Pierre Curie* descobriu experimentalmente a relação entre a magnetização



de um material, o campo externo e a temperatura:

$$\chi = \frac{C}{T} = \frac{\partial M}{\partial H} \quad (2.1)$$

Como resultado, materiais paramagnéticos apresentam uma pequena susceptibilidade ( $\chi$ ) magnética positiva, que diminui com o aumento da temperatura. Na equação 2.1,  $\chi$  representa a resposta magnética do material a um campo aplicado, esta propriedade é importante pois descreve o comportamento magnético dos materiais [11].

Com relação ao ferromagnetismo, nenhum progresso real na compreensão do mesmo tinha sido realizado até 1906, quando a primeira grande teoria moderna do ferromagnetismo foi proposta por *Pierre Weiss*, e que permanece útil até hoje. *Weiss* lançou a hipótese do campo molecular, a qual prevê que um material FM é formado por inúmeros momentos magnéticos, provenientes dos átomos que o compõem e que interagem entre si [12]. Essa interação foi assumida por *Weiss* como um campo magnético efetivo, proporcional à magnetização do material FM.

$$\mathbf{H}_m = \gamma \mathbf{M} \quad (2.2)$$

onde  $\gamma$  é o coeficiente do campo molecular, sendo adimensional e característico de cada material.

Este campo molecular  $\mathbf{H}_m$  tende a alinhar os momentos magnéticos em uma determinada direção. Se este for capaz de vencer a agitação térmica das partículas, que tende a desorientá-las, o material apresentará uma magnetização. Assim, o material ferromagnético fica magneticamente ordenado.

*Weiss*, intrigado com o comportamento dos materiais ferromagnéticos, lançou uma segunda hipótese afim de tentar explicar por que era muito fácil encontrar um pedaço de ferro, que apresenta ordem ferromagnética, em um estado desmagnetizado. *Weiss* respondeu esta pergunta fazendo uma suposição de que materiais ferromagnéticos em um estado desmagnetizado estavam divididos em diversas regiões chamadas domínios, de modo que cada domínio tinha sua própria magnetização. Com isso, o campo molecular alinharia os momentos magnéticos dentro de cada domínio, mas não implicaria que os domínios vizinhos tivessem a mesma orientação da magnetização, ou seja, paralela, de modo que os domínios poderiam ter diferentes magnetizações em orientações aleatórias, mas com uma magnetização total nula [10].

Um material que esteja em um estado de multi-domínios, quando sob a ação de campo magnético externo, modifica este estado até que a magnetização total esteja apontando na di-

reção do campo magnético, com isso podemos tratar o material como um monodomínio. Este processo pode ser visto na figura 2.3.

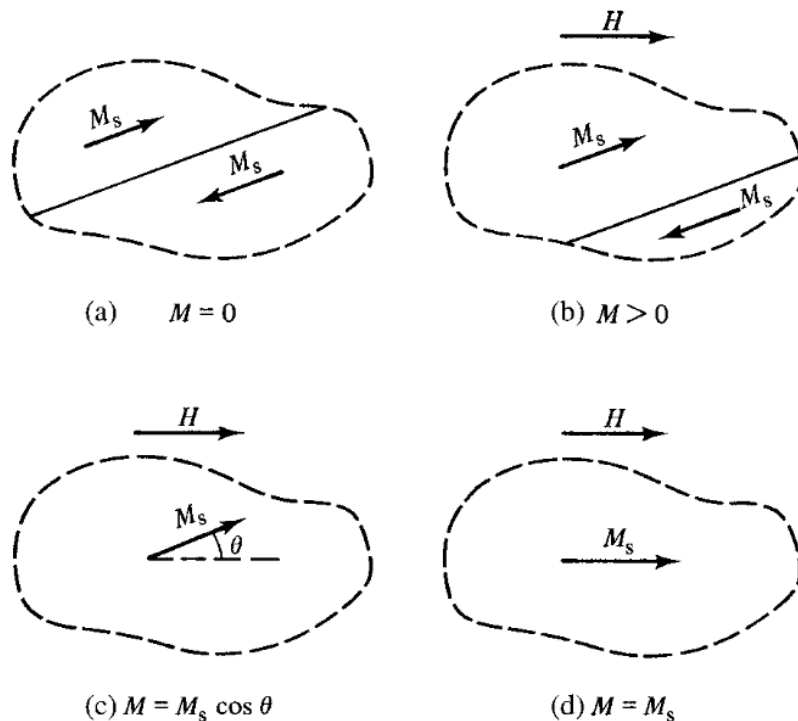


Figura 2.3 – Processo de magnetização de um material ferromagnético [10].

Na figura 2.3 (a) a linha pontilhada encerra uma porção do material FM, a qual apresenta dois domínios com mesma magnetização de saturação e magnetização líquida total nula. A fronteira que separa os dois domínios é chamada parede de domínios. Os dois domínios estão espontaneamente magnetizados em direções opostas, de modo que a magnetização líquida dessa porção é nula. Na figura 2.3 (b) um campo magnético  $\mathbf{H}$  é aplicado, provocando um aumento do domínio de cima através de um movimento da parede de domínio. Em (c) a parede de domínio se moveu toda para a direita de modo que temos um monodomínio. Finalmente quando o campo externo for alto o suficiente, este rotaciona a magnetização, de modo que a mesma se alinhe ao campo magnético e então o material é saturado, figura 2.3 (d).

Quanto aos materiais antiferromagnéticos, estes tem uma pequena susceptibilidade positiva em todas as temperaturas, no entanto percebeu-se que a susceptibilidade variava de um modo um pouco peculiar com a temperatura, como ilustrado na figura 2.4. Essa foi a primeira evidência da ordem antiferromagnética, sendo que a primeira vista pensou-se tratar de um paramagneto anômalo, no entanto, um estudo mais minucioso mostrou que sua estrutura magnética era muito diferente que merecia uma classificação diferente.

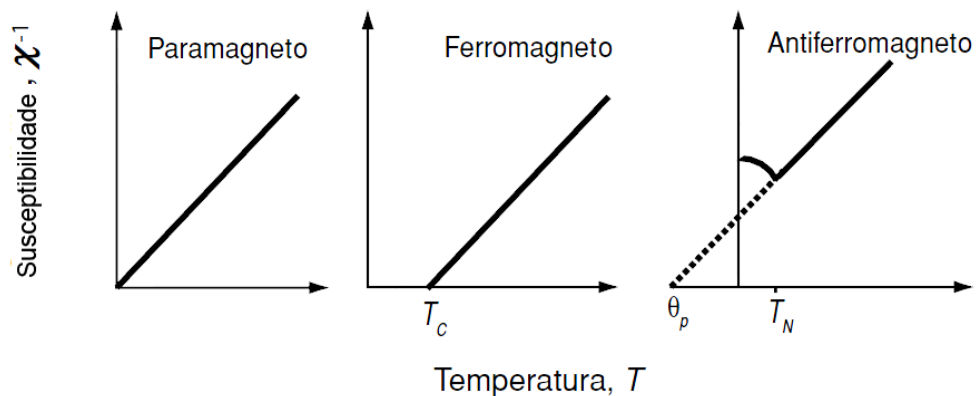


Figura 2.4 – Comparação do inverso da susceptibilidade em função da temperatura de um paramagneto, um ferromagneto e um antiferromagneto [12].

A teoria do antiferromagnetismo foi principalmente desenvolvida por *Néel* a partir de 1932, quando ele aplicou a teoria de campo molecular de *Weiss* para tentar solucionar este problema. Assim como no caso de um material FM, um material AFM também apresenta uma temperatura crítica,  $T_N$ , acima da qual se comporta como um paramagneto, esta é chamada temperatura de *Néel*.

Podemos tratar um material AFM utilizando a teoria do campo molecular de *Weiss* assumindo que existem dois campos moleculares, cada um agindo em uma sub-rede. A concordância entre modelo e medidas de susceptibilidade é muito boa e fornece evidências indiretas sobre a ordem AFM. O primeiro material a ser reconhecido como antiferromagnético foi o MnO, em 1938, porém a primeira evidência direta de que realmente era um AFM foi fornecida por *Shull* e *Smart* em 1949. Com sucesso eles mostraram por difração de nêutrons que os *spins* do MnO eram divididos em dois grupos, um antiparalelo ao outro [13, 14].

### 2.2.1 Interação de Troca

Quanto à origem física do campo molecular, esta só foi compreendida em 1928 por *Heisenberg*, através da mecânica quântica. Tratava-se de uma interação quântica especial, chamada interação de troca (*exchange forces*), a qual é consequência da interação coulombiana e do princípio de exclusão de *Pauli* [15].

Consideramos um caso simples como a união de dois átomos para formar a molécula de hidrogênio. Cada um desses átomos é constituído por um único elétron movendo-se em torno de um núcleo positivo composto por um próton. Para cada par de átomos separados por uma certa distância, existem forças atrativas e repulsivas determinadas pela lei de *Coulumb*. Mas

existe também uma outra força, inteiramente não clássica, que depende da orientação relativa dos *spins*, chamada interação de troca. O termo "troca" vem do fato de que os elétrons são indistinguíveis e a possibilidade de que os dois elétrons troquem de lugar deve ser considerada.

*Heisenberg* demonstrou que esta interação desempenhava um papel importante no ferromagnetismo. De modo que se dois átomos *i* e *j* tivessem momentos angulares de *spin*  $S_i h/2\pi$  e  $S_j h/2\pi$ , respectivamente, como ilustrado na figura 2.5, então a energia de troca entre eles seria dada por:

$$E_{EX} = -2J_{EX}\mathbf{S}_i \cdot \mathbf{S}_j = -2J_{EX}S_iS_j\cos\phi \quad (2.3)$$

onde  $S_i$  e  $S_j$  representam os momentos de *spin* dos dois átomos (*i* e *j*),  $J_{EX}$  é uma integral particular, chamada *integral de troca* e  $\phi$  é o ângulo entre as orientações de *spins*.

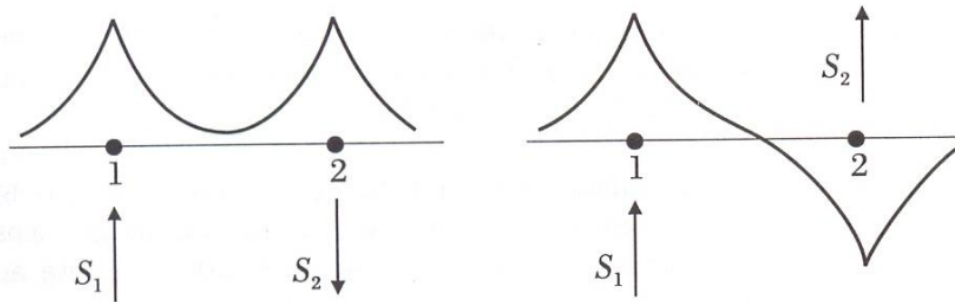


Figura 2.5 – Origem da interação de troca. As direções dos *spins* dependem da função de onda dos elétrons dos íons vizinhos [16].

Podemos determinar a ordem de um material magnético analisando o sinal de  $J_{EX}$ . Se  $J_{EX} > 0$ , a energia de troca é mínima quando os *spins* são paralelos ( $\cos\phi = 1$ ) e é máxima se os *spins* são antiparalelos ( $\cos\phi = -1$ ). Como já havíamos dito anteriormente, o ferromagnetismo é devido ao alinhamento dos momentos magnéticos dos átomos adjacentes, logo um valor positivo da integral de troca é uma condição necessária para se ter uma ordem ferromagnética (FM), como na figura 2.6 (a).

Agora se  $J_{EX} < 0$ , o estado de menor energia resulta em *spins* antiparalelos, ou seja, o material pode apresentar uma ordem antiferromagnética (AFM) ou ferrimagnética, como na figura 2.6 (c). Se considerarmos momentos magnéticos idênticos, divididos em duas sub-redes com orientação antiparalela uma em relação a outra teremos um AFM, como ilustrado na figura 2.6 (b).

Esta integral de troca depende da distância entre os átomos e suas distribuições eletrônicas, como a interação coulombiana diminui com a distância,  $J_{EX}$  tende a zero à medida

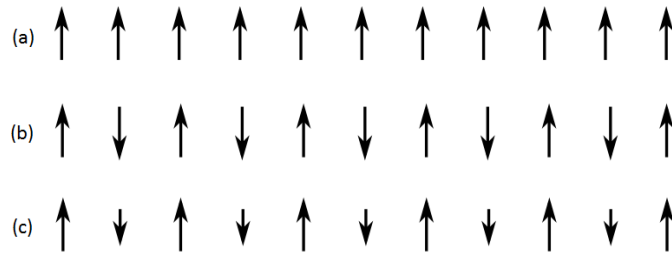


Figura 2.6 – Representação ilustrativa da ordem ferromagnética (a), antiferromagnética (b) e ferrimagnética (c).

que os átomos se afastam, isto pode ser visualizado na figura 2.7, conhecida como curva de *Bethe-Slater*.

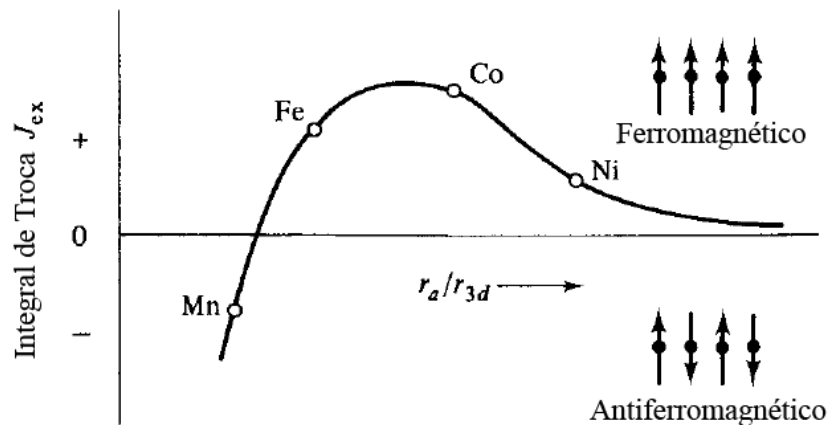


Figura 2.7 – Representação esquemática da curva de *Bethe-Slater* [10].

A curva de *Bethe-Slater* mostra a variação da integral de troca em função da razão  $r_a/r_{3d}$ , onde  $r_a$  é o raio atômico e  $r_{3d}$  é o raio da camada eletrônica  $3d$ . Nota-se que existe um valor mínimo de  $r_a/r_{3d}$  a partir do qual a integral é positiva. Isto explica por que o Mn mesmo tendo momento magnético alto, não é ferromagnético, pois a razão  $r_a/r_{3d}$  é muito pequena e a integral  $J_{EX}$  é negativa.

Quando  $J_{EX}$  é positivo, sua magnitude é proporcional a  $T_C$ , isso por que os *spins* se mantêm paralelos uns em relação aos outros devido a forte interação de troca, podendo ser desordenados apenas por uma quantidade muito grande de energia térmica. As posições do Fe, Co e Ni na curva estão de acordo com a  $T_C$  de cada material, como mostra a tabela 2.1.

Podemos visualizar na figura 2.7 que os materiais ferromagnéticos (FM) possuem momentos magnéticos vizinhos que se alinham na mesma direção e sentido, enquanto nos materiais antiferromagnéticos (AFM) o alinhamento ocorre na mesma direção, porém em sentidos opostos. Dependendo da distância entre os momentos magnéticos podemos ter dois casos: interação

Tabela 2.1 – Temperatura correspondente aos materiais magnéticos apresentados na curva de *Bethe-Slater* [17].

<b>Materiais</b>	<b>Temperatura de transição</b>	<b>Ordem</b>
Cobalto	$T_C = 1661 \text{ }^\circ\text{C}$	Ferromagnético
Ferro	$T_C = 1316 \text{ }^\circ\text{C}$	Ferromagnético
Níquel	$T_C = 900 \text{ }^\circ\text{C}$	Ferromagnético
Manganês	$T_N = -173 \text{ }^\circ\text{C}$	Antiferromagnético

de troca direta ou indireta [15].

### 2.2.2 Interação de Troca Direta

Se os elétrons em átomos vizinhos interagem através de uma interação de troca, ela é conhecida como interação de troca direta. Isso porque a interação de troca ocorre diretamente sem a necessidade de um intermediário. Embora este pareça ser o caminho mais óbvio para a interação de troca, a realidade em situações físicas raramente é tão simples.

Muitas vezes, a interação de troca direta pode não ser o mecanismo importante no controle das propriedades magnéticas, devido a uma sobreposição direta insuficiente entre orbitais magnéticos vizinhos. Por exemplo, em terras raras os elétrons  $4f$  são fortemente localizados e se encontram muito perto do núcleo, com pouca densidade de probabilidade que se estende significativamente por cerca de mais de um décimo do espaçamento interatômico.

Isto significa que a interação de troca direta é improvável que seja eficaz em terras raras. Mesmo em metais de transição, tais como Fe, Co e Ni, onde os orbitais  $3d$  se estendem ainda mais a partir do núcleo, é extremamente difícil justificar por interação de troca direta as propriedades magnéticas observadas. Nestes materiais o papel dos elétrons de condução não deve ser negligenciado, e uma descrição correta deve levar em conta tanto o caráter localizado, quanto das bandas dos elétrons.

Assim, em muitos materiais magnéticos é necessário considerar algum tipo de interação de troca indireta [11].

### 2.2.3 Interação de Troca Indireta

As diferentes classes de interação de troca indireta significativamente dependem do tipo de material magnético em estudo.

### ⇒ **Interação de Supertroca**

Este tipo de interação de troca indireta ocorre em sólidos iônicos. De modo que a interação de troca entre íons magnéticos não vizinhos é mediada por meio de um íon não magnético, o qual está localizado entre eles. Nesses casos a distância entre os íons magnéticos é muito grande para que uma interação de troca direta seja predominante. Um exemplo desse tipo de interação ocorre em um sólido iônico antiferromagnético como é o caso do MnO [15].

### ⇒ **Interação de Troca RKKY**

Esta interação ocorre em metais com momentos magnéticos localizados e a interação é mediada pelos elétrons de valência, portanto não é uma interação de troca direta. Esta interação é de longo alcance, possuindo uma dependência oscilatória com a distância entre os momentos magnéticos. Assim, dependendo da separação entre os momentos podemos ter um ferromagneto ou um antiferromagneto. Um exemplo é representado pelos terras raras com seus elétrons  $4f$  localizados. O nome RKKY é usado devido ao artigo inicial com o sobrenome dos descobridores do efeito (Ruderman, Kittel, Kasuya e Yosida) [11, 15].

### ⇒ **Interação de Dupla Troca**

Em muitos óxidos os íons magnéticos podem exibir uma mistura de valências, isto é, podem ocorrer diferentes estados de oxidação resultando num arranjo ferromagnético. Um exemplo é dado pela magnetita ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) a qual inclui íons  $\text{Fe}^{+2}$ , bem como íons  $\text{Fe}^{+3}$  [15].

## **2.3 Estrutura de Domínios Magnéticos**

Um material ferromagnético, na ausência de um campo magnético externo, encontra-se em um estado de mínima energia, de modo que sua magnetização resultante, em geral é muito menor que a magnetização espontânea. Isto se deve à formação dos domínios magnéticos. Esses domínios, como já abordado anteriormente, são regiões do material FM na qual os momentos magnéticos estão paralelamente alinhados dentro de cada domínio, possuindo uma magnetização líquida  $\mathbf{M}$ , de modo que a magnetização total é nula, como ilustrado na figura 2.8.

Com relação ao tamanho e a forma dos domínios magnéticos, estes são determinados pela minimização da energia livre magnética do material FM. De modo que para reduzir esta energia do material, surgem os domínios magnéticos como está ilustrado na figura 2.9.



Figura 2.8 – Representação ilustrativa do estado de domínios magnéticos de um material FM desmagnetizado [15].

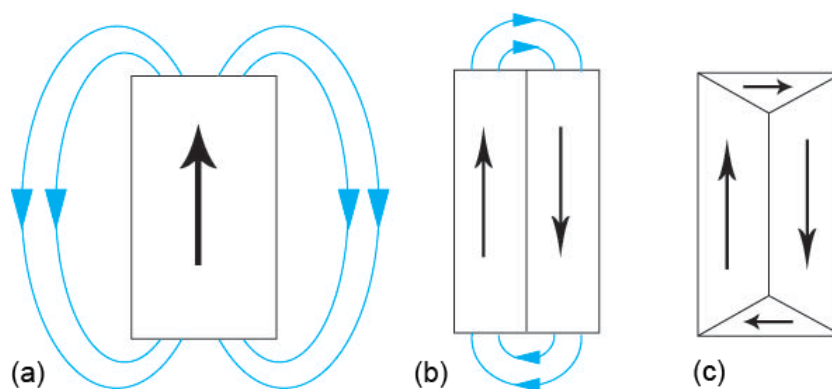


Figura 2.9 – Diferentes configurações dos domínios magnéticos de um material FM. As setas indicam a orientação da magnetização em cada domínio (adaptada de [10]).

Um material uniformemente magnetizado, na forma de um monodomínio, como ilustrado na figura 2.9 (a), tem uma grande energia magnetostática associada a ele. A mesma desempenha um papel muito importante na formação de domínios. Esta é resultado de pólos magnéticos livres na superfície do material, gerando linhas de fluxo magnético fora do material (linhas em azul) e um campo desmagnetizante que se opõem à magnetização, de modo que o material dividi-se em dois domínios, com magnetizações em sentidos opostos, afim de reduzir a energia magnetostática, como ilustrado na figura 2.9 (b). Com isso o campo desmagnetizante será menor, bem como o fluxo magnético fora do material (linhas em azul) e a energia será reduzida aproximadamente à metade do valor em (a). Na ilustração da figura 2.9 (c) temos um caso em que o material se divide em quatro domínios, reduzindo ainda mais a energia magnetostática do material, com as linhas de campo se fechando internamente. Mas esta divisão em domínios cada vez menores não continua indefinidamente, por que cada novo domínio formado, cria um custo energético para o material formar a parede, de modo que um número de domínios de equilíbrio é alcançado [10].



### 2.3.1 Paredes de domínios

Como ilustrado na figura 2.9, entre dois domínios adjacentes existe uma região de transição, chamada de parede de domínios, na qual a magnetização afasta-se da orientação da magnetização de um dos domínios e gradativamente aproxima-se da orientação da magnetização do outro domínio adjacente, como ilustrado na figura 2.10.

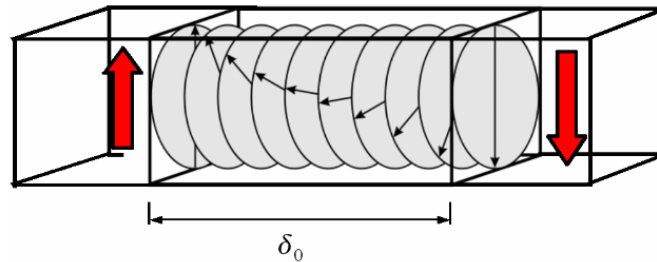


Figura 2.10 – Rotação das paredes de domínios [18].

onde  $\delta_0$  corresponde a largura da parede.

As paredes podem ser classificadas ainda quanto ao ângulo entre os vetores  $\mathbf{M}_S$  dos domínios adjacentes, podendo estes serem de  $180^\circ$  ou  $90^\circ$ , como ilustrado na figura 2.11.

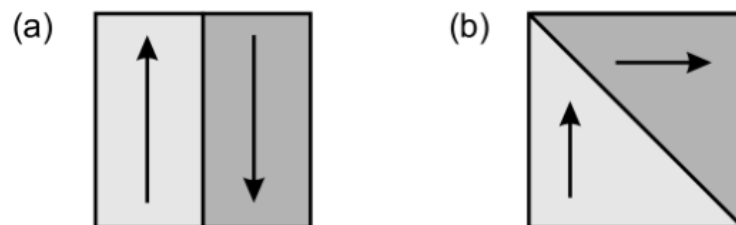


Figura 2.11 – Paredes de domínio de  $180^\circ$  (a) e  $90^\circ$  (b) [15].

Inspecionando as paredes de  $180^\circ$ , estas relevam que podem ser divididas em duas classes, como ilustrado na figura 2.12.

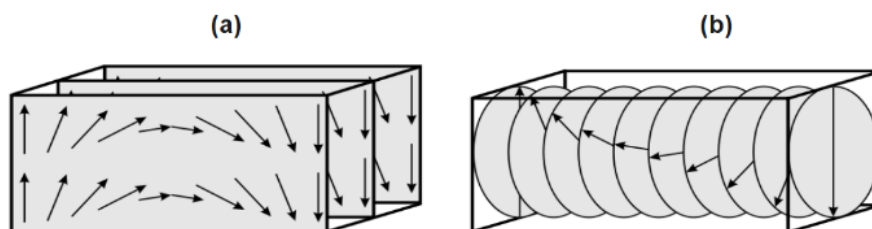


Figura 2.12 – Rotação da magnetização através das paredes de domínios de Néel (a) e Bloch (b) [15].

⇒ Parede de *Néel*: A rotação da magnetização ocorre no plano perpendicular ao plano da parede.

⇒ Parede de *Bloch*: A rotação da magnetização ocorre no plano paralelo ao plano da parede.

Uma parede de domínios resulta da minimização da energia livre magnética, no entanto se uma transição de um domínio magnético para outro acontece de forma abrupta, de  $180^\circ$  por exemplo certamente a energia de troca seria extremamente alta devido aos *spins* adjacentes na parede estarem antiparalelos, apresentando uma configuração antiferromagnética. A primeira análise teórica da estrutura de uma parede de domínio foi proposta por *F. Bloch* em 1932, que mostrou que a energia de troca seria minimizada se a transição fosse feita de uma maneira mais suave, como ilustrado na figura 2.13.

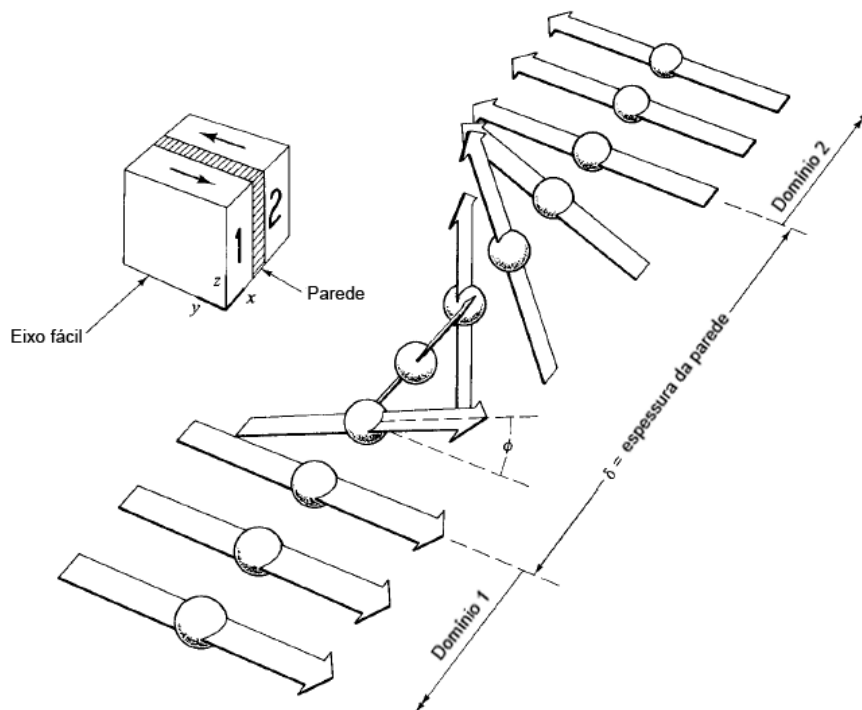


Figura 2.13 – Estrutura de uma parede de domínios girando de  $180^\circ$  [10].

Assim, a parede de domínios seria formada por um número  $N$  de momentos magnéticos mudando sua direção gradualmente, cada um em seu plano e fazendo um ângulo  $\phi$  com o momento adjacente em outro plano, com valor médio de  $\phi$  dado por  $\pi/N$  [10].

## 2.4 Curvas de Magnetização e Histerese Magnética

Uma característica de qualquer material FM é a sua resposta não linear e irreversível de  $\mathbf{M}$  quando submetido a um campo magnético externo ( $\mathbf{H}$ ). A curva de magnetização de

um material FM reflete o comportamento dos domínios magnéticos e estes alteram sua forma e tamanho sob ação de um campo magnético externo, modificando assim a magnetização do material. Esse comportamento pode ser visto através de um gráfico de ( $\mathbf{M}$ ) em função de ( $\mathbf{H}$ ), como ilustrado na figura 2.14 [10].

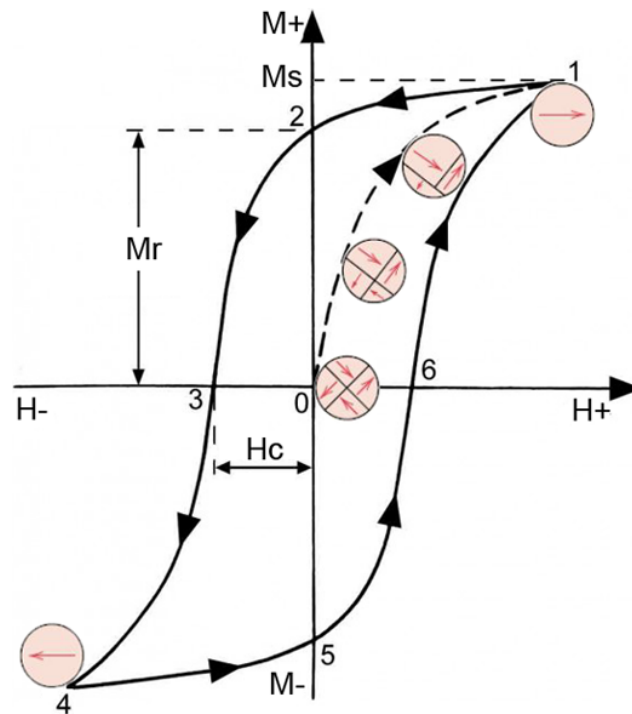


Figura 2.14 – Curva de histerese de um material FM (adaptada de [10]).

Inicialmente o material FM está desmagnetizado, com  $\mathbf{M} = \mathbf{0}$ , na ausência de um campo magnético externo, como ilustrado na figura 2.14 (0). A configuração de domínios encontra-se em um estado de mínima energia livre magnética.

Conforme aumentamos a intensidade do campo magnético externo, no sentido positivo, os domínios magnéticos do material começam a se modificar, de modo que os domínios em orientações favoráveis ao campo externo alteram seu volume ao longo dessa direção através de um movimento das paredes de domínios.

Quando todos os momentos magnéticos encontram-se alinhados com o campo, o material atinge o estado chamado de saturado, figura 2.14 (1). Como todos os momentos estão alinhados podemos tratar o material como um monodomínio, representado por um único vetor magnetização ( $\mathbf{M}_S$ ) na direção de ( $\mathbf{H}$ ).

Quando diminuimos a intensidade do campo magnético externo, era de se esperar que o comportamento fosse o oposto do descrito anteriormente, voltando o material FM a sua configuração de domínios inicialmente na origem, como ilustrado na 2.14 (0). No entanto, observa-se

que quando a curva toca o eixo das ordenadas na ausência do campo magnético externo, a magnetização não é nula, mas apresenta um determinado valor de magnetização, como ilustrado na figura 2.14 (2). Diz-se que nesse ponto o material possui uma magnetização remanescente. Esta reflete a capacidade de um material magnético exibir magnetização espontânea.

Isso se deve ao fato de uma grande quantidade de momentos estarem ainda alinhados na direção do campo magnético externo aplicado anteriormente. Para termos a configuração inicial, temos que inverter o campo magnético no sentido negativo, e aumentarmos a intensidade do mesmo, até que todos os momentos magnéticos se reorientarem, de modo a atingirem o estado desmagnetizado novamente. Nesse ponto da figura 2.14 (3), temos o um valor de campo diferente de zero, a este campo damos o nome de campo coercivo ( $H_C$ ).

Continuando a aumentar negativamente a intensidade do campo magnético aplicado, observamos que o material fica com a magnetização na direção oposta, devido a mudança de sentido do campo externo, como ilustrado na 2.14 (4).

Se depois de saturado o material FM no sentido oposto, aumentarmos novamente a intensidade do campo magnético no sentido positivo, chegaremos a uma nova magnetização de remanência, figura 2.14 (5) e aumentando ainda mais a intensidade do campo, chegaremos ao estado desmagnetizado, figura 2.14 (6). Por fim, aumentando o campo magnético externo até o estado de saturação positiva do material FM, obtemos a curva total apresentada na figura 2.14, denominada curva de magnetização com histerese magnética.

É importante destacar que no processo descrito anteriormente, existem dois mecanismos que atuam para compensar o efeito do campo magnético externo: o movimento das paredes que separam os domínios e a rotação dos momentos. Quando o movimento das paredes é suprimido, ocorre a rotação dos domínios magnéticos que tendem ao alinhamento com o campo magnético externo. Ambos os processos são dissipativos, resultando na curva de histerese magnética. Sendo que a área interna da curva da figura 2.14, representa a energia dissipada para realizar um ciclo de histerese [10, 13, 19, 20].

#### 2.4.1 Materiais Magnéticos Macios e Duros

Os materiais magnéticos podem apresentar comportamentos diferentes com relação a curva de magnetização, sendo classificados em materiais macios ou duros [21], como ilustra a figura 2.15.

Avaliando-se o valor de ( $H_C$ ), podemos distinguir se um material possui comportamento

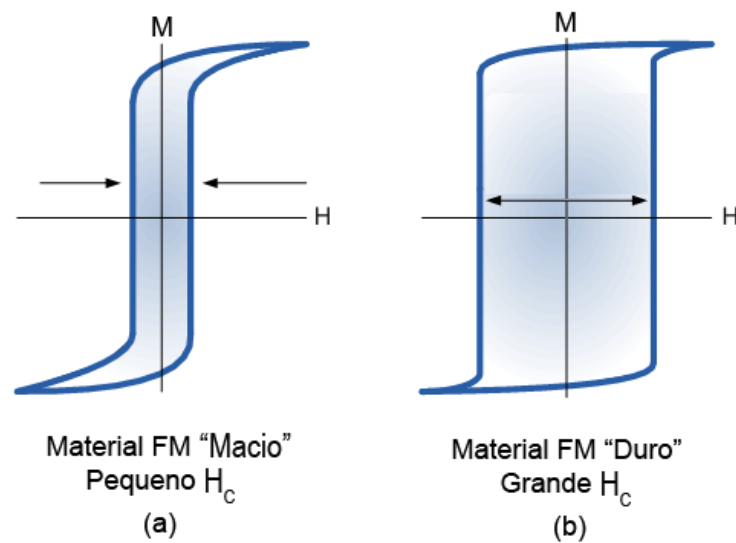


Figura 2.15 – Curva de histerese de um material FM "Macio" (a) e "Duro" (b) (adaptada de [19]).

de um material magnético macio ou comportamento de um material magnético duro.

Tradicionalmente um material com ( $H_C$ ) menor do que 12,5 Oe (1000 A/m) é considerado magneticamente macio, possuindo alta permeabilidade magnética e um ciclo de histerese mais estreito como ilustrado na figura 2.15 (a). Ligas de NiFe são exemplos de materiais magnéticos macios. As amostras estudadas nesse trabalho apresentaram  $H_C$  sempre abaixo de 10 Oe.

Já um material com campo coercivo maior do que 125 Oe (10000 A/m) é considerado magneticamente duro, caso de ímãs permanentes, apresentando um largo ciclo de histerese, como ilustrado na figura 2.15 (b) [21].

## 2.5 Anisotropias Magnéticas

O magnetismo nos materiais depende basicamente de três fatores: da interação dos momentos magnéticos associados aos átomos ou íons vizinhos, da distância entre os íons vizinhos e da simetria da rede cristalina. Assim, as propriedades magnéticas da maioria dos materiais FM são dependentes da direção em que são medidas [22].

Uma propriedade fundamental dos materiais magnéticos é a anisotropia magnética. Se uma propriedade, por exemplo, a susceptibilidade magnética não varia quando a medimos ao longo de três eixos perpendiculares entre si, dizemos que o material é isotrópico em relação a susceptibilidade magnética. Caso contrário, dizemos que o material apresenta uma anisotropia

de susceptibilidade magnética [22, 23].

Esta propriedade pode afetar fortemente as curvas de magnetização, quando estas são medidas em diferentes direções do material FM, como ilustra a figura 2.16.

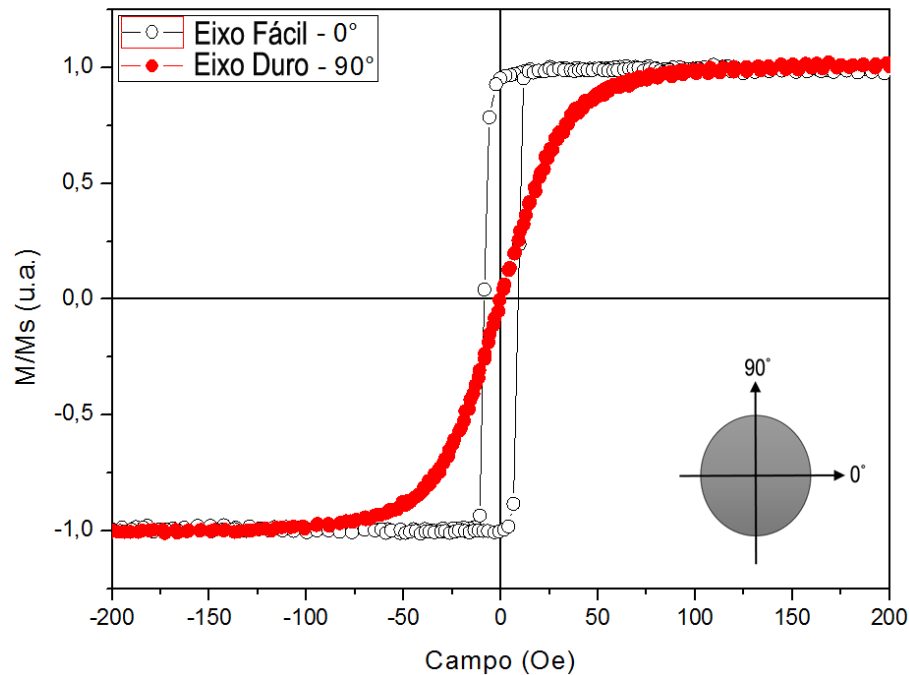


Figura 2.16 – Ilustração de uma curva de magnetização, medida ao longo do eixo fácil ( $0^\circ$ ) e do eixo duro ( $90^\circ$ ).

A figura 2.16 apresenta curvas de magnetização de um material FM anisotrópico, uma vez que  $M(H)$  varia conforme a direção do campo magnético externo aplicado. Podemos ver na figura 2.16 que existe um eixo de fácil magnetização ao longo de uma direção fixa ( $0^\circ$ ) onde a energia para magnetizar o mesmo ao longo desta direção é mínima.

Pode ser visto também na figura 2.16, que um campo magnético externo pouco maior do que 100 Oe é suficiente para levar o material FM ao estado saturado ao longo do eixo duro, orientação perpendicular do campo magnético externo aplicado em relação ao eixo de referência em  $0^\circ$ . Ao longo do eixo duro, existe uma resistência dos momentos magnéticos em se orientarem com o campo magnético externo, de modo que são necessários campos com maior intensidade para atingirmos o estado de saturação do material FM, nesse caso maiores do que 100 Oe. Este é denominado eixo de difícil magnetização ou simplesmente, eixo duro [10].

É natural concluir que a energia para saturar o material FM ao longo do eixo fácil é menor que a energia para saturá-lo ao longo do eixo difícil. A diferença de energia, ou seja, o excesso de energia envolvida na direção de difícil magnetização, associada a anisotropia do

material FM é chamada energia de anisotropia.

Do ponto de vista tecnológico industrial, esta anisotropia magnética é uma das mais importantes propriedades magnéticas dos materiais. Dependendo do tipo de aplicação, materiais com alta, intermediária ou baixa anisotropia são necessários, respectivamente, para aplicações como ímãs permanentes, meios para armazenamento de informações (gravação magnética) ou núcleos de transformadores e cabeçotes de gravação magnética [25].

### 2.5.1 Origem da Anisotropia Magnética em Filmes Finos

Existem basicamente duas contribuições de origem microscópica à anisotropia magnética: a interação *spin*-órbita e a interação dipolar magnética. Devido à sua natureza de longo alcance, a interação dipolar geralmente resulta em uma contribuição para a anisotropia que depende da geometria da amostra. De especial importância em filmes finos é em grande parte responsável pela magnetização no plano geralmente observada [25].

Na ausência da interação *spin*-órbita e da interação dipolar, a energia total do sistema *spin*-órbita não depende da direção da magnetização. Para materiais com elétrons itinerantes, a interação *spin*-órbita induz uma pequena quantidade de momento orbital, o qual acopla o momento magnético total (*spin* mais orbital) aos eixos cristalinos. Isso resulta em uma energia total que depende da orientação da magnetização em relação aos eixos cristalinos, refletindo a simetria do cristal. Isto é conhecido como a contribuição para a anisotropia magnetocristalina [24].

A redução da simetria nas interfaces modifica fortemente essa contribuição quando comparada ao material massivo (*bulk*), produzindo a chamada anisotropia de superfície ou interface. Néel, em 1954, foi o primeiro a se interessar pela anisotropia resultante dessa quebra de simetria. Em conjunto com a sobreposição das funções de onda entre átomos vizinhos, a interação *spin*-órbita também é responsável pela anisotropia magnetoelástica induzida em sistemas tensionados, uma situação que é frequentemente encontrada em multicamadas, devido à incompatibilidade dos parâmetros de rede entre as camadas adjacentes [24, 25].

Veremos nas subseções seguintes que cada um destes termos de anisotropia associa-se a um termo de energia, de modo que cada termo de energia recebe o nome relacionado à anisotropia com a qual está associada, como ilustrado na figura 2.17. Sendo que a soma das diferentes energias de anisotropia resulta na energia livre magnética do material.

Existem vários tipos de anisotropias magnéticas, e as mais relevantes para o presente

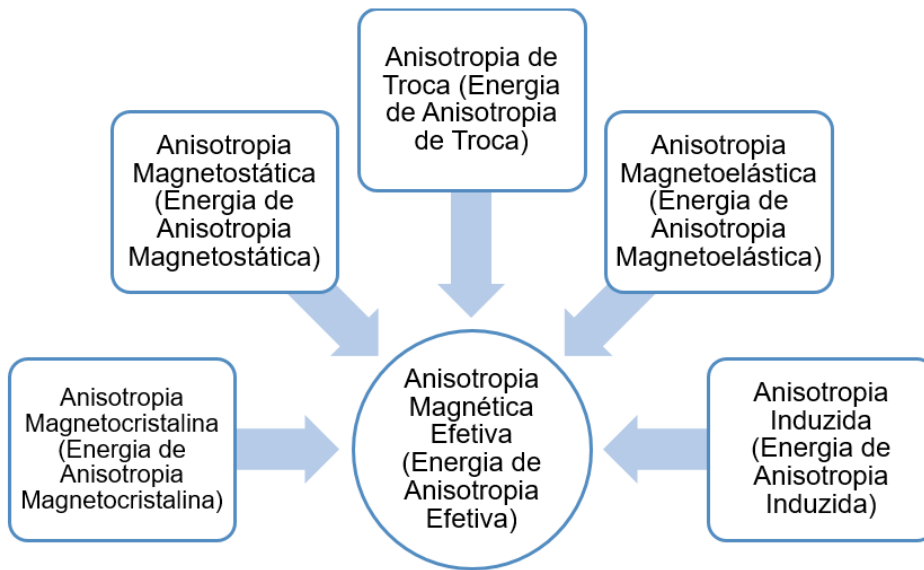


Figura 2.17 – Anisotropias magnéticas e suas respectivas energias de anisotropia.

trabalho serão discutidas a seguir. Para um tratamento mais detalhado sobre anisotropias magnéticas se recomenda a consulta das referências [10, 11, 12, 13, 15, 19, 20, 26, 27, 28, 29, 30].

### 2.5.2 Anisotropia Magnetocristalina

A anisotropia magnetocristalina é uma propriedade intrínseca do material, diferente das outras anisotropias que serão discutidas posteriormente, que são extrínsecas. O processo de magnetização é diferente quando o campo é aplicado ao longo de diferentes direções cristalográficas, desse modo essa anisotropia reflete a simetria do cristal. Sua origem física está na interação *spin-órbita* [12].

Em um material na forma de cristal, os momentos magnéticos orbitais estão fortemente ligados à rede cristalina, de modo que suas orientações estão bem definidas, apresentando assim uma determinada simetria.

Quando um campo magnético externo tenta orientar o *spin* de um elétron, devido ao acoplamento *spin-órbita*, a órbita também deve se orientar. No entanto, como a órbita está fortemente acoplada à rede cristalina, esta passa a influenciar o novo alinhamento. De modo que a energia necessária para orientar os *spins* na direção do campo magnético externo superando a interação *spin-órbita*, é chamada de energia de anisotropia magnetocristalina.

A energia de anisotropia magnetocristalina necessária para reorientar os momentos magnéticos de uma dada direção cristalográfica para outra é numericamente igual à diferença de



energia necessária para magnetizar o cristal em cada uma das direções independentemente.

Na figura 2.18, temos as curvas de magnetização em função do campo magnético aplicado para monocristais de Fe e Ni, quando estas são medidas ao longo de diferentes direções cristalográficas, em que percebe-se claramente a anisotropia de origem magnetocristalina.

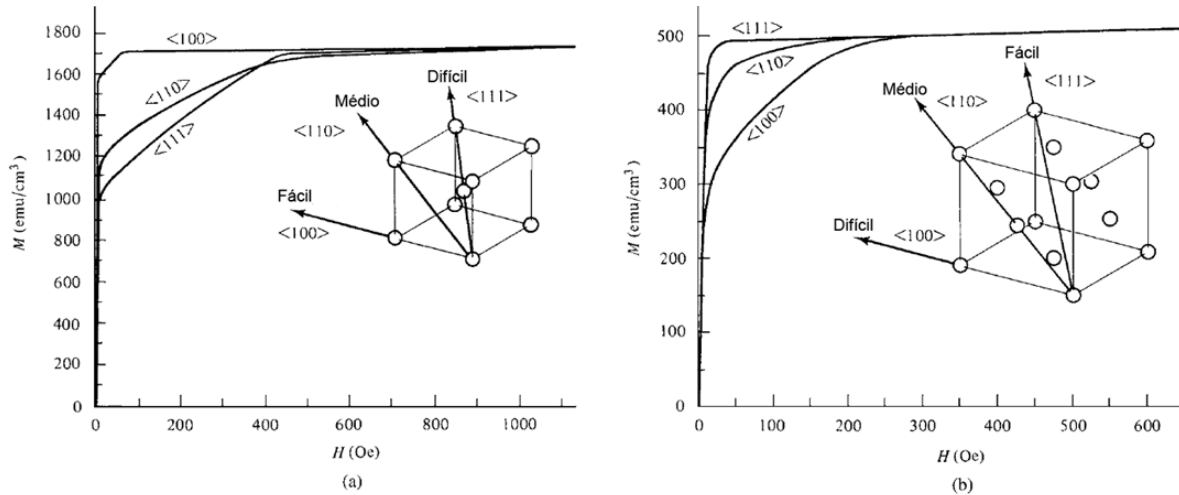


Figura 2.18 – Dependência da magnetização com os eixos cristalográficos para os cristais de ferro (a) e níquel (b) [10].

Para o ferro, cuja estrutura é cúbica de corpo centrado (b.c.c.), os eixos fáceis estão ao longo dos eixos cristalográficos  $\langle 100 \rangle$  e o eixo duro ao longo da diagonal  $\langle 111 \rangle$ . O níquel, assim como o ferro, apresenta estrutura cúbica, porém de face centrada (f.c.c.). Ao contrário do ferro, o eixo duro encontra-se ao longo dos eixos cristalográficos  $\langle 100 \rangle$  e o eixo fácil se encontra na diagonal  $\langle 111 \rangle$ .

O físico russo *Akulov* mostrou em 1929 que a energia de anisotropia magnetocristalina pode ser expressa quantitativamente em termos de uma expansão em série de cossenos diretores da magnetização em relação aos eixos do cristal [10]. No caso de cristais com simetria cúbica, como o ferro e o níquel, representados na figura 2.18, a densidade de energia magnetocristalina, energia por unidade de volume, pode ser escrita como:

$$E_{CUB} = K_0 + K_1(\alpha_1^2\alpha_2^2 + \alpha_2^2\alpha_3^2 + \alpha_3^2\alpha_1^2) + K_2(\alpha_1^2\alpha_2^2\alpha_3^2) + \dots \quad (2.4)$$

onde  $K_0$ ,  $K_1$  e  $K_2$  são constantes particulares de cada material a uma dada temperatura, representando a amplitude de cada termo da série. Sendo expressos em  $\text{erg/cm}^3$  ou  $\text{J/m}^3$  no SI. Os  $\alpha_i$  são os cossenos diretores dos ângulos entre a  $\mathbf{M}$  e cada um dos eixos do cubo:

$$\alpha_1 = \cos\varphi_M \text{sen}\vartheta_M; \quad \alpha_2 = \text{sen}\varphi_M \text{sen}\vartheta_M; \quad \alpha_3 = \cos\vartheta_M \quad (2.5)$$

Potências mais altas dos  $K_i$  geralmente não são necessárias, muitas vezes  $K_2$  é tão pequeno que pode ser desprezado. O primeiro termo,  $K_0$ , é independente do ângulo, logo pode ser ignorado, uma vez que estamos preocupados com a variação de  $E_{CUB}$  quando o vetor  $\mathbf{M}$  muda de direção. O tamanho relativo de  $K_1$  e  $K_2$ , assim como seus sinais, determinará as direções de fácil magnetização.

No caso de cristais que apresentam estrutura hexagonal, como é o caso do cobalto, representado na figura 2.19, a expressão para densidade de energia magnetocristalina é mais simples, pelo fato de ter apenas um eixo (c) de fácil magnetização ao longo da direção [0001]. As demais direções do plano basal são consideradas de difícil magnetização.

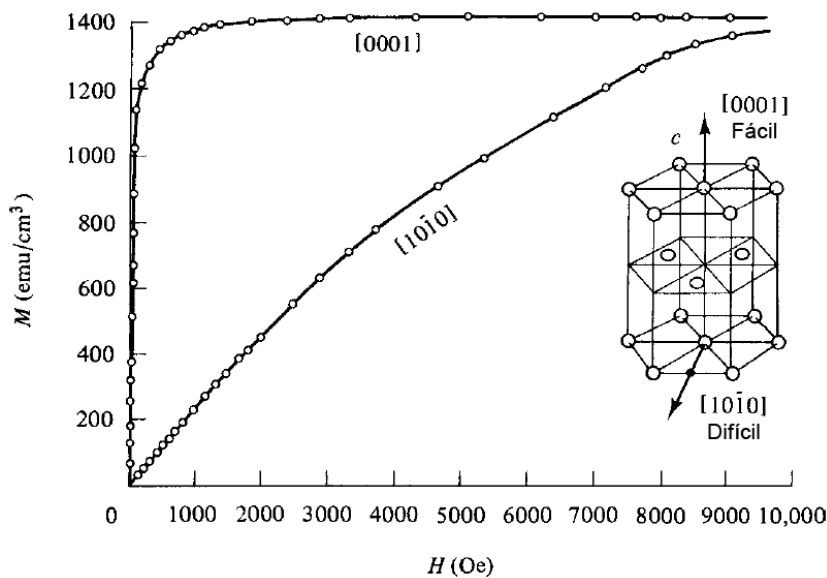


Figura 2.19 – Dependência da magnetização com os eixos cristalográficos para um cristal de cobalto [10].

Quando um cristal apresenta apenas um eixo de fácil magnetização, como o cobalto, dizemos que ele tem anisotropia uniaxial. Assim, a energia de anisotropia dependerá somente do ângulo ( $\theta$ ) entre o vetor magnetização e o eixo (c) do cristal, podendo ser escrita como:

$$E_K = K'_0 + K'_1 \cos^2 \theta + K'_2 \cos^4 \theta + \dots \quad (2.6)$$

No entanto, é costume escrever a equação da energia de cristais uniaxiais em termos das potências de  $\sin \theta$ , substituindo  $\cos^2 \theta$  por  $(1 - \sin^2 \theta)$  na equação 2.6 e fazendo uso das relações trigonométricas, temos que:

$$E_K = K_0 + K_1 \sin^2 \theta + K_2 \sin^4 \theta + \dots \quad (2.7)$$

Na equação 2.7,  $K_0$ ,  $K_1$  e  $K_2$  são constantes que dependem do material. Para o cobalto  $K_1 > 0$  e  $K_2 > -K_1$ , sendo que a energia tem um mínimo em  $\theta = 0$ .

Na tabela 2.2 são apresentados os valores das constantes de anisotropias típicas para os elementos FM mais comuns em temperatura ambiente.

Tabela 2.2 – Constantes de anisotropia magnetocristalina para o Fe, Ni e Co [10].

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

Os valores da tabela 2.2 correspondem a materiais monocristalinos. Nesses materiais, os cristais se repetem com a mesma orientação ao longo de todo material, existindo uma forte anisotropia magnetocristalina, devido ao somatório das contribuições de todos os cristais de forma individual.

As amostras estudadas nesse trabalho são policristalinas, ou seja, são materiais em que estão contidos inúmeros cristalitos, que se repetem mas não necessariamente com a mesma orientação, apresentando energia magnetocristalina dada pela média ponderada dos cristais individuais.

Podemos ter ainda outra classe de materiais que são importantes no magnetismo, são os materiais amorfos. Essa classe de material se caracteriza por apresentar seus átomos distribuídos de maneira irregular, não chegando a formar cristais, um exemplo é o vidro. Esse tipo de material apresenta anisotropia magnetocristalina nula.

### 2.5.3 Anisotropia Magnetostática

A anisotropia magnetostática, também conhecida como anisotropia de forma, está ligada à geometria da amostra, de modo que, quando magnetiza-se um determinado material em diferentes direções nota-se que é mais fácil magnetizá-lo ao longo da direção em que o material apresenta maior dimensão. Quando uma amostra é submetida a ação de um campo magnético externo ( $\mathbf{H}$ ), este induz um campo ( $\mathbf{B}$ ), dado por:

$$\mathbf{B} = \mu_o(\mathbf{H} + \mathbf{M}) \quad (2.8)$$

A magnetização ( $\mathbf{M}$ ) reforça o campo ( $\mathbf{B}$ ) no interior da amostra. Porém, as linhas de indução são contínuas, ao passo que ( $\mathbf{M}$ ) existe apenas no interior da amostra. Para contornar

esse problema da descontinuidade de  $(\mathbf{M})$ , introduz-se a noção de campo desmagnetizante. Fisicamente, o campo desmagnetizante resulta da distribuição de cargas magnetostáticas não compensadas que são criadas pela polarização magnética em extremidades opostas.

Por exemplo, se magnetizarmos uma amostra ao longo de um determinado eixo, os momentos magnéticos, os quais podem ser representados por pequenos ímãs, como ilustrado na figura 2.20 (a), se alinham de modo que o pólo norte do ímã é compensado pelo pólo sul adjacente no interior do material, porém nas extremidades isso não acontece, de modo que se formam pólos livres induzidos na superfície.

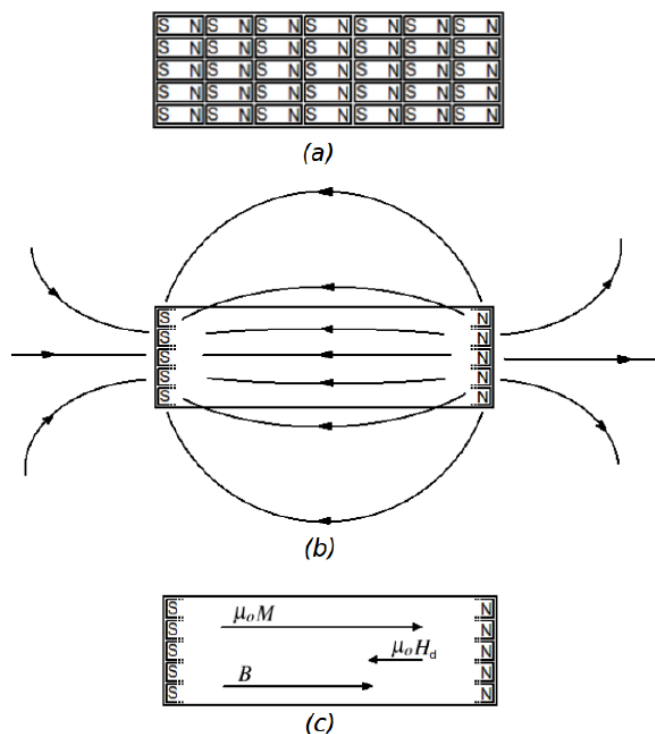


Figura 2.20 – Representação dos momentos magnéticos no material feita por pequenos ímãs (a). Campo magnético externo e campo desmagnetizante (b). Ilustração das direções de  $\mathbf{B}$ ,  $\mathbf{H}_d$  e  $\mathbf{M}$  no interior do material (c). Adaptada de [31].

Na figura 2.20 (b) tem-se a representação do campo magnético no exterior e interior da amostra, sendo o campo interno chamado de campo desmagnetizante ( $\mathbf{H}_d$ ). Na figura 2.20 (c) estão indicados os sentidos e a direção dos vetores indução magnética ( $\mathbf{B}$ ), campo desmagnetizante ( $\mathbf{H}_d$ ) e a magnetização ( $\mathbf{M}$ ) no interior do material.

Para geometrias simples em relação ao cálculo do tensor desmagnetizante, como um elipsóide, por exemplo, o campo desmagnetizante pode ser escrito como:

$$\mathbf{H}_d = -\vec{\mathbf{N}} \cdot \mathbf{M} \quad (2.9)$$

onde  $\vec{\mathbf{N}}$  é o tensor desmagnetizante e  $\mathbf{M}$  é a magnetização considerada uniforme em toda a amostra. A direção do campo desmagnetizante é sempre a mesma da magnetização e o sinal negativo na expressão acima indica que o sentido é sempre o oposto dessa.

Quando um campo magnético externo é aplicado em uma amostra, o campo real ou efetivo no seu interior é dado por:

$$\mathbf{H}_{eff} = \mathbf{H}_{ext} + \mathbf{H}_d \quad (2.10)$$

De modo que o campo efetivo no interior da amostra será sempre menor do que o campo magnético aplicado. A energia magnetostática desse material devido ao campo desmagnetizante será dada por:

$$E_{MS} = -\frac{1}{2} \cdot \int \mathbf{M} \cdot \mathbf{H}_d \, dV \quad (2.11)$$

sendo a integral feita sobre todo o volume. Esta integral pode ser bem complicada para várias geometrias, mas se torna mais simples para algumas geometrias que apresentam simetria, como é o caso do elipsóide, da casca cilíndrica infinita e do plano infinito [15].

Usando as equações 2.9 e 2.11 podemos escrever:

$$E_{MS} = \frac{1}{2} \cdot \int \mathbf{M} \cdot \vec{\mathbf{N}} \cdot \mathbf{M} \, dV \quad (2.12)$$

sendo V o volume da amostra. A densidade de energia magnetostática será:

$$\xi_{MS} = \frac{1}{2} \cdot \mathbf{M} \cdot \vec{\mathbf{N}} \cdot \mathbf{M} \quad (2.13)$$

Se os semieixos do elipsóide coincidem com eixos coordenados, então o traço da matriz  $\vec{\mathbf{N}}$  é dado por:

$$tr(\vec{\mathbf{N}}) = 4\pi \text{ (cgs)}. \quad (2.14)$$

Na álgebra linear, o traço de uma matriz quadrada é a função matricial que associa a matriz à soma dos elementos da sua diagonal principal.

Uma direção arbitrária da magnetização com respeito aos semieixos no elipsóide pode ser caracterizada pelos cossenos diretores  $\alpha_x$ ,  $\alpha_y$  e  $\alpha_z$ . Sendo esses ângulos que a magnetização faz com os eixos coordenados  $x$ ,  $y$  e  $z$ , respectivamente. O tensor é dado então por:

$$\vec{\mathbf{N}} = \begin{pmatrix} N_x & 0 & 0 \\ 0 & N_y & 0 \\ 0 & 0 & N_z \end{pmatrix}, \quad (2.15)$$

e a densidade de energia desmagnetizante é dada por:

$$\xi_{MS} = \frac{1}{2} \cdot M_S^2 (N_x \alpha_x^2 + N_y \alpha_y^2 + N_z \alpha_z^2) \quad (2.16)$$

No caso de uma esfera, o tensor  $\vec{\mathbf{N}}$  é:

$$\vec{\mathbf{N}} = \begin{pmatrix} \frac{4\pi}{3} & 0 & 0 \\ 0 & \frac{4\pi}{3} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{4\pi}{3} \end{pmatrix}, \quad (2.17)$$

a densidade de energia fica igual a:

$$\xi_{MS} = 4\pi \cdot M_S^2 (\alpha_x^2 + \alpha_y^2 + \alpha_z^2) \quad (2.18)$$

Entretanto, a condição de normalização dos cossenos diretores  $\alpha_x^2 + \alpha_y^2 + \alpha_z^2 = 1$  conduz a (para uma esfera)

$$\xi_{MS} = 4\pi \cdot M_S^2 \quad (2.19)$$

Para um cilindro infinitamente longo, temos que:

$$\vec{\mathbf{N}} = \begin{pmatrix} 2\pi & 0 & 0 \\ 0 & 2\pi & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}, \quad (2.20)$$

e a densidade de energia magnetostática é dada por:

$$\xi_{MS} = \frac{1}{2} \cdot M_S^2 \cdot 2\pi (\text{sen}^2\theta \text{sen}^2\varphi + \text{sen}^2\theta \text{cos}^2\varphi), \quad (2.21)$$

$$\xi_{MS} = \pi M_S^2 \text{sen}^2\theta \quad (2.22)$$

Para um plano fino infinito se estendendo ao plano  $x - y$  o tensor desmagnetizante é dado por:

$$\vec{\mathbf{N}} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 4\pi \end{pmatrix}, \quad (2.23)$$

o que gera uma energia magnetostática dada por (cgs)

$$\xi_{MS} = 2\pi M_S^2 \text{cos}^2\theta \quad (2.24)$$

Este resultado é muito importante para filmes finos. Como a densidade de energia magnetostática depende de  $M_S^2$ , este termo de energia pode ser predominante em relação aos demais termos, e como o mínimo de energia magnetostático é alcançado em  $\theta = \pi/2$ , a magnetização tende a se orientar numa direção no plano do filme fino [15].

A anisotropia magnetostática é a principal responsável pelo aparecimento das estruturas de domínios magnéticos, como já foi discutido anteriormente na seção 2.3.

#### 2.5.4 Anisotropia de Troca

A anisotropia de troca está relacionada à existência de uma direção preferencial, proveniente de acoplamentos entre as camadas magnéticas (FM e AFM) em sistemas de bicamadas e multicamadas, como é o caso das amostras estudadas nessa dissertação. Desse modo, a energia relacionada a esta anisotropia irá descrever a interação de troca interfacial entre as camadas magnéticas.

Nesse termo de anisotropia se encaixam interações entre camadas magnéticas que sejam mediadas por um espaçador metálico e não magnético, como é o caso dos acoplamentos bilinear e biquadrático [28, 32], ou interações diretas entre camadas, como é o caso do fenômeno de *Exchange Bias* [11].

Aqui é necessário ressaltar que a energia associada a essa anisotropia de troca difere da energia associada a interação de troca entre os momentos magnéticos de *spins* dos átomos vizinhos, energia de troca ou interação de troca direta, vista na subseção 2.2.1.

A anisotropia de troca desempenha um papel fundamental nesse trabalho, uma vez que é o foco do nosso estudo e será dada uma atenção especial nesse assunto no capítulo 3, em que será apresentada uma revisão com os detalhes que dizem respeito a esse tipo de interação.

## 2.6 Energia Livre Magnética

Se considerarmos um filme fino magnético, magnetizado uniformemente, sua magnetização total será representada pelo vetor magnetização  $\mathbf{M}$ , o qual é resultante da soma sobre todos os momentos magnéticos da amostra por unidade de volume.

Ao se aplicar um campo magnético externo  $\mathbf{H}$  sobre uma amostra, haverá uma interação deste com os momentos magnéticos, de modo que estes tenderão a se alinhar na direção de  $\mathbf{H}$ . Esta interação entre a magnetização  $\mathbf{M}$  da amostra e o campo magnético  $\mathbf{H}$  representa a energia *Zeeman* [32], a qual é dada por:

$$E_{Zeeman} = -\mu_0 \mathbf{M} \cdot \mathbf{H} \quad (2.25)$$

onde  $\mu_0$  é a constante de permeabilidade magnética do vácuo. O sinal negativo indica que o mínimo de energia se dá quando os vetores magnetização e campo magnético estão paralelos.

Em geral tanto a energia *Zeeman* quanto as outras formas de energia de anisotropia são escritas em termos do vetor magnetização. A partir da figura 2.21 podemos expressar a

magnetização e o campo magnético em termos de coordenadas esféricas:

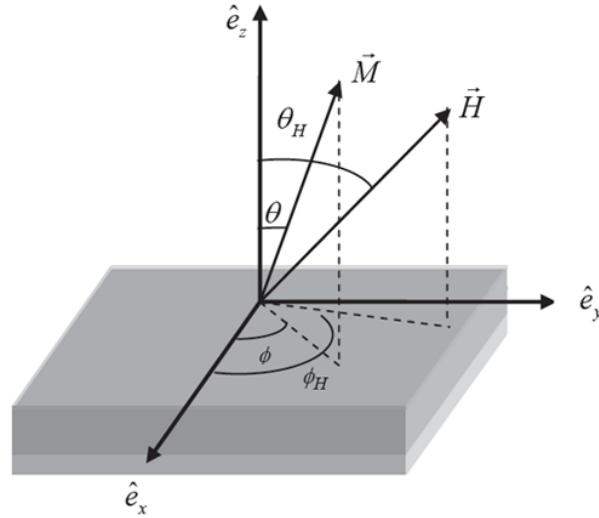


Figura 2.21 – Representação dos vetores magnetização e campo magnético em coordenadas esféricas.

$$\mathbf{M} = M_S(\text{sen}\theta\text{cos}\phi\hat{e}_x + \text{sen}\theta\text{sen}\phi\hat{e}_y + \text{cos}\theta\hat{e}_z) \quad (2.26)$$

$$\mathbf{H} = H_0(\text{sen}\theta_H\text{cos}\phi_H\hat{e}_x + \text{sen}\theta_H\text{sen}\phi_H\hat{e}_y + \text{cos}\theta_H\hat{e}_z) \quad (2.27)$$

onde  $M_S$  é a magnetização de saturação e  $\theta_H$  é o ângulo que a magnetização forma com a normal do plano do filme.

Substituindo estes vetores na equação 2.25, temos que:

$$E_{Zeeman} = -\mu_0 M_S H_0 [\text{sen}\theta\text{sen}\theta_H\text{cos}(\phi - \phi_H) + \text{cos}\theta\text{cos}\theta_H] \quad (2.28)$$

Caso o campo magnético seja aplicado no plano do filme a equação se reduz a:

$$E_{Zeeman} = -\mu_0 M_S H_0 \text{cos}(\phi - \phi_H) \quad (2.29)$$

Esta equação representa a interação entre o campo magnético externo e a magnetização do filme fino.

Para descrever melhor o processo de magnetização de um filme fino, deve-se incluir todas as interações existentes na amostra em uma equação para a energia livre magnética, a qual é dada por:

$$E_{Total} = E_{Zeeman} + E_{Interações} \quad (2.30)$$

onde o primeiro termo da equação representa a energia *Zeeman* e o segundo representa a soma de todas as energias associadas às interações presentes na amostra em estudo.



### 3 EXCHANGE BIAS - NOVA ANISOTROPIA MAGNÉTICA

Nesse capítulo será feita uma revisão que diz respeito ao fenômeno de *Exchange Bias*. Inicialmente será apresentado um breve histórico sobre seu descobrimento, o modelo intuitivo proposto para descrição do mesmo seguido das características gerais, bem como um resumo dos principais modelos desenvolvidos até então para descrição deste intrigante fenômeno de acoplamento interfacial (FM/AFM). Por fim será apresentado um estudo do *Exchange Bias* via magnetometria de torque.

#### 3.1 Breve Histórico

Em 1956, *Meiklejohn e Bean* [1, 2], estudando partículas finas de cobalto (FM), Co, envolvidas por uma camada de seu óxido natural (AFM), CoO, se depararam com um novo fenômeno. Descrito por eles como uma nova anisotropia magnética, que hoje é conhecida como polarização de intercâmbio ou tradicionalmente como *Exchange Bias* (EB) [3, 33]. Eles perceberam que a curva de histerese magnética apresentava um deslocamento em campo, como ilustrado na figura 3.1. Nesse caso o deslocamento foi de 1,6 kOe, posteriormente esse campo foi denominado como campo de *Exchange Bias* ( $H_{EB}$ ).

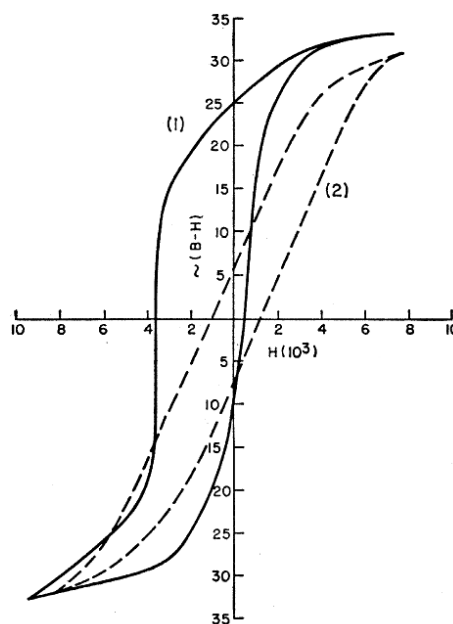


Figura 3.1 – Curvas de histerese para as partículas de CoO, resfriadas de 300 K para 77 K. As linhas sólidas representam o ciclo de histerese quando a amostra é resfriada na presença de um campo magnético externo intenso de 10 kOe (1). As linhas tracejadas representam o ciclo de histerese quando o material é resfriado na ausência de um campo magnético externo (2) [1].

Este fenômeno acontecia quando se resfriava a amostra, de uma temperatura de 300 K, temperatura ambiente, para uma temperatura de 77 K, na presença de um campo magnético de 10 kOe, cuja intensidade era suficiente para saturá-la magneticamente, figura 3.1 (1).

No entanto, quando executavam o mesmo procedimento, mas na ausência de um campo magnético externo, a curva de histerese não apresentava nenhum deslocamento, figura 3.1 (2). Além disso, para uma temperatura maior que a temperatura de Néel ( $T_N$ ) do CoO (estado paramagnético),  $T > T_N = 293$  K, essas partículas apresentavam um comportamento magnético como seria esperado para partículas de cobalto puro.

Com isso, eles concluíram que o efeito surgia da interação entre o material ferromagnético (Co) e o material antiferromagnético (CoO), a qual foi descrita como uma anisotropia de troca.

Além do desvio em campo magnético observado na curva de magnetização, como ilustrado na figura 3.1 (1), outra consequência experimental seria a chave para comprovar a existência definitiva dessa nova anisotropia, esta foi observada a partir da magnetometria de torque, a qual será discutida em detalhes no capítulo 5.

*Meiklejohn e Bean* utilizaram medidas de torque para caracterizar as partículas de cobalto envolvidas pelo seu óxido. Essas medidas foram realizadas utilizando um magnetômetro de torque, construído pelos mesmos, como ilustrado na figura 3.2.

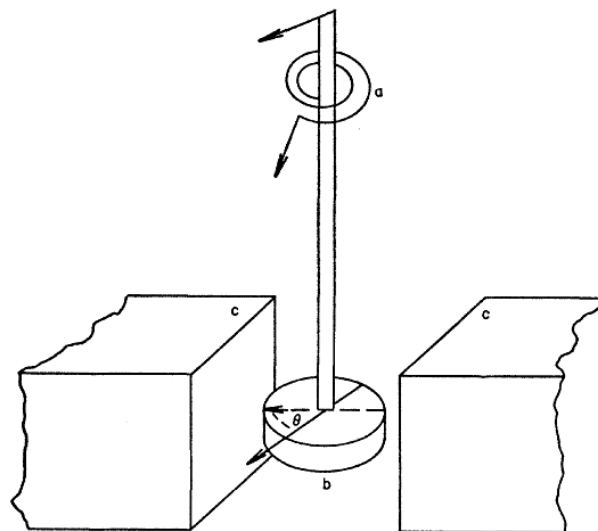


Figura 3.2 – Esquema do magnetômetro de torque utilizados por *Meiklejohn e Bean*. Sendo composto por uma mola (a), a qual mede o torque sobre a amostra (b), em presença de um campo magnético de um eletroímã (c) [2].

Quando a amostra na forma de disco, é colocada na presença de um campo magnético externo aplicado, com este fazendo um ângulo  $\theta$  com a direção original do campo presente

durante o resfriamento, esta experimenta um torque. Por outro lado, um torque contrário é exercido pela mola acoplada à extremidade oposta da amostra, sendo que quando atingido o equilíbrio a deflexão na escala anexada a esta, indicará o torque exercido sobre a amostra.

Para campos intensos, acima de  $H_K$ , a magnetização da amostra é praticamente paralela a direção do campo, de modo que podemos escrever o torque como:

$$T = -\frac{\partial E(\theta)}{\partial \theta} \quad (3.1)$$

Através destas medidas de torque, outra manifestação do EB foi observada. Medidas de torque em um material com anisotropia uniaxial, tal como as partículas de cobalto puro, que apresentam uma curva de histerese simétrica, como ilustrado na figura 3.3 (a), apresentam uma curva de torque proporcional a  $\sin 2\theta$ , figura 3.3 (b), de modo que:

$$T = -\frac{\partial E}{\partial \theta} = -K_{an} \sin 2\theta \quad (3.2)$$

$$E = \int K_{an} \sin 2\theta d\theta = K_{an} \sin^2 \theta + K_0 \quad (3.3)$$

onde  $K_{an}$  é uma constante de proporcionalidade e  $K_0$  é uma constante de integração.

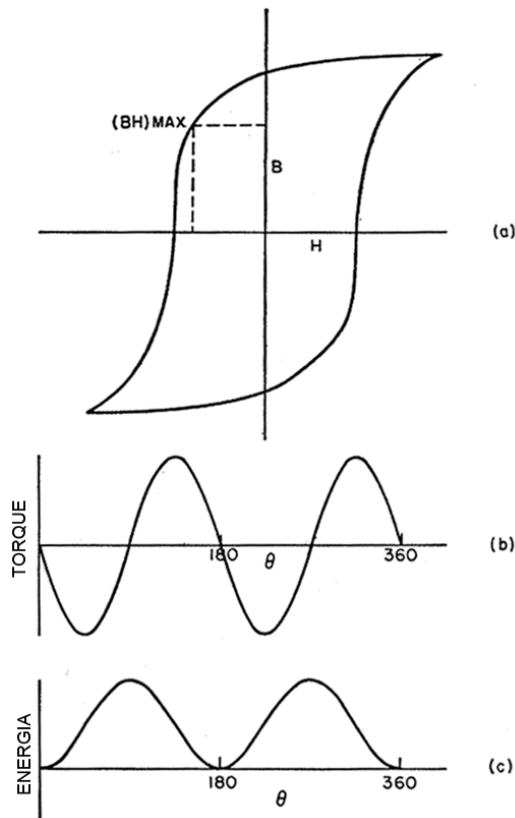


Figura 3.3 – Curva de histerese (a), curva de torque (b) e curva de energia para partículas de cobalto puro (sem o revestimento do seu óxido) [2].

Analisando a equação 3.3 percebemos que a energia associada com uma curva de torque proporcional a  $\sin 2\theta$  apresenta dois mínimos, em  $\theta = 0^\circ$  e  $\theta = 180^\circ$ , como mostra a figura 3.3 (c), sendo esta uma característica de uma anisotropia uniaxial, como já era de se esperar.

Agora se considerarmos o CoO (AFM) acoplado com o Co (FM), estes apresentam um deslocamento do ciclo de histerese, como ilustrado na figura 3.4 (a), apresentando uma curva de torque proporcional a  $\sin \theta$ , figura 3.4 (b), de modo que:

$$T = -\frac{\partial E}{\partial \theta} = -K_{un}\sin\theta \quad (3.4)$$

$$E = \int K_{un}\sin\theta d\theta = -K_{un}\cos\theta + K_0 \quad (3.5)$$

onde  $K_{un}$  é uma constante de proporcionalidade e  $K_0$  é uma constante de integração.

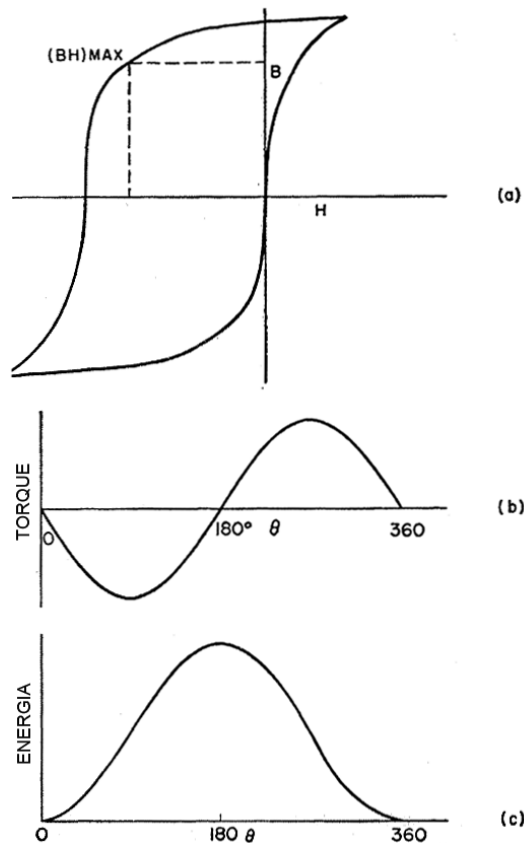


Figura 3.4 – Curva de histerese (a), curva de torque (b) e curva de energia para partículas de cobalto revestidas pelo seu óxido abaixo da  $T_N$  do óxido [2].

Analisando agora, a equação 3.5 percebemos que a energia associada com uma curva de torque proporcional a  $\sin \theta$  apresenta apenas um mínimo, em  $\theta = 0^\circ$ , como mostra a figura 3.4 (c). Isto indica que o *Exchange Bias* (EB) tem um caráter unidirecional, pois produz apenas um sentido de fácil magnetização e não uma direção, como no caso da anisotropia uniaxial.

*Meiklejohn e Bean* criaram o primeiro modelo para tentar explicar esse fenômeno [34], o qual será discutido na seção 3.4. O modelo era simples e obteve bons resultados qualitativos, porém os valores previstos para o deslocamento em campo da curva de histerese,  $H_{EB}$ , eram duas ordens de grandeza maior que os valores experimentais medidos [4].

O entendimento do fenômeno de *Exchange Bias* tem sido um desafio constante tanto para físicos teóricos quanto experimentais desde sua descoberta. Após muitos anos de pesquisa e diferentes tipos de amostras serem investigadas, não existe ainda uma teoria universal. Muitos esforços tem sido realizados na busca da total compreensão deste fenômeno [3, 4, 33], no entanto, ainda hoje não existe total clareza sobre sua origem microscópica.

### 3.2 Modelo Intuitivo

O fenômeno de *Exchange Bias* tem sua origem física na interação de troca interfacial entre os momentos magnéticos de um material FM e AFM [1]. A anisotropia unidirecional e o *Exchange Bias* podem ser qualitativamente entendidos se assumirmos essa interação de troca interfacial FM/AFM [2, 34]. De modo a elucidar esta interação, *Nogués e Schuller* apresentaram um modelo intuitivo no seu artigo de revisão [3], baseado nos trabalhos de *Meiklejohn e Bean* [1, 2, 34], o qual permite uma boa compreensão do fenômeno.

No modelo de *Nogués* e colaboradores [3, 35, 36], supõe-se uma bicamada FM/AFM de filmes finos, crescida sem campo magnético aplicado. Nele também se considera uma estrutura FM/AFM do tipo monodomínio, em que os *spins* do AFM são considerados rígidos e fixos ao longo da direção do campo de resfriamento durante todo processo.

A ideia deste modelo é descrever o efeito em termos do alinhamento paralelo dos *spins* interfaciais FM/AFM, que acontece durante o processo de resfriamento em campo (tratamento térmico). É considerado que o material FM, tenha uma temperatura de Curie ( $T_C$ ) maior que a temperatura de *Néel* ( $T_N$ ) do AFM. Quando aquecermos o sistema até uma temperatura  $T$ , tal  $T_C > T > T_N$ , o FM estará no estado ferromagnético, enquanto que o AFM estará em um estado paramagnético, como ilustrado na figura 3.5 (1). Nesse caso o sistema não apresenta um deslocamento em campo do ciclo de histerese.

Se este processo for realizado na presença de um campo magnético externo suficientemente grande, a tendência dos *spins* da camada FM será de se alinhar com esse campo, até atingirem um estado de saturação. Vamos nos referir a esse campo como  $H_{FC}$ , em que "FC" são as iniciais de *Field Cooling* (campo de resfriamento).

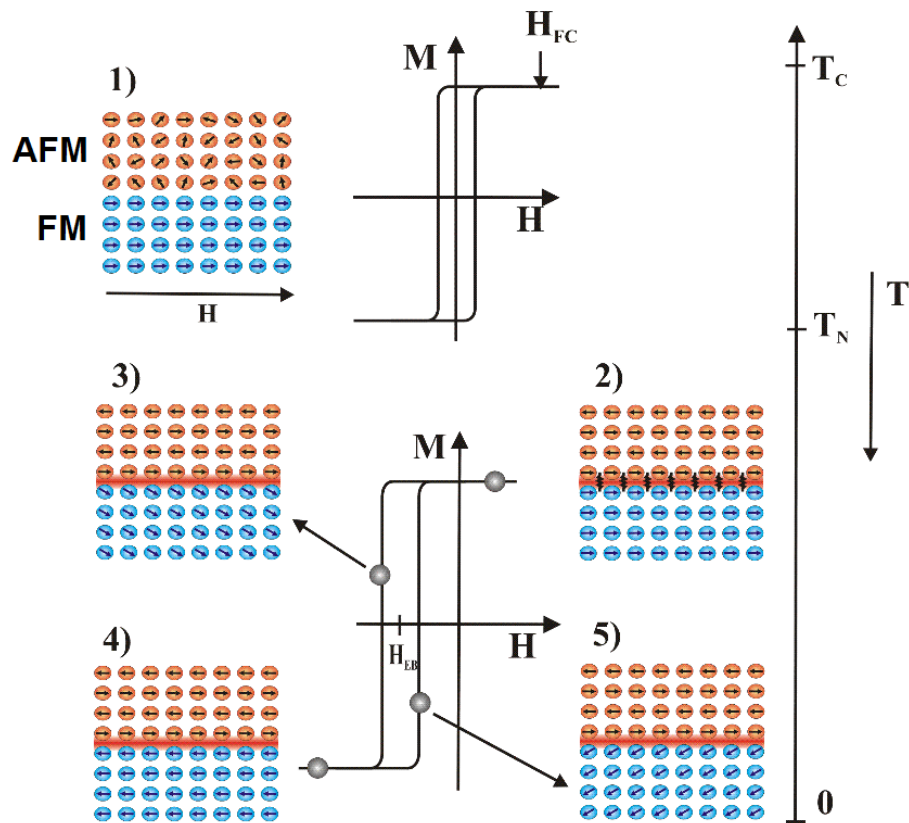


Figura 3.5 – Modelo fenomenológico de *Exchange Bias* para uma bicamada FM/AFM [37].

Com isso os *spins* interfaciais da camada AFM começarão a interagir com os *spins* da camada FM, tentando manter um alinhamento paralelo à esses. Conforme o sistema é resfriado, ainda na presença do campo, até uma temperatura  $T < T_N$ , o AFM retorna a seu estado antiferromagnético original, de modo que seus *spins* interfaciais permanecem alinhados paralelamente aos *spins* da camada FM. Além disso, cada camada subsequente do AFM irá se orientar antiparalelamente à anterior, resultando em uma magnetização líquida total nula no AFM, figura 3.5 (2).

Terminado o processo de resfriamento ( $H_{FC}$ ), dois casos limites podem ser previstos segundo o modelo intuitivo, os quais dependem da anisotropia da camada AFM. Se a anisotropia for grande, deveremos observar apenas o deslocamento em campo da curva de histerese. Caso a anisotropia seja pequena, apenas um aumento da coercividade é esperado. Inicialmente vamos tratar o caso de uma anisotropia grande para o AFM.

Aplicamos um campo magnético com mesma direção e sentido do campo  $H_{FC}$ , intenso o suficiente para saturar magneticamente a camada FM, figura 3.5 (2). Após isso, vamos aos poucos diminuindo o campo, até que o mesmo se torne nulo, e em seguida invertemos o seu sentido.

Quando o campo é invertido, existirá uma tendência dos momentos magnéticos do FM em se reorientar ao novo sentido do campo, enquanto os *spins* da camada AFM se mantêm na sua posição original devido a forte anisotropia, que é bem maior que a da camada FM. Nesse ponto, surgem os efeitos de interação de troca entre os momentos magnéticos interfaciais das camadas FM/AFM. Os momentos magnéticos do AFM exercem um torque microscópico sobre os momentos da camada FM, tentando manter os mesmos na posição original, figura 3.5 (3).

Para que ocorra a reversão da magnetização, o campo magnético deverá ser aumentado, de forma a superar o torque originado do acoplamento interfacial entre as camadas FM/AFM. Aumentando ainda mais o campo, chegamos a um estado de saturação no sentido oposto ao do campo de resfriamento, figura 3.5 (4). Desse modo, a reversão da magnetização ocorre para um valor de campo maior do que o esperado na ausência de um AFM.

No entanto, diminuindo a intensidade do campo magnético, observa-se que os momentos giram antes mesmo do que ocorreria caso não existisse acoplamento, novamente devido a atuação do torque entre as camadas interfaciais. Os *spins* do AFM agora ajudam na inversão da magnetização, ao invés de dificultar o processo, como ilustrado na figura 3.5 (5).

Como resultado final desta interação surge o deslocamento em campo da curva de histerese magnética. Considerando o sentido do campo  $H_{FC}$  como positivo, o deslocamento será no sentido negativo. Finalmente, invertendo o sentido do campo, e aumentando sua intensidade, voltamos ao estado inicial, de saturação, figura 3.5 (2).

Para o caso de uma anisotropia pequena da camada AFM, o processo será um pouco diferente. Após o resfriamento em campo, os *spins* interfaciais estarão alinhados nas camadas FM/AFM, como visto anteriormente. Aplicamos um campo magnético na mesma direção e sentido de  $H_{FC}$ . Então, começamos a diminuir a intensidade do campo, até que ele se anule e, em seguida, invertemos o seu sentido.

Com isso os *spins* do FM tenderão a seguir a nova orientação do campo. Como estamos supondo uma anisotropia pequena para camada AFM, seus *spins* interfaciais serão arrastados pelos *spins* da camada FM, resultando em uma rotação conjunta. A energia associada à esta rotação irreversível do AFM, se traduz em um aumento da coercividade, sem deslocamento da curva de histerese.

Embora este modelo fenomenológico simples nos dê uma imagem intuitiva, há pouca compreensão quantitativa desses fenômenos. Além disso, o papel dos diversos parâmetros envolvidas no *Exchange Bias*, tal como anisotropia, rugosidade, configuração interfacial de *spins*

ou domínios magnéticos, está longe de ser compreendido. Além disso um entendimento claro desses fenômenos no nível microscópico ainda está faltando [3].

### 3.3 Características do Exchange Bias

A principal característica associada ao fenômeno de *Exchange Bias* é o deslocamento em campo magnético da curva de histerese magnética. Outra característica que se observa é o aumento da coercividade, quando comparada com aquela de um material FM desacoplado [4]. Nas curvas de torque, uma consequência associada ao acoplamento FM/AFM é a presença de uma contribuição proporcional a  $\sin \theta$ , indicando uma anisotropia unidirecional. Uma curva de histerese magnética para um sistema com *Exchange Bias* está ilustrado na figura 3.6.

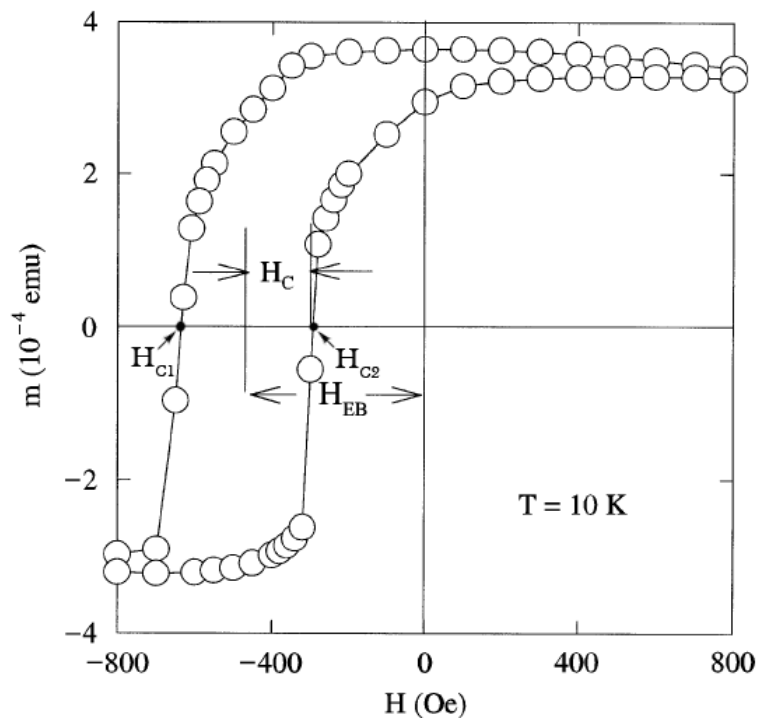


Figura 3.6 – Curva de histerese para uma bicamada  $\text{FeF}_2/\text{Fe}$ , em que estão definidos os campo de *Exchange Bias* ( $H_{EB}$ ) e o campo coercivo ( $H_C$ ) [3].

Os campos coercivos e de *Exchange Bias* são definidos por [36]

$$H_C = \frac{-H_{C1} + H_{C2}}{2} \quad (3.6)$$

$$H_{EB} = \frac{H_{C1} + H_{C2}}{2} \quad (3.7)$$

Nas próximas seções serão discutidas outras características que desempenham um papel fundamental no fenômeno de *Exchange Bias*, influenciando tanto na intensidade, quanto no



surgimento do mesmo.

### 3.3.1 Dependência com a Temperatura

Da mesma forma que existe uma temperatura crítica abaixo da qual, ocorre o acoplamento de troca interfacial em materiais FM e AFM ( $T_C$  e  $T_N$ , respectivamente) [10], também existe uma temperatura crítica acima da qual o EB some. Experimentalmente verifica-se que a temperatura na qual o efeito de *Exchange Bias* geralmente ocorre é mais baixa que a temperatura de Néel ( $T_N$ ) da camada AFM. Esta temperatura é chamada temperatura de bloqueio ( $T_B$ ) [36]. Acima dessa  $T_B$  não se observa o fenômeno de *Exchange Bias*.

As temperaturas características de amostras semelhantes às em estudo nessa dissertação são: o FeMn apresenta uma  $T_N$  em torno de 220 °C e a  $T_B$  entre 110 °C e 210 °C [3]. Já o IrMn apresenta uma  $T_N$  em torno de 415 °C e a  $T_B$  varia entre 125 °C e 250 °C [3, 38], dependendo do sistema utilizado.

A origem da  $T_B$ , parece estar relacionada, pelo menos em parte, ao tamanho dos grãos interfaciais [4] e a espessura da camada AFM, através de efeitos de tamanho finito [39]. Em outras palavras, se o tamanho do grão (ou a espessura da camada) é menor (ou mais fina) do que um sistema dependente de uma dimensão crítica do AFM, a  $T_N$  do AFM é substancialmente reduzida. Este pressuposto é apoiado pelo fato de que sistemas com grandes grãos (ou camadas espessas de AFM) tendem a ter uma  $T_B \approx T_N$ , enquanto sistemas com filmes finos tem  $T_B < T_N$  [3].

Esses efeitos de tamanho são provocados em geral, pelo fato da anisotropia do AFM depender das suas dimensões e de que a seguinte condição deve ser satisfeita [34]:

$$K_{AFM}t_{AFM} > J_{INT} \quad (3.8)$$

onde  $K_{AFM}$  é a constante de anisotropia do AFM,  $t_{AFM}$  é a espessura da camada AFM e  $J_{INT}$  é a constante de acoplamento interfacial. Se assumirmos que a anisotropia do AFM diminui à medida que reduzimos seu tamanho, uma redução da  $T_B$  deveria ser esperada, ou seja, uma menor anisotropia implicaria menor *Exchange Bias* e conseqüentemente  $T_B < T_N$ .

Na figura 3.7 podemos observar que quanto menor a espessura do FeMn (AFM), menor é a temperatura de bloqueio, mostrando que essa exerce grande influência sobre o comportamento do *Exchange Bias*. Acima de uma dada espessura do AFM ( $\approx 120 \text{ \AA}$  para o FeMn), o valor da  $T_B$  tende a um valor constante.

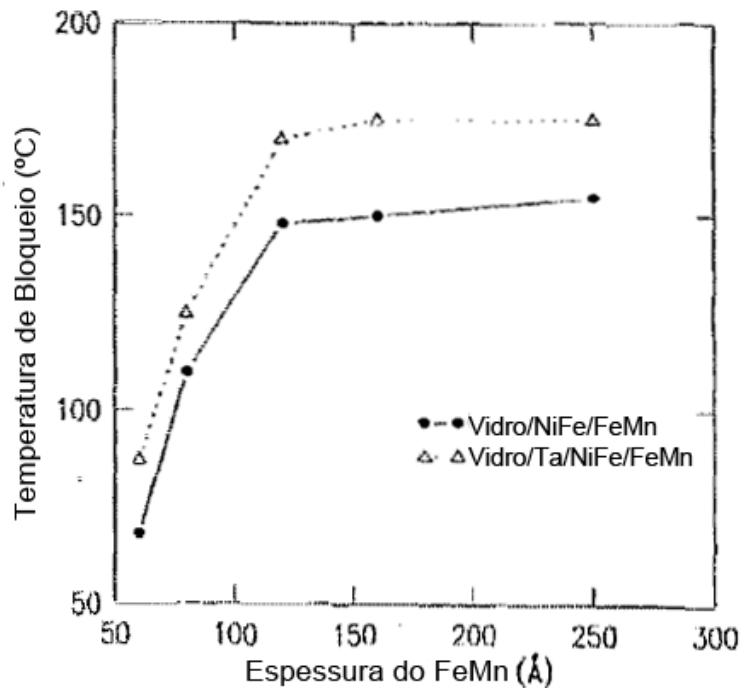


Figura 3.7 – Dependência da  $T_B$  com a espessura do material AFM para filmes finos de Ta(200 Å)/NiFe(300 Å)/FeMn(60-250 Å) (linha pontilhada) e NiFe(300 Å)/FeMn(60-250 Å) (linha sólida) depositados sobre substrato de vidro [40].

Outros fatores que também influenciam a  $T_B$  são a estequiometria [41] ou presença de múltiplas fases [42] de certos sistemas de filmes finos.

### 3.3.2 Dependência do $H_{EB}$ e $H_C$ com a Espessura da Camada FM

A espessura da camada FM é um fator relevante para o fenômeno de EB, sendo bastante explorada em estudos experimentais. Na figura 3.8 apresentamos a dependência do  $H_{EB}$  e do  $H_C$  em função da espessura da camada FM, para amostras semelhantes as que são utilizadas nesse trabalho.

A figura 3.8 mostra que a intensidade do  $H_{EB}$  é proporcional ao inverso da espessura da camada FM, isto fornece evidências para uma natureza interfacial do fenômeno de interação FM/AFM, que dá origem ao *Exchange Bias*, podendo ser expresso por [43, 3]:

$$H_{EB} \propto \frac{1}{t_{FM}} \quad (3.9)$$

Esta relação é válida para camadas FM espessas, da ordem de dezenas de nanômetros, desde que a espessura seja menor que a largura da parede de domínio que se formaria no material FM. No entanto, se a camada de FM for muito fina, a relação não é mais válida, provavelmente

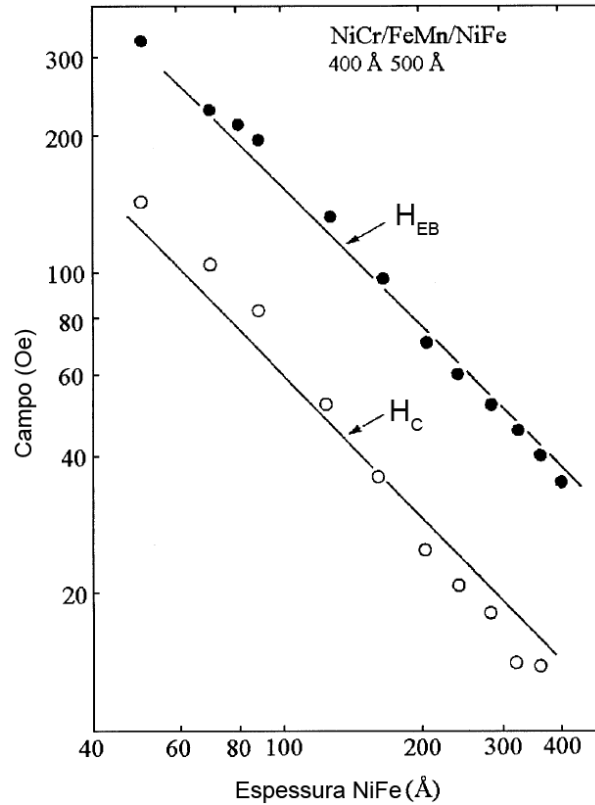


Figura 3.8 – Dependência do  $H_{EB}$  e do  $H_C$  com a espessura da camada FM para o  $Fe_{80}Ni_{20}/FeMn$  [3].

devido à descontinuidade na camada FM [44, 45]. Isto no entanto, varia de sistema para sistema dependendo da microestrutura e do crescimento da camada FM [3, 43].

Quanto à dependência do  $H_C$  mostrado na figura 3.8, embora semelhante ao comportamento do  $H_{EB}$ , em alguns sistemas este se revela mais complexo, sendo proporcional ao inverso da espessura, em um expoente que admite valores entre 1 e 1,5 [46, 47]:

$$H_C \propto \frac{1}{(t_{FM})^n} \quad (3.10)$$

Esse comportamento pode estar associado à mudanças irreversíveis na magnetização da camada FM, quando a espessura da camada FM diminui [48].

### 3.3.3 Dependência do $H_{EB}$ e $H_C$ com a Espessura da Camada AFM

A dependência do  $H_{EB}$  e do  $H_C$  com a espessura da camada AFM é mais complicada [33], como mostra a figura 3.9.

Podemos notar na figura 3.9 que a camada AFM apresenta uma espessura crítica, a partir da qual o fenômeno de *Exchange Bias* ocorre, e aumenta abruptamente até um valor máximo para após se estabilizar [3, 43], se tornando independente da espessura da camada AFM. Em

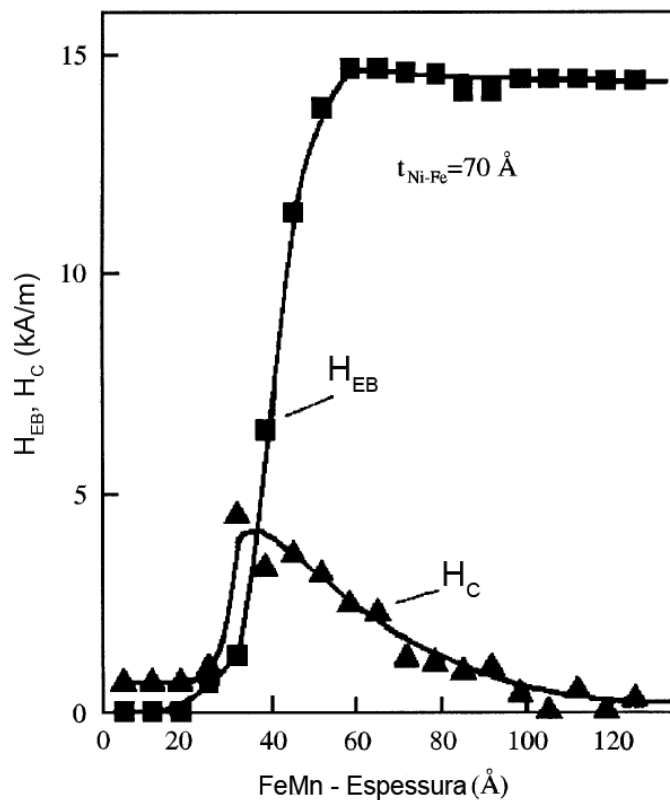


Figura 3.9 – Dependência do  $H_{EB}$  e do  $H_C$  com a espessura da camada AFM para o  $Fe_{80}Ni_{20}/FeMn$  [3].

alguns casos pode ser observado um máximo do  $H_{EB}$  antes mesmo que se estabilize. Este comportamento tem sido previsto, se houver uma alteração na estrutura de domínio do AFM com a diminuição da espessura da camada AFM [49]. No entanto, alguns autores alegam que este efeito pode ser de origem puramente estrutural [50].

A espessura exata na qual cada um desses estágios é atingido depende do material em estudo, da sua estrutura microscópica e da temperatura de medida. Outro ponto interessante é que normalmente a subida abrupta do  $H_{EB}$  é acompanhada por um pico no valor do  $H_C$ .

Esses comportamentos podem estar ligados a diversos fatores como o fato de que a anisotropia de um filme muito fino pode não ser suficientemente forte para impedir a rotação da camada FM ou ainda uma dependência da temperatura de Néel ( $T_N$ ) com a espessura da camada AFM, que conseqüentemente influencia a temperatura de bloqueio do AFM [3].

A figura 3.10 mostra as dependências do  $H_{EB}$  e do  $H_C$  com a espessura da camada de IrMn (AFM) para diferentes temperaturas de uma amostra de  $Co/Ir_{25}Mn_{75}$  [51].

Se observa na figura 3.10 (a) que em temperatura ambiente, existe uma espessura crítica,  $t_{C,AFM} = 21 \text{ \AA}$ , a partir da qual ocorre a manifestação do EB e uma espessura de saturação do efeito em  $t = 40 \text{ \AA}$ , segundo os autores, isso deve-se à formação de uma parede de domínio

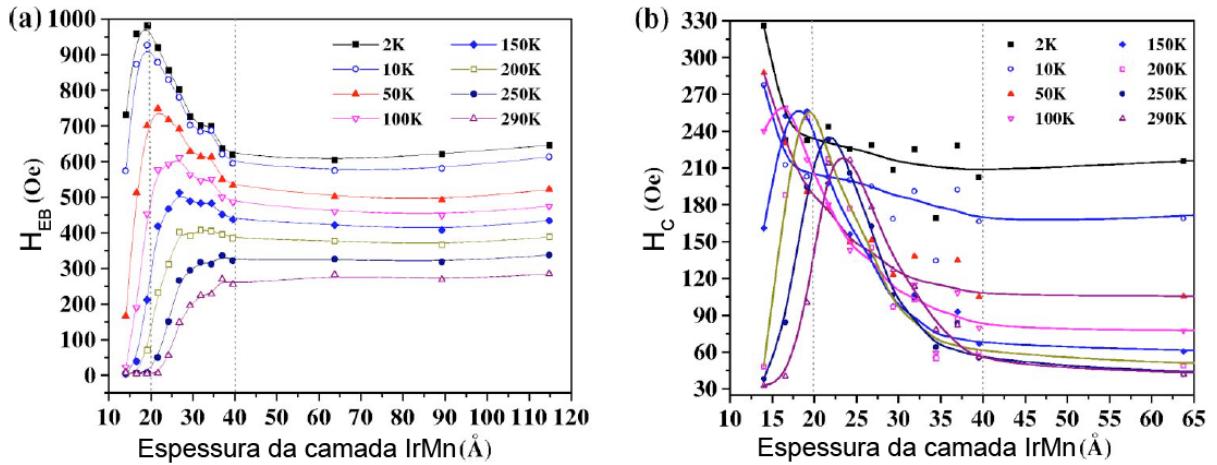


Figura 3.10 – Dependência do  $H_{EB}$  e do  $H_C$  com a espessura da camada AFM para o Fe<sub>80</sub>Ni<sub>20</sub>/FeMn [3].

parcial no AFM, paralela à interface [52].

Para temperaturas mais baixas, o  $H_{EB}$  surge para  $t_{C,AFM} < 14 \text{ \AA}$ , aumentando abruptamente até assumir um valor máximo em torno de  $t = 20 \text{ \AA}$ , em seguida diminui até atingir um valor de saturação em  $t = 40 \text{ \AA}$ . Esta variação do  $H_{EB}$  foi atribuída a descontinuidade das camadas mais finas do que  $t_{AFM} \approx 40 \text{ \AA}$  [51].

Na figura 3.10 (b), é interessante notar que o  $H_C$  aumenta com a espessura da camada de IrMn (AFM) antes mesmo da manifestação do EB para todas as temperaturas, sendo o deslocamento dos picos da coerividade para espessuras menores, compatível com os correspondentes valores do  $H_{EB}$  da figura 3.10 (a).

### 3.3.4 Dependência do $H_{EB}$ e $H_C$ com a Espessura da Camada Buffer

A figura 3.11 apresenta a variação do  $H_{EB}$  e  $H_C$  com a espessura do Ta para uma amostra bicamada de composição Ta( $t_{Ta}$  nm)/NiFe(5 nm)/FeMn(20 nm).

Pode se notar que  $H_{EB}$  aumenta até  $t_{Ta} = 35 \text{ nm}$ . Acima de 35 nm,  $H_{EB}$  gradualmente decresce.  $H_C$  diminui ligeiramente com o aumento da espessura de 5 a 15 nm. Acima de 15 nm um aumento gradual de  $H_C$  é observado. O aumento no  $H_{EB}$ , mantendo a espessura do NiFe e FeMn constantes, pode ser atribuído às modificações estruturais induzidas pela camada de Ta. Aumentando a espessura da camada *buffer* de Ta pode se afetar a rugosidade, a textura cristalográfica e o tamanho lateral do grão de NiFe/FeMn [53].

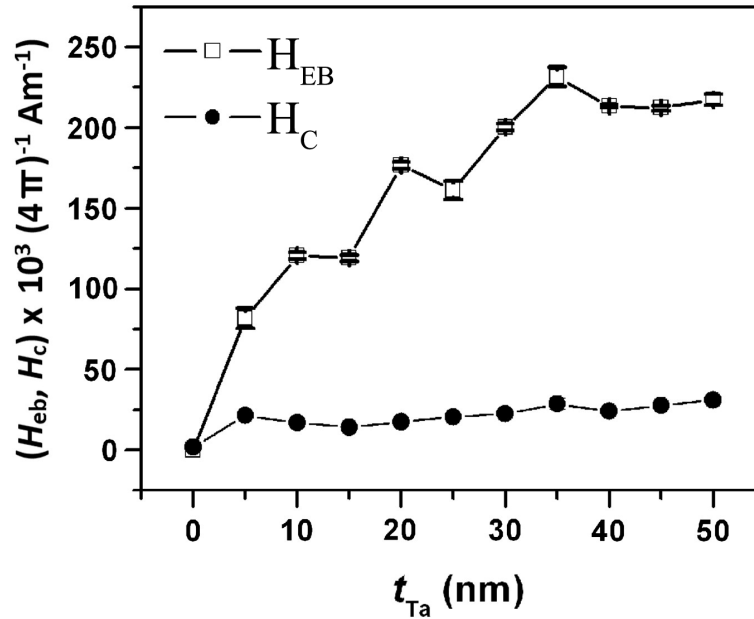


Figura 3.11 – Variação do  $H_{EB}$  e  $H_C$  com a espessura do Ta [53].

### 3.3.5 Rugosidade Interfacial

Considerando que o acoplamento de troca entre filmes FM/AFM, ao qual dá origem ao fenômeno de *Exchange Bias*, seja interfacial, a rugosidade e/ou interdifusão entre as camadas desempenham um importante papel no fenômeno [3, 4, 54, 55, 56, 57, 58, 59].

A grande maioria desses trabalhos, realizada em filmes finos texturizados, descreve um decréscimo da magnitude do  $H_{EB}$  com o aumento da rugosidade interfacial [3, 58], embora alguns sistemas se mostrem menos sensíveis à rugosidade [3, 55], outros se comportam de modo inverso, ou seja, quanto maior a rugosidade interfacial maior é o  $H_{EB}$  [3, 54].

Segundo *Nogués* [3], este comportamento se mostra independente da estrutura interfacial de *spins*, uma vez que aparece em estruturas compensadas (magnetização líquida da camada AFM é nula na interface), não-compensadas (magnetização líquida da camada AFM não é nula na interface), colineares e não-colineares (alinhamento perpendicular entre as magnetizações das camadas FM e AFM), indicando que a microestrutura interfacial pode desempenhar um importante papel, portanto um interessante ponto de estudo. Vale mencionar que para amostras com camadas AFM policristalinas a rugosidade se mostra menos sensível, como ilustrado na figura 3.12 [60].

Na figura 3.12 nenhuma diferença significativa das propriedades magnéticas foi observada, este resultado sugere que a rugosidade interfacial tem pouca influência sobre o *Exchange Bias* quando se considera camadas AFM policristalinas [60].

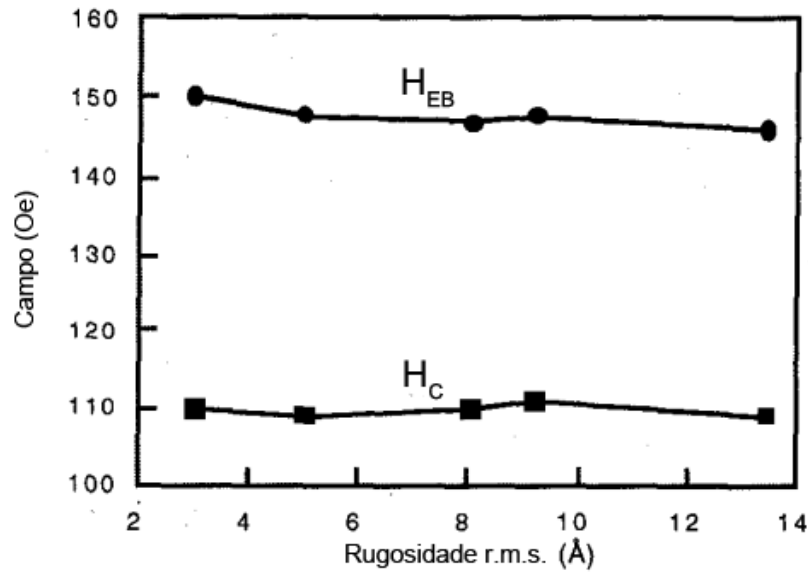


Figura 3.12 –  $H_{EB}$  e  $H_C$  de uma amostra de NiO(450 Å)/NiFe(45 Å)/Ta(50 Å) em função da rugosidade da camada AFM de NiO. [60].

Segundo *Nogués* [3], interfaces não-compensadas podem ser entendidas considerando que a rugosidade cria regiões com diferentes orientações de *spins*, de modo que o número total de *spins* presos à camada FM em uma dada direção é reduzida, reduzindo a magnitude do  $H_{EB}$ . Contudo, esse simples raciocínio não é válido para interfaces compensadas, pois estas permanecem compensadas independentemente da rugosidade. Isto implica que a magnitude do  $H_{EB}$  poderia permanecer a mesma ou aumentar o número de *spins* interfaciais compensados. Em outras palavras a rugosidade pode afetar a formação de domínios na camada AFM ou a quantidade de *spins* interfaciais não-compensados, desse modo influenciando no *Exchange Bias* [3].

Uma forma de se avaliar a rugosidade na interface dos materiais FM/AFM consiste em utilizar uma técnica de medida de refletividade de raios-X a baixo ângulo (XRR). A rugosidade está relacionada com a atenuação das franjas de *Kiessig* e com a mudança do decaimento do espectro, podendo ser obtida através de um ajuste sob os pontos experimentais [54, 61, 62, 63].

Em amostras de NiFe/FeMn, semelhantes as utilizadas nesse trabalho, verificou-se que o valor do  $H_{EB}$  aumenta com a diminuição da rugosidade interfacial [58].

### 3.3.6 Cristalinidade

A cristalinidade ou textura cristalográfica desempenha um papel fundamental para a observação do fenômeno de *Exchange Bias* [61, 64, 65], uma vez que consiste da distribuição

de orientações cristalinas de um material policristalino. Sendo estas orientações resultado das condições de formação do policristal [66].

No caso de materiais policristalinos, um crescimento do material AFM em determinada direção cristalográfica é crucial para o aparecimento e acentuação do fenômeno de *Exchange Bias* uma vez que está diretamente ligado à forma com que os domínios interfaciais estarão dispostos para interagirem com a camada FM.

Se um material AFM é texturizado em uma determinada direção cristalográfica, geralmente o  $H_{EB}$  aumenta de intensidade com o aumento da textura [3]. No caso do IrMn, esse aumento no  $H_{EB}$  tem sido atribuído a uma forte textura cristalográfica na direção (111) [67]. Para o caso das amostras em estudo nessa dissertação, IrMn e FeMn, ambos materiais AFM policristalinos, o crescimento na direção (111) é fundamental para a observação do fenômeno de EB [68, 69, 70, 71].

### 3.3.7 Tamanho do Grão

Quanto ao papel do tamanho do grão, algumas investigações mostram que existe uma dificuldade em se encontrar uma correlação direta com o fenômeno de *Exchange Bias*, o que torna o tamanho do grão um parâmetro de difícil compreensão e clareza [3].

Resultados de diferentes estudos tem sugerido que o tamanho do grão varia conforme o sistema ou condições específicas do mesmo. Sendo que em alguns sistemas o  $H_{EB}$  aumenta com o tamanho do grão [42, 72, 73], como ilustrado na figura 3.13.

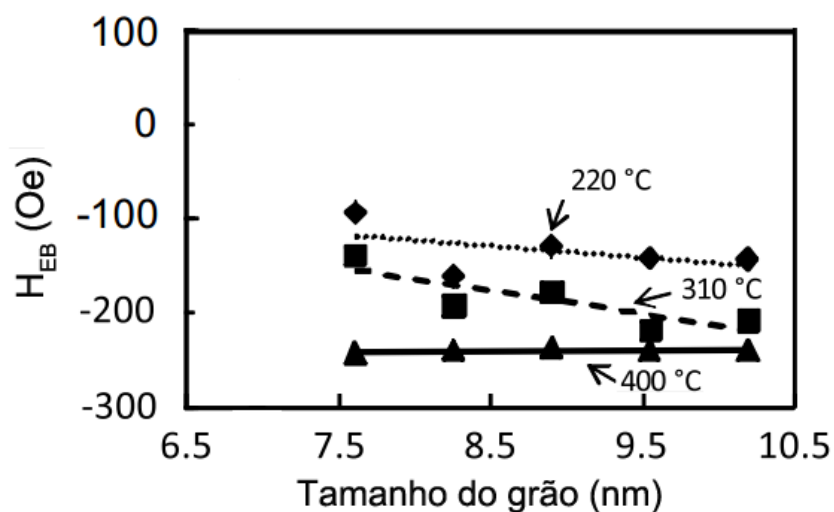


Figura 3.13 –  $H_{EB}$  em função do tamanho médio do grão da camada AFM de IrMn para diferentes temperaturas [74].



A figura 3.13 mostra que grãos de IrMn de tamanho  $\leq 7$  nm, não geram um  $H_{EB}$ , enquanto grãos maiores do que 8 nm apresentam um  $H_{EB}$  entre 100 Oe e 200 Oe, permanecendo constante com o tamanho do grão para uma temperatura de 400 °C, apresentando um valor em torno de 250 Oe [74].

Em outros sistemas o  $H_{EB}$  apresenta um comportamento oposto [60, 75]. Os diferentes comportamentos apresentados pelos sistemas anteriores, provavelmente ocorrem devido ao tamanho do grão afetar outros parâmetros, tais como rugosidade, textura cristalográfica, a estrutura de *spins* e a anisotropia da camada AFM [3]. O tamanho dos grãos do AFM também pode ter influência, modificando, inclusive, a  $T_B$  do sistema [76].

### 3.3.8 Efeito de Treinamento

O fenômeno de *Exchange Bias* tem se mostrado rico em detalhes, apresentando muitas características intrigantes. *Paccard* em 1966 [77], realizando medidas de magnetização em sistemas contendo interfaces de Co/CoO e NiFe/AFM, observou pela primeira vez um efeito relacionado a redução do  $H_{EB}$  e do  $H_C$  com o número de ciclos de histerese magnética consecutivos medidos a uma temperatura fixa, ou seja:

$$H_{EB}(1^\circ \text{ ciclo}) > H_{EB}(2^\circ \text{ ciclo}) > \dots > H_{EB}(\text{enésimo ciclo}) \quad (3.11)$$

este efeito ficou sendo conhecido como efeito de treinamento (do inglês "*training effect*"), desde então, se tornou um interessante ponto a ser investigado [78, 79, 80, 81, 82, 83]. A figura 3.14 apresenta o efeito para os 20 primeiros ciclos de histerese.

Segundo Nogués [3], este efeito pode estar relacionado a diversos comportamentos, tais como: uma reorientação parcial dos domínios magnéticos da camada AFM a cada ciclo completo da magnetização da camada FM, um crescimento induzido metaestável da configuração de *spins* [49, 57, 84], uma magnetização termoremanente induzida na camada AFM, ou ainda, devido a flutuações térmicas quando  $K_{AFM}t_{AFM} \ll k_B T$  [85], onde  $K_{AFM}$  é a constante de anisotropia associada a camada AFM,  $t_{AFM}$  é a espessura dessa camada e  $k_B$  é a constante de *Boltzmann*. Com isso, os momentos magnéticos da camada AFM tendem a buscar uma configuração favorável energeticamente em cada ciclo de histerese.

Em trabalhos mais recentes, tem-se demonstrado que há dois tipos de efeito de treinamento. Um ocorre entre o primeiro e segundo ciclo de histerese, e proporciona uma redução acentuada no valor do  $H_{EB}$ , sendo conhecida como efeito de treinamento atérmico [86, 87].

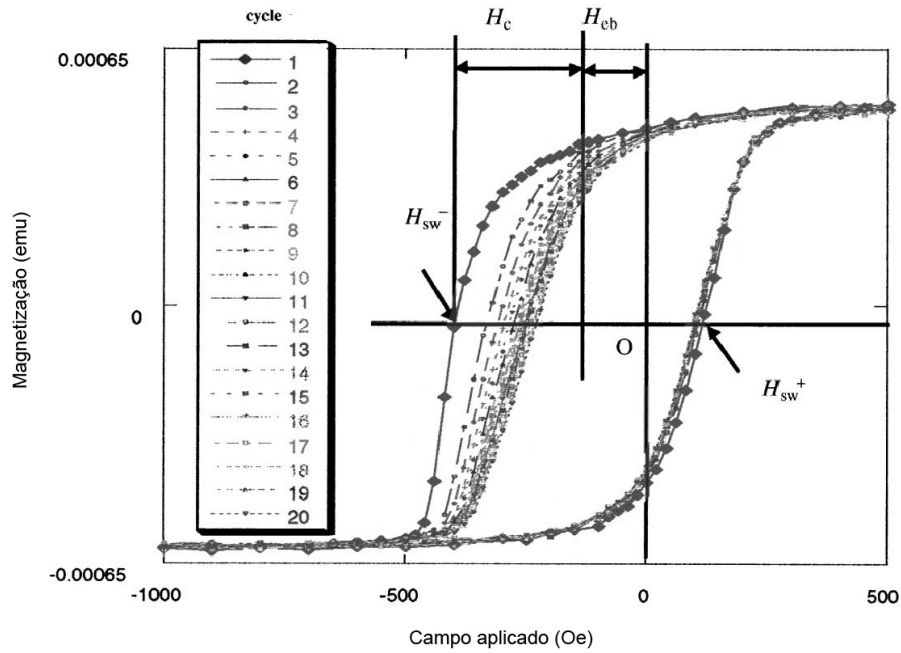


Figura 3.14 – Caso típico de efeito de treinamento. os campos coercivos são representados por  $H_{SW\mp}$  [79].

Este efeito foi explicado por *Hoffmann* [81] a partir de um modelo simples de rotação coerente da magnetização, sugerindo que o efeito podia ser causado por um acoplamento do tipo *spin-flop* [88], (orientação perpendicular dos momentos magnéticos da camada FM relativos à direção do eixo fácil da camada AFM).

O segundo tipo de efeito de treinamento envolve um número maior de ciclos de histerese subsequentes, promovendo uma redução gradual do  $H_{EB}$  proporcional ao número de ciclos de histerese, dada por:

$$H_{EB} \propto \frac{1}{\sqrt{n}} \quad (\text{para } n > 2) \quad (3.12)$$

onde  $n$  é o número de ciclos realizados.

Esse efeito, contudo, não aparece em todos os casos em que há o fenômeno de *Exchange Bias*. No entanto, é importante sempre certificar-se da sua existência, de modo a garantir uma correta obtenção dos parâmetros a serem avaliados. Isso pode ser realizado avaliando-se a mudança de comportamento existente nas 10 primeiras curvas de magnetização de uma dada amostra [43].

### 3.4 Modelos para Descrição do Exchange Bias

Se considerarmos todos os parâmetros que foram apresentados até o momento, relacionados ao fenômeno de *Exchange Bias*, se entende de certa forma por que um entendimento completo sobre o mesmo se mostra um objetivo difícil de ser alcançado. Uma dessas dificuldades surge do fato de que o fenômeno é observado em uma vasta gama de sistemas.

Desde a sua descoberta em 1956, o EB foi observado em muitos diferentes sistemas que apresentam uma interface FM/AFM, na forma de pequenas partículas [1, 2], materiais inhomogêneos [89, 90], filmes FM sobre monocristais AFM [91, 92] e filmes finos [43, 93, 94]. Também se observou o EB em outros tipos de sistemas, envolvendo materiais ferrimagnéticos (ferri), como por exemplo, interfaces AFM/ferri [50] e ferri/FM [95].

Outra dificuldade que está intrinsecamente ligada ao surgimento do efeito de EB é a interação interfacial entre as camadas. Devido a caracterização experimental de interfaces ser na maioria das vezes complexa, se acaba tendo informações insuficientes sobre a influência de determinados parâmetros.

Conhecer as características interfaciais seria primordial para a elaboração de um modelo completo que também levasse em conta os diversos efeitos que o fenômeno de EB apresenta: deslocamento em campo do ciclo de histerese, aumento da coercividade e histerese rotacional.

#### 3.4.1 Configuração dos Spins Interfaciais

No intuito de apresentar posteriormente os principais modelos até então propostos para descrever as consequências da interação interfacial, a qual deu origem ao *Exchange Bias*, primeiramente temos que averiguar a configuração de *spins* na interface das camadas FM/AFM, a qual será de extrema importância para elaboração de qualquer modelo.

A configuração de *spins* que aparece no modelo intuitivo, figura 3.5, é uma configuração colinear, ou seja, os *spins* interfaciais da camada FM e da camada AFM estão alinhados na mesma direção. Essa classificação pode apresentar dois tipos de estruturas, como ilustrado na figura 3.15.

⇒ (a) estrutura com interface não-compensada - a magnetização líquida na camada AFM não é nula na interface.

⇒ (b) estrutura com interface compensada - a magnetização líquida na camada AFM é nula na interface.

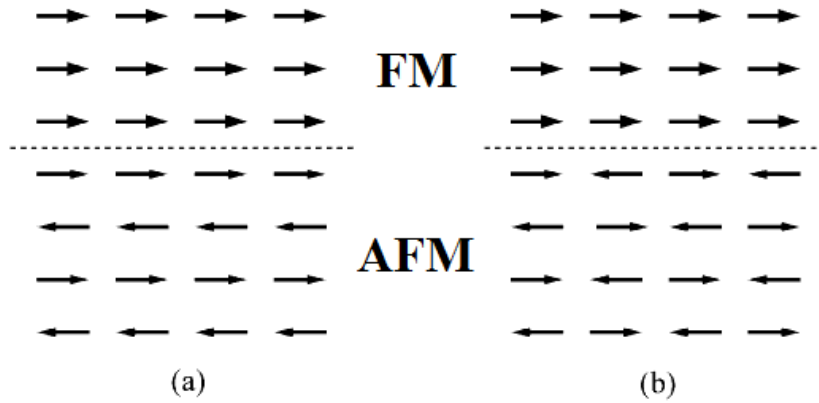


Figura 3.15 – Diagrama esquemático das configurações interfaciais colineares. Interface não-compensada (a) e interface compensada (b) [96].

Os *spins* interfaciais podem apresentar outras configurações alternativas que sejam não-colineares, ou seja, não estejam alinhados na mesma direção. Sendo que o ângulo entre as direções das magnetizações das camadas FM/AFM pode estar entre  $0^\circ$  e  $180^\circ$ , como ilustra a figura 3.16, para o caso de alinhamentos perpendiculares.

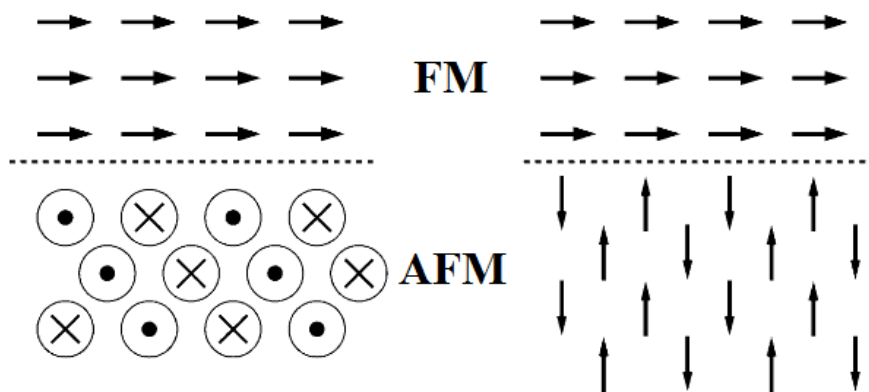


Figura 3.16 – Diagrama esquemático de possíveis configurações interfaciais não-colineares (ângulo de  $90^\circ$ ) [96].

Considerando as configurações de *spins* acima, e levando em conta o modelo intuitivo descrito anteriormente, se torna difícil entender o surgimento do EB em sistemas com interfaces compensadas e não-colineares. Contudo, experimentalmente se verifica este efeito em diversos sistemas com tais arranjos interfaciais [3, 97, 98].

Se pensarmos em interfaces reais, veremos que outros parâmetros, como a rugosidade, influenciam na interação de troca interfacial, de modo que o EB ocorra, mesmo apresentando tais configurações interfaciais, não intuitivas.

Existem outras possibilidades de configuração de *spins* interfaciais que são mais com-

plexas, como a formação de paredes de domínio no material AFM [51, 99] e a formação de grãos no AFM, os quais se acoplam via interação de troca e *spin-flop* com os *spins* da camada FM [100].

Para o caso de materiais policristalinos, temos outra configuração importante, que apresenta maior complexidade, tendo maior aceitação atualmente. Esta considera que a interface entre os materiais FM/AFM pode ser decomposta em, pelo menos, duas categorias diferentes de grãos ou *clusters* de grãos, os quais se comportam individualmente como monodomínios [4, 5, 7, 79, 80, 100, 101, 102]. *O'Grady et al.* [4] atribuíram as características dessas regiões às diferentes interações que os *spins* interfaciais não-compensados do material AFM, mantém com o restante da rede. Já *Berkowitz et al.* [102] consideraram que tais grãos eram partículas ferromagnéticas que se formaram a partir de reações químicas.

Esses grãos podem ser divididos quanto a estabilidade que apresentam em relação à direção de anisotropia do material AFM, quando a magnetização da camada FM varia a sua direção, devido a ação de um campo magnético externo, como ilustrado na figura 3.17.

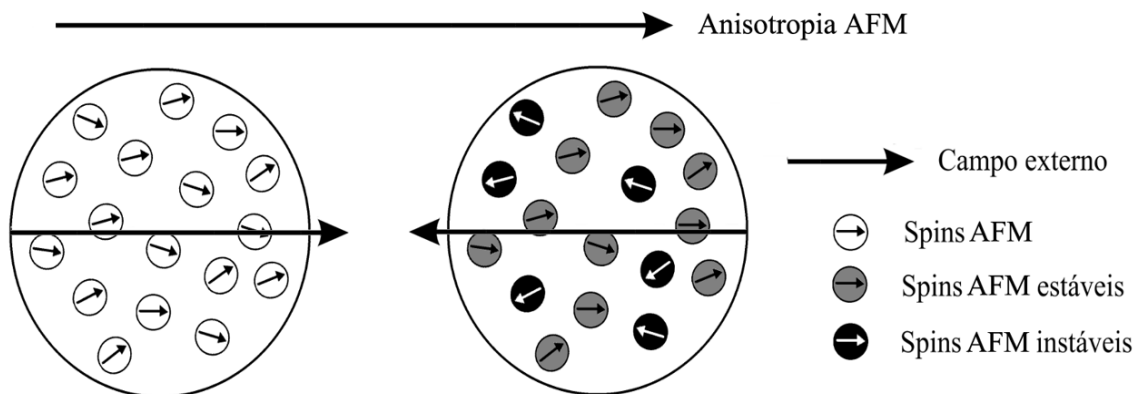


Figura 3.17 – Ilustração dos *spins* interfaciais não-compensados da camada AFM. Em (a) temos os *spins* do AFM alinhados no mesmo sentido do campo magnético externo (a) e em (b) diferentes classificações dos *spins* do AFM quando o campo magnético externo é invertido [5].

Na figura 3.17, estão ilustradas ambas as estruturas consideradas existentes na interface FM/AFM. *Fujiwara et al.* [5] divide os *spins* não-compensados da camada AFM em estáveis e instáveis, além disso, considera que somente a magnetização líquida dessa camada deve, necessariamente, estar apontando na direção do eixo de anisotropia, existindo assim a liberdade dos *spins* do AFM apontarem em direções diferentes ou próximas a essa.

A figura 3.17 (a) ilustra o comportamento dos *spins* interfaciais não-compensados ou grãos AFM, quando o campo magnético externo aponta na direção da anisotropia do AFM. Nessa situação os momentos magnéticos líquidos de ambas as camadas FM/AFM apontam

parcialmente na mesma direção. Quando invertemos o sentido do campo magnético externo, a camada FM tende a girar coerentemente junto com o campo magnético, ao passo que os *spins* não-compensados da camada AFM interagem, através de um torque microscópico, dificultando a rotação da camada FM.

Contudo, a figura 3.17 (b) nos mostra que os *spins* neste modelo apresentam dois comportamentos distintos, existindo aqueles que se mantem na sua posição original, parcialmente alinhados ao longo da anisotropia do AFM, os grãos estáveis, e os que giram de forma irreversível com o campo magnético externo aplicado, ou seja, os grãos instáveis. Segundo *Fujiwara et al.* [5] os "*frozen grains*" ou grãos estáveis, contribuem para o surgimento do acoplamento de troca e conseqüentemente o *Exchange Bias*, enquanto os "*unfrozen grains*" ou grãos instáveis contribuem para o aumento do  $H_C$ . Este comportamento pode ser expresso através de um campo de "*pinning*",  $H_P$ , de modo que:

$$H_{SW} = H_{EB} + H_C \cong H_P \quad (3.13)$$

onde  $H_{SW}$  representa o valor em campo quando a magnetização é nula ou simplesmente a reversão da magnetização. A partir da equação 3.13 podemos deduzir que, se realizarmos um tratamento térmico no intuito de aumentar o  $H_{EB}$ , teremos uma redução do  $H_C$  ou vice-versa, considerando que existam somente grãos estáveis e instáveis. Um resultado interessante é que independentemente da anisotropia que governa os momentos de *spins* do AFM, a relação  $H_{SW} = H_P$  continua válida [5].

### 3.4.2 Principais Modelos em Exchange Bias

Vimos que a configuração de *spins* interfacial desempenha um importante papel na elaboração dos modelos. Conhecer detalhadamente as características interfaciais é fundamental, sendo que a busca por um modelo que descreva de forma mais abrangente possível todas as conseqüências da interação de troca interfacial FM/AFM é uma tarefa árdua.

Diversos modelos foram propostos desde a descoberta do EB, muitos deles obtiveram bons resultados em alguns aspectos, mas nenhum foi capaz de explicar o fenômeno de maneira totalmente eficaz. Para um tratamento mais detalhado sobre os modelos que serão resumidamente aqui expostos, se recomenda uma consulta aos artigos de revisão [3, 4, 33, 35, 36, 96].

O primeiro modelo para explicar o fenômeno de *Exchange Bias* foi desenvolvido pelos próprios descobridores do fenômeno [1, 2]. Baseado em suas observações sobre anisotropia

rotacional, *Meiklejohn e Bean* [34] em 1962, propuseram um modelo que levasse em conta a intensidade do desvio do ciclo de histerese, ou seja, o  $H_{EB}$ . Com isso eles assumiram os seguintes pressupostos [36]:

- ⇒ A camada FM rotaciona rigidamente, como um todo;
- ⇒ Ambas as camadas, FM e AFM, estão sob um estado de único domínio, ou seja, um monodomínio;
- ⇒ A interface FM/AFM é atômicamente suave;
- ⇒ A camada AFM é magneticamente rígida, significando que os *spins* do AFM não mudam suas posições enquanto os *spins* da camada FM rotacionam;
- ⇒ Os *spins* na interface do AFM são completamente não-compensados, ou seja, possuem um momento magnético líquido;
- ⇒ As camadas FM e AFM são acopladas por uma interação de troca através da interface FM/AFM. O parâmetro atribuído a esta interação é a energia de acoplamento de troca interfacial por unidade de área,  $J_{EB}$  [J/m<sup>2</sup>].
- ⇒ A camada AFM tem um anisotropia uniaxial no plano.

Este modelo foi descrito matematicamente usando o modelo da rotação coerente da magnetização de *Stoner-Wohlfarth* [103, 104], o qual pode ser escrito como:

$$E = -\mu_0 H M_{FM} t_{FM} \cos(\theta - \beta) + K_{FM} t_{FM} \sin^2(\beta) + K_{AFM} t_{AFM} \sin^2(\alpha) - J_{EB} \cos(\beta - \alpha) \quad (3.14)$$

onde  $\mathbf{H}$  é o campo magnético externo,  $M_{FM}$  é a magnetização de saturação,  $t_{FM}$  é a espessura da camada FM,  $t_{AFM}$  é a espessura da camada AFM,  $K_{FM}$  é a constante de anisotropia da camada FM,  $K_{AFM}$  é a constante de anisotropia da camada AFM e  $J_{EB}$  é a constante de acoplamento de troca interfacial.  $\beta$  é o ângulo entre a magnetização do FM e o eixo de anisotropia do FM,  $\alpha$  é o ângulo entre a magnetização do AFM e o eixo de anisotropia do AFM e  $\theta$  é o ângulo entre o campo magnético externo e o eixo de anisotropia do FM, como ilustrado na figura 3.18.

Na equação 3.14, o primeiro termo na equação da energia leva em conta o efeito do campo magnético aplicado sobre a camada FM, o segundo termo é o efeito da anisotropia do FM, o terceiro leva em conta a anisotropia do AFM e o último termo considerada a interação de troca interfacial. Embora esta função considere os principais parâmetros envolvidos no fenômeno de *Exchange Bias*, ela assume a ausência de domínios FM/AFM, que os eixos de anisotropias do FM e do AFM são paralelos e que o acoplamento se da na interface [3].

Se assumirmos a condição ideal do modelo de *Meiklejohn e Bean* de que a camada AFM

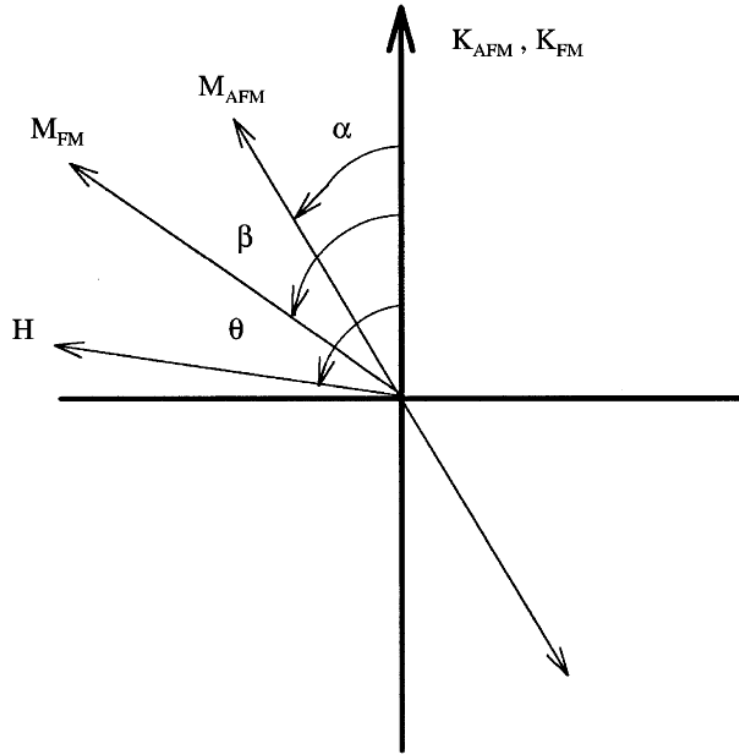


Figura 3.18 – Diagrama esquemático dos ângulos envolvidos em um sistema com *Exchange Bias*. Note que os eixos de anisotropia do FM e AFM são assumidos como colineares e que a magnetização do AFM,  $M_{AFM}$ , possui dois sentidos [3].

é rígida ( $\alpha = 0$ ) e sendo o campo magnético externo aplicado ao longo da direção de aplicação do  $H_{FC}$  (eixo das anisotropias ou eixo fácil), isto implica em  $\theta = 0$ , com isso a equação da energia, equação 3.14, se reduz a:

$$E = -\mu_0 H M_{FM} t_{FM} \cos(-\beta) + K_{FM} t_{FM} \sin^2(\beta) - J_{EB} \cos(\beta) \quad (3.15)$$

A energia de troca interfacial pode ser expressa em termos de pares de interações de troca,  $E_{int} = \sum_{ij} J_{ij} S_i^{AFM} S_j^{FM}$ , onde o somatório inclui todas as interações dentro da ordem do acoplamento de troca interfacial [36]. Minimizando a energia da equação 3.15, com relação a  $\alpha$  e  $\beta$ , temos que:

$$\frac{\partial E}{\partial \alpha} = 0; \quad \frac{\partial E}{\partial \beta} = 0; \quad (3.16)$$

A partir da condição de equilíbrio são definidos os campos coercivos  $H_{C1}$  e  $H_{C2}$ , respectivamente:

$$H_{C1} = -\frac{2K_{FM} t_{FM} + J_{EB}}{\mu_0 M_{FM} t_{FM}} \quad (3.17)$$

$$H_{C2} = \frac{2K_{FM} t_{FM} - J_{EB}}{\mu_0 M_{FM} t_{FM}} \quad (3.18)$$



A partir das equações acima, podem ser derivadas as expressões para calcular o campo coercivo,  $H_C$ , e o deslocamento,  $H_{EB}$ , do ciclo de histerese respectivamente:

$$H_C = \frac{-H_{C1} + H_{C2}}{2} \quad H_{EB} = \frac{H_{C1} + H_{C2}}{2} \quad (3.19)$$

o qual resulta em:

$$H_C = \frac{2K_{FM}}{\mu_0 M_{FM}} \quad (3.20)$$

e

$$H_{EB} = -\frac{J_{EB}}{\mu_0 M_{FM} t_{FM}} \quad (3.21)$$

No entanto, se assumirmos a condição que  $K_{FM} t_{FM} \ll K_{AFM} t_{AFM}$ , a anisotropia do FM pode ser negligenciada, assim a equação da energia, equação 3.14, se reduz a:

$$E = -\mu_0 H M_{FM} t_{FM} \cos(\theta - \beta) + K_{AFM} t_{AFM} \sin^2(\alpha) - J_{EB} \cos(\beta - \alpha) \quad (3.22)$$

Um importante resultado que surge a partir da minimização da energia da equação 3.22 é que a condição  $K_{AFM} t_{AFM} \geq J_{EB}$  deve ser satisfeita para que o fenômeno de EB seja observado. Se  $K_{AFM} t_{AFM} \gg J_{EB}$  então o sistema é minimizado mantendo  $\alpha$  pequeno independente do valor de  $\beta$ . Contudo, se  $J_{EB} \gg K_{AFM} t_{AFM}$  é energeticamente mais favorável manter  $(\beta - \alpha)$  pequeno, ou seja, os *spins* do FM e do AFM rotacionam juntos. Em outras palavras, se a condição acima não for satisfeita, os *spins* do AFM seguirão o movimento dos *spins* do FM, assim nenhum desvio no ciclo de histerese será observado, resultando apenas em um aumento no campo coercivo [3].

De acordo com os resultados de *Meiklejohn e Bean*, os valores encontrados para o  $H_{EB}$  a partir desse modelo, eram muito maiores, cerca de duas ordens de grandeza maior do que os encontrados experimentalmente [96] em filmes policristalinos. Embora para outros sistemas, prediz valores próximos ou até mesmo corretos [50, 105, 106].

Um problema nesse modelo surge do fato de que a intensidade do  $H_{EB}$  depende do valor assumido de  $J_{EB}$ , uma vez que não sabe como avaliar esta constante em interfaces com vários graus de complexidade e em segundo, interfaces reais sempre apresentam um certo grau de rugosidade, o que acaba acarretando em discrepâncias entre o modelo e os resultados experimentais [36].

Cronologicamente, o segundo modelo proposto para explicar o fenômeno de EB foi sugerido por *Néel* [107] em 1967. *Néel* propôs uma estrutura de *spins* AFM não-compensados

na interface, a qual poderia estar sujeita a deformações e experimentar mudanças irreversíveis durante a reversão da magnetização da camada FM. Consequentemente, ambos os campos,  $H_{EB}$  e  $H_C$  seriam afetados por tais mudanças, a qual ocorreria na camada AFM, durante a reversão da camada FM.

No intuito de reduzir o  $H_{EB}$  previsto pelo modelo, o qual era ordens de grandeza maior do que o experimental, *Néel* assumiu que uma parede de domínios parcial se desenvolvia na camada AFM durante a reversão da magnetização. Este conceito foi introduzido pelo mesmo [96] quando considerou um acoplamento entre um FM e um AFM com baixa anisotropia. A parede de domínios parcial no AFM armazenaria uma importante fração da energia de acoplamento de troca interfacial, reduzindo desse modo o desvio do ciclo de histerese.

*Néel* calculou a orientação da magnetização para cada camada através de uma equação diferencial, de modo que, o fraco acoplamento era consistente com a parede de domínios parcial do AFM, a qual era paralela a interface (parede de domínio de *Néel* - subseção 2.3.1). Este modelo prevê que deve existir uma espessura mínima da camada AFM para produzir o desvio do ciclo de histerese. Mais importante ainda, este conceito de parede de domínio parcial constituiu a base de outros modelos que incorporaram qualquer formação de parede (*Bloch* ou *Néel*) como uma maneira de reduzir o  $H_{EB}$  [36].

*Néel* considerou também uma interface mais realística, com rugosidade, levando a compensação parcial dos momentos do AFM. No caso de filmes policristalinos AFM, o número de *spins* na interface de cada grão AFM poderia ser estatisticamente distribuído, levando a flutuações dos momentos em cada grão AFM. Apesar do progresso em comparação ao modelo de *Meiklejohn e Bean*, este modelo falha na obtenção de valores razoáveis para o  $H_{EB}$  [4].

Em 1972, *Fulcomer e Charap* [108, 109] propuseram um dos modelos mais bem sucedidos para *Exchange Bias* [4]. Eles desenvolveram um modelo que exhibe as principais características dos dados experimentais, particularmente levando em conta a dependência de frequência dos parâmetros do ciclo de histerese. Uma característica básica do modelo é a descrição da superfície óxida (AFM) como um conjunto de pequenas partículas antiferromagnéticas, cada qual interagindo apenas com o filme FM, como ilustrado na figura 3.19.

O modelo considera que estas partículas AFM estão sujeitas a rápidas flutuações térmicas na orientação dos momentos na superfície para temperaturas acima da  $T_B$ . *Fulcomer e Charap* [109] observaram mudanças progressivas no  $H_{EB}$  para tal sistemas, levando em conta o tamanho e o número de grãos crescidos no material AFM. Uma modelagem numérica baseada

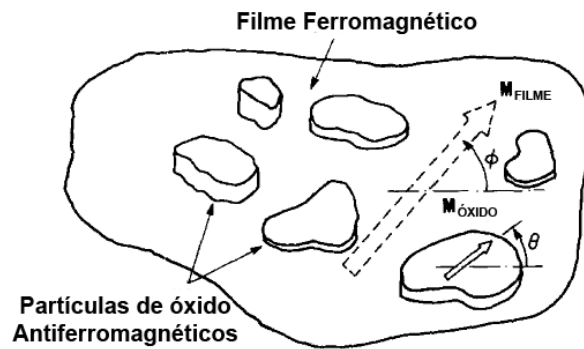


Figura 3.19 – Diagrama esquemático das partículas antiferromagnéticas isoladas acopladas com o filme FM [3].

em um modelo de reversão granular análoga a um sistema de *Stoner-Wohlfarth* apresentou boa concordância com as observações experimentais.

Em particular, eles previram que o  $H_{EB}$  a partir de um acoplamento FM/AFM poderia resultar em mudanças termicamente ativadas na orientação das subredes do material AFM, levando a variações no valor do  $H_{EB}$ . Uma importante característica desse modelo é a quantidade de tamanhos e formas das partículas do AFM que foram consideradas. Este modelo foi capaz de prever a dependência da temperatura com  $H_{EB}$  e  $H_C$  para uma ampla faixa de temperaturas, mesmo acima da  $T_N$  [110], sendo base para outros modelos granulares baseados sob efeitos de flutuação térmica.

Em 1987, *Mauri* e colaboradores [99] propuseram o primeiro modelo de domínios para o *Exchange Bias*. Eles sugeriram que a formação de paredes de domínio paralela a interface FM/AFM resultava em um acoplamento interfacial menor do que a prevista pelo modelo de *Meiklejohn e Bean*. Este modelo resultava em valores mais razoáveis para o  $H_{EB}$ . Contudo, não explicava algumas consequências relacionadas ao fenômeno de EB, tais como, aumento do  $H_C$  da camada FM e a redução do desvio do ciclo de histerese quando submetido a vários ciclos (efeito de treinamento).

Este modelo assumia que tanto os *spins* do FM quanto do AFM se mantiam paralelos a uma interface perfeitamente plana. Possuía também uma dependência com a espessura do AFM necessária para acomodar uma parede de domínio paralela a interface, embora o *Exchange Bias* tenha sido relatado para sistemas contendo camadas AFM tão finas quanto poucos átomos [4].

No mesmo ano, 1987, *Malozemoff* [57] propôs um modelo no qual introduzia uma interface com rugosidade aleatória entre as camadas FM e AFM, o qual apresentou valores de  $H_{EB}$  da mesma ordem de magnitude daqueles obtidos por *Mauri* [99]. A natureza rugosa da

interface dava origem a áreas compensadas e não-compensadas, as quais influenciavam no comportamento dos *spins* interfaciais da camada FM. A energia magnetostática dessas áreas e a anisotropia do AFM resultavam na formação de domínios AFM com paredes de domínios perpendiculares a interface. O movimento dessas paredes de domínios poderia explicar a redução do  $H_{EB}$  devido ao efeito de treinamento. Contudo, seria aplicável somente a um monocristal AFM. No caso de materiais policristalinos o comportamento é mais complexo, podendo depender sob a microestrutura do AFM, tornando difícil sua aplicação. Além disso, o modelo baseia-se sobre uma interface rugosa e não explica o aparecimento do EB em interfaces perfeitamente compensadas [4].

Em 1997, *Koon* [88] propôs um modelo microscópico para explicar o *Exchange Bias* em interfaces FM/AFM compensadas. Neste modelo a magnetização da camada FM tende a se orientar perpendicularmente ao eixo fácil da camada AFM e prevê que tanto interfaces compensadas como não-compensadas apresentam valores similares para o  $H_{EB}$ . Isso era devido a formação de uma parede de domínios no AFM paralela à interface, durante a reversão da magnetização do FM. Vale comentar que estes resultados não concordavam com as teorias de *Mauri* [99] e *Malozemoff* [57].

O principal resultado do modelo de *Koon* foi a predição de um acoplamento *spin-flop* na interface entre as camadas FM/AFM. Além disso, *Koon* também observou que os *spins* do AFM apresentavam uma pequena inclinação relativa entre os *spins* interfaciais da camada AFM, a qual tinha seu valor reduzido rapidamente como função da distância a partir da interface.

Entre 1998 e 1999, *Schultness* e *Butler* [111] usaram um modelo atomístico de *Heisenberg* em conjunto com a equação de *Landau-Lifshitz* para o movimento do *spin*. Combinaram os modelos de *Malozemoff* e *Koon* e resolveram a equação de *Landau-Lifshitz* incluindo o termo de amortecimento de *Gilbert-Kelley* para estudar o acoplamento de troca interfacial entre as camadas FM/AFM. Eles mostraram que para interfaces perfeitamente planas, o acoplamento de *spin-flop* não conduzia ao desvio do ciclo de histerese, embora levasse a um aumento da coercividade da camada FM, típico de sistemas com *Exchange Bias*. Com a introdução de defeitos na interface eles conseguiram obter valores para o  $H_{EB}$  da mesma ordem dos valores experimentais [59]. Contudo, este modelo se aplica apenas a situações idealizadas na qual ambas as camadas do FM e AFM são monocristais, comportando-se como monodomínios.

*Stiles* e *McMichael* [100] em 1999 propuseram um modelo no qual descrevem o comportamento de bicamadas FM/AFM policristalinas com grãos interfaciais do AFM divididos em

estáveis, parcialmente estáveis e instáveis, descritos em função da temperatura e da direção do campo magnético externo aplicado. Neste modelo, o comportamento de cada grão determinava a contribuição para a anisotropia unidirecional. O acoplamento dos grãos FM e AFM ocorre via interação de troca direta e via acoplamento *spin-flop*, mediante formação de uma parede de domínios parcial na camada AFM, devido a um torque microscópico exercido pelos *spins* do AFM nos *spins* do FM quando estes rotacionam com o campo magnético externo aplicado. O modelo explica a anisotropia unidirecional que origina o desvio do ciclo de histerese e os efeitos histeréticos observados nos experimentos de torque e ressonância ferromagnética.

Segundo *Stiles e McMichael*, os grãos estáveis mantêm sua ordem antiferromagnética durante a reversão da magnetização da camada FM, sendo responsáveis pelo deslocamento do ciclo de histerese, o qual resulta de uma anisotropia unidirecional. Enquanto os grãos instáveis sofrem mudanças irreversíveis em sua ordem antiferromagnética durante a reversão, estando associados aos efeitos histeréticos. Baseado neste modelo, eles também encontraram duas diferentes contribuições para o aumento da coercividade: uma devido a reversão não homogênea e outra devido a transições irreversíveis, ambas relacionadas a camada AFM [112]. Com isso, duas diferentes dependências do  $H_C$  com a espessura da camada FM foram previstas pelo modelo, ambas em função da temperatura baseadas sob cada contribuição acima [4].

*Kiwi* [97] em 1999 sugere um modelo analítico para interfaces compensadas. *Stamps* [113] em 2000, sugeriu a existência de dois diferentes mecanismos para o *Exchange Bias*. O primeiro mecanismo era devido a formação de paredes de domínios reversíveis na camada AFM. O segundo devido a processos irreversíveis conduzindo a uma assimetria no ciclo de histerese. Um resultado chave desse modelo é a existência de termos de acoplamento de ordem superior quando mais de uma subrede no AFM está presente na interface. Uma teoria de campo médio foi usada para explicar a dependência da temperatura com  $H_{EB}$  e  $H_C$ .

Em 2002, *Nowak et al.* [114] propôs um modelo de estado de domínio (*Domain state model*), que assumia um material AFM diluído, com defeitos, representados por átomos não magnéticos, tanto na interface, quanto no seu interior. Neste modelo o *Exchange Bias* surge devido a um estado de domínio no AFM o qual se desenvolve durante o resfriamento em campo. Os defeitos não magnéticos introduzidos neste sistema favorecem a formação de uma parede de domínios através destes sítios, diminuindo a energia necessária para formá-la. O estado de domínio é metaestável, mas se torna congelado durante o resfriamento em campo, dependendo da concentração de sítios não magnéticos. O modelo é capaz de reproduzir muito bem alguns dos

resultados experimentais obtidos para materiais AFM cuidadosamente dopados com impurezas não magnéticas [115, 116].

Além dos modelos acima mencionados poderíamos citar o modelo de *Choo* [117] de 2007, o qual propôs um modelo granular das propriedades magnéticas do EB em bicamadas FM/AFM. O modelo é usado em uma extensa investigação do efeito da instabilidade térmica da camada AFM como uma função da espessura da camada, o diâmetro dos grãos, temperatura e a distribuição de tamanho de grão. Os cálculos apresentam boa concordância com os dados experimentais e proporcionam uma compreensão do papel da camada AFM na determinação do  $H_{EB}$  e da coercividade.

O modelo de *Harres* [118] de 2012, mais recente, introduz um comportamento magnético de sistemas policristalinos FM/AFM com interface granular. Neste modelo aparece um termo de anisotropia rodável (*rotatable anisotropy*), que explicaria o aumento da coercividade. Considerando que os momentos magnéticos não-compensados da camada AFM interagem com os momentos da camada FM, dependendo da estabilidade destes momentos, eles poderiam ser arrastados pela camada FM durante o processo de reversão da magnetização, possuindo sua própria anisotropia e contribuindo para um aumento do  $H_C$ , sem afetar o deslocamento em campo do ciclo de histerese.

A característica distintiva deste modelo é que o efeito da anisotropia rodável muda quando um campo magnético externo é variado, resultando em uma coercividade diferente de zero no eixo duro, uma característica que é comumente observada, sendo pouco compreendida e frequentemente ignorada segundo *Harres* [118].

Apesar da extensa e frequente tentativa dos modelos no sentido de reproduzir os valores experimentais de sistemas com *Exchange Bias*, nenhuma teoria foi capaz de realizar tal façanha. Segundo *O'Grady* [4], criticamente as teorias não oferecem nenhum caminho para aqueles que tentam desenvolver novos materiais e sistemas para aplicações. Por exemplo, qual é o tamanho de grão ideal para uma dada aplicação? Nenhum dos modelos prevê a espessura dos filmes e o tamanho de grão dependente sobre o  $H_{EB}$ . Eles também não são capazes de responder às perguntas de *Berkowitz* e *Takano* [33] de uma forma abrangente.

Uma das razões para as falhas destes modelos poderia ser a larga variedade de sistemas que tem sido estudados, a segunda razão seria a quantidade de dados experimentais que negligência uma possível instabilidade térmica na camada AFM, da mesma forma o grau de ordem no AFM no início da medição é geralmente desconhecida e raramente checada [4].

## 4 MAGNETORRESISTÊNCIA

A magnetorresistência está relacionada às propriedades magnéticas estáticas do estado sólido, a qual influencia o comportamento eletrônico dinâmico, ou seja, a influência do arranjo de *spins* de uma camada magnética sobre o movimento dos elétrons. Em presença de um campo magnético externo, o arranjo de *spins* se altera, e conseqüentemente, a mobilidade dos elétrons, provocando assim uma variação na resistência do material [15]. A magnitude deste efeito pode ser definida como:

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

onde  $R(H)$  é a resistência em função de um determinado valor de campo  $H$ . Este valor é frequentemente expresso em termos de uma variação percentual, de modo que a sensibilidade relativa dos efeitos magnetorresistivos é definida por:

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

sendo a unidade de  $S$  dada em %/Oe e  $H_S$  é o campo magnético externo mínimo no qual leva a saturação do efeito magnetorresistivo.

Os mais importantes efeitos magnetorresistivos são a magnetorresistência normal e a magnetorresistência anisotrópica, os quais serão discutidos a seguir.

### 4.1 NMR - Magnetorresistência Normal

A magnetorresistência normal ou positiva é caracterizada por um aumento da resistência de um material quando se aplica um campo magnético externo sobre o mesmo. Esta ocorre em metais não-magnéticos como uma consequência da força de *Lorentz*. O campo magnético externo força os elétrons a se movimentarem em trajetórias espirais. Assim, o livre caminho médio efetivo entre duas colisões é reduzido, provocando um aumento da resistência do material. Abaixo da temperatura de Curie os metais de transição ferromagnéticos apresentam uma redução na resistência quando comparados a metais de transição não-magnéticos como por exemplo o paládio, como ilustrado na figura 4.1.

Esta redução na resistência é denominada magnetorresistência negativa. Em metais de transição a corrente elétrica é devida principalmente aos elétrons  $s$  que apresentam uma pequena massa efetiva. A resistência pode ser explicada pelo espalhamento de elétrons  $s$  dentro dos estados vazios da banda  $d$  próximos ao nível de Fermi  $E_F$ . Metais de transição são caracterizados

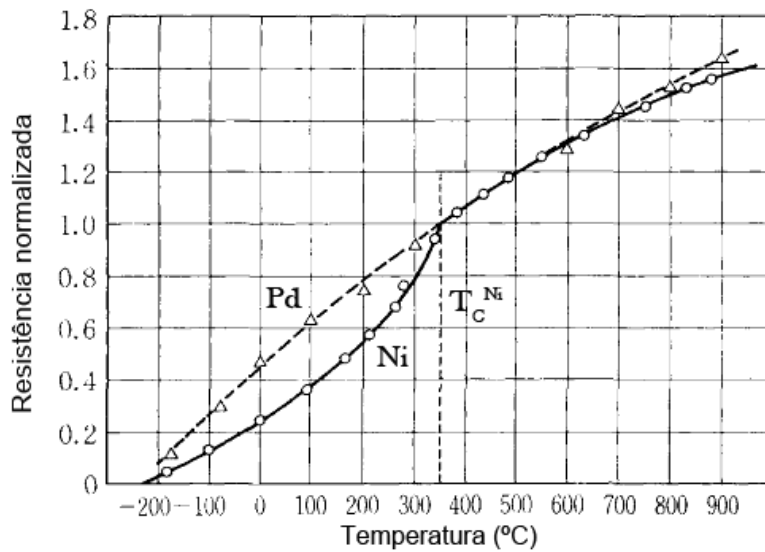


Figura 4.1 – Comparação da resistência reduzida em função da temperatura do Ni e do Pd. As curvas são normalizadas com relação a  $R(T_C$  do Ni) [27].

por uma grande densidade de estados (DOS) da banda  $d$  no nível de Fermi, o qual resulta em uma alta resistência, devido a larga seção de choque de espalhamento dos elétrons. Já os metais nobres apresentam uma baixa densidade de estados no nível de Fermi, que resulta em uma baixa resistência.

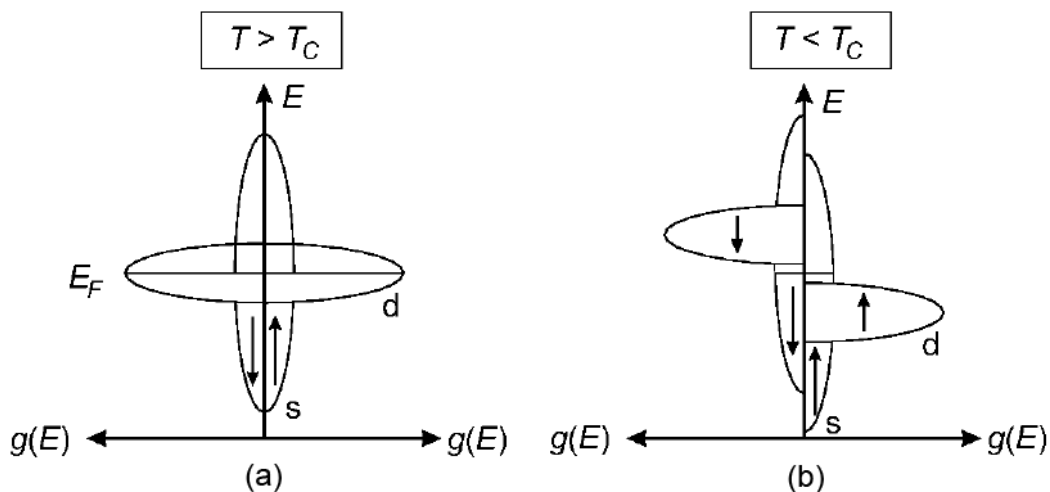


Figura 4.2 – Ilustração esquemática da densidade de estados de *spins up* e *spins down* para (a) metais não-magnéticos ou ferromagnéticos acima da  $T_C$  e para (b) metais ferromagnéticos abaixo da  $T_C$  [15].

Para metais não-magnéticos ou um ferromagneto acima da  $T_C$ , a densidade de estados para ambos os tipos de elétrons ( $s$  e  $d$ ) é idêntica, como ilustrado na figura 4.2 (a). Já para um material magnético abaixo da  $T_C$ , existe um desnível das bandas, como mostra a figura



4.2 (b). Como consequência, a maioria dos elétrons  $s$  podem não ser espalhados para dentro dos estados  $d$ , provocando um aumento na mobilidade  $e$ , consequentemente, uma redução na resistência. Assim, na presença de um campo magnético externo, se aumenta o grau de ordenamento dos  $spins$ , o qual resulta em uma redução da resistência. Desse modo, observa-se uma magnetorresistência negativa [15].

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

## 4.2 AMR - Magnetorresistência Anisotrópica

*William Thompson* descobriu em 1857 que a resistência do níquel variava levemente com a direção da corrente, relativa a direção da magnetização [12]. A resistência era cerca de 2% maior quando um campo magnético externo era aplicado na mesma direção da corrente [119]. O efeito chamado AMR, existia em metais ferromagnéticos tais como, Ni, Co e Fe, na presença de um campo magnético externo aplicado.

A origem física da AMR está no acoplamento *spin-órbita* nos orbitais  $3d$  devido ao campo magnético aplicado e foi explicada primeiro por *Kondo* [120] no início de 1960. Sem uma interação do tipo *spin-órbita*, ou seja,  $\mathbf{L} \cdot \mathbf{S} = 0$ , o espalhamento dos elétrons majoritários  $s-d$  não ocorre. Já para  $\mathbf{L} \cdot \mathbf{S} \neq 0$  é possível a ocorrência de espalhamento com inversão de *spin* (*spin-flip*), ou seja, elétrons  $s$  majoritários podem ser espalhados por estados  $d$  minoritários, contribuindo para um aumento da resistência. Além disso, o momento de um elétron espalhado deve ser conservado o que, juntamente com o fato de os orbitais  $d$  serem altamente anisotrópicos, faz com que a seção de choque de espalhamento seja diferente para uma orientação paralela ou perpendicular entre a direção da magnetização e da corrente elétrica, como ilustrado na figura 4.3.

A magnitude do efeito da AMR depende do ângulo entre a densidade de corrente  $\mathbf{J}$  (cujo ângulo de referência é  $\phi_I$ ) e o ângulo  $\phi_{FM}$  da magnetização com relação à uma dada direção de referência em um material ferromagnético. Quando o material encontra-se no seu estado de saturação magnética o ângulo  $\phi_{FM}$  é geralmente igual ao ângulo  $\phi_H$  entre o campo magnético externo aplicado e o eixo de referência, mas pode ser influenciado por outros fatores tais como, anisotropia magnetocristalina e de forma em filmes finos [15].

Conforme pode ser inferido da figura 4.3, a resistência de um material FM é máxima

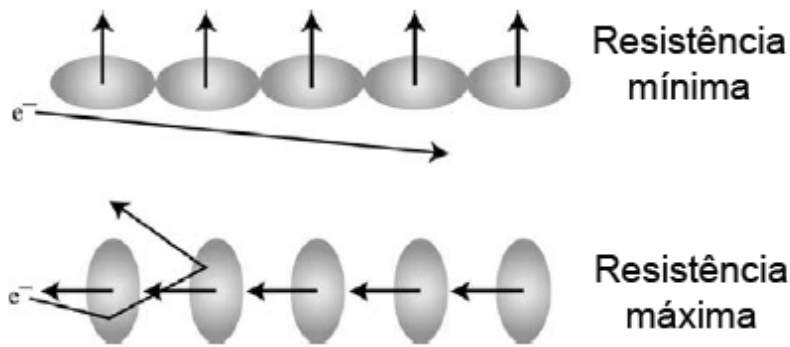


Figura 4.3 – Esquema representando a origem da magnetorresistência anisotrópica [119].

quando a corrente é paralela à direção da magnetização ( $R_{\parallel}$ ) e mínima quando a corrente é perpendicular à magnetização ( $R_{\perp}$ ). O comportamento da magnetorresistência anisotrópica com relação ao campo magnético externo aplicado pode ser vista na figura 4.4.

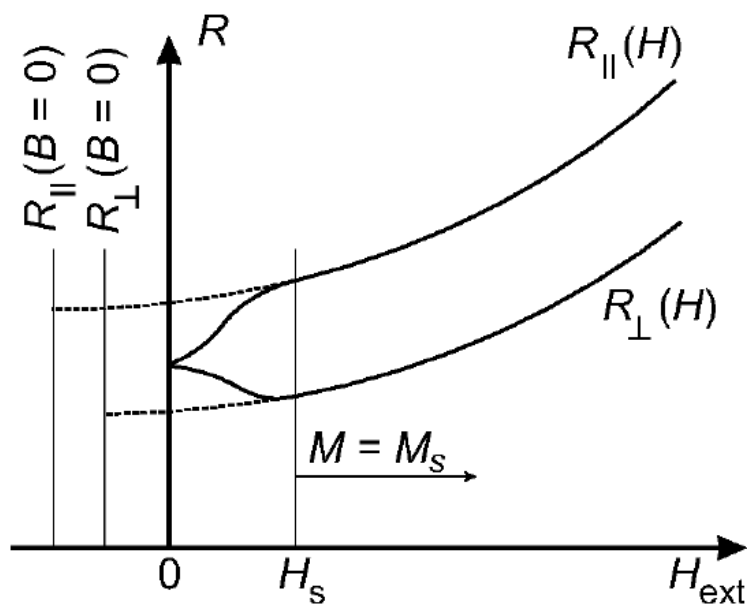


Figura 4.4 – Resistência em função do campo magnético externo para uma orientação paralela  $R_{\parallel}$  e outra perpendicular  $R_{\perp}$  entre o campo magnético e a corrente elétrica [15].

Pode ser observado na figura 4.4, que quando o campo magnético é nulo não há diferença entre as resistências ( $R_{\parallel}$  e  $R_{\perp}$ ). Aplicando-se um campo magnético a diferença entre as resistências aparece rapidamente, enquanto  $R_{\parallel}$  aumenta,  $R_{\perp}$  diminui. Aumentando a intensidade do campo magnético, a diferença entre as duas orientações rapidamente alcança um máximo em  $H_s$ , tornando-se constante a diferença entre as curvas para valores maiores que o campo de saturação.

Do ponto de vista empírico, a dependência angular da resistência pode ser expressa

como:

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

onde  $\Delta R_{AMR}$  é a variação da resistência devido ao efeito de AMR e  $(\phi_{FM} - \phi_I)$  é o ângulo entre a posição de equilíbrio da magnetização e a direção da corrente elétrica. De acordo com esta relação a mudança da resistência apresenta uma periodicidade de  $180^\circ$  quando o material FM é rotacionado em presença de um campo magnético externo constante. A equação 4.3 pode ser reescrita de forma a incluir os termos  $R_{\parallel}$  e  $R_{\perp}$ :

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

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

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

A figura 4.5 mostra o comportamento da resistência em função do ângulo entre  $\mathbf{M}$  e  $\mathbf{J}$  para um valor constante do campo magnético externo aplicado.

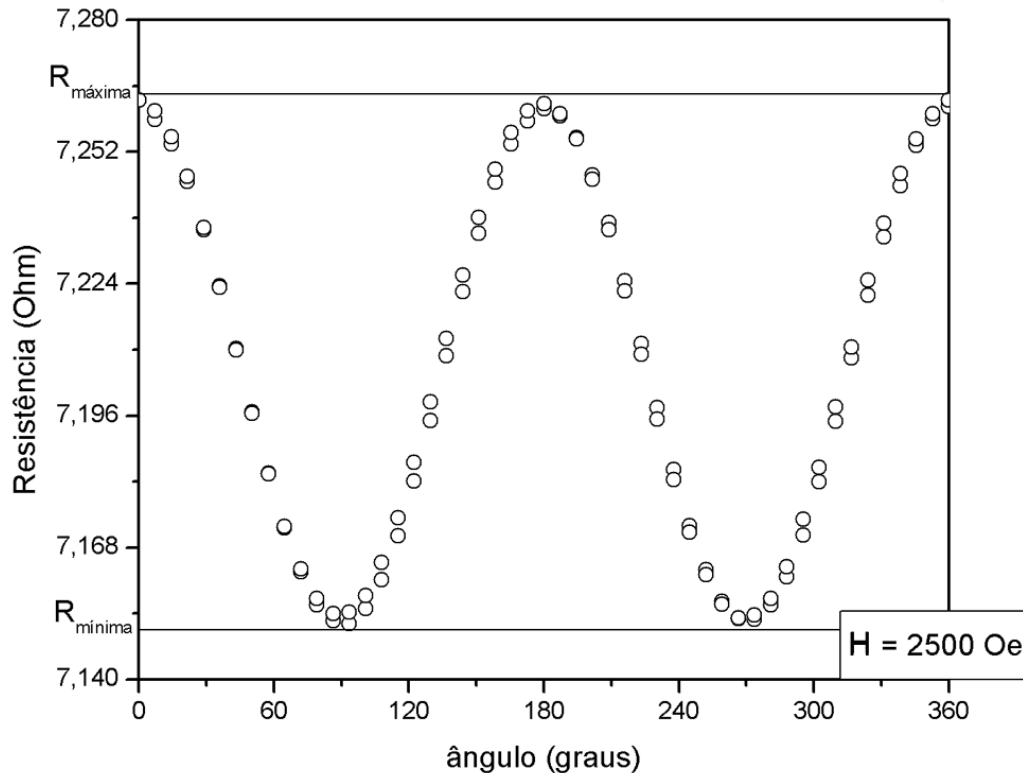


Figura 4.5 – Resistência em função do ângulo entre  $\mathbf{M}$  e  $\mathbf{J}$  para um valor constante do campo magnético externo aplicado maior do que  $H_S$ .

A equação 4.6 para um material FM, continua válida para sistemas que apresentem acoplamento interfacial FM/AFM, que dá origem ao fenômeno de *Exchange Bias*. Veremos no

entanto que a AMR apresenta um comportamento diferente da figura 4.5 para campos menores que o  $H_S$ .

### 4.3 Resistividade Elétrica

Em 1826, *George Ohm* estabeleceu uma relação experimental entre a corrente fluindo entre dois pontos de um metal e a diferença de potencial medida entre os mesmos, de modo a explicar a resposta de um metal à aplicação de um campo elétrico. A relação encontrada por *Ohm*, ( $\mathbf{J} = \sigma \mathbf{E}$ ), estabelecia a relação entre um campo elétrico aplicado e uma densidade de corrente no metal. A constante de proporcionalidade  $\sigma$ , conhecida como condutividade elétrica, depende do material [12].

Assim, se uma corrente  $I$  flui por um fio de comprimento  $L$  e seção reta  $A$ , a densidade de corrente será dada por  $J = \frac{I}{A}$ . Como a diferença de potencial entre os dois pontos separados por distância  $L$ , ao longo do fio é dada por  $V = EL$ , a equação  $\mathbf{J} = \sigma \mathbf{E}$  leva a  $V = \left(\frac{L}{\sigma A}\right)I$ , onde o termo entre parentêses é a resistência elétrica  $R = \frac{L}{\sigma A} = \rho \frac{L}{A}$ ; onde  $\rho = \sigma^{-1}$ , que consiste da resistividade do meio. Com isso temos a resistividade elétrica ( $\rho$ ) sendo definida por:

$$\rho = R \frac{A}{L} \quad (4.7)$$

a qual depende das características do material, cuja unidade no SI é  $[\Omega \cdot \text{m}]$ . Podemos notar que esta grandeza pode ser calculada com facilidade apenas se conhecendo as dimensões geométricas do material em estudo e do valor da resistência entre as extremidades, medida por um multímetro.

Classicamente, a origem da resistividade é explicada pelas colisões dos elétrons de condução com imperfeições e com íons da rede cristalina, os quais vibram em torno das suas posições de equilíbrio, devido a energia térmica. Os elétrons, ao colidirem com essas imperfeições, sofrem mudanças de velocidade e direção, e isso faz com que seus movimentos sejam aleatórios [8]. Como no caso de colisões moleculares em um gás clássico, se descreve a frequência de colisões com as imperfeições da estrutura eletrônica por um livre caminho médio  $l_0$ , de modo que a resistividade pode ser reescrita como [13]:

$$\rho = \frac{m_e (3\kappa T / m_e)^{1/2}}{n_e q^2 l_0} \quad (4.8)$$

onde  $\kappa$  é a constante de Boltzmann,  $T$  é a temperatura absoluta,  $m_e$  é a massa do elétron,  $n_e$  é o número de elétrons por unidade de volume,  $q$  é a carga do elétron e  $l_0$  é o livre caminho médio

(distância média que um elétron percorre entre duas colisões).

Em geral os valores de  $l_0$  são comparáveis às espessuras de filmes finos ( $t$ ), de modo que em filmes suficientemente finos, tal que  $t < l_0$ , existe a possibilidade de uma nova fonte de espalhamento, devido a rugosidade na superfície e/ou interfaces do material, contribuindo para o aumento da resistividade [121].

Na figura 4.6 pode ser visto a variação da resistividade em função da espessura de filmes finos de *Permalloy* (NiFe) para diferentes valores do coeficiente de reflexão especular ( $p$ ). Pode-se notar que a partir de 100 Å de espessura a resistividade permanece constante. Para espessuras menores, o livre caminho médio dos elétrons de condução diminui, de modo que a resistividade aumenta.

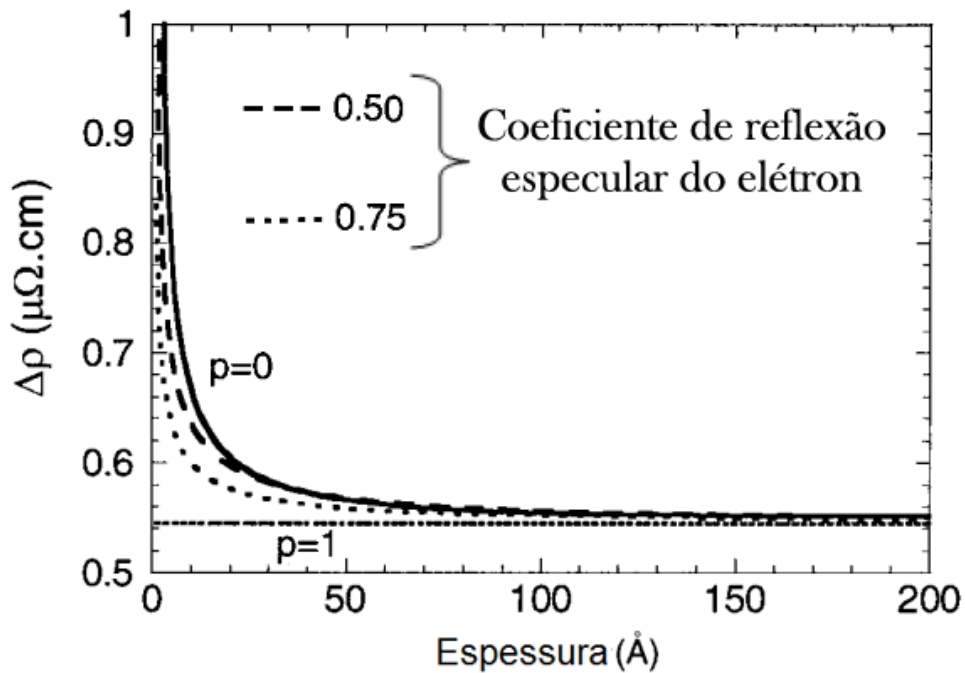


Figura 4.6 – Resistividade em função da espessura de filmes de Py.  $p = 1$  significa que o espalhamento eletrônico nas interfaces é totalmente especular e  $p = 0$  que é totalmente difuso. [122].

Do ponto de vista microscópico [123, 30], as componentes  $E_i$  do campo elétrico no interior de um condutor estão relacionados com as componentes  $J_j$  da densidade de corrente por:

$$E_i = \sum_j \rho_{ij} J_j \quad (4.9)$$

onde os coeficientes  $\rho_{ij}$  formam o tensor resistividade. Supondo que um ferromagneto policristalino está saturado na direção  $z$ , a partir de argumentos de simetria, é possível mostrar que o

meio isotrópico magnetizado possui um tensor resistividade da forma:

$$[\rho_{ij}] = \begin{bmatrix} \rho_{\perp}(B) & -\rho_H(B) & 0 \\ \rho_H(B) & \rho_{\perp}(B) & 0 \\ 0 & 0 & \rho_{\parallel}(B) \end{bmatrix} \quad (4.10)$$

esta forma do tensor resistividade corresponde a seguinte expressão para o campo elétrico  $\mathbf{E}$  [123]:

$$\mathbf{E} = \rho_{\perp}(B)\mathbf{J} + [\rho_{\parallel}(B) - \rho_{\perp}(B)][\boldsymbol{\alpha} \cdot \mathbf{J}]\boldsymbol{\alpha} + \rho_H(B)\boldsymbol{\alpha} \times \mathbf{J} \quad (4.11)$$

onde  $\mathbf{J}$  é o vetor densidade de corrente e  $\boldsymbol{\alpha}$  é o vetor unitário na direção da magnetização. Os  $\rho_{ij}(B)$  são funções da indução magnética  $\mathbf{B}$  que, por sua vez, depende do campo magnético externo  $\mathbf{H}$  e do fator desmagnetizante  $D$  da amostra pela seguinte expressão:

$$\frac{\mathbf{B}}{\mu_0} = \mathbf{H} + \mathbf{M}(1 - D) \quad (4.12)$$

Por convenção, os coeficientes  $\rho_{ij}$  são separados em duas partes:

$$\rho_{ij}(B) = \rho_{ij} + \rho_{ij}^0(B) \quad (4.13)$$

onde  $\rho_{ij}$  são os coeficientes espontâneos e  $\rho_{ij}^0(B)$  são os coeficientes ordinários. Deve-se notar que  $\rho_{ij}$  não pode ser medido diretamente sem algum tipo de extrapolação devido à presença do campo de Lorentz em virtude dos campos internos. Assumindo esta extrapolação para  $\mathbf{B} = \mathbf{0}$  obtemos três coeficientes espontâneos:

$\Rightarrow \rho_{\parallel}$  = a resistividade para  $\mathbf{J}$  paralelo à  $\mathbf{M}$  em  $\mathbf{B} = \mathbf{0}$ ;

$\Rightarrow \rho_{\perp}$  = a resistividade para  $\mathbf{J}$  perpendicular à  $\mathbf{M}$  em  $\mathbf{B} = \mathbf{0}$ ;

$\Rightarrow \rho_H$  = a resistividade Hall extraordinária.

O fato de os elementos da diagonal  $\rho_{\parallel}$  e  $\rho_{\perp}$  serem diferentes, representa que a resistividade depende da orientação relativa entre  $\mathbf{M}$  e  $\mathbf{J}$ .

É importante notar que a resistividade para  $\mathbf{H} = \mathbf{0}$  depende da configuração de domínios magnéticos no interior do filme, ou seja, depende da "história" da magnetização [30], não sendo bem definida mesmo para uma determinada amostra em uma temperatura bem definida. Da mesma forma, a variação da resistividade para campos menores que o de saturação depende do processo de magnetização. Se o campo magnético externo for maior do que  $H_S$  e a temperatura estiver abaixo da  $T_C$  do material, podemos considerar que a variação na resistência depende apenas do efeito de AMR (positiva ou negativa), como ilustrado na figura 4.4 [123].

## 5 ESTUDO DO EB VIA MAGNETOMETRIA DE TORQUE

Como dito anteriormente a magnetometria de torque foi utilizada para estudar o fenômeno de EB por *Meiklejohn e Bean* [1, 2]. Já no seu primeiro artigo eles apresentam uma curva de torque, com comportamento tipo  $\sin \theta$ , se evidenciando uma nova anisotropia, como ilustrado na figura 5.1.

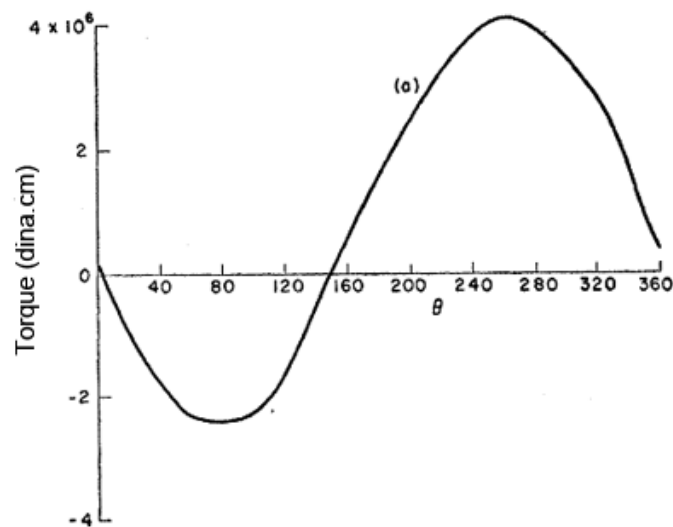


Figura 5.1 – Curva de torque para amostras de Co-CoO, sendo a primeira medida a expor o fenômeno de EB [1].

A magnetometria de torque teve um enfoque maior no segundo artigo [2], em que *Meiklejohn e Bean* consideram a mesma a técnica mais útil para se explicar a natureza do *Exchange Bias*. Ao analisarem as curvas de torque, *Meiklejohn e Bean* perceberam que o novo fenômeno não se tratava simplesmente de uma anisotropia uniaxial existente na amostra, visto que esta era bem conhecida e apresentava um comportamento característico dependendo do campo magnético externo aplicado [124]. Um caso típico do comportamento da anisotropia uniaxial pode ser visto na figura 5.2. Nesse caso podemos ver que existem diferentes comportamentos para uma amostra com anisotropia uniaxial dependendo da intensidade do campo magnético externo aplicado.

Tendo a amostra um único eixo fácil, a curva de torque é proporcional a  $\sin \theta$  quando o campo magnético externo aplicado é menor que o campo coercivo, figura 5.2 (a), e a  $\sin 2\theta$  quando o campo magnético externo é maior que o  $H_S$ , figura 5.2 (c). Quando o campo magnético externo é aproximadamente igual ao campo coercivo nota-se uma mistura das duas contribuições ( $\sin \theta + \sin 2\theta$ ), sendo  $\theta$  o ângulo entre o campo magnético externo aplicado e o

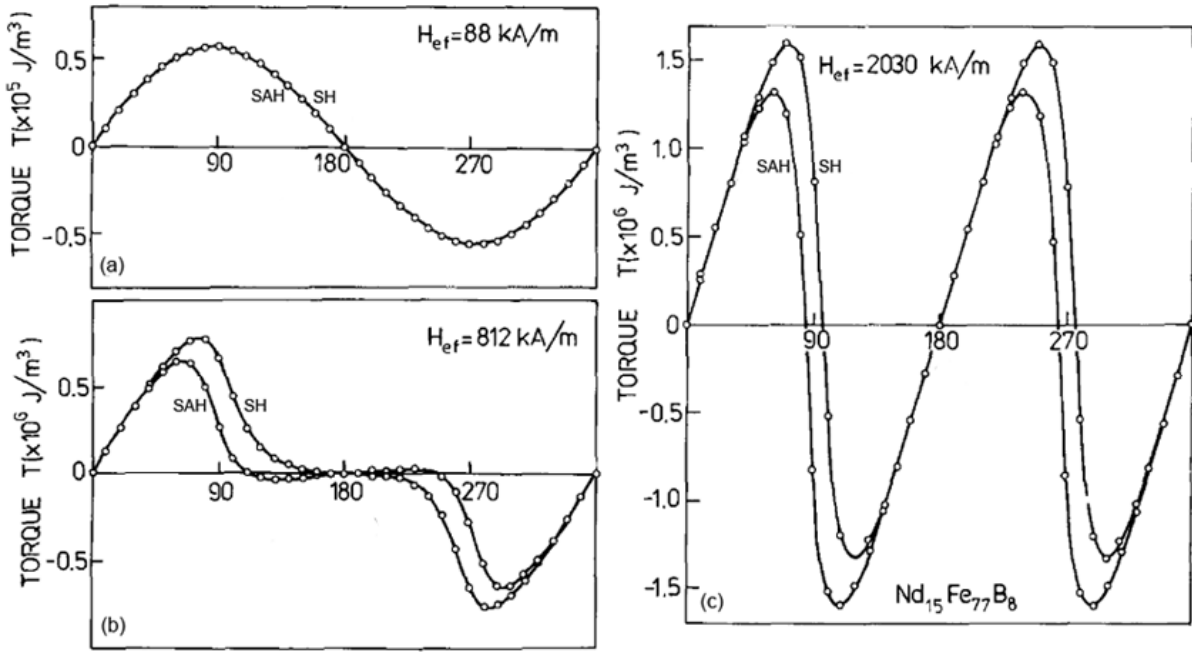


Figura 5.2 – Curvas de torque para amostras de  $\text{Nd}_{15}\text{Fe}_{77}\text{B}_8$  apresentando um  $H_C = 1051 \text{ kA/m}$ , em (a) temos uma medida de torque para  $H_{ef} < H_C$ , em (b) uma medida com  $H_{ef} \approx H_C$  e em (c) temos uma medida com  $H_{ef} > H_S$  [124].

eixo fácil da amostra.

Apesar da curva de torque da figura 5.2 (a) ser semelhante a da figura 5.1, elas apresentam evoluções diferentes com o aumento do campo magnético. Enquanto a curva de torque da figura 5.2 (a) ocorre apenas para campos menores do que o  $H_C$ , a curva de torque encontrada por *Meiklejohn* e *Bean* surgia para campos abaixo do  $H_C$  até campos maiores que o  $H_S$  da amostra. Podemos observar também que as curvas de torque da figura 5.2 apresentam grande simetria em ambos os eixos, enquanto a curva de torque da figura 5.1 não apresenta tal simetria.

Esse fato levou *Meiklejohn* e *Bean* a perceberem que o acoplamento entre as camadas FM/AFM dava origem a uma nova anisotropia que, junto com a anisotropia uniaxial, apresentava um comportamento semelhante ao apresentado pela figura 5.2 (a), em que os momentos magnéticos não possuem liberdade para inverter a magnetização ao longo do eixo fácil. Esse termo foi chamado por eles de anisotropia unidirecional, sendo a expressão para o torque e para densidade de energia do material FM/AFM, descrita por eles, como:

$$T = -\frac{\partial E}{\partial \theta} = -K_{an} \sin 2\theta - K_{un} \sin \theta; \quad (5.1)$$

$$E = \int (K_{an} \sin 2\theta + K_{un} \sin \theta) \partial \theta = K_{an} \sin^2 \theta - K_{un} \cos \theta + K_0. \quad (5.2)$$

onde  $\theta$  é o ângulo entre a magnetização da camada FM e a direção do campo de resfriamento,



$H_{FC}$ , ao longo da qual está o campo de anisotropia do AFM.  $K_{an}$  é a constante de anisotropia associada à camada FM (uniaxial) e  $K_{un}$  é a constante de interação de troca ou constante de anisotropia unidirecional.

### 5.1 HR - Histerese Rotacional

Um ponto que merece destaque, sendo comumente observado nas medidas de curvas de torque é o surgimento de uma histerese rotacional (*Rotational Hysteresis*) [2, 79, 124, 125, 126, 127, 128], como ilustrado na figura 5.3 (a).

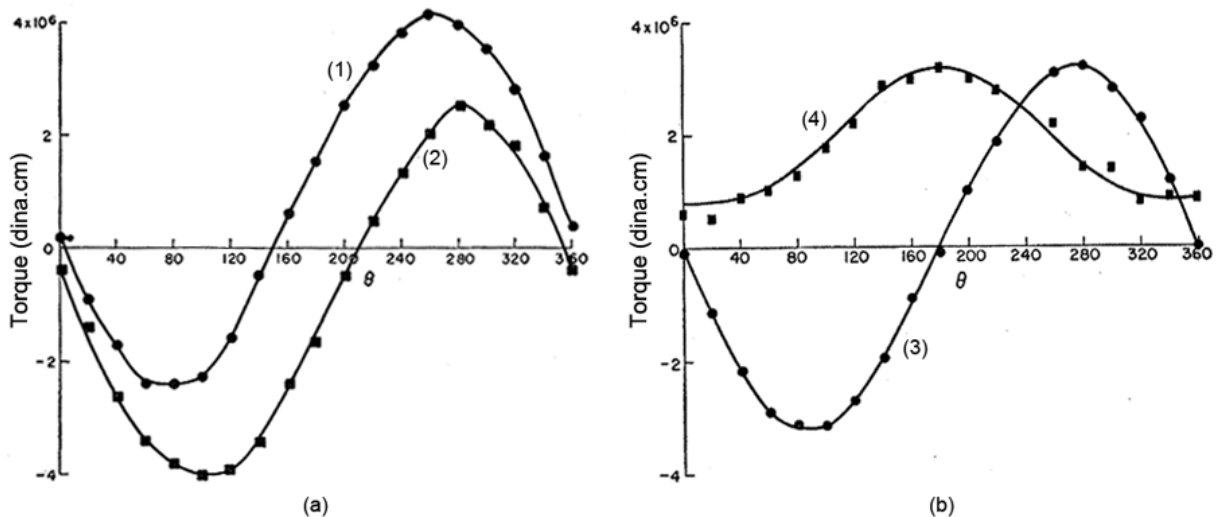


Figura 5.3 – Em (a) temos uma curva de torque para amostras de Co-CoO, a qual apresenta uma histerese rotacional (HR). Na curva 1 a medida de torque foi realizada com o campo magnético girando no sentido anti-horário, enquanto a curva 2 representa o torque com o campo magnético girando no sentido horário. Em (b), as curvas 3 e 4 representam a curva de torque média e a diferença entre as curvas 1 e 2 (HR), respectivamente [2].

A figura 5.3 (a) apresenta a HR na curva de torque estudada por *Meiklejohn e Bean* em seu trabalho. Na figura 5.3 (b) temos a curva de torque "real" (curva 3), nome dado para a curva de torque pelos autores, a qual é dada pela média das curvas de torque medidas em ambos os sentidos de rotação do campo magnético externo aplicado. A curva 4 representa a diferença das curvas 1 e 2, representando a HR.

A HR está associada às perdas de energia devido aos efeitos histeréticos. Disso, surge os termos comumente relatados na literatura (*rotational hysteresis loss* ou *rotational hysteresis energy*) [124, 126, 128, 129, 130, 131] sendo definida como a metade da área envolvida pela diferença das curvas de torque medidas no sentido horário e anti-horário, sendo expressa

matematicamente como [124]:

$$W_{HR} = \frac{1}{2} \int_0^{2\pi} \Delta T(\theta) d\theta \quad (5.3)$$

sendo  $\Delta T(\theta) = T_{SH}(\theta) - T_{SAH}(\theta)$ , onde  $T_{SH}(\theta)$  e  $T_{SAH}(\theta)$  representam o torque medido no sentido horário e anti-horário, respectivamente, em função do ângulo do campo magnético externo aplicado. A HR aparece em diferentes sistemas que apresentam o fenômeno de EB, seguindo as características de cada sistema como ilustrado na figura 5.4.

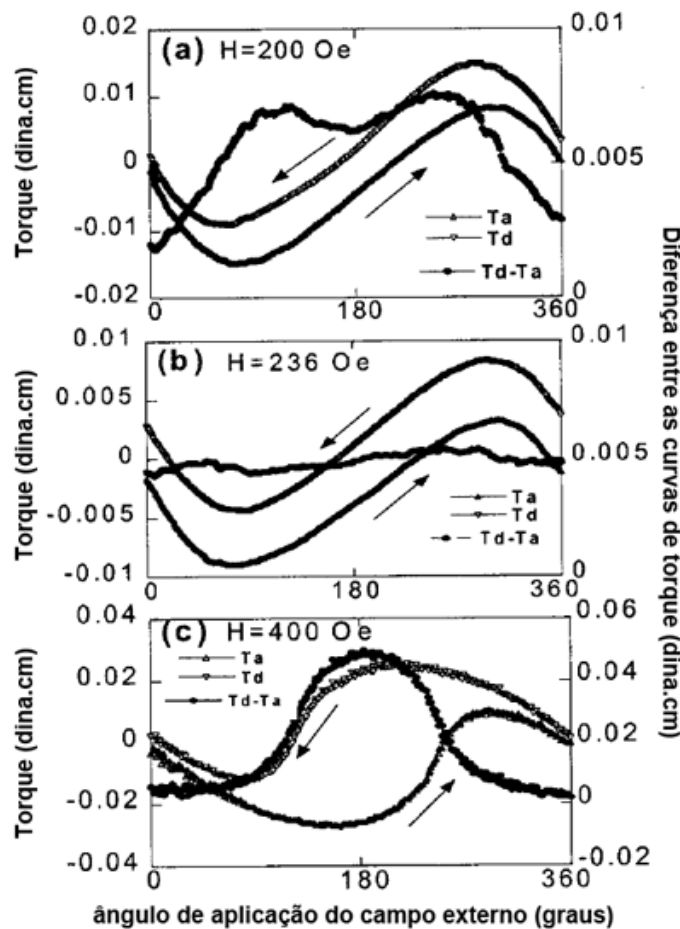


Figura 5.4 – Medidas de torque e HR em função do ângulo de aplicação do campo magnético externo para diferentes amostras que apresentam EB: (a) NiFe/IrMn; (b) NiFe/FeMn; (c) NiFe/NiMn; [128].

Na figura 5.4 são apresentadas curvas de torque para diferentes sistemas AFM acoplados à camada FM de NiFe. Além das próprias curvas de torque, pode ser visto que a HR apresenta diferentes comportamentos dependendo do sistema em estudo, chegando a mostrar-se de forma isotrópica para a amostra de NiFe/FeMn ilustrado na figura 5.4 (b), enquanto (a) e (c) apresentam uma HR bem distinta. Segundo *Zhang et al.* [128], esse comportamento seria devido a

uma distribuição dos eixos de anisotropia dos grãos do AFM, o que acabaria contribuindo para o aparecimento da HR.

No caso de um material FM normal com anisotropia uniaxial, a HR ocorre para campos magnéticos no qual  $\frac{K}{M_S} < H < H_K$ , onde  $K$  é a constante de anisotropia magnetocristalina,  $M_S$  é a magnetização de saturação do material FM e  $H_K$  é o campo de anisotropia, essa situação é semelhante ao que se observa na figura 5.5 (a), em que  $T > T_N$ . Já se o campo magnético externo aplicado for maior que ( $H_K$ ) resulta em uma curva de torque exatamente igual, independente do sentido, ou seja, não apresenta HR, figura 5.5 (a). No entanto, em sistemas que apresentam o fenômeno de EB ( $T < T_N$ ), a HR existe mesmo para campos magnéticos maiores do que o  $H_K$ , como ilustrado na figura 5.5 (b). De modo que os autores consideram esta a segunda característica distinta do fenômeno de EB e é provavelmente a consequência mais geral do efeito, sendo mais relevante do que o deslocamento do ciclo de histerese [34].

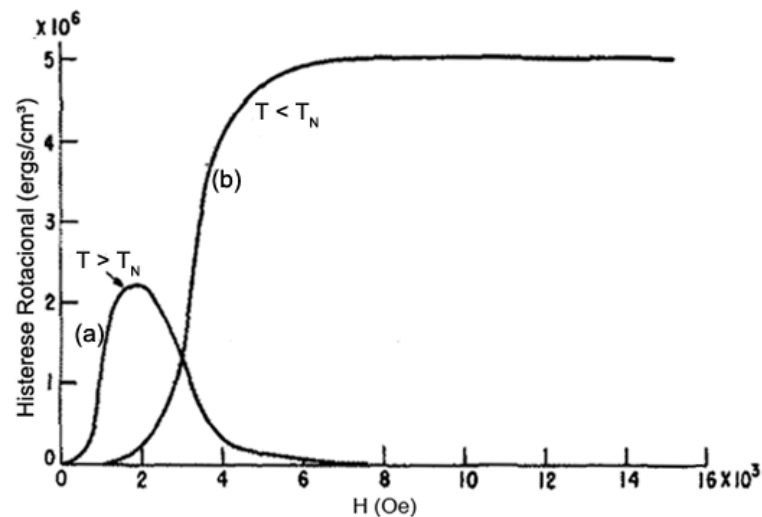


Figura 5.5 – Histerese rotacional para amostras de Co-CoO em função do campo magnético externo aplicado, em (a)  $T = 300$  K e em (b)  $T = 77$  K [34].

Segundo *Tsunoda et al.* [131] inúmeros experimentos com materiais FM/AFM tanto na forma de *bulk* bem como de filmes finos, tem apresentado respostas básicas de um sistema com EB, mas que frequentemente se apresentam com uma crucial complicação, a perda por HR permanece para altos campos magnéticos [1, 2, 34, 77, 94, 132, 133, 134]. Muitas origens possíveis desta discrepância foram propostas, entre elas: várias configurações de paredes de domínios na camada FM e AFM [34], processos de magnetização mais complexos na camada FM [94] e uma interação de troca direta entre os *spins* da camada AFM e o campo magnético externo aplicado [132]. No entanto, ainda não existe um modelo físico claro para explicar esse efeito da HR.

Soeya [134] propôs um modelo que considera um tipo de inhomogeneidade, o qual resulta na variação da interação de troca FM/AFM e produz a coexistência de regiões bloqueáveis e não-bloqueáveis. Em 1997, *Tsunoda et al.* [42] propôs que para estruturas de filmes finos, tal situação resultaria em uma microestrutura não homogênea para a camada AFM. Trabalhos posteriores, mostram que a fabricação via *sputtering* de filmes finos sob uma atmosfera altamente purificada, conduz a uma significativa melhora na morfologia do filme fino FM/AFM [135], a qual contribui para um aumento dos grãos AFM estáveis e conseqüentemente um aumento do  $H_{EB}$  [136], reduzindo com isso o efeito da HR. Esses trabalhos convergem para a ideia de que a HR depende da morfologia microestrutural, bem como do processo de produção de um filme fino.

*Meiklejohn e Bean* estudaram a relação dessa HR com o campo magnético externo, de modo a esclarecer melhor o comportamento da mesma, bem como avaliar a evolução das constantes de anisotropia, como ilustrado na figura 5.6.

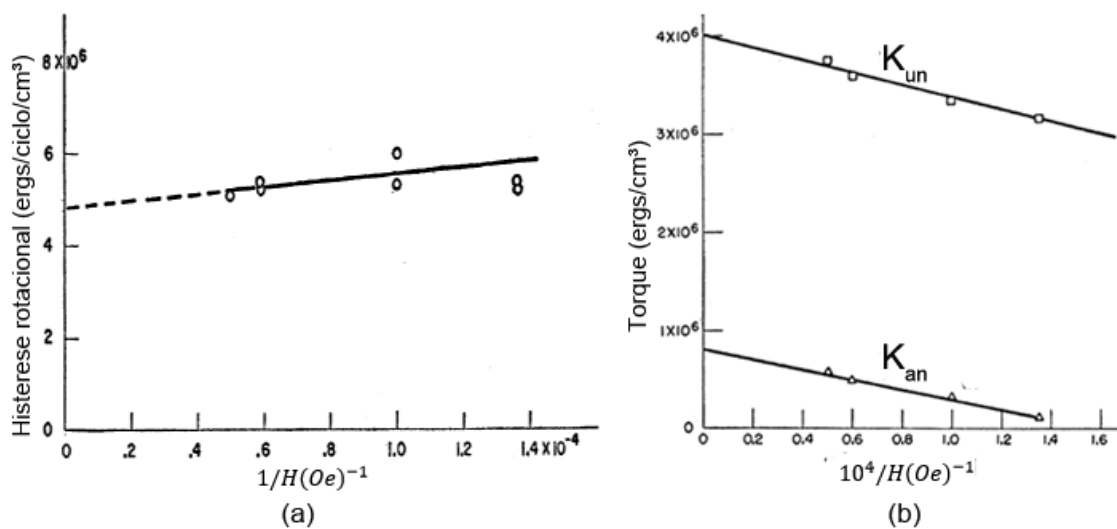


Figura 5.6 – (a) Variação da HR com o inverso do campo magnético externo. (b) Variação das constantes de anisotropia  $K_{an}$  e  $K_{un}$  com o inverso do campo magnético externo [2].

Na figura 5.6 (a) temos a variação da HR em função do inverso do campo magnético externo, onde podemos observar que o valor da HR tende um valor constante quando o campo magnético tende ao infinito. Este surgimento da HR segundo os autores poderia ser decorrente de mudanças descontínuas na magnetização do material FM, para valores de campo magnético abaixo do campo de anisotropia, e decorrente da reorientação descontínua dos spins da camada AFM devido a interação com a magnetização da camada FM, para o caso de valores muito altos de  $H$ . Este comportamento poderia ser usado como uma evidência para a existência dessa

HR [2].

Na figura 5.6 (b) pode ser visto como as constantes de anisotropia ( $K_{an}$  e  $K_{un}$ ) evoluem com o inverso do campo magnético externo aplicado em função do torque máximo produzido. Esses valores foram obtidos utilizando a equação 5.1 para ajustar as curvas de torque "real". Este tipo de ajuste permite quantificar, além dos momentos magnéticos da camada FM que giram com o campo magnético, associados a  $K_{an}$ , também os momentos interfaciais que estão acoplados via interação de troca, associados a  $K_{un}$ .

Pode ser visto na figura 5.6 (b) que ambos os termos crescem a medida que a intensidade do campo magnético aumenta. Segundo os autores, esse comportamento pode ser explicado a partir do modelo proposto para esta interação FM/AFM. O aumento de  $K_{an}$  estaria relacionado ao número de momentos magnéticos da camada FM que giram juntamente com o campo magnético externo aplicado, contribuindo com o termo uniaxial, enquanto  $K_{un}$  aumenta devido ao aumento do próprio campo magnético externo, embora seja constante o número de momentos magnéticos que permanecem alinhados com a direção do eixo de anisotropia do AFM. Aqui surge a primeira evidência de que deve existir algo a mais contribuindo para este aumento das constantes, ao qual não foi levado em conta pelos autores no seu modelo [2].

Posteriormente, muitos trabalhos foram realizados considerando outros tipos de sistemas com EB [128, 129, 131, 137, 138, 139], os quais mostram que a variação desses parâmetros com o campo magnético externo não é trivial, sendo de difícil generalização. *Greiner* [138, 139] nos seus trabalhos observou que a HR permanecia mesmo para campos magnéticos altos, maiores que o  $H_K$ . Ele também apresenta em um dos seus trabalhos [139] a evolução da constante  $K_{un}$  com o campo magnético para diferentes amostras, a diferentes temperaturas. O comportamento de uma dessas amostras esta ilustrado na figura 5.7.

Pode ser visto na figura 5.7 o comportamento da constante de anisotropia unidirecional, a qual está vinculada à configuração do sistema utilizado, do mesmo modo que todos os parâmetros relacionados a interface do sistema FM/AFM vistos anteriormente. *Greiner* explicou que este decréscimo na amplitude de  $K_{un}$  poderia ser devido a reorientações dos momentos da camada AFM quando os momentos da camada FM são rotacionados com o campo magnético externo aplicado, isso quando o torque máximo sobre a amostra é atingido [139]. Este fato foi também confirmado por *Fujiwara* [5], o qual contribuiu para um aumento da histerese rotacional do sistema FM/AFM. Posteriormente *Tsunoda et al.* [129] estudando o comportamento magnético das curvas de torque e HR em bicamadas policristalinas FM/AFM, na qual a espessura

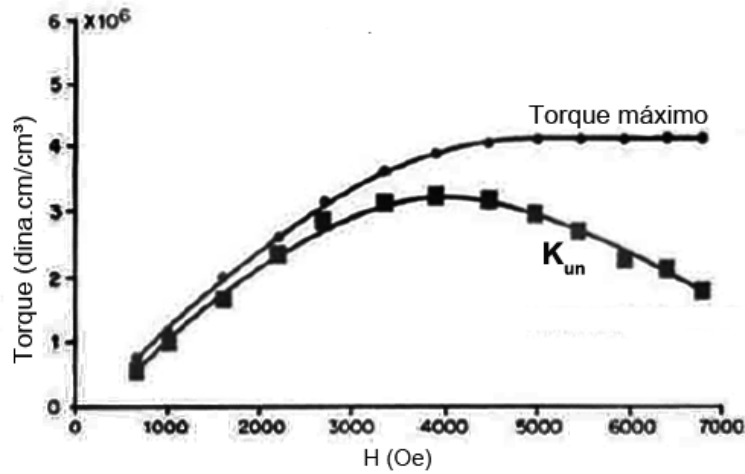


Figura 5.7 – Evolução das constantes de anisotropia associadas a sistemas com EB em função do campo magnético externo para  $T = -75 \text{ }^\circ\text{C}$  [139].

da camada AFM era menor do que a espessura crítica do AFM ( $d_{AFM} < d_{AFM}^{cr}$ ), constatou a existência de um termo unidirecional mesmo abaixo dessa espessura crítica, como ilustrado na figura 5.8.

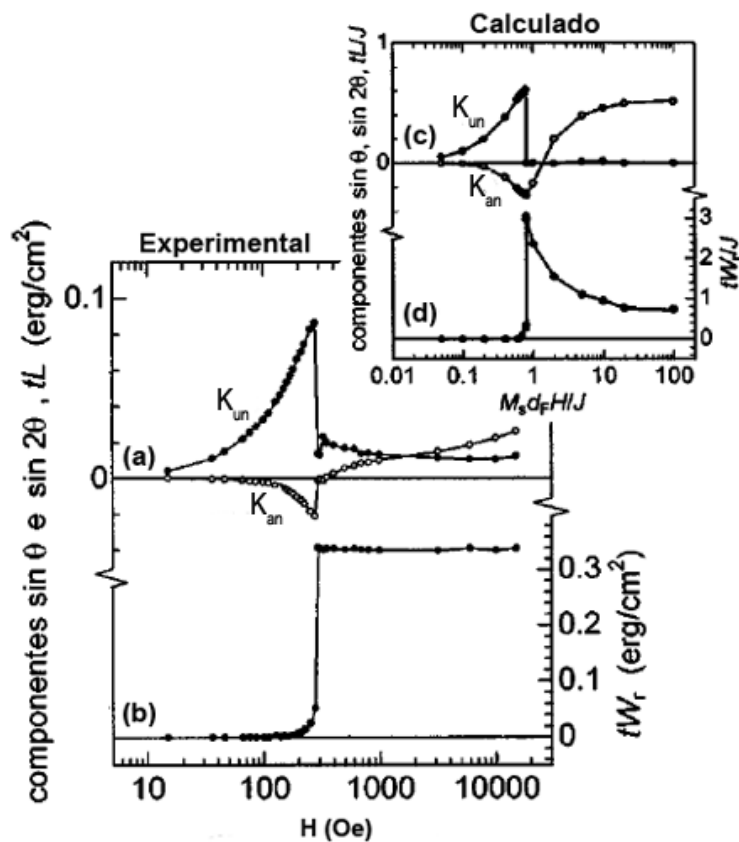


Figura 5.8 – (a e c) representam a evolução das constantes de anisotropia e (b e d) representam as perdas por HR ( $tW_r$ ). Ambas em função do campo magnético externo para um sistema NiFe/IrMn [129].

Na figura 5.8 (a) temos o comportamento das componentes senoidais associadas as constantes de anisotropia ( $K_{an}$  e  $K_{un}$ ) de uma amostra de NiFe (50 Å)/IrMn (30 Å). Uma vez que a espessura crítica ( $d_{AFM}^{cr}$ , espessura além da qual surge o fenômeno de EB) da camada AFM é de 37 Å para esta amostra, segundo o modelo de *Meiklejohn e Bean* [2, 34], os momentos magnéticos da camada AFM deveriam acompanhar a rotação da magnetização da camada FM devido a ação do campo magnético externo aplicado, de modo que não existiria uma contribuição para o termo  $K_{un}$ . Contudo, conforme mostra a figura 5.8 (a) a constante  $K_{un}$  cresce mais rapidamente do que a constante  $K_{an}$  com o aumento da intensidade de H, chegando a ser 3 vezes maior quando sob a ação de um campo magnético de 280 Oe, caindo abruptamente em direção a zero logo em seguida, assim como a componente  $K_{an}$ .

Pode ser visto que  $K_{an}$  apresenta uma inversão de sinal, começando a crescer com H, enquanto  $K_{un}$  começa a apresentar um comportamento constante. Já a perda por HR, figura 5.8 (b), aumenta ligeiramente até H = 280 Oe, então descontinuamente salta para 0,34 erg/cm<sup>2</sup>, e após permanece constante em torno desse valor para altos campos magnéticos aplicados.

Comparando os resultados experimentais das figuras 5.8 (a e b) com os resultados calculados das figuras 5.8 (c e d) segundo o modelo de *Meiklejohn e Bean*, pode ser visto que existe uma divergência entre eles, principalmente para altos campos. Segundo *Tsunoda et al.* três resultados importantes surgem: (a) uma componente  $\sin \theta$  que persiste mesmo para  $d_{AFM} < d_{AFM}^{cr}$ , representada por  $K_{un}$ ; (b) a intensidade da componente  $\sin 2\theta$  que permanece menor, representada por  $K_{an}$ , em relação a componente  $\sin \theta$ ; (c) e a perda por HR que permanece constante para altos valores de campos magnéticos.

A partir da análise microestrutural, se encontrou que a amostra apresentava uma estrutura policristalina e que os grãos de IrMn (AFM) não tinham uma orientação preferencial no plano do filme, de modo que *Tsunoda et al.* [130] concluíram que, para explicar a divergência entre os resultados experimentais e calculados, um modelo deveria considerar uma distribuição dos eixos de anisotropia dos grãos AFM, sendo esse um fator indispensável para entender a anisotropia unidirecional de amostras policristalinas FM/AFM [129].

Mesmo após anos de pesquisa, os mecanismos microscópicos responsáveis pelo aparecimento dessa HR nas curvas de torque seguem sendo atribuídos a movimentações irreversíveis, ou descontínuas, as quais ocorrem na camada AFM [4, 79, 100], sendo que a principal característica de cada modelo é a forma como é tratada a configuração de spins interfaciais dessa camada, como apresentada na subseção 3.4.1.





## 6 TÉCNICAS E PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

Neste capítulo vamos tratar das técnicas e procedimentos experimentais utilizados na produção, caracterização estrutural, magnética e elétrica das amostras.

### 6.1 Amostras Produzidas

Para realização deste estudo foram produzidos dois conjuntos de amostras na forma de filmes finos que apresentam o fenômeno de *Exchange Bias*. As amostras foram fornecidas gentilmente pelo professor Antônio Marcos Helgueira de Andrade (UFRGS) e pelo acadêmico de doutorado Wagner Jesus da Silva Garcia do LMMM (UFSM). A composição e a espessura nominal das mesmas está apresentada nas tabelas abaixo:

Tabela 6.1 – Conjunto 01 - Multicamadas crescidas em um substrato de Si(100)

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

N é o número de repetições da tricamada NiFe/IrMn/Ta.

Tabela 6.2 – Conjunto 02 - Bicamadas crescidas em um substrato de Vidro

Amostra	Ta (Å)	NiFe/FeMn (Å)	Ta (Å)
1635C	150	400/200	150
1637A	150	500/200	150
1637B	150	600/200	150
1637C	150	700/200	150

Na tabela 6.1 o que difere uma amostra da outra é o número de tricamadas, sendo estas amostras depositadas por *magnetron sputtering* em substratos comerciais de Si(100). Sobre o substrato de Si(100) foi depositada diretamente uma camada de (150 Å) de tântalo (Ta), a qual serve como camada semente (*buffer*), influenciando na cristalinidade, aderência e rugosidade do filme [140], parâmetros importantes no controle do EB.

A tricamada de NiFe/IrMn/Ta foi escolhida para realizarmos o estudo do acoplamento de troca interfacial FM/AFM no conjunto 01 de amostras. A liga de (Ni<sub>81</sub>Fe<sub>19</sub>) foi utilizada em

ambos os conjuntos de amostras como material FM e apresenta características tais como alta permeabilidade magnética (daí vem o nome *Permalloy* (Py)), altos valores de magnetização de saturação, magnetorresistência expressiva e baixa magnetização de remanência, além de ser um material magneticamente macio (baixo campo coercivo). Devido a estas características é muito utilizado em aplicações tais como cabeças de leitura e gravação magnética, sensores magnéticos e MRAM [141].

Como material AFM acoplado ao material FM, foi utilizado o ( $\text{Ir}_{20}\text{Mn}_{80}$ ) no conjunto 01 e o ( $\text{Fe}_{50}\text{Mn}_{50}$ ) no conjunto 02, ambos sendo largamente utilizados em aplicações tecnológicas. O IrMn por exemplo é um material AFM interessante pois combina várias propriedades, tais como boa resistência à corrosão, alta anisotropia magnetocristalina e alta temperatura de bloqueio, além de apresentar baixa espessura crítica (poucas camadas atômicas são suficientes para manifestar o fenômeno de EB) [4, 141].

No conjunto 01 entre as repetições, existe uma camada de Ta (30 Å) que impede uma interação adicional entre as camadas consecutivas, de modo que as características de cada interface FM/AFM devem ser preservadas. Com isso podemos considerar as amostras diferentes apenas em relação à influência das repetições, onde cada acoplamento interfacial FM/AFM contribui de forma independente e o somatório das contribuições interfaciais FM/AFM resulta no  $H_{EB}$  efetivo da amostra.

No conjunto 02 o que difere uma amostra da outra é a espessura da camada FM. Estas amostras foram depositadas por *magnetron sputtering* sobre substratos de vidro. A camada superior de (150 Å) de Ta completa a deposição de ambos os conjuntos de amostras, servindo apenas para proteger (*cap layer*) a amostra contra oxidação [140]. Ambos os conjuntos de amostras são ilustrados na figura 6.1.

O conjunto 01 de amostras (multicamadas) foi produzido no Laboratório de Conformação Nanométrica (LCN) do Instituto de Física da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS), enquanto o conjunto 02 (bicamadas) foi produzido no Laboratório de Magnetismo e Materiais Magnéticos (LMMM) da Universidade Federal de Santa Maria (UFSM). A caracterização estrutural, magnética e elétrica foi toda realizada no LMMM (UFSM). Ambos os conjuntos foram submetidos durante o crescimento dos filmes, a um campo magnético de 2 kOe e 3,5 kOe, respectivamente, paralelo ao plano das amostras afim de induzir a direção de anisotropia.

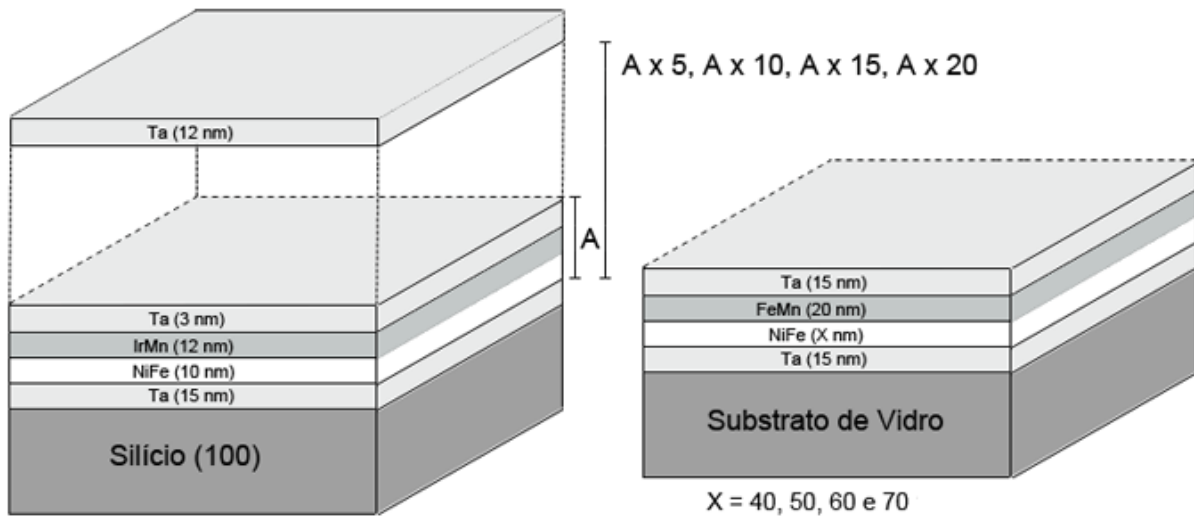


Figura 6.1 – Ilustração esquemática das amostras produzidas via *magnetron sputtering*. Em (a) temos amostras (multicamadas) e em (b) amostras (bicamadas).

## 6.2 Magnetron Sputtering

Uma das técnicas mais utilizadas na produção de filmes finos é a deposição por *sputtering* (pulverização catódica) ou desbaste iônico, uma vez que permite diversas combinações de elementos com taxas variadas. Essa técnica é muito difundida para crescer filmes finos devido à excelente reprodutibilidade das amostras, boa aderência ao substrato e principalmente facilidade no controle da espessura. A técnica consiste basicamente em ejetar material de uma superfície (elemento do alvo a ser depositado), através de colisões em cascata provocadas pelo bombardeamento de partículas, geralmente íons de argônio ( $\text{Ar}^+$ ), arrancando assim átomos do alvo, os quais serão depositados em uma superfície, a qual serve de apoio, chamada substrato, como ilustrado na figura 6.2.

Inicialmente para que esse processo ocorra, o sistema deve estar contido em uma câmara de alto vácuo com a pressão de base entre  $10^{-9}$  e  $10^{-7}$  Torr, a fim de aumentar o livre caminho médio, de modo que mais material chegue ao substrato. Esse procedimento é realizado por um sistema de vácuo (Balzers BAK 600) que utiliza uma bomba de vácuo rotativa e outra difusora. Este é utilizado para remover resíduos da atmosfera e das paredes da câmara, figura 6.2 (b). Alcançada a pressão de base, é ligada a bomba de água do sistema de refrigeração para manter os canhões refrigerados. Após é injetado argônio com 99,99% de pureza na câmara de deposição, com um fluxo de 32 SCCM<sup>1</sup>, figura 6.2 (a), até que a pressão da câmara atinja o valor de pressão de trabalho desejada, da ordem de  $10^{-3}$  Torr.

<sup>1</sup> Standard Cubic Centimeters per Minute

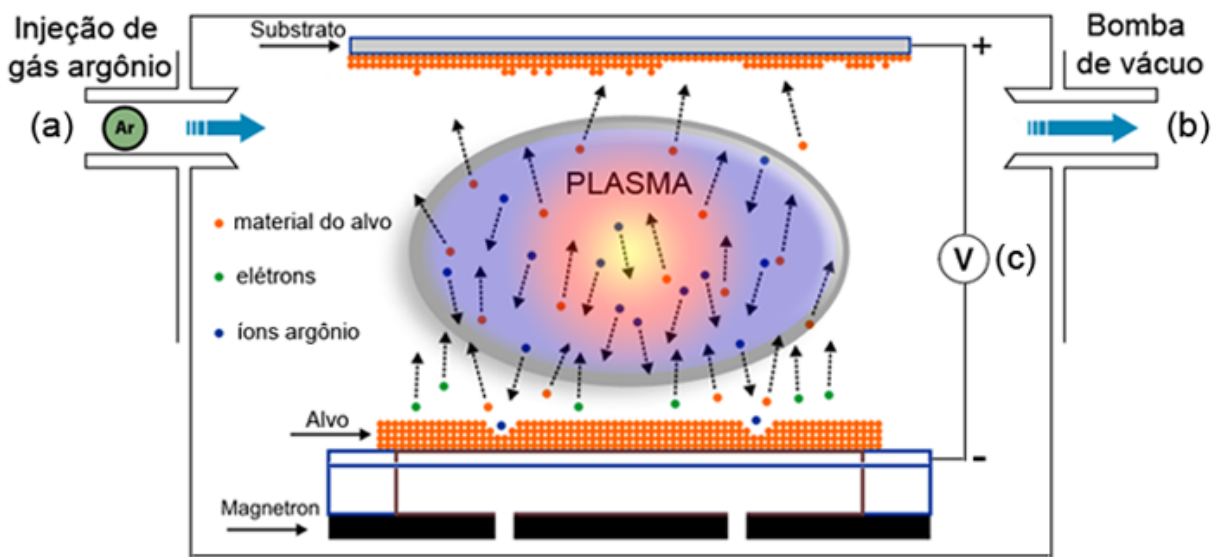


Figura 6.2 – Ilustração esquemática do processo de deposição por *sputtering*.

Estabelecida a pressão de trabalho, uma fonte DC, que alimenta o *magnetron* é ligada aplicando uma diferença de potencial, figura 6.2 (c), entre os dois eletrodos da câmara: o alvo negativo (cátodo) e o suporte com o substrato que será positivo (ânodo), dispostos de maneira oposta dentro da câmara. Conforme a diferença de potencial aumenta o campo elétrico acelera os elétrons livres no interior da câmara até que os mesmos colidam com os átomos de Ar e assim os ionizam, produzindo dessa forma o plasma, como ilustrado na figura 6.2, o qual deve se manter estável e auto-sustentado. Sendo a ionização o processo mais importante, representado pela reação [142]:



Com isso os íons positivos do argônio ( $Ar^{+}$ ) são atraídos em direção ao alvo (potencial negativo), colidindo balisticamente com o mesmo, desse modo, transferindo energia cinética (colisões elásticas), possibilitando assim, a ejeção dos átomos do elemento do alvo a ser depositado. Por fim, esses serão adsorvidos pelo substrato, formado o filme fino.

Como o material do alvo (material do alvo a ser depositado + elétrons secundários) é espalhado em todas as direções, esse processo se torna desfavorável economicamente, em virtude da baixa taxa de deposição no substrato. Para minimizar estas perdas e tornar a taxa de deposição mais estável e eficiente é utilizado um campo magnético externo para controlar a trajetória das partículas ejetadas. O campo magnético, produzido por ímãs, faz com os elétrons fiquem mais próximos do alvo, aumentando a taxa de ionização do gás, evitando também que os elétrons sejam atraídos para o substrato. Quando este campo magnético externo é incorpo-

rado ao sistema, a técnica passa a ser denominada *magnetron sputtering*, sistema utilizado para produzir ambos conjuntos de amostras.

Esse sistema de imãs se encontra nos canhões, logo abaixo dos alvos. A configuração das linhas de campos gerada pelos mesmos pode ser vista na figura 6.3. Este campo magnético pode induzir uma anisotropia uniaxial nos filmes finos.

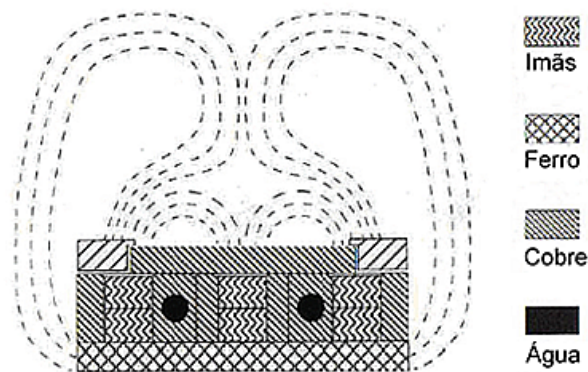


Figura 6.3 – Configuração das linhas de campo magnético em torno de um canhão (AJA Internacional).

Para a produção do conjunto 01 foi utilizado o equipamento Orion-8 UHV (sistema de *magnetron sputtering*) da empresa AJA Internacional localizado no LCN (UFRGS) e para produção das amostras do conjunto 02 foi utilizado o sistema de deposição por *magnetron sputtering* do LMMM (UFMS). As condições de deposição foram praticamente as mesmas para ambos os conjuntos, mudando apenas a pressão de base ( $1 \times 10^{-8}$  Torr para o conjunto 01 e  $5 \times 10^{-7}$  Torr para o conjunto 02).

### 6.3 Caracterização Estrutural: Difração de Raios-X (XRD)

A análise da estrutura cristalina e da interface dos filmes finos foram realizadas utilizando-se a técnica de difração de raios-X. Estes foram descobertos em 1985 pelo físico alemão *Wilhelm Conrad Roentgen*, sendo assim chamados de "raios-X" pois sua natureza era desconhecida na época [143].

Ao longo da história das descobertas, nem sempre foi necessário entender uma coisa, a fim de usá-la, e os raios-X foram quase imediatamente colocados em uso por médicos na análise de fraturas, e um pouco mais tarde, por engenheiros, que desejavam estudar a estrutura interna de objetos opacos. A radiografia foi assim iniciada sem qualquer entendimento preciso da radiação utilizada. Foi a partir de 1912 que a natureza exata dos raios-X foi estabelecida,

ano no qual o fenômeno da difração de raios-X por cristais foi descoberto por *Max Von Laue*. Esta descoberta revelou simultaneamente a natureza ondulatória dos raios-X e proporcionou um novo método para a investigação da estrutura fina da matéria [143].

Os raios-X são radiações eletromagnéticas com comprimento de onda menor que aproximadamente  $1 \text{ \AA}$ . Eles são produzidos no alvo de um tubo de raios-X, uma âmpola de vidro com vácuo parcial, como ilustrado na figura 6.4.

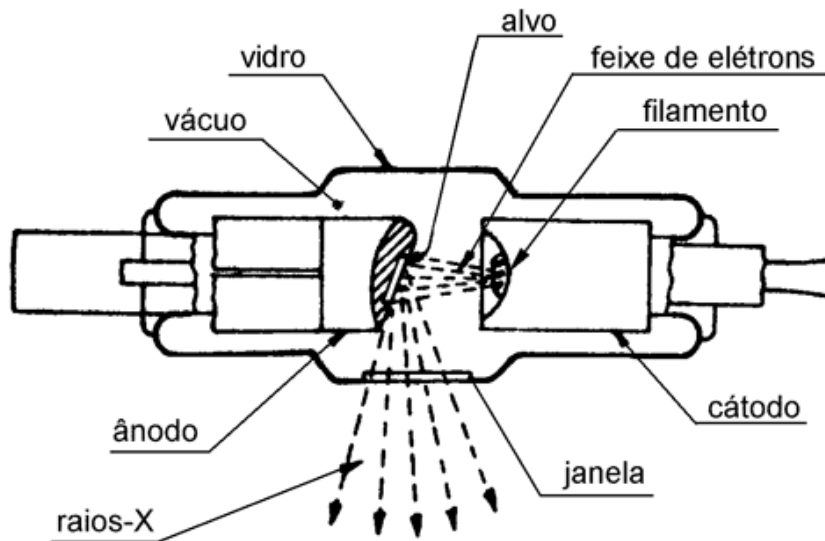


Figura 6.4 – Esquema ilustrativo de um tubo de raios-X. Elétrons são emitidos termicamente do cátodo aquecido e acelerados em direção ao ânodo (alvo) por uma diferença de potencial, de modo que raios-X são emitidos do alvo quando os elétrons são freados ao atingi-lo (alvo) [9].

Inicialmente um filamento é aquecido, por efeito termiônico começa a aumentar o fluxo de elétrons que saem do filamento, devido ao aumento da temperatura do mesmo. Com isso uma diferença de potencial de milhares de volts entre o cátodo e o ânodo é aplicada, a qual acelera o feixe de elétrons de alta energia contra um alvo, geralmente feito de tungstênio.

Ao se chocar com o alvo, o feixe de elétrons é freado bruscamente pelo material do alvo, de modo que estes podem arrancar elétrons do alvo, gerando vacâncias. Com isso elétrons de camadas superiores decaem de modo a preencher essas vacâncias provocando assim a emissão de fótons chamados raios-X, os quais são direcionados ao material a ser analisado. Estes possuem energia dada pela diferença entre as camadas onde houve o decaimento [9].

No equipamento utilizado no LMMM, onde o alvo é de cobre, o raio-X característico corresponde a transição de um elétron da camada L para camada K, esse é conhecido como  $K_{\alpha}$ , tendo comprimento de onda de  $1,54056 \text{ \AA}$ , sendo esse o comprimento de onda utilizado nas medidas de difração de raios-X.

O fenômeno de difração de raios-X em um cristal é resultado de um processo de espalhamento dessa radiação incidente, pelos átomos do material em análise (centros espalhadores). Essa radiação espalhada se dá em todas as direções, no entanto, em um material cristalino, existirão determinadas direções em que os feixes espalhados por diferentes planos atômicos se encontrarão completamente em fase, interferindo construtivamente, como ilustrado na figura 6.5.

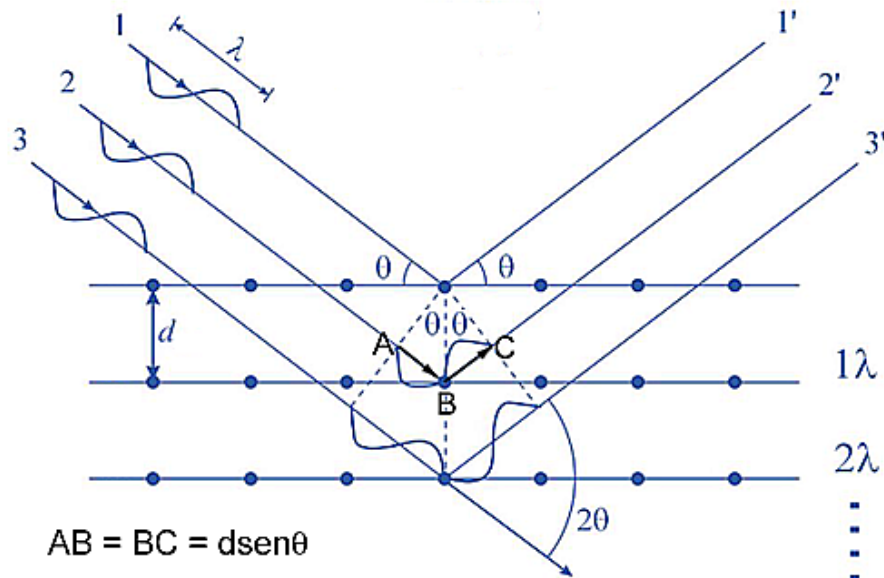


Figura 6.5 – Representação ilustrativa da difração de raios-X em um sólido cristalino.

A difração de raios-X ou difração de *Bragg* depende de dois fatores: da estrutura do material e do comprimento de onda ( $\lambda$ ) utilizado. Pode-se considerar que as ondas incidentes (1, 2 e 3) sofrem reflexão especular em planos paralelos de átomos de um cristal, onde cada plano reflete apenas uma porcentagem da radiação (1', 2' e 3'). Na reflexão especular, o ângulo de reflexão é igual ao ângulo de incidência (Lei da Reflexão). Embora a reflexão de cada plano seja especular, existem apenas alguns valores para o ângulo de incidência em que as reflexões se somam em fase resultando em um feixe difratado intenso. Nas direções em que as reflexões de planos paralelos de átomos interferem construtivamente, ou seja, nos máximos de intensidade, são observados os feixes difratados. Devemos considerar que o espalhamento é elástico, caso em que a energia do sistema é conservada.

Tomando uma família de planos paralelos separados por uma distância  $d$ , como ilustrado na figura 6.5, a diferença de caminho entre os raios refletidos por planos vizinhos é  $2d \sin \theta$ , onde  $\theta$  é o ângulo entre o raio de incidência e um plano paralelo de átomos. Essa diferença é a mesma para qualquer par de planos vizinhos pertencentes àquela família. Assim, para que a

intensidade da difração seja máxima, a diferença de percurso deve ser igual a um número inteiro  $n$  de comprimentos de onda ( $\lambda$ ), ou seja, quando:

$$2d\sin\theta = n\lambda \quad (6.2)$$

esta é a lei de *Bragg*, sendo uma consequência da periodicidade da rede cristalina [13].

Pode ser visto na figura 6.5 que a partir da segunda família de planos o percurso da onda difratada é proporcional ao comprimento de onda ( $\lambda$ ), aumentando sucessivamente nos planos seguintes ( $2\lambda, 3\lambda, \dots$ ), de modo que se as ondas refletidas ( $1', 2'$  e  $3'$ ) encontram-se em fase, isso resulta em um pico de *Bragg* nos difratogramas, sendo este o padrão de difração gerado pelo cristal.

A partir dos difratogramas, que representam a identidade (características) de cada material, estes podem ser comparados com padrões de difração existentes, de modo que a partir da comparação com esse banco de dados podemos ter informação sobre a estrutura do material em análise. Desses difratogramas podemos ainda obter informações sobre a orientação cristalográfica, tamanho do grão e rugosidade nas interfaces.

As medidas de difração de raios-X das amostras em estudo, são focadas em três aspectos: seu caráter estrutural, espessura total da amostra e tamanho de grão em filmes policristalinos. As medidas foram realizadas utilizando um difratômetro *Bruker D8 Advance*, figura 6.6.

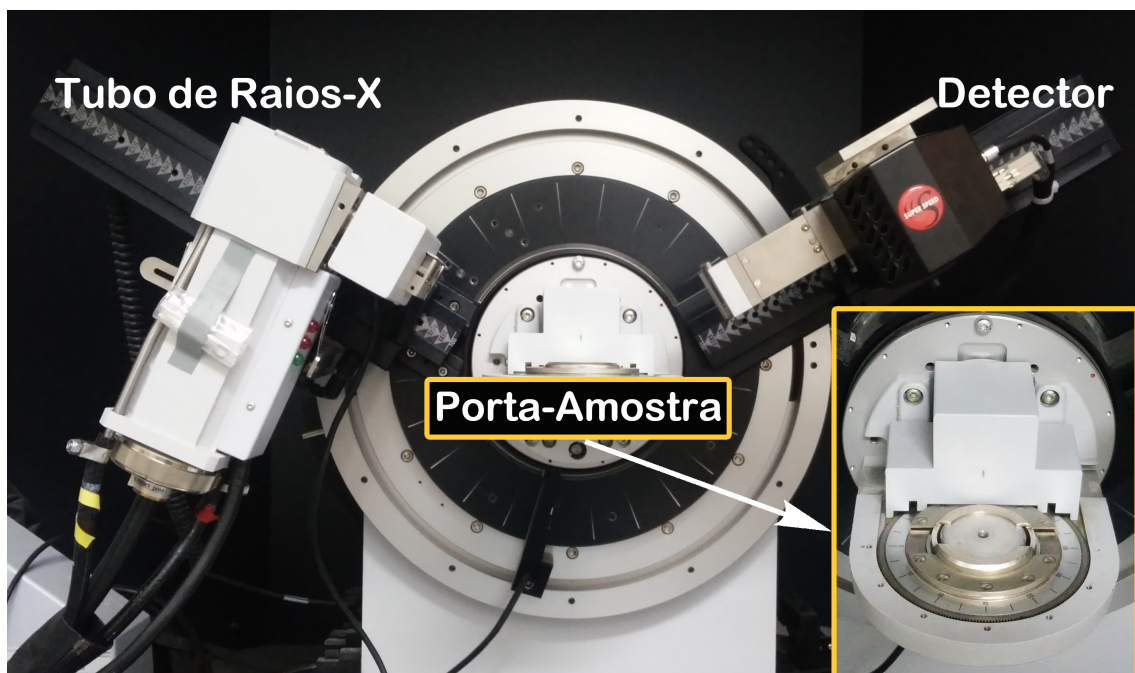


Figura 6.6 – Difratômetro Bruker D8 Advance do LMMM, em destaque temos o porta-amostras.

Este equipamento é basicamente formado por um tubo de raios-X com alvo de cobre, um



goniômetro na geometria *Bragg-Brentano* ( $\theta - 2\theta$ ) para medida do ângulo dos raios-X incidente e difratados, e um detector *LinxEye* para medida da intensidade dos raios-X. O porta-amostras é fixo, possuindo um encaixe para colocar as amostras, enquanto o tubo e o detector são móveis e controlados por motores de passo. São utilizados filtros que absorvem o espectro contínuo e outras emissões de menor intensidade do cobre, de modo a selecionar apenas o comprimento de onda característico,  $\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$ . Para colimar o feixe de raios-X é utilizado *Sollers* e *Slits* (fendas) na saída do tubo e na entrada do detector.

Com este difratômetro foram realizadas medidas a baixo ângulo ( $1^\circ$  à  $5^\circ$ ) e alto ângulo (para o caso das amostras em estudo de  $35^\circ$  à  $50^\circ$ ). A baixo ângulo, a técnica consiste em analisar o valor do vetor espalhamento ( $\mathbf{q}$ ) em função do seu índice ( $n$ ). Associados à radiação incidente e espalhada temos um vetor de onda,  $\mathbf{k}_i$  e  $\mathbf{k}_f$ , respectivamente, um ao longo da direção da onda incidente e outro ao longo da direção da onda espalhada, como ilustrado na figura 6.7.

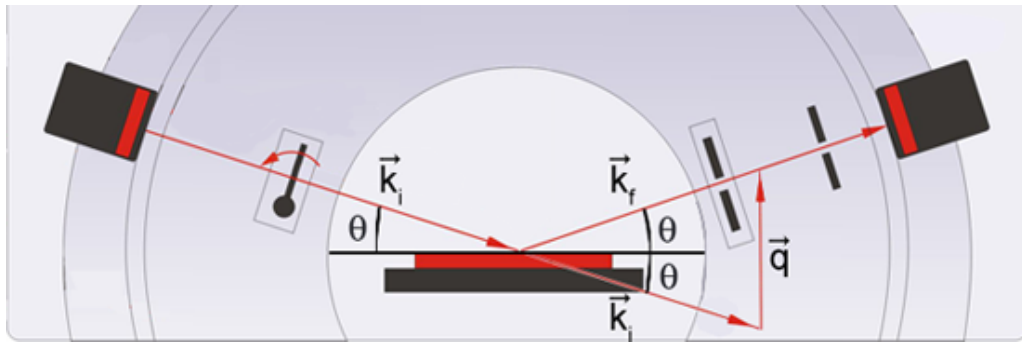


Figura 6.7 – Esquema ilustrativo dos vetores de onda ( $\mathbf{k}_i$  e  $\mathbf{k}_f$ ) e do vetor de espalhamento ( $\mathbf{q}$ ).

A relação entre os vetores de onda é dada por:

$$\mathbf{q} = \mathbf{k}_f - \mathbf{k}_i \quad (6.3)$$

Na figura 6.7,  $\theta$  é o ângulo entre a radiação (incidente ou espalhada) e o plano da amostra, de modo que  $\text{sen}\theta = \frac{q}{2k_f}$ . Isolando o vetor de espalhamento temos que:

$$q = 2k_f \text{sen}\theta \quad (6.4)$$

Considerando que o espalhamento é elástico, temos que  $|\mathbf{k}_f| = |\mathbf{k}_i|$ , e sendo  $\mathbf{k}$  proporcional ao momento dos fótons ( $\mathbf{k} = \frac{2\pi}{h}\mathbf{p}$ ), onde  $|\mathbf{p}| = \frac{h}{\lambda}$ , resulta que o vetor de espalhamento é dado por:

$$q = 2 \frac{2\pi}{h} \frac{h}{\lambda} \text{sen}\theta = \frac{4\pi \text{sen}\theta}{\lambda} \quad (6.5)$$

uma vez que a medida é realizada em um ângulo  $2\theta$ , dividimos  $\theta$  por 2, de modo que o vetor de espalhamento associado ao índice  $n$  é dado por:

$$q_n = \frac{4\pi \text{sen} \left( \frac{\theta_n}{2} \right)}{\lambda} \quad (6.6)$$

onde  $\theta_n$  é o ângulo de cada pico de interferência,  $\lambda$  é o comprimento de onda dos raios-X utilizado no sistema e  $n$  indica o índice dos picos de interferência. A partir da relação entre o vetor de espalhamento e os índices dos picos de interferência, temos uma relação linear, da qual o coeficiente linear  $a$  corresponde a  $2\pi$  dividido pela espessura do material em análise. Assim podemos escrever a espessura de um material (filme fino) como:

$$t = \frac{2\pi}{a} \quad (6.7)$$

onde  $t$  e  $a$  correspondem, respectivamente, a espessura e o coeficiente angular da reta.

No caso de filmes finos, nas medidas de refletividade de raios-X podemos ter oscilações na intensidade refletida, essas oscilações são chamadas franjas de *Kiessig* e são devidas à interferência construtiva e destrutiva dos raios-X refletidos e refratados a partir da interface superior e inferior no filme em análise [144]. Este comportamento é característico de sistemas com multicamadas [145].

A partir das medidas de difração de raios-X a alto ângulo podemos obter a direção de crescimento das amostras, bem como o tamanho médio de grão.

### 6.3.1 Equação de Scherrer

Em 1918, *Paul Scherrer* [146] estimou o tamanho médio de um nano (nm) cristalito, cristal na forma de pó. O mesmo publicou seus resultados em um artigo que incluía a hoje conhecida como equação de *Scherrer*:

$$L = \frac{K\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (6.8)$$

onde  $L$  é o tamanho médio do cristalito,  $K$  é uma constante relacionada a forma do cristalito,  $\lambda$  é o comprimento de onda dos raios-X,  $\beta$  é a largura a meia altura do pico de difração e  $\theta$  corresponde ao ângulo  $2\theta$  (ângulo de *Bragg*) do pico de difração no difratograma, como ilustrado na figura 6.8. A constante  $K$  pode assumir valores entre 0,62 e 2,08, dependendo da forma do grão, para as medidas desse trabalho foi usado o valor de  $K = 0,9$  (cristal esférico com simetria cúbica). O valor de  $\beta$  no eixo  $2\theta$  do perfil de difração deve ser em radianos [147].

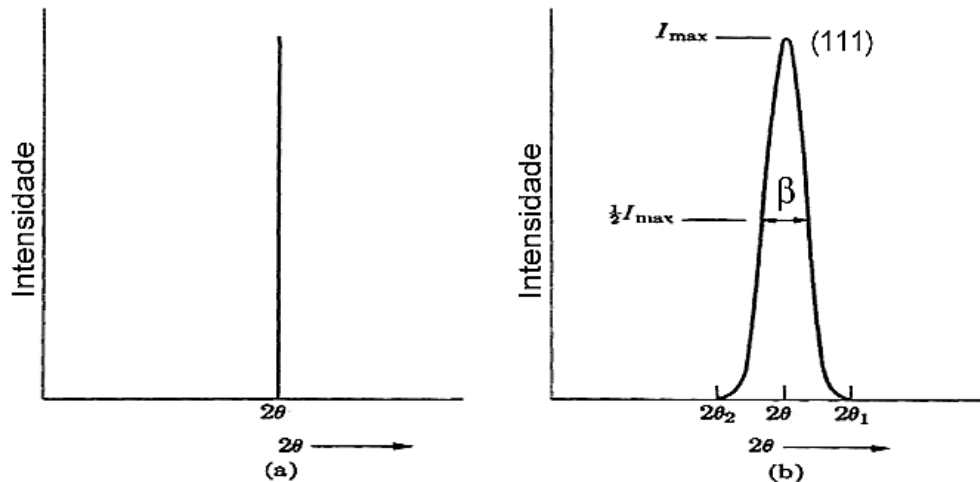


Figura 6.8 – Representação do alargamento do pico de difração associado ao tamanho de grão. Em (a) temos um pico de Bragg para um cristal infinito e em (b) um pico para um cristal finito. [143]

Na figura 6.8 (a) temos a intensidade do pico de difração para um cristal com grão de tamanho infinito, enquanto na figura 6.8 (b) temos um cristal com tamanho de grão finito, resultado da interpretação da equação de Scherrer, na qual o tamanho de grão ( $L$ ) é inversamente proporcional a largura a meia altura do pico de difração ( $\beta$ ). Na figura 6.8 (b) "111" são os índices de Miller, ou seja, o pico de difração de raios-X a partir dos planos {111} [143].

Um material policristalino possui muitos grãos ou cristalitos em orientações aleatórias de modo que a forma e o tamanho dos mesmos influenciam na largura do pico, além de outros fatores, tais como: configuração do instrumento de medida, micro tensões na rede, relaxação na superfície do grão por efeitos de temperatura, bem como a falta de homogeneidade no tamanho dos cristalitos [148].

Na prática os cristalitos são irregulares na forma, mas na média podemos considerar como tendo uma forma regular externa. Podemos pensar que se eles são mais ou menos uniformes na forma, eles podem não ser uniformes no tamanho, de modo que a distribuição do tamanho dos cristalitos afeta várias medidas de largura nos diferentes caminhos e assim altera as várias constantes de Scherrer. Para uma excelente discussão das constantes, uma boa referência é o artigo "Scherrer after sixty years" de 1978 [148].

Um fato curioso que surge dessa revisão sobre a equação de Scherrer é a descoberta de que muitas vezes erroneamente esta equação é referida como "equação de Debye-Scherrer". No entanto Debye era orientador de doutorado de Scherrer, fato que levou muitos cientistas a posteriormente associarem o nome dos dois a equação, contudo no artigo original de Scherrer

publicado em 1918, após terminar seu doutorado em 1916, o mesmo refere a equação unicamente como "equação de *Scherrer*" [149].

#### 6.4 Caracterização Magnética: Magnetização

Para caracterização magnética das amostras em estudo foi utilizado um magnetômetro de gradiente de campo alternado (AGFM), como ilustrado na figura 6.9, o qual mede o momento magnético das amostras.

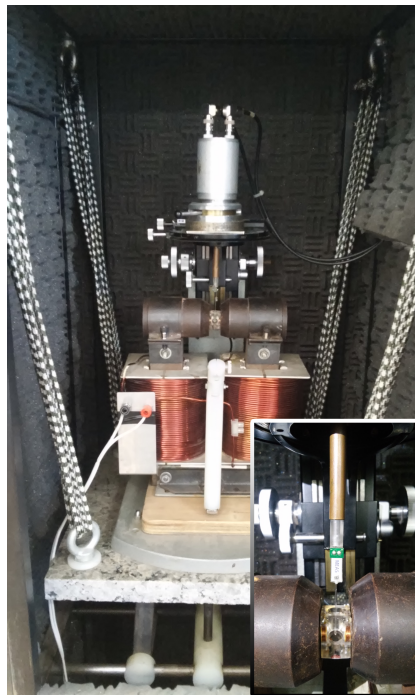


Figura 6.9 – AGFM existente no LMMM (UFSM). Em destaque temos o porta-amostra, as bobinas sensoras e o piezoelétrico.

Sua primeira versão idealizada em 1970 por *Zijlstra* [150], utilizava um microscópio ótico para observar a variação da amplitude de vibração da haste. Em seguida, em 1972, *Reeves* [151] passou a detectar a amplitude de vibração utilizando um cristal piezoelétrico como transdutor de força, no entanto, esse cristal não fazia parte da haste que servia como porta-amostra. Posteriormente, *Flanders* [152] em 1988 desenvolveu um magnetômetro fazendo uso de um sensor piezoelétrico, o qual gera uma tensão elétrica por resposta a uma pressão mecânica. O AGFM existente no LMMM foi montado com base no artigo de *Flanders* [152].

O AGFM funciona baseado no método da força, ou seja, uma amostra uniformemente magnetizada ( $\mathbf{m}$ ) é colocada em uma região onde há um gradiente de campo magnético alternado ( $\nabla H_{AC}$ ), sendo dessa forma submetida à ação de uma força magnética alternada dada por

$\mathbf{F}_m = \mathbf{m} \cdot \nabla H_{AC}$ . Como na configuração utilizada a força está na mesma direção do campo magnético aplicado, podemos considerar apenas a componente da força na direção x, de modo que:

$$F_{m_x} = m_x \frac{dH_x}{dx} \quad (6.9)$$

mantendo o gradiente de campo magnético alternado constante na região da amostra, a força será função apenas do momento magnético.

Uma que vez que o conjunto esteja suspenso, qualquer oscilação mecânica no ambiente em volta do AGFM será absorvida pelas cordas, além disso o rack do instrumento está sobre uma caixa de areia. Todo este cuidado é necessário para minimizar ruídos acústicos (mecânicos) que podem ser captados pelo sensor piezoelétrico, visto que tais vibrações podem ser comparáveis àquelas produzidas pela amostra. Essas precauções na parte experimental garantem em parte a alta sensibilidade do instrumento [153].

Na figura 6.10 temos a estrutura básica do AGFM utilizado nesse trabalho.

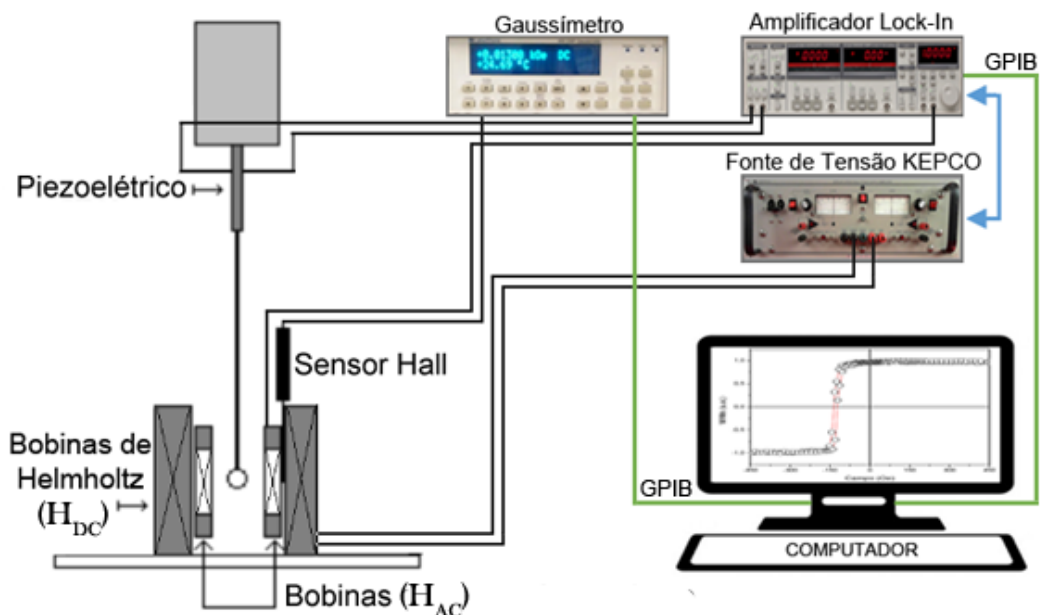


Figura 6.10 – Estrutura básica do AGFM existente no LMMM.

Como pode ser visto na figura 6.10, fixamos a amostra que será analisada em uma das extremidades de uma haste flexível e não magnética, geralmente de vidro, e então colocamos a mesma entre os pólos de um eletroímã, os quais geram um campo magnético estático ( $H_{DC}$ ). Paralelo aos pólos do eletroímã existem duas bobinas que geram um gradiente de campo magnético alternado ( $H_{AC}$ ) sobre a amostra, que por sua vez oscila com a mesma frequência do  $H_{AC}$  e com amplitude proporcional ao momento magnético.

Na outra extremidade da haste é colocada uma cerâmica piezoelétrica que transforma a oscilação mecânica da haste em tensão elétrica alternada, ou seja, quando a força do gradiente de campo atua sobre a amostra magnetizada, produz uma tensão mecânica no cristal que, quando tensionado, faz surgir uma diferença de potencial entre seus dois eletrodos cuja amplitude é proporcional à tensão mecânica.

A medida da magnetização, neste caso, é realizada com o auxílio de um amplificador *Lock-In* onde o sinal de entrada é a tensão proveniente do piezoelétrico, e o gradiente de campo magnético alternado tem sua frequência e amplitude controlados por um gerador senoidal que faz parte do *Lock-In*. O campo magnético DC é lido por um gaussímetro via sonda *Hall*. Todo o procedimento de medidas é controlado pelo computador através de um *software* desenvolvido em plataforma *Agilent HP VEE*.

Antes de realizarmos a medida de magnetização da amostra, necessitamos determinar a frequência de operação, ou seja, precisamos do valor da frequência de ressonância do sistema (amostra + porta-amostras + haste), a qual será nossa referência nas medidas. Quando realizamos este procedimento estamos verificando em qual frequência teremos melhor sinal-ruído, como ilustrado na figura 6.11.

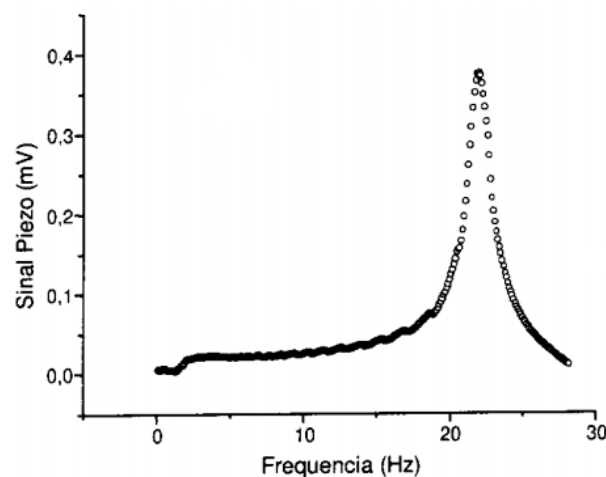


Figura 6.11 – Gráfico do sinal do piezoelétrico em função da frequência para um campo magnético aplicado de 100 Oe. Sendo a frequência de ressonância aproximadamente 22 Hz [154].

Deve ficar claro que o sinal de entrada lido pelo *Lock-In* é proporcional ao momento magnético e não aos valores absolutos dessa grandeza, de modo que costuma-se normalizar as curvas de magnetização pela magnetização de saturação.

A sensibilidade de uma versão comercial desse tipo de equipamento é em torno de  $10^{-6}$  emu ou  $10^{-9}$  Am<sup>2</sup> [10], sendo comparável a um magnetômetro *SQUID*, no entanto possui a

vantagem de realizar as medidas muito mais rápido [154].

## 6.5 Caracterização Elétrica: Magnetorresistência

Com o intuito de avaliar o comportamento da magnetorresistência anisotrópica (AMR) das amostras em estudo, quando em presença de um campo magnético externo aplicado, foram realizados dois tipos de medidas:

⇒ Medidas de AMR:  $R \times \theta_H$  - Medida da resistência elétrica em função do ângulo entre a corrente elétrica e o campo magnético externo aplicado.

⇒ Medidas de AMR:  $R \times H$  - Medida da resistência elétrica em função do campo magnético externo aplicado para um determinado ângulo ( $\theta$ ) escolhido.

As medidas de resistência ( $> 10 \Omega$ ) são frequentemente realizadas utilizando o método de duas pontas, como ilustrado na figura 6.12.

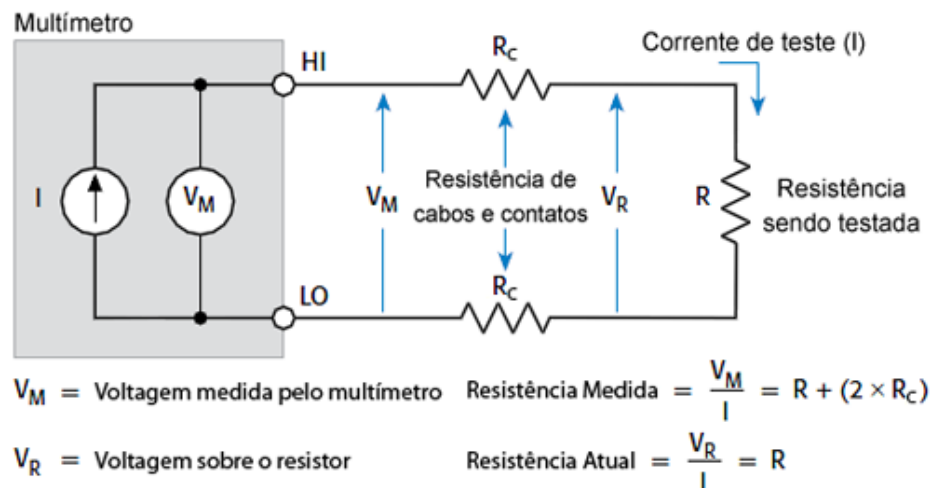


Figura 6.12 – Esquema do circuito para medida de resistência pelo método de duas pontas [155].

Nesse caso a corrente de teste ( $I$ ) é forçada a passar pelas ponteiros de teste (LO e HI) e pela resistência a ser medida ( $R$ ). O multímetro mede então a voltagem ( $V_M$ ) através do mesmo conjunto de ponteiros de teste e calcula o valor da resistência a partir da lei de *Ohm* ( $R = \frac{V}{I}$ ). O principal problema desse método quando aplicado a materiais de baixa resistência, como é o caso das amostras utilizadas nesse trabalho, é a resistência dos cabos e contatos ( $R_C$ ). Como a corrente de teste ( $I$ ) provoca uma pequena, mas significativa queda de tensão através destes componentes resistivos, a voltagem ( $V_M$ ) medida pelo multímetro não será exatamente a mesma voltagem ( $V_R$ ) sobre a resistência de teste ( $R$ ), de modo que pode resultar em um erro nas medidas de resistência.

Os valores típicos para resistências de cabos é da ordem de  $1\text{ m}\Omega$  à  $10\text{ m}\Omega$ , de modo que é muito difícil se obter medidas precisas através do método de duas pontas quando se trabalha com resistências menores do que  $10\ \Omega$  (dependendo da  $R_C$ ) [155].

Devido às limitações do método de duas pontas, para realização das medidas desse trabalho usamos o método de quatro pontas, semelhante ao método de *Kelvin*, como ilustrado na figura 6.13.

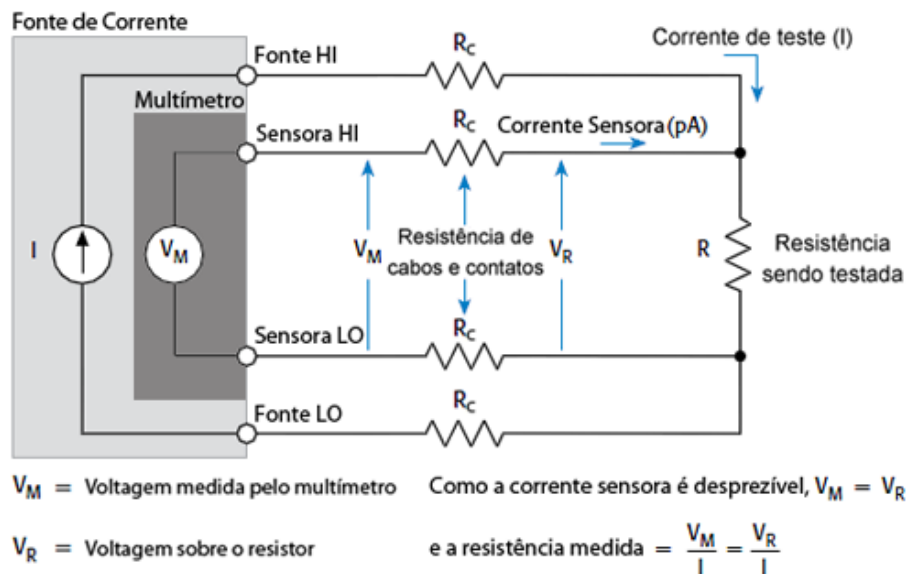


Figura 6.13 – Esquema do circuito para medida de resistência pelo método de quatro pontas [155].

Nessa configuração as medidas podem ser realizadas utilizando uma fonte de corrente independente do voltímetro, conforme ilustrado na figura 6.13. Neste método, a corrente de teste ( $I$ ) é forçada a passar através da resistência de teste ( $R$ ) por meio de um conjunto de pontes, enquanto a diferença de potencial ( $V_M$ ) é medida por um segundo conjunto de pontes chamadas de sensoras. Embora alguma pequena corrente possa fluir pelas pontes sensoras, esta geralmente é insignificante (tipicamente menor do que  $100\text{ pA}$ ) e pode geralmente ser ignorada.

Portanto, a voltagem ( $V_M$ ) medida pelo multímetro é essencialmente a mesma voltagem ( $V_R$ ) medida sobre a resistência de teste ( $R$ ). Consequentemente, o valor de resistência pode ser determinado com muito mais precisão do que com o método de duas pontas [155]. A grande vantagem deste método de quatro pontas é a simplicidade da medida, sendo um método não destrutivo, sendo menos influenciado pelo contato ôhmico entre os contatos (fios) e a amostra.

Escolhido o método de medida, partimos para a parte experimental. Inicialmente cola-



mos quatro contatos (fios condutores sem o esmalte) na amostra a ser analisada usando tinta a base de prata (cola prata), a qual possui uma alta condutividade. Após esse procedimento aguardamos algumas horas até que a cola tenha secado e o contato estabelecido. Após isso, testamos estes contatos utilizando um multímetro de forma a averiguar a boa qualidade do contato estabelecido, caso contrário, temos que repetir o processo. Estando os contatos colados na amostra, colocamos esta sobre um porta-amostra, como ilustrado na figura 6.14.

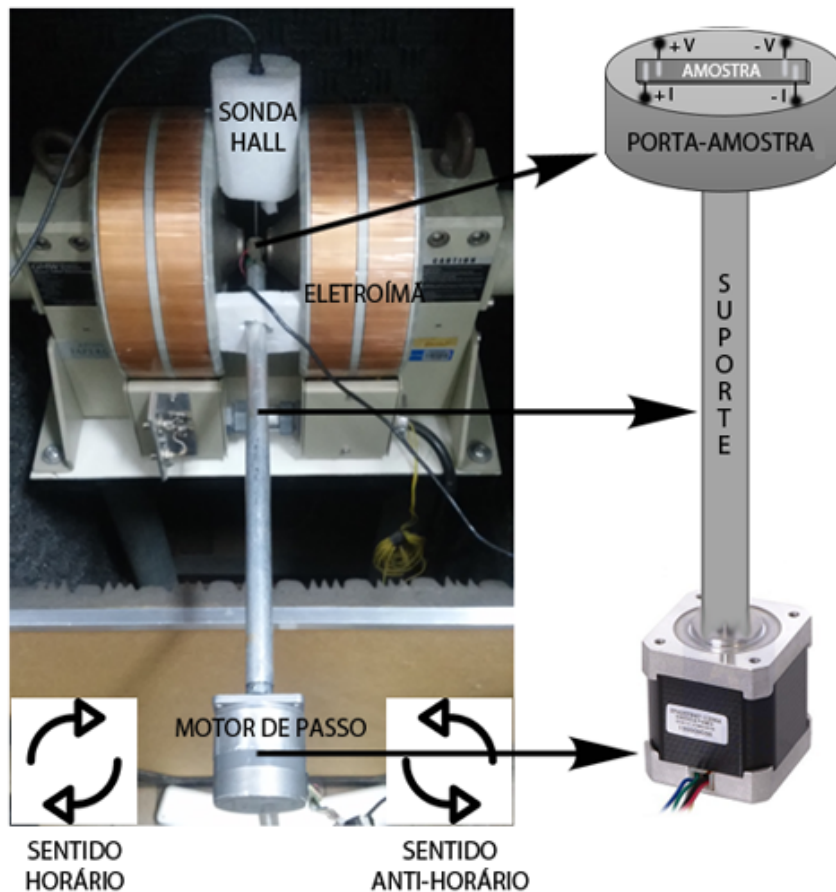


Figura 6.14 – Diagrama esquemático do aparato experimental montado para realizar as medidas de AMR no eletroímã. Em destaque temos o porta-amostra, o suporte e o motor de passo.

Como pode ser visto na figura 6.14, posicionada a amostra no centro do porta-amostra, soldamos os contatos da amostra no mesmo, de modo que um conjunto (+I e -I) de contatos (fios externos) será utilizado para passar a corrente elétrica ( $I$ ) sobre a amostra e o outro conjunto (+V e -V) de contatos (fios internos), será utilizado para medir a diferença de potencial ( $V$ ). O porta-amostra é conectado via suporte a um motor de passo, o qual pode girar a amostra de  $360^\circ$ , tanto no sentido horário quanto no sentido anti-horário. A leitura da posição angular da amostra em relação ao campo magnético é realizada contanto os passos dados pelo motor, sendo o mesmo controlado por um *software* desenvolvido na plataforma HP-VEE, via computador.

Todo esse aparato (motor de passo + suporte + porta-amostra) está sustentado por outro suporte no chão, com isso podemos mover o conjunto aproximando-os do centro do eletroímã como mostra a figura 6.14. Junto ao porta-amostra, no centro do eletroímã, é posicionada a sonda *Hall*, de forma que possamos realizar a leitura, com um gaussímetro, do campo magnético produzido pelo eletroímã.

Este aparato experimental da figura 6.14, para realização das medidas de AMR, foi desenvolvido ao longo do mestrado, mostrando-se mais robusto, simples e eficaz do que o utilizado anteriormente [156]. Antes se utilizava as bobinas de *Helmholtz* para produzir o campo magnético, as quais giravam em torno da amostra, além disso, as mesmas limitavam as medidas, pois geravam um campo magnético máximo de  $\approx 250$  Oe. Com este novo aparato, o ruído das medidas diminuiu consideravelmente, uma vez que agora, a amostra gira em torno do campo magnético, evitando assim oscilações do campo magnético em torno de uma posição de equilíbrio da amostra.

Para realização das medidas da resistência em função do ângulo entre a corrente elétrica e o campo magnético externo aplicado ( $R \times \theta_H$ ), utilizamos o sistema ilustrado na figura 6.15.

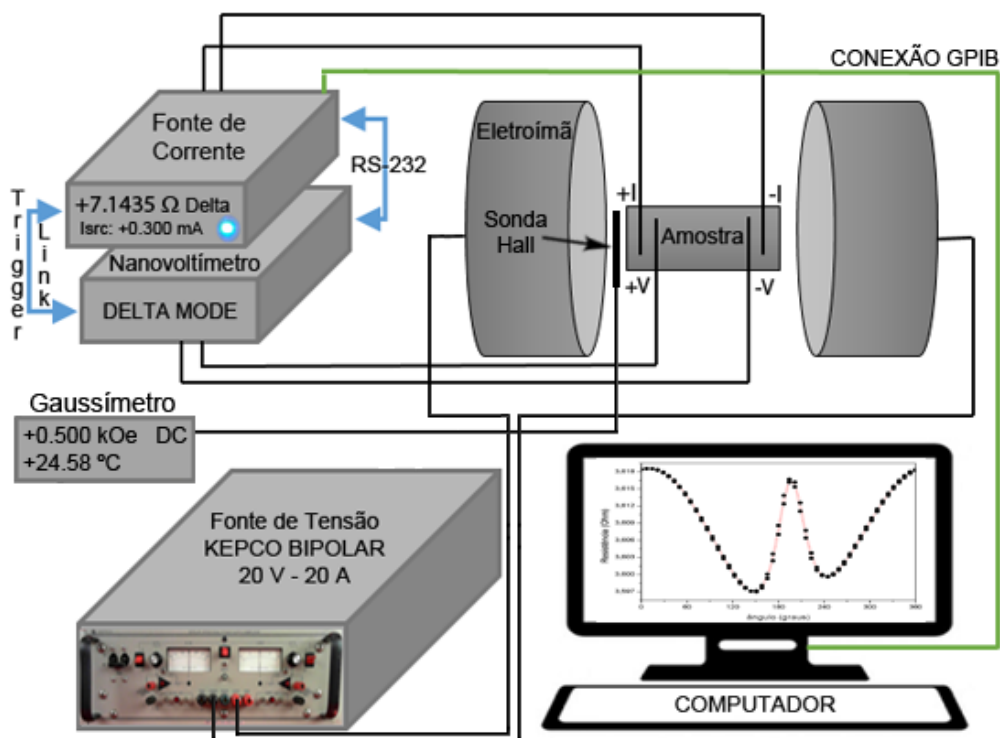


Figura 6.15 – Diagrama esquemático das ligações dos equipamentos utilizados nas medidas de AMR ( $R \times \theta_H$ ).

Na figura 6.15 temos uma fonte de tensão *KEPCO* BIPOLAR (20 V - 20 A) a qual podemos ajustar um valor de corrente e/ou tensão correspondente a um determinado valor em

campo magnético no eletroímã. Esse valor, em Oersted (Oe), pode ser visualizado no gaussímetro, conforme giramos o botão (-I/+I ou -V/+V) no painel da fonte de tensão.

Para medir a resistência da amostra, utilizamos o modo DELTA (*DELTA MODE*) [157], que consiste em combinar a fonte de corrente (modelo 6221 DC e AC) e o nanovoltímetro (modelo 2182A), através dos cabos RS-232 e *Trigger Link*. Enquanto o cabo RS-232 faz a comunicação entre os equipamentos (6221 e 2182A) via interface RS-232, o cabo *Trigger Link* sincroniza os dois equipamentos, de modo que este assume que o nanovoltímetro está usando a configuração padrão de fábrica [155]. Para as conexões utilizamos um cabo serial "*Null modem*" RS-232, o qual é o meio mais barato de se transferir informação entre equipamentos.

Realizada as ligações dos cabos, temos que configurar o modo DELTA. Para isso, primeiro devemos configurar o nanovoltímetro (2182A) no painel do mesmo:

- 1 - Pressione **SHIFT** e então acesse o menu **RS-232**;
- 2 - Selecione **ON** para a interface RS-232;
- 3 - Selecione **19.2K** para BAUD RATE;
- 4 - Selecione **XONXOFF** para FLOW CTRL;
- 5 - Selecione **CR** para TERMINATOR. Aperte EXIT para sair;
- 6 - Verificar se a GPIB está no modo **OFF**. Pressione **SHIFT** e então acesse o menu **GPIB**, troque para **OFF** e aperte ENTER. Aperte EXIT para sair.

Segundo, temos que configurar a fonte de corrente (6221) no painel da mesma:

- 1 - Pressione **CONFIG** e então aperte **MODE DELTA**;
- 2 - Setar o valor de corrente (**I-HIGH/I-LOW**), no caso das amostras em estudo, utilizamos +/- 300  $\mu$ A (0.300 mA) para o valor corrente;
- 3 - Setar o valor de tempo entre uma medida e outra (**DELAY**), utilizamos 300 ms;
- 4 - Selecionar modo de medida (**COUNT**) para "**INFINITY**", as leituras de medida serão realizadas ininterruptamente.
- 5 - Selecione **COMPLIANCE ABORT** para "YES", caso a corrente ou tensão exceda os valores limites, o modo DELTA é desabilitado automaticamente por questões de segurança do equipamento. Aperte EXIT para sair;

6 - Configurar a unidade de medida, ainda no painel da fonte de corrente, aperte **UNITS(4)** e selecione **READING UNITS** igual à **OHM**, unidade de resistência. Aperte EXIT para sair.

Para colocar em prática o modo DELTA, no painel de controle da fonte de corrente, pressione **DELTA** e depois aperte **TRIG(3)** no menu, vai acender uma luz indicando que o

circuito esta fechado e o modo DELTA vai aparecer no visor de ambos os equipamentos. Caso a luz esteja piscando ou o equipamento beepando, o circuito encontra-se aberto, nesse caso deve-se verificar a ligação dos cabos e os contatos da amostra. Esse padrão de configuração DELTA, utilizado neste trabalho, é diferente do sugerido pelo manual do fabricante [157], visto que, ao se seguir o mesmo, surge um erro ("error 809 = Not allowed with RS-232") ao tentar habilitar o modo DELTA.

Essencialmente, o modo DELTA aciona automaticamente a fonte de corrente para alterar a polaridade do sinal (+/-), em seguida, dispara (**trigger**) uma leitura em cada polaridade no nanovoltímetro, de modo que:

$$\Delta V = \frac{V_1 - V_2}{2} \quad (6.10)$$

Assim, a resistência sobre a amostra é calculada:

$$R_{amostra} = \frac{\Delta V}{I} \quad (6.11)$$

onde  $I$  é o valor da corrente setada manualmente em ambas as polaridades. Essa técnica de inversão da corrente anula efeitos termoelétricos, de modo que os resultados medidos refletem o verdadeiro valor da tensão e conseqüentemente o valor da resistência da amostra [155].

Usando o programa HP-VEE podemos realizar os procedimentos de medida da resistência das amostras em estudo nesse trabalho. Conforme o motor de passo gira a amostra, a resistência tem seu valor modificado. Em cada medida, o motor de passo gira a amostra em torno de sete graus ( $7^\circ$ ). Resultando em aproximadamente 51 pontos medidos no sentido horário e 51 pontos no sentido anti-horário, esse procedimento resulta em um gráfico como ilustrado na figura 6.16.

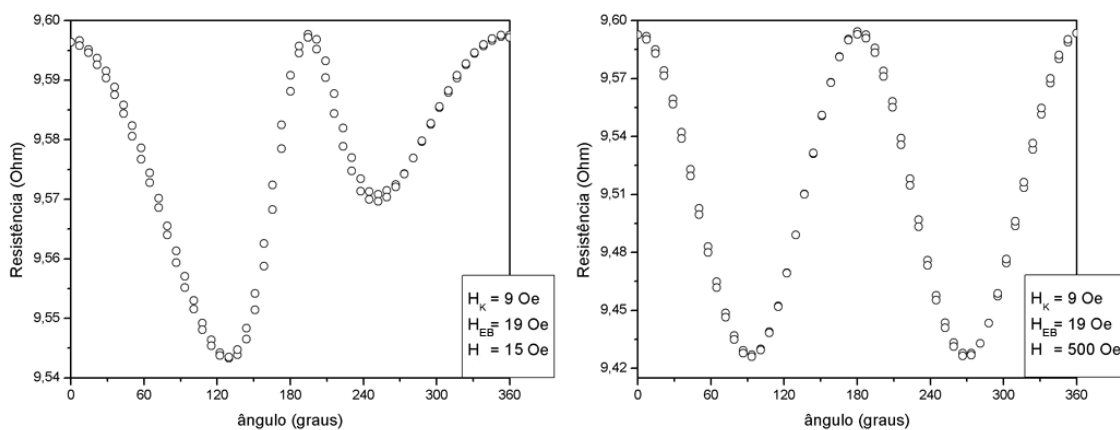


Figura 6.16 – Resistência em função do ângulo entre o campo magnético externo aplicado e a corrente elétrica passando ao longo do eixo fácil da amostra.

Na figura 6.16 pode ser visto a variação da resistência para uma bicamada de NiFe/FeMn sob a ação de diferentes valores de campo magnético externo aplicado, 15 Oe e 500 Oe, respectivamente, as medidas foram realizadas no sentido horário e anti-horário, sendo esse o perfil das curvas de AMR ( $R \times \theta_H$ ) medidas nesse trabalho.

Para medir a resistência em função do campo magnético externo ( $R \times H$ ) para um determinado ângulo ( $\theta$ ) entre o campo magnético externo e o eixo da corrente na amostra, o aparato experimental é praticamente o mesmo, a única diferença são as ligações dos cabos e o uso de um conversor digital analógico junto ao amplificador *Lock-In* no sistema de medida, como ilustrado na figura 6.17.

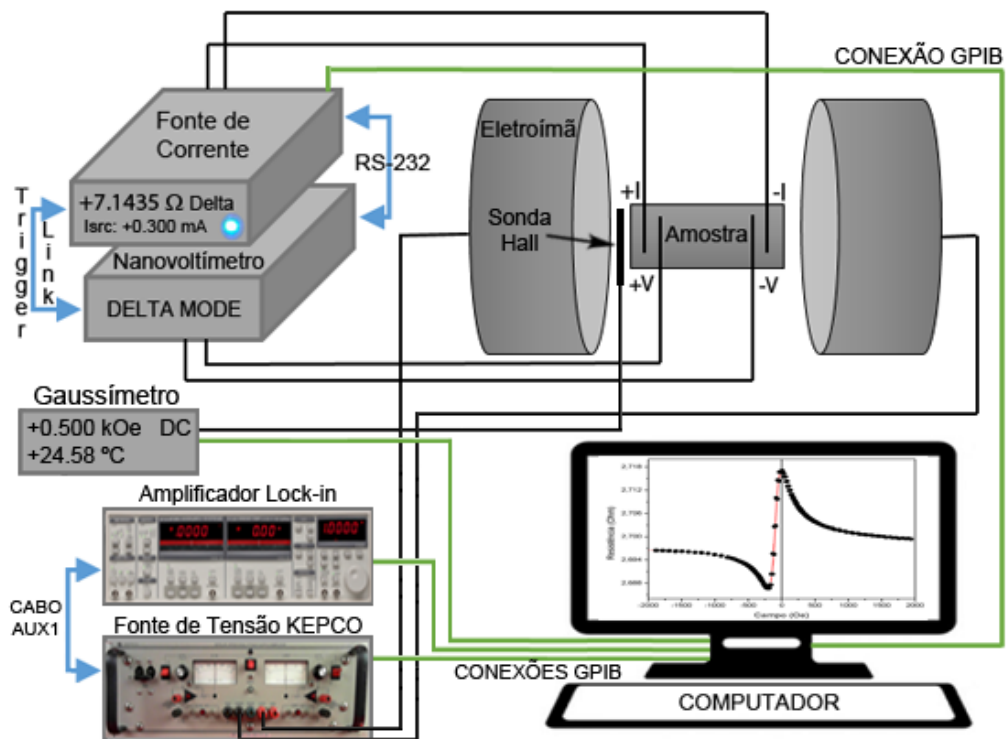


Figura 6.17 – Diagrama esquemático das ligações dos equipamentos utilizados nas medidas de AMR ( $R \times H$ ) para um determinado ângulo ( $\theta$ ).

O conversor D/A atua no sistema de forma auxiliar, controlando a fonte de tensão, já que temos que variar a intensidade do campo magnético em ambos os sentidos. No programa em HP-VEE, foi desenvolvido uma rampa de tensão, a qual faz com que o campo magnético no eletroímã aumente rapidamente até um determinado valor, digamos 2 kOe.

O programa em HP-VEE envia um comando para que o conversor D/A aumente a amplitude (V), este valor é repassado via cabo, pela saída auxiliar (AUX1), como referência para a fonte de tensão, de modo que a amplitude seja proporcional ao valor em campo magnético que desejamos, nesse caso, os 2 kOe. Os valores de campo magnético podem ser visualizados

diretamente no gaussímetro, sendo utilizados na construção do gráfico de  $R \times H$ .

Obtido o valor de campo magnético desejado, inicia-se a medida. O campo magnético é variado em ambos os sentidos, paralelo ao plano da amostra, com um passo de campo magnético determinado diretamente no programa em HP-VEE, de modo que a medida termina quando o campo magnético volta ao seu valor inicial, nesse ponto, o programa utiliza-se novamente de uma rampa, de modo a reduzir a intensidade do campo magnético a zero, após isso, desliga os equipamentos finalizando a medida. Exemplos de curvas de  $R \times H$  podem ser vistas na figura 6.18.

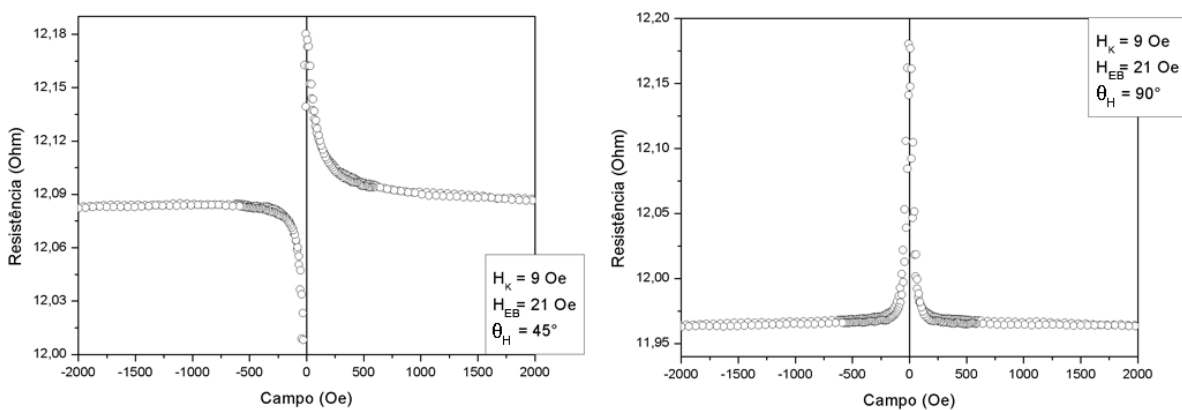


Figura 6.18 – Resistência em função do campo magnético externo aplicado para um determinado ângulo ( $\theta$ ) entre o campo magnético externo e o eixo da corrente na amostra.

Na figura 6.18 pode ser visto a variação da resistência para uma bicamada de NiFe/FeMn sob a ação de um campo magnético externo aplicado, variando de -2 kOe à +2 kOe, para diferentes ângulos,  $45^\circ$  e  $90^\circ$ . As medidas foram realizadas em ambos os sentidos do campo magnético, sendo esse o perfil das curvas de AMR ( $R \times H$ ) medidas nesse trabalho.

## 6.6 Magnetometria de Torque

No intuito de avaliar as constantes de anisotropia e as perdas de energia por histerese rotacional das amostras em estudo que apresentam o fenômeno de *Exchange Bias*, fizemos uso da magnetometria de torque [158]. Essa técnica consiste basicamente em suspender uma amostra com magnetização ( $\mathbf{M}$ ) por um fio fino tensionado em um campo magnético ( $\mathbf{H}$ ). Isto faz com que a amostra gire de maneira que sua magnetização ( $\mathbf{M}$ ) tenda a se alinhar com o campo magnético ( $\mathbf{H}$ ). Medindo-se a variação da posição angular da amostra e conhecendo-se a constante de torção do fio, pode-se determinar o torque magnético sobre a amostra.

A magnetometria de torque vem sendo utilizada por muitos anos, sendo um importante

instrumento na investigação e análise das propriedades anisotrópicas de materiais magnéticos [158, 159]. Magnetômetros de torque de vários tipos foram desenvolvidos inicialmente para se analisar as anisotropias magnéticas de monocristais [160]. Tais instrumentos foram utilizados por *Weiss* [161] no estudo da pirita (dissulfeto de ferro -  $\text{FeS}_2$ ), por *Beck* [162] e *Webster* [163] no estudo de monocristais de ferro e por vários outros autores [164, 165, 166, 167] posteriormente, na análise de amostras de materiais volumosos (*bulk*) e policristalinos. Sendo que até os primeiros anos da década de 1930, estes eram bastante rudimentares, apresentando medidas lentas, e os dados eram coletados manualmente.

Em 1937, *Williams* [168] começou a explorar mais a utilidade do torquímetro, de modo a realizar medidas das constantes de anisotropia, do campo coercivo e das perdas por histerese rotacional em materiais magnéticos. A evolução dos torquímetros continuou progressivamente por mais de 20 anos com *Ingerson* [169], *Miller* [160], *Byrnes* [170], *Penoyer* [171] e *Aldenkamp* [172], os quais tornaram estes equipamentos mais práticos, sendo capazes de obter curvas de torque em questão de minutos. *Penoyer* [171] incorporou equipamentos eletrônicos, possibilitando um grande avanço nos torquímetros, de modo que estes podiam realizar medidas de curvas de torque automaticamente.

Posteriormente com a utilização desta técnica em filmes finos magnéticos por *Boyd* [173], *Doyle* [174, 175], *Humphrey* [159] e vários outros autores [176, 177, 178, 179, 180, 181, 182, 183], surgiu a necessidade de se aperfeiçoar ainda mais estes equipamentos de forma a se obter uma maior sensibilidade para realização das medidas de torque, visto que amostras de filmes finos apresentam um pequeno momento magnético dependendo da espessura da camada FM.

Até o presente momento (2015), inúmeros torquímetros foram construídos ou adaptados de versões anteriores [158, 184, 185, 186, 187], contribuindo para a evolução do entendimento sobre as propriedades magnéticas dos materiais. Essa técnica tem sido utilizada na investigação de anisotropias magnéticas em filmes finos, tanto no plano do filme quanto fora desse [159, 181]. A partir desta técnica podemos determinar propriedades magnéticas, tais como: anisotropia magnética, campo de anisotropia, campo coercivo, magnetização remanescente e magnetização de saturação [188, 189, 190, 191, 192].

Com a descoberta do *Exchange Bias* em 1956 por *Meiklejohn e Bean* [1, 2], o magnetômetro de torque passou a ser utilizado também no estudo do acoplamento de troca interfacial de camadas FM/AFM com bicamadas e multicamadas [7]. Esta técnica é fundamental em nosso

estudo, uma vez que possibilita, não somente o estudo de anisotropias, mas também da HR, a qual é comumente observada nas medidas de curvas de torque, como discutido na seção 5.1.

Para determinar os parâmetros citados anteriormente, realizamos medidas de torque em função do ângulo do campo magnético externo aplicado ( $\tau \times \theta_H$ ) em relação a alguma direção de referência na amostra. Utilizamos o magnetômetro de torque que encontra-se no LMMM (UFSM), sendo o funcionamento do mesmo baseado em um pêndulo de torção [158], como ilustrado na figura 6.19.

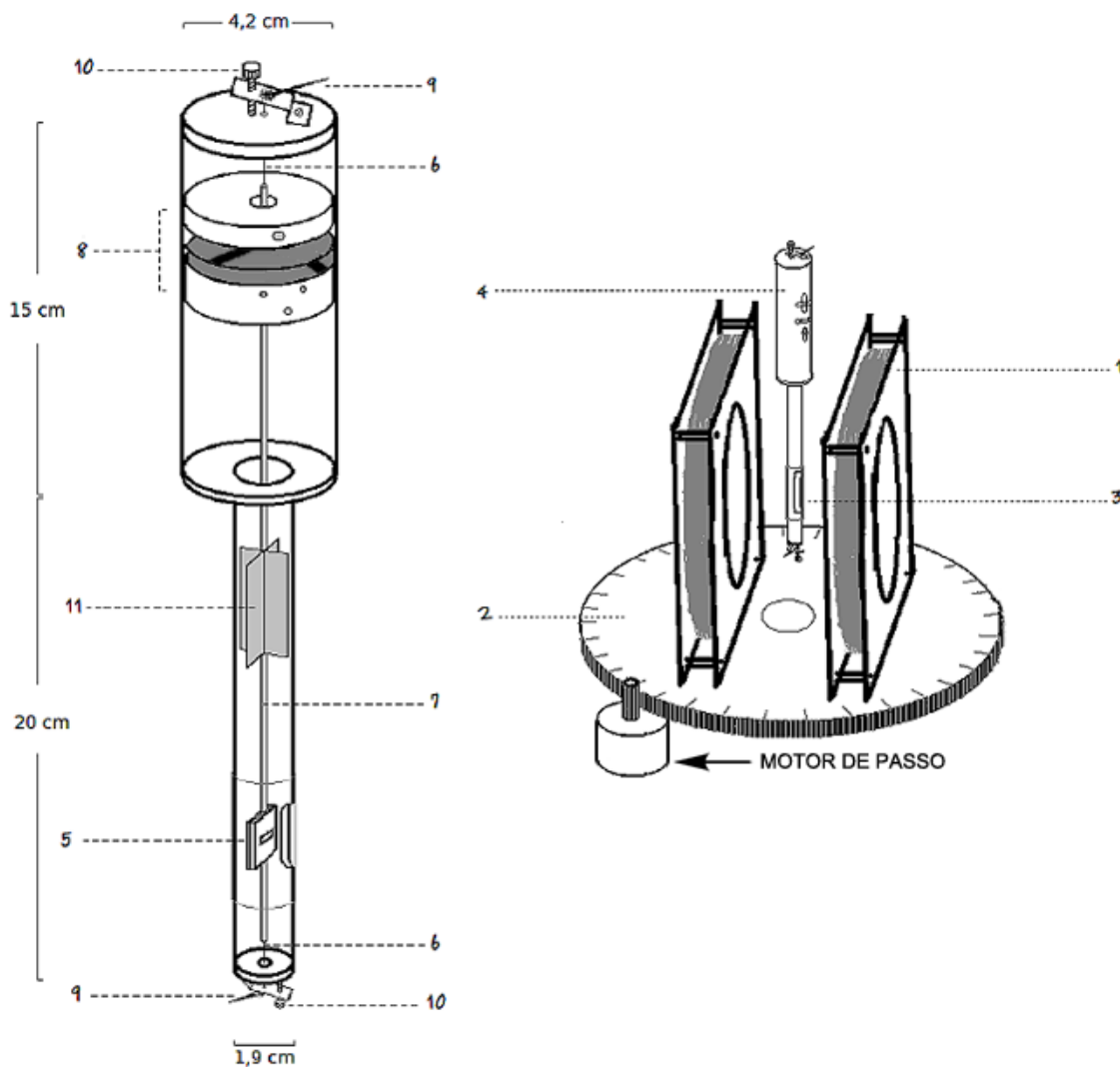


Figura 6.19 – Ilustração esquemático do magnetômetro de torque baseado no pêndulo de torção, e seus principais componentes e dimensões [158].

Em (1) temos um par de bobinas de *Helmholtz*, que geram um campo magnético praticamente homogêneo na região entre as bobinas, onde é colocado o porta-amostras. Elas estão apoiadas sobre um disco de acrílico graduado (2) de 24 cm de diâmetro ao qual está acoplado um motor de passo, permitindo que as bobinas girem de  $360^\circ$  no sentido horário e anti-horário a



direção do campo magnético. Na região central às bobinas, temos o pêndulo de torção (torquímetro). Os itens (3) e (4) referem-se ao porta-amostra e ao sensor de posição angular, respectivamente.

O torquímetro é posicionado entre as bobinas, de modo que não exista contato direto entre os dois, podendo as bobinas girarem livremente em torno do mesmo. O torquímetro está montado em um suporte rígido, o qual garante que o mesmo permaneça imóvel durante as medidas, evitando assim possíveis oscilações.

O torquímetro propriamente dito é composto basicamente pelo porta-amostra (5), o qual possui uma fenda onde a amostra pode ser fixada com uso de graxa de vácuo. O porta-amostra (5) é ligado por uma haste rígida (7) de vidro a um amortecedor (11) e ao sensor de posição angular (8).

O amortecedor (11) tem como função aumentar o atrito com o ar no interior do tubo, a fim de atenuar as oscilações do pêndulo de torção, permitindo com isso uma maior rapidez e precisão na aquisição dos dados. Já o sensor de posição angular (8) mede a variação da posição angular da amostra e tem que apresentar sensibilidade suficiente para que a medida seja efetiva. A variação angular mínima que ele detecta é  $\sim 2 \times 10^{-4}$  graus. Este é composto por um arranjo de três placas capacitivas, como ilustrado na figura 6.20.

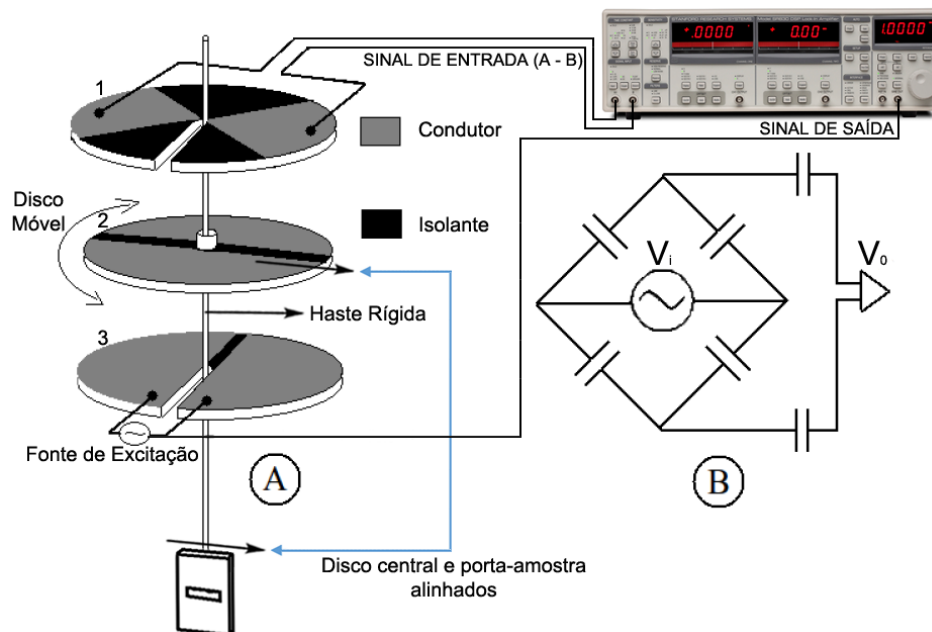


Figura 6.20 – Sensor de posição angular. (A) Arranjo de placas similar ao transdutor capacitivo linear desenvolvido por Peters [193]. (B) Diagrama elétrico equivalente do sensor capacitivo [158].

O funcionamento e arranjo das placas desse transdutor capacitivo é muito semelhante

ao criado por *Peters* [193] em 1989. Pode ser visto na figura 6.20 que o porta-amostra está ligado através de uma haste rígida unicamente a placa central (2), a qual tem liberdade para girar, enquanto as outras duas placas (1 e 3) permanecem imóveis, sendo presas por parafusos no tubo de PVC do torquímetro.

Um detalhe fundamental na montagem do arranjo das placas, foi garantir o alinhamento entre o porta-amostra e o disco central (2). Uma vez que o arranjo das placas esteja exatamente como na configuração ilustrada na figura 6.20 (A), ao enviarmos um sinal de referência do amplificador *Lock-In* (4V de amplitude e 30 kHz de frequência) para placa de excitação (3), o sinal lido pelo amplificador *Lock-In* na placa (1) através da entrada (INPUT A - B) será zero volts (0 V). Com isso, podemos aumentar a sensibilidade do amplificador *Lock-In* de modo a visualizar com até duas casas de precisão a variação da posição angular da amostra, quando esta é submetida a um torque pelo campo magnético em alguma direção diferente da direção inicial da amostra. Para as medidas desse trabalho utilizamos a sensibilidade do amplificador *Lock-In* em  $500 \mu V$ , isso nos permitiu visualizar a evolução das medidas, bem como nos garantiu uma máxima sensibilidade nas medidas de curvas de torque.

Outro detalhe importante é garantir o paralelismo entre as placas capacitivas, uma vez que a variação do sinal lido pelo amplificador *Lock-In* depende da disposição geométrica das mesmas. A sensibilidade do sensor de posição angular varia com o inverso da separação entre as placas [193]. Uma vez que as placas estejam praticamente alinhadas, dependendo da quantidade de material magnético das amostras, a separação entre as placas pode variar sem comprometer a sensibilidade nas medidas, o importante é conseguirmos obter sensibilidade o suficiente para podermos assim visualizar alguma variação no amplificador *Lock-In*. Na figura 6.20 (B) pode ser visto o circuito elétrico equivalente da ponte capacitiva utilizada no torquímetro, esta é semelhante a uma ponte de *Wheatstone*.

Todo o conjunto (porta-amostra + amortecedor + disco central) é sustentado por um fio fino condutor e não magnético (6), o qual passa por dentro da haste de vidro. Este fio contorna o porta-amostra formando uma pequena bobina, a qual será utilizada para gerar um contra-torque sobre a amostra, como veremos mais adiante. Nas extremidades do torquímetro existem dois terminais (9), estes são ligados ao fio condutor que sustenta o conjunto, e servem para ligar esse fio a uma fonte de corrente a qual alimentará a bobina de contra-torque. Para finalizar, o torquímetro possui dois esticadores (10) na forma de parafusos, sendo responsáveis por tensionar o fio, mantendo o conjunto suspenso e ao mesmo tempo estável contra possíveis

oscilações.

Para se realizar uma medida, primeiro reduzimos um pouco a tensão no fio condutor (6) afrouxando os esticadores (10), assim colamos a amostra no porta-amostra (5) usando graxa de vácuo e uma pinça para segurar a mesma, tomando todo cuidado para não arrebentar o fio condutor (6). Feito isso, tensionamos o fio condutor (6), cuidando para que o conjunto (porta-amostra + placa capacitiva central) fique posicionado de tal forma que o sinal lido pelo amplificador *Lock-In* seja o mais próximo de zero volts (0 V). Posicionamos a amostra de forma que seu eixo fácil fique paralelo ao campo magnético gerado pelas bobinas de *Helmholtz* e perpendicular ao porta-amostra.

Para testar a sensibilidade do sensor de posição angular, damos um pequeno impulso com a pinça no porta-amostra, isso faz com que o conjunto varie sua posição angular. Assim podemos determinar qual à melhor escala de tensão no amplificador *Lock-In*. Em geral, estando o torquímetro estabilizado usamos  $200 \mu V$  ou  $500 \mu V$  (*SENSITIVITY*) e o tempo de integração do filtro do amplificador *Lock-In* em 300 ms (*TIME CONSTANT*).

Utilizando um *software* desenvolvido na plataforma HP-VEE, controlamos remotamente todas as partes do sistema durante a execução das medidas. Ele controla a fonte de tensão, a qual, antes de cada medida de torque, é programada para aplicar uma corrente de -12,5 A (-250 Oe) por alguns segundos, saturando a amostra em um determinado sentido e após inverte o sentido da corrente, começando a realização da medida e aquisição dos dados que por fim são gravados em um arquivo ".dat". Desse modo estamos garantindo que os momentos magnéticos da amostra encontram-se alinhados na direção oposta ao campo magnético antes de cada medida, evitando contribuições indesejadas.

Cada 1 A de corrente aplicado pela fonte produz nas bobinas de *Helmholtz* um campo magnético de  $\approx 20$  Oe. O campo magnético máximo gerado pelas bobinas de *Helmholtz* é de  $\approx 250$  Oe, assim toma-se o cuidado para não se aplicar uma corrente maior do que 12,5 A. Neste valor de corrente as bobinas começam a superaquecer, tornando as medidas impraticáveis. O programa controla o motor de passo responsável por girar as bobinas no sentido horário e anti-horário. Cada vez que o motor de passo é acionado pelo programa ele faz as bobinas girarem  $7^\circ$ , igual ao procedimento utilizado nas medidas de AMR discutidas anteriormente. O amplificador *Lock-In* no início de cada medida tem sua configuração ajustada diretamente pelo programa.

Uma medida teste é realizada inicialmente antes de cada medida oficial, sem campo

magnético, no sentido horário e anti-horário, a fim de averiguar o ruído do sistema. Em geral o ruído estabiliza em torno de  $1 \mu V$  após, aproximadamente, uma hora de funcionamento dos equipamentos, como pode ser visto na figura 6.21

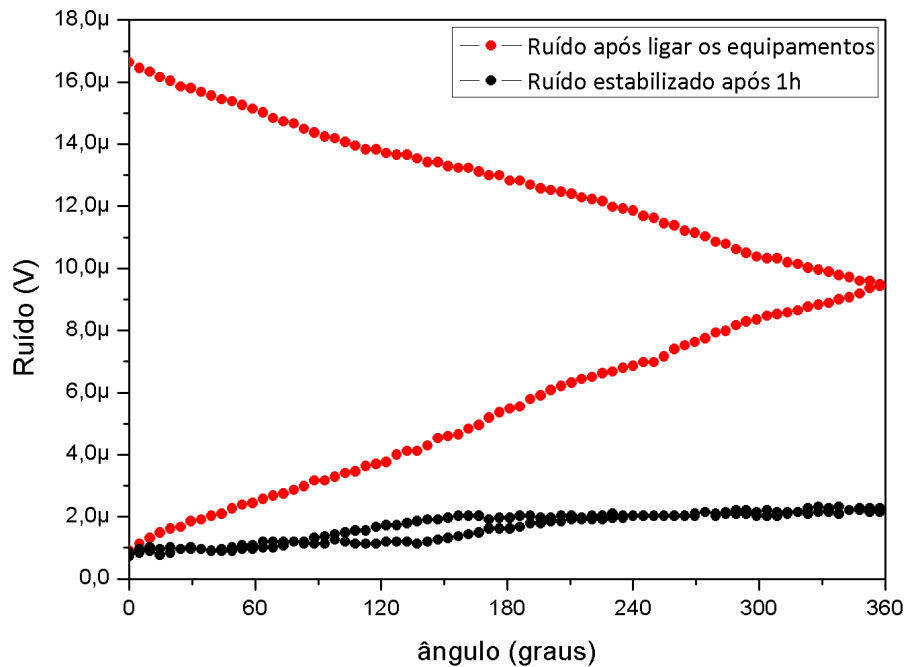


Figura 6.21 – Medida do ruído antes da realização das medidas.

A fim de minimizar o ruído nas medidas de torque, recobrimos o torquímetro com três camadas de papel alumínio, uma vez que o sensor capacitivo é sensível à campos elétricos externos produzidos pelos equipamentos a volta. Realizando este procedimento, o ruído diminui consideravelmente, como pode ser visto na figura 6.21. Outro fator responsável pela alta sensibilidade do torquímetro em nossas medidas, foi a realização destas aos finais de semana, visto que inúmeros fatores contribuem para aumentar o ruído, tais como: estabilidade da rede elétrica da UFSM (oscilações na rede), correntes de ar e principalmente o trânsito de pessoas próximas ao equipamento. Trabalhar com anisotropias no plano em filmes finos, utilizando o torquímetro requer alta sensibilidade e estabilidade. O torquímetro utilizado nesse trabalho está entre os melhores já desenvolvidos, apresentando uma sensibilidade de  $10^{-10}$  Nm. Podemos comparar a sensibilidade com outros torquímetros desenvolvidos, como por exemplo, *Miller* [160]  $10^{-3}$  Nm, *Penoyer* [171]  $10^{-2}$  Nm, *Neurath* [165]  $10^{-4}$  Nm, *Doyle* [174]  $10^{-10}$  Nm, *Humphrey* [159]  $10^{-13}$  Nm e *Tejedor* [181]  $10^{-11}$  Nm.

Ao realizarmos uma medida no torquímetro no sentido horário e anti-horário para um determinado valor de campo magnético, teremos uma curva de tensão (V) lido pelo amplificador

*Lock-In* em função do ângulo do campo magnético externo aplicado em relação a direção do eixo fácil da amostra, como ilustrado na figura 6.22.

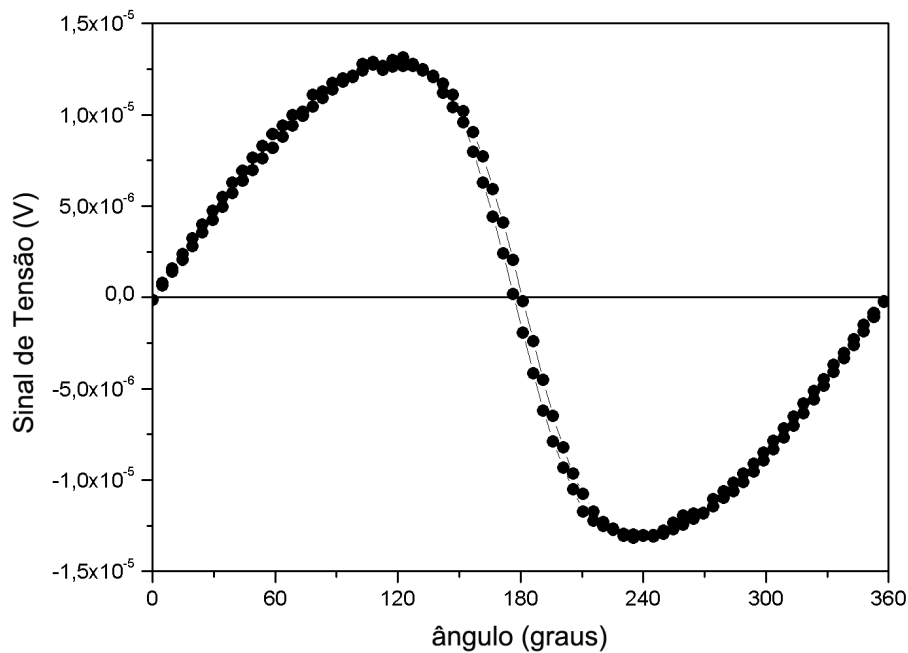


Figura 6.22 – Medida do sinal de tensão em função do ângulo do campo magnético externo aplicado ( $V \times \theta_H$ ) para uma amostra de NiFe/FeMn (bicamada) sob a ação de um campo magnético de 18 Oe.

A partir da figura 6.22 já podemos ter uma noção do tipo de curva de torque que estamos trabalhando, no entanto esta não corresponde ainda ao torque magnético sobre a amostra. Precisamos de um parâmetro (constante) que relacione o sinal de tensão com o torque produzido pelo campo magnético sobre a amostra.

Para obtermos esse parâmetro, se constrói uma relação entre o sinal de tensão do amplificador *Lock-In* em função do contra-torque produzido por uma bobina em torno da amostra, capaz de anular o torque sobre a amostra quando sob a ação de um campo magnético externo. Primeiro deslocamos as bobinas de *Helmholtz* de  $45^\circ$  em relação ao eixo fácil da amostra, ou seja, de um ângulo conhecido. Após isso, ligamos os terminais do fio condutor do torquímetro a uma fonte de corrente, caso a luz vermelha na fonte permaneça acesa, indica que o circuito está aberto.

O procedimento consiste basicamente em aplicar um campo magnético conhecido, anotar o sinal de tensão produzido no amplificador *Lock-In* e após aplicar uma corrente, gerando com isso um contra-torque na bobina em torno do porta-amostra. Aumentando ou diminuindo a corrente, o campo magnético produzido na bobina de contra-torque tem que zerar o sinal no

amplificador *Lock-In*, ou seja, anular o torque sobre a amostra, trazendo-a a posição inicial. Assim, conhecendo o campo magnético externo aplicado ( $H$ ), a corrente ( $I$ ) que passa pela bobina de  $N$  espiras e sabendo o valor da área ( $A$ ) da mesma, podemos determinar o contra-torque em módulo dado por:

$$\tau = NIA\mu_0H\text{sen}\theta \quad (6.12)$$

$\theta$  é o ângulo entre a posição da amostra e o campo magnético aplicado.

Realizando o procedimento anterior para vários valores de campo magnético, coletamos os dados necessários para calcular o parâmetro desejado, os quais estão ilustrados na figura 6.23.

Sinal de Tensão	Corrente	Campo	Campo	Contra-Torque
V	A	Oe	T	N.m
8,01E-6	0,00303	20	0,002	9,19407E-10
1,041E-5	0,00264	30	0,003	1,2016E-9
1,196E-5	0,0023	40	0,004	1,3958E-9
1,309E-5	0,00204	50	0,005	1,54752E-9
1,44E-5	0,00185	60	0,006	1,68406E-9
1,536E-5	0,00166	70	0,007	1,76296E-9
1,658E-5	0,00157	80	0,008	1,90557E-9
1,75E-5	0,00138	100	0,01	2,0937E-9

Figura 6.23 – Tabela de dados coletados a fim de se obter o contra-torque sobre a amostra.

Esses dados foram tratados no *Origin 8.5*, sendo o contra-torque calculado a partir da expressão 6.12. Com isso plotamos o gráfico do sinal de tensão em função do contra-torque, obtendo assim uma relação linear, como ilustrado na figura 6.24.

No entanto, necessitamos ainda realizar uma correção no ângulo entre a direção da amostra e o campo magnético externo aplicado. Visto que o ângulo medido em cada posição do campo magnético, está relacionado a posição inicial da amostra ( $0^\circ$ ). Como ilustrado na figura 6.25, quando se aplica um campo magnético em uma determinada direção que não a direção inicial, a amostra se desloca de um ângulo ( $\alpha - \beta$ ) da posição inicial para uma nova posição de equilíbrio, determinada pelo torque associado ao campo magnético ( $\tau = NIA\mu_0H\text{sen}\theta$ ) e àquele associado a constante de torção do fio ( $\tau = K\Delta\theta$ ), com isso surge um erro na leitura do ângulo.

Para corrigir este desvio no ângulo ( $\alpha - \beta$ ) é necessário realizar uma calibração no início de cada medida a fim de evitar possíveis erros na leitura do ângulo ( $\alpha$ ). Com o uso de um laser comercial e de um papel milimetrado fixo em um anteparo, verificamos o desvio da amostra quando sob a ação de um campo magnético externo, como ilustrado na figura 6.26.

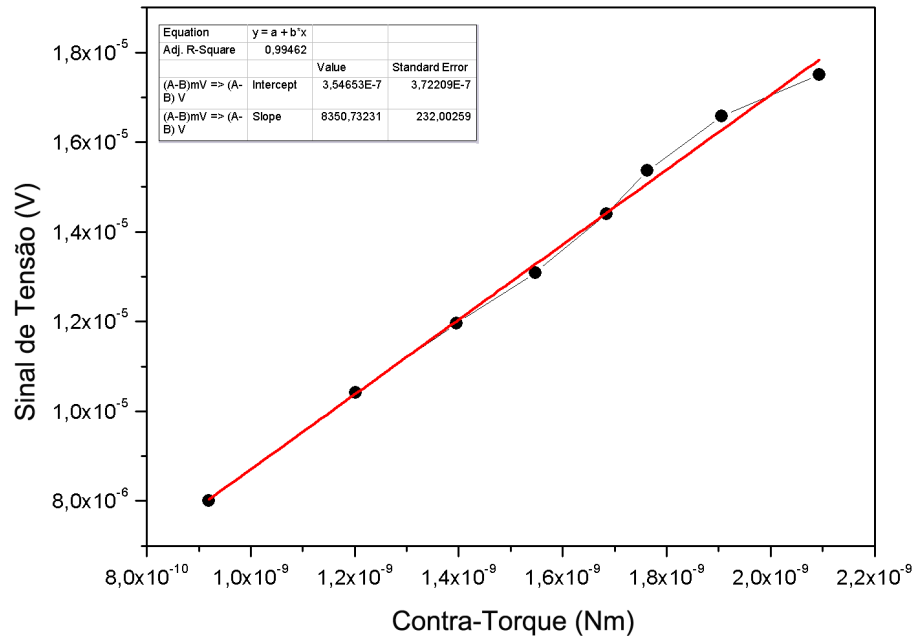


Figura 6.24 – Gráfico do sinal de tensão em função do contra-torque sobre a amostra. Em vermelho temos o ajuste linear, onde se obteve um  $K_{CT} = 8350,732 \frac{V}{Nm}$ .

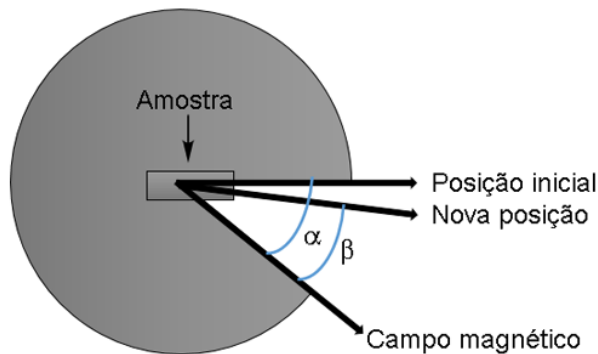


Figura 6.25 – Representação esquemática do desvio do ângulo da amostra com relação ao campo magnético externo aplicado.

Inicialmente deslocamos as bobinas de *Helmholtz* para uma região linear de torque e que ao mesmo tempo nos forneça uma amplitude razoável no sinal no amplificador *Lock-In*, geralmente em torno de  $45^\circ$ , de modo que ao aumentarmos ou diminuirmos a intensidade do campo magnético em torno desta posição, estaremos deslocando a amostra da posição inicial e assim obtendo uma variação angular facilmente medida pelo amplificador *Lock-In*. Feito isso, incidimos a luz do laser sobre uma lamínula de vidro, a qual está colada no porta-amostra acima da fenda, onde localiza-se a amostra. A luz do laser é refletida em um anteparo contendo um papel milimetrado, onde marcamos a posição da luz refletida pela lamínula, conforme a amostra varie sua posição angular.

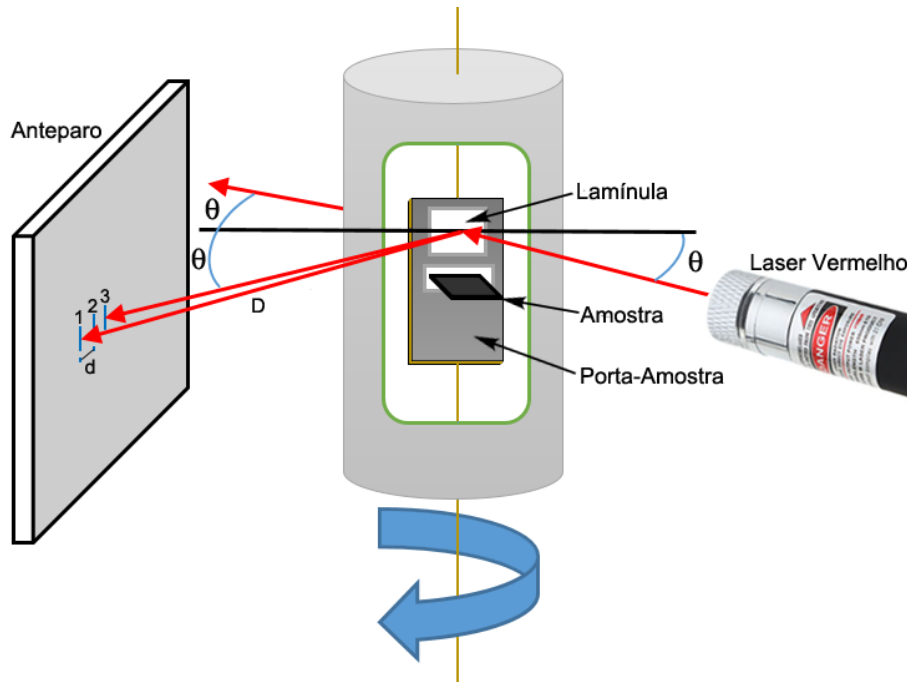


Figura 6.26 – Representação esquemática do método para obter a constante de torção do fio.

Essa calibração exige paciência, o deslocamento angular é de milímetros e como a amostra está exposta ao ambiente, um simples movimento com o corpo em volta do equipamento gera uma corrente de ar, afetando consideravelmente as leituras das posições no anteparo. Essa calibração nos permite averiguar a tensão no fio. Caso este esteja muito tensionado, teremos dificuldade em medir a variação da posição angular da amostra, necessitando com isso reduzir a tensão do fio cuidadosamente.

Ao aplicarmos um campo magnético, deslocamos a amostra da sua posição inicial (posição 1 no anteparo da figura 6.26) para outra posição, 2 ou 3, sendo  $d$  a distância entre uma posição sucessiva e outra no anteparo, e  $D$  a distância entre o porta-amostra e o posição central (2) no anteparo. Com isso coletamos os dados da variação da posição angular (desvio do laser no anteparo) e do sinal lido pelo amplificador *Lock-In* correspondente a cada posição angular. O desvio do laser, ou seja, o ângulo de desvio que desejamos determinar é dado por:

$$\operatorname{tg}(2\theta) = \frac{d}{D} \quad (6.13)$$

Nota-se da figura 6.26 que enquanto a luz incidente se desloca um ângulo  $\theta$  em relação ao anteparo, a luz refletida se desloca por um ângulo  $2\theta$ . Os dados coletados podem ser vistos na figura 6.27.

Para o caso dos dados da figura 6.27 foi utilizado  $D = 85,5$  cm. Assim, a partir da relação do ângulo de desvio do laser em função do sinal de tensão, podemos determinar a constante de



SinalLockin(Y)	DesvioLaser(Y)	Angulo(Y)	Sinalgrafico(X)	AnguloGraus(Y)
mV	cm	Radianos	V	Graus
0,601	0	0	6,01E-4	0
0,615	0,22	0,00129	6,15E-4	0,07375
0,629	0,45	0,00263	6,29E-4	0,15085

Figura 6.27 – Tabela de dados coletados a fim de se obter a constante de torção do fio.

torção do fio, como ilustrado na figura 6.28.

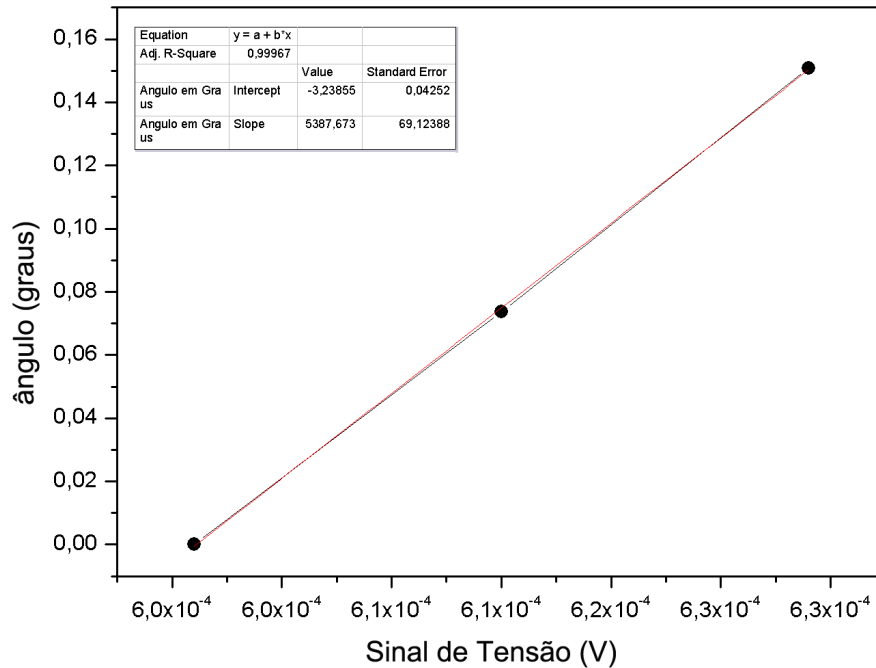


Figura 6.28 – Gráfico do ângulo do desvio do laser em função do sinal de tensão produzido. Em vermelho temos o ajuste linear, onde se obteve um  $K_{DL} = 5387,673 \frac{\text{graus}}{\text{V}}$ .

A partir dos valores encontrados para as constantes na primeira relação ( $V \times \tau$ ) e na segunda relação ( $\theta \times V$ ), podemos tratar os dados e assim obter as curvas de torque ( $\tau \times \theta_H$ ).

Uma forma de se entender melhor o significado destas constantes é aplicar elas aos ajustes das medidas de torque. Como dito anteriormente, uma curva de torque corresponde a uma relação do sinal de tensão em função do ângulo do campo magnético aplicado em relação a posição da amostra ( $V \times \theta_H$ ). Na figura 6.29 apresentamos as 10 primeiras posições angulares de uma medida de torque no sentido horário, bem como o sinal de tensão correspondente, o ângulo de erro, o ângulo real e o torque sobre a amostra, o qual desejemos determinar.

Para calcular o ângulo de desvio (AnguloErro) utilizamos a relação ( $\theta \times V$ ), de modo que para o ângulo de 4,9 graus, temos:

$$\text{AnguloErro} = 7,82498 \times 10^{-7} \text{ V} \cdot 5387,673 \frac{\text{graus}}{\text{V}} \approx 0,00422 \text{ graus} \quad (6.14)$$

AnguloMedido(Y)	Sinal(Y)	AnguloErro(Y)	AnguloReal(X1)	Torque(Y1)
graus	V	graus		Nm
0	0	0	0	0
4,9	7,82498E-7	0,00422	4,89578	9,37041E-11
9,8	1,52776E-6	0,00823	9,79177	1,82949E-10
14,7	2,20594E-6	0,01188	14,68812	2,64162E-10
19,6	2,95121E-6	0,0159	19,5841	3,53407E-10
24,5	3,68155E-6	0,01983	24,48017	4,40865E-10
29,4	4,35974E-6	0,02349	29,37651	5,22079E-10
34,3	5,09753E-6	0,02746	34,27254	6,1043E-10
39,2	5,82789E-6	0,0314	39,1686	6,97889E-10
44,1	6,52845E-6	0,03517	44,06483	7,81782E-10

Figura 6.29 – Tabela de dados com os ajustes da curva de torque da figura 6.22.

sendo o valor  $K_{DL} = 5387,673 \frac{\text{graus}}{\text{V}}$  obtido do gráfico da figura 6.28.

Para calcular o ângulo real (AnguloReal) entre a direção da amostra e a direção do campo magnético, temos que:

$$\text{AnguloReal} = \text{AnguloMedido} - \text{AnguloErro} \quad (6.15)$$

$$\text{AnguloReal} = 4,9 \text{ graus} - 0,00422 \text{ graus} = 4,89578 \text{ graus}$$

Para calcular o torque sobre a amostra (Torque) utilizamos a relação ( $V \times \tau$ ), de modo que:

$$\text{Torque} = 7,82498 \times 10^{-7} \text{ V} \cdot \frac{1}{8350,732 \frac{\text{V}}{\text{Nm}}} \approx 9,37041 \times 10^{-11} \text{ Nm} \quad (6.16)$$

sendo o valor  $K_{CT} = 8350,732 \frac{\text{V}}{\text{Nm}}$  obtido do gráfico da figura 6.24.

Esse procedimento para o ajuste das curvas de torque foi realizado em todas as medidas de torque deste trabalho, de modo que após este ajuste temos como resultado a curva de torque ( $\tau \times \theta_H$ ) no sentido horário e anti-horário, a curva de torque médio e a curva correspondente a HR (diferença entre as curvas no SH e SAH) como ilustrado na figura 6.30.

O modo como esta relação ( $\theta \times V$ ) é aplicada nesse trabalho, consiste em uma nova implementação na calibração das medidas de curvas de torque utilizando o torquímetro do LMMM (UFSM). Esta é realizada inicialmente após estabilizar o ruído do sistema, para depois se realizar a relação ( $V \times \tau$ ). A vantagem desse método com relação ao proposto por *Rigue et al* [31, 158] é que, em nenhum momento após iniciarmos a calibração com o laser, mexemos na amostra, bem como na tensão do fio condutor, de modo que o valor obtido na relação ( $V \times \tau$ ) é preservado durante a realização das medidas. Mostramos que ao se realizar uma calibração no início e no final de 10 medidas seguidas, a constante obtida desta relação permanece praticamente a mesma.

No intuito de facilitar a obtenção das curvas de torque, foi desenvolvido um *software* na plataforma HP-VEE que realiza várias medidas em sequência, bastando apenas definir a

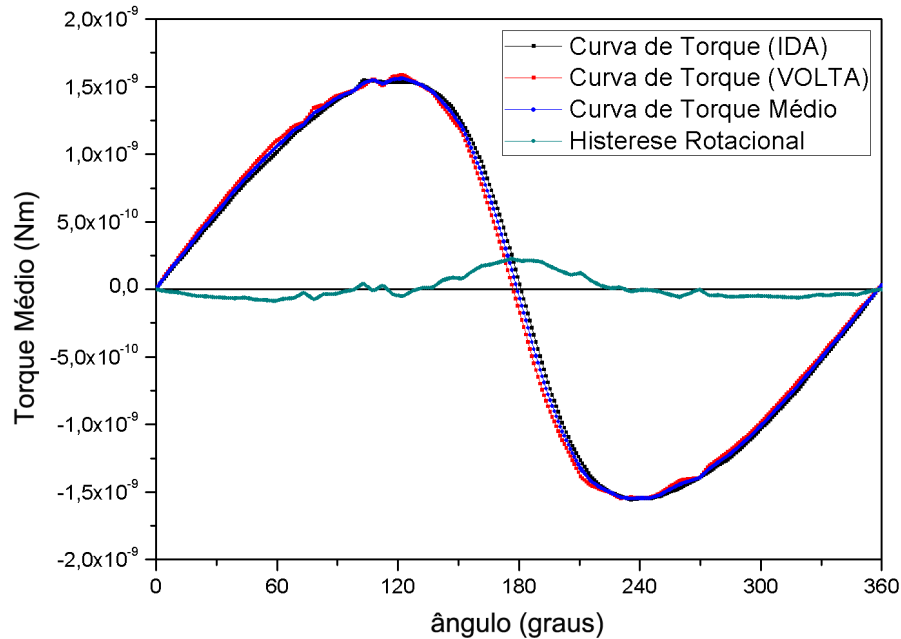


Figura 6.30 – Gráfico do torque médio em função do ângulo do campo magnético aplicado (18 Oe) para a medida da figura 6.22.

corrente (campo magnético) inicial e final, bem como o passo ( $\Delta H$ ) entre uma medida e outra no programa, assim se definirmos:  $I_{Inicial} = 0.5$  A,  $I_{Final} = 12$  A e  $I_{Passo} = 0.5$  A, o programa vai realizar 24 medidas em sequência, produzindo os arquivos automaticamente, atribuindo o nome da amostra medida e o valor da corrente aplicada ao nome do arquivo final gerado na extensão ".dat", com isso podemos distingui-los. Cada medida de curva de torque no sentido horário e anti-horário dura em torno de 8 minutos, sendo que um intervalo predeterminado de 30 segundos é estabelecido entre uma medida e outra. A vantagem disso é que podemos acompanhar a evolução das medidas de curvas de torque, podendo comparar a intensidade das mesmas e seguir tratando os dados já medidos, enquanto outra medida é realizada.

## 6.7 Descrição do Modelo Utilizado nos Ajustes das Curvas

No intuito de compreender o comportamento dos materiais magnéticos na forma de filmes finos, realizamos medidas de magnetização, magnetorresistência anisotrópica (AMR) e torquimetria. Para interpretarmos os dados obtidos, fizemos uso de um modelo que descreve as diversas interações no sistema, de modo que, a partir dos ajustes aos dados experimentais podemos obter informações relevantes sobre o comportamento desse sistema. Utilizamos um modelo de rotação coerente da magnetização para ajustar as curvas de magnetização e AMR, e uma equação que leva em conta dois termos de energia para ajustar as curvas de torque.

No modelo de rotação coerente da magnetização se considera que a interface entre as camadas FM/AFM se comporta como um monodomínio. A magnetização da camada FM rotaciona coerentemente com o campo magnético externo aplicado. A energia do sistema é descrita considerando quatro termos: Energia Zeeman ( $E_Z$ ), Energia Uniaxial ( $E_K$ ), Energia Unidirecional ( $E_{EB}$ ) e Energia Magnetostática ( $E_{MS}$ ), as quais resultam na energia livre magnética do sistema:

$$E_{Total} = E_Z + E_K + E_{EB} + E_{MS} \quad (6.17)$$

Cada termo de energia é definido como:

$$E_Z = -\mathbf{M} \cdot \mathbf{H} \quad (6.18)$$

$$E_K = -\frac{M_S \cdot \mathbf{H}_K}{2} \left( \frac{\mathbf{M}}{M_S} \right)^2 \quad (6.19)$$

$$E_{EB} = -\mathbf{M} \cdot \mathbf{H}_{EB} \quad (6.20)$$

$$E_{MS} = \frac{1}{2} M_S \cdot \mathbf{H}_D \quad (6.21)$$

onde  $\mathbf{M}$  é a magnetização da amostra,  $\mathbf{H}$  é o campo magnético externo aplicado,  $\mathbf{H}_K$  é o campo de anisotropia,  $\mathbf{H}_{EB}$  é o campo de *Exchange Bias*,  $M_S$  é a magnetização de saturação e  $\mathbf{H}_D$  é o campo desmagnetizante. Para ajustar o modelo aos dados experimentais das curvas de magnetização e AMR utilizamos no modelo de rotação coerente da magnetização a equação 6.17. As rotinas de minimização de energia para determinar os ângulos de equilíbrio foram desenvolvidos no programa *Maple*. Os parâmetros que descrevem o sistema magnético estão ilustrados na figura 6.31.

Na figura 6.31 pode ser visto os parâmetros que são levados em conta no programa no momento do cálculo dos ajustes, bem como os ângulos relacionados aos eixos cartesianos, respectivamente:  $\phi_H$  e  $\theta_H$  são os ângulos do campo magnético aplicado,  $\phi_{FM}$  e  $\theta_{FM}$  são os ângulos da magnetização,  $\phi_{EB}$  e  $\theta_{EB}$  são os ângulos do campo de *Exchange Bias* associados a anisotropia unidirecional,  $\phi_K$  e  $\theta_K$  são os ângulos do campo de anisotropia associados a anisotropia uniaxial e  $\phi_I$  é o ângulo da corrente.

Cada um dos parâmetros ( $\mathbf{H}$ ,  $\mathbf{M}$ ,  $\mathbf{H}_{EB}$  e  $\mathbf{H}_K$ ) é descrito em termos de duas componentes angulares ( $\phi$  e  $\theta$ ), as quais estão relacionadas com as projeções dos parâmetros ao longo dos eixos X e Z, respectivamente. Isso permite que a magnetização tenha liberdade para sair fora do plano, no entanto para as amostras desse trabalho as anisotropias são consideradas somente no plano da amostra, conseqüentemente, o campo magnético aplicado e a magnetização são

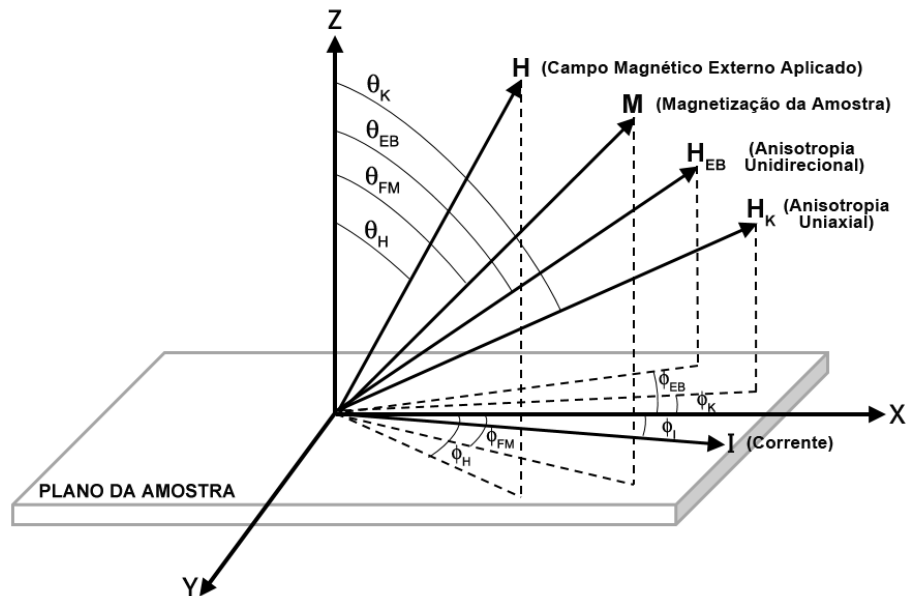


Figura 6.31 – Representação esquemática dos ângulos utilizados na formulação básica do modelo de rotação coerente da magnetização.

considerados no plano da amostra. A corrente ( $I$ ) possui apenas um ângulo no plano, ângulo ( $\phi_I$ ) com o eixo  $X$  de referência, pelo fato que os contatos estão colados no plano da amostra, logo ela só pode estar no plano  $X$ - $Y$ .

Conhecidos os parâmetros e seus respectivos ângulos, como ilustrado na figura 6.31, começamos a escrever o programa fazendo as devidas considerações. Como as anisotropias, a magnetização e o campo magnético aplicado são considerados como estando no plano da amostra, temos que:  $\theta_K = 90^\circ$ ,  $\theta_{EB} = 90^\circ$ ,  $\theta_{FM} = 90^\circ$  e  $\theta_H = 90^\circ$ . Com isso, ficamos com a dependência dos parâmetros apenas com relação ao eixo  $X$ , ou seja, no plano da amostra.

Feito isso, definimos os módulos de  $\mathbf{M}$ ,  $\mathbf{H}_K$ ,  $\mathbf{H}_{EB}$  e  $\mathbf{H}$ . Como exemplo calculamos duas curvas de magnetização com valores próximos àqueles das amostras desse trabalho, conforme mostrado na figura 6.32.

Pode ser visto na figura 6.32 que o campo magnético ( $H$ ) realizou uma varredura no plano da amostra, ao longo do eixo fácil ( $\phi_H = 0^\circ$  e  $\phi_K = 0^\circ$ ), de  $-300$  Oe à  $300$  Oe. Consideramos que a magnetização de saturação é  $M_S = 800$  emu/cc, o campo de anisotropia é  $H_K = 10$  Oe e os ângulos são  $\phi_H = 0^\circ$ ,  $\phi_K = 0^\circ$  e  $\phi_{EB} = 5^\circ$ . Para os dois valores de  $H_{EB}$  ( $25$  Oe e  $125$  Oe), o modelo prevê o deslocamento em campo magnético associado à anisotropia unidirecional. Percebe-se que  $\mathbf{M}$  inverte próximo ao valor do  $H_{EB}$  quando a medida é considerada ao longo do eixo fácil. Utilizando  $\phi_{EB} = 5^\circ$ , o modelo prevê que o  $H_{EB}$  exerce uma influência maior sobre a reversão dos momentos magnéticos quando é muito maior que o campo de anisotropia

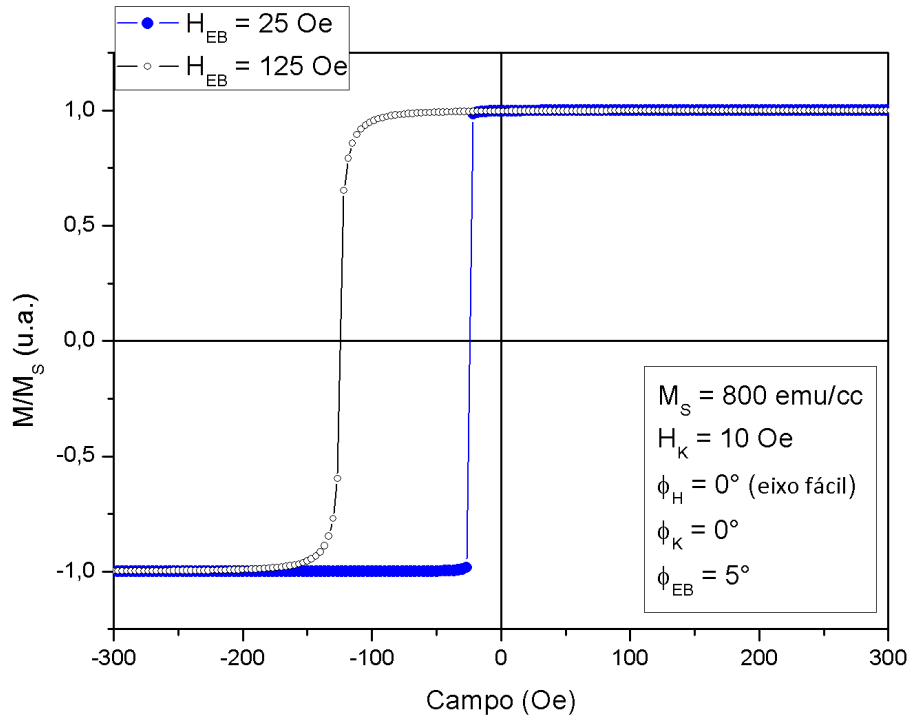


Figura 6.32 – Gráficos obtidos a partir da simulação do modelo de rotação coerente para dois valores de  $H_{EB}$ .

( $H_K = 10$  Oe), como pode ser visto na figura 6.32.

A partir dos parâmetros fornecidos, o programa procura o ângulo  $\phi_{FM}$  de equilíbrio da magnetização, minimizando a energia livre magnética do sistema utilizando os quatro termos de energia, para quaisquer valores de  $\phi_H$  e do campo magnético externo aplicado ( $\mathbf{H}$ ). Com esse modelo podemos avaliar também o comportamento magnético esperado das curvas de AMR, levando em conta a equação 4.3.

O cálculo das curvas de AMR segue praticamente o mesmo roteiro, definimos  $\theta_K = 90^\circ$ ,  $\theta_{EB} = 90^\circ$ ,  $\theta_{FM} = 90^\circ$  e  $\theta_H = 90^\circ$ . Definimos os módulos dos parâmetros:  $\mathbf{M}$ ,  $\mathbf{H}_K$ ,  $\mathbf{H}_{EB}$  e  $\mathbf{H}$ . Após calcular os ângulos de equilíbrio da magnetização ( $\phi_{FM}$ ), levando em conta os valores dos parâmetros acima e os quatro termos de energia, o programa cria uma matriz de dados e joga estes valores de  $\phi_{FM}$  na expressão para AMR, equação 4.3.

Uma vez que o modelo permite inúmeras possibilidades para a orientação dos eixos dos parâmetros utilizados na rotina de minimização da energia, podemos alinhar e desalinhar os mesmos, com isso algumas situações do comportamento magnético das amostras são previstas utilizando o modelo.

Para calcular as curvas de AMR, utilizamos valores próximos aos parâmetros apresentados pelas amostras investigadas nesse trabalho. Definindo  $M_S = 800$  emu/cc,  $H_K = 12.5$  Oe,

$H_{EB} = 125$  Oe,  $R_0 = 7.254 \Omega$ ,  $\Delta R = 0.0965 \Omega$  e considerando que a amostra gira de  $360^\circ$  sob ação de um campo magnético externo aplicado, podemos calcular a AMR para diferentes campos magnéticos aplicados ao longo do plano da amostra.

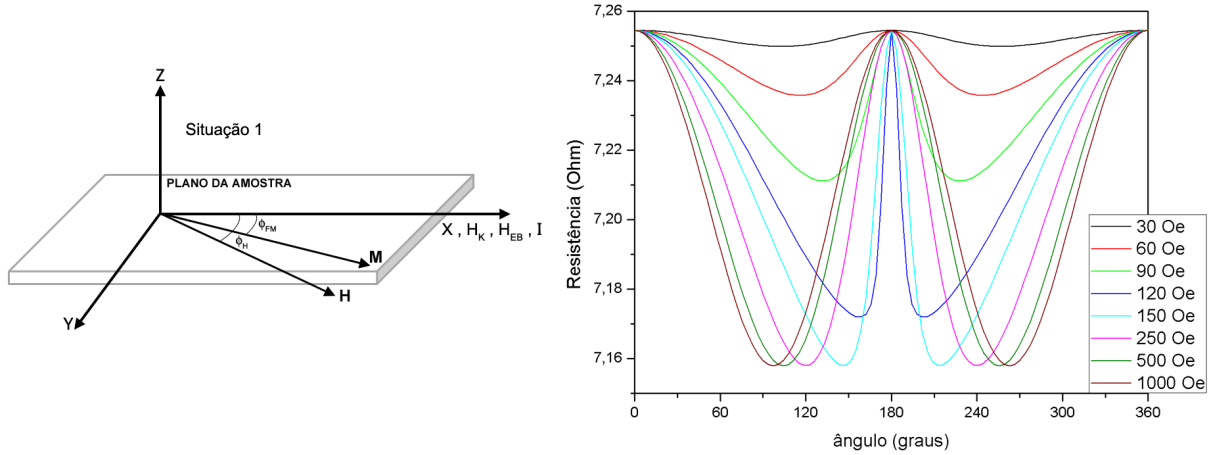


Figura 6.33 – Eixos de anisotropia ( $H_K$ ,  $H_{EB}$ ) e corrente (I) alinhados em relação ao eixo X de referência na amostra.

Como exemplo os eixos de anisotropia e o eixo da corrente são mantidos alinhados com o eixo X da amostra, conforme a figura 6.33. Pode ser visto no gráfico que as curvas de resistência em função do ângulo do campo magnético são simétricas em torno de  $\theta = 180^\circ$ . A variação da resistência (AMR) alcança seu valor máximo acima do  $H_{EB}$ , mantendo-se constante para valores maiores de campo magnético aplicado. Já os mínimos (vales) da curva se afastam, sendo que acima do campo de saturação a amostra começa a apresentar um comportamento próximo de  $\cos^2\theta$ .

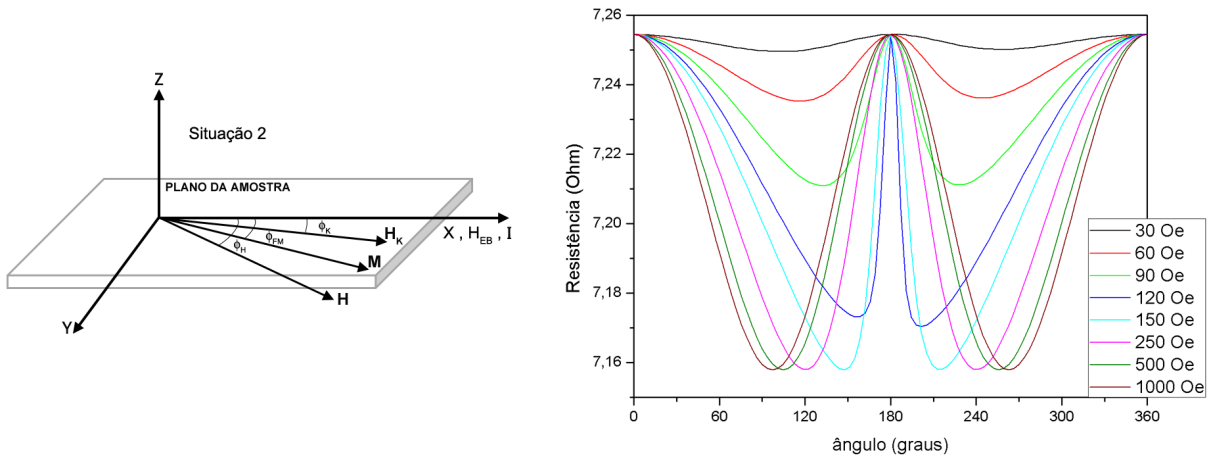


Figura 6.34 – Eixo de anisotropia uniaxial ( $H_K$ ) desalinhado por um ângulo ( $\phi_K$ ) em relação ao eixo X de referência na amostra.

Se o eixo de anisotropia unidirecional é mantido alinhando com a corrente ao longo do

eixo X, enquanto o eixo de anisotropia uniaxial é desalinhado de um ângulo  $\phi_K$ , conforme a figura 6.34. As curvas de resistência em função do ângulo do campo magnético apresentam comportamento semelhante à situação 1 em torno de  $\theta = 180^\circ$ . No entanto, pode ser visto no gráfico um pequeno desalinhamento entre os mínimos para o campo magnético de 120 Oe, próximo do  $H_{EB}$ . O modelo prevê que mesmo um campo de anisotropia 10 vezes menor que o  $H_{EB}$  exerce uma pequena influência no comportamento da magnetização quando desalinhado de pequenos ângulos em relação ao eixo X da amostra.

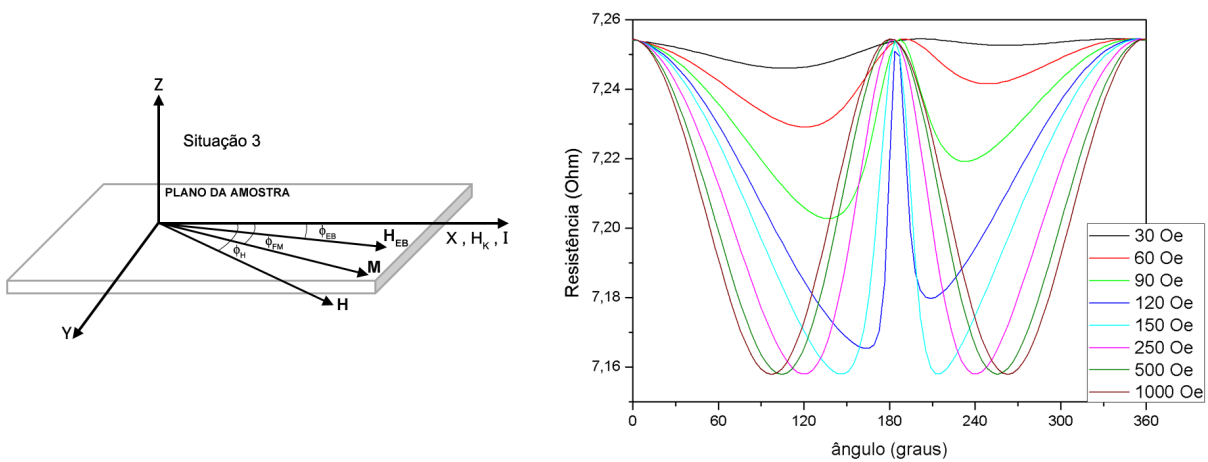


Figura 6.35 – Eixo de anisotropia unidirecional ( $H_{EB}$ ) desalinhado por um ângulo ( $\phi_{EB}$ ) em relação ao eixo X de referência na amostra.

Se agora o eixo de anisotropia uniaxial for mantido alinhado com a corrente ao longo do eixo X, enquanto o eixo de anisotropia unidirecional é desalinhado de um ângulo  $\phi_{EB}$ , conforme na figura 6.35. Pode ser visto no gráfico que as curvas apresentam um máximo para diferentes ângulos em torno de  $\theta = 180^\circ$ . Enquanto para campos menores que o  $H_{EB}$ , os mínimos apresentam uma assimetria, a qual é mais expressiva do que no caso da situação 2. Uma situação semelhante de assimetria também ocorre quando os eixos de anisotropia estão alinhados com o eixo X da amostra e a corrente esta desalinhada de um ângulo ( $\phi_I$ ), como ilustrado na figura 6.36.

Uma vez que o modelo de rotação coerente da magnetização apresenta os mesmos resultados em duas situações distintas de desalinhamento, nos deparamos com a seguinte questão: essa assimetria observada nas curvas de AMR pode ser causada por um desalinhamento entre os eixos de anisotropia ou por um desalinhamento entre o eixo X da amostra, nesse caso o eixo fácil, e o eixo de medição da corrente aplicada ao longo do plano da amostra. Esse modelo foi utilizado também para ajustar as curvas de resistência em função do campo magnético ( $R \times H$ )



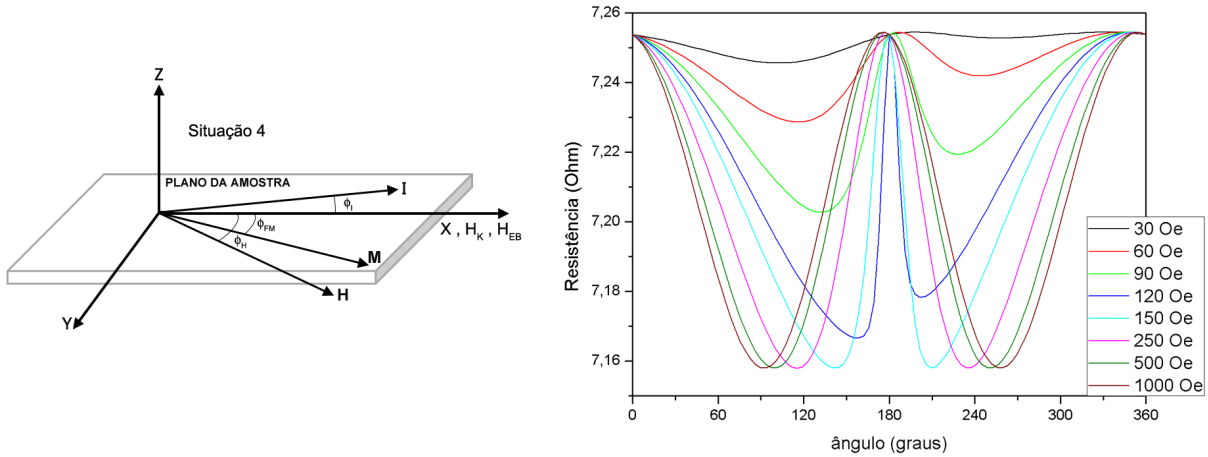


Figura 6.36 – Eixo da corrente (I) desalinhado por um ângulo ( $\phi_I$ ) em relação ao eixo X de referência na amostra.

externo aplicado para um determinado ângulo ( $\theta$ ) escolhido.

Para ajustar as curvas de torque médio se partiu da equação 5.1, a qual leva em conta dois termos harmônicos. Para um melhor ajuste aos dados experimentais, foi acrescida uma fase a cada um dos termos, permitindo que um eventual desalinhamento entre os mesmos e a direção de início do campo magnético aplicado fosse considerado, além de uma constante aditiva cuja finalidade é ajustar a posição de torque zero, de modo que:

$$T = -K_{\theta} \text{sen}(\theta + w) - K_{2\theta} \text{sen}(2\theta + q) + C \tag{6.22}$$

Para avaliar a evolução das componentes  $K_{\theta}$  e  $K_{2\theta}$  foram considerados somente a contribuição dos termos  $\text{sen } \theta$  e  $\text{sen } 2\theta$ . No entanto, para uma descrição mais abrangente sobre o comportamento magnético das amostras, a qual incluía a histerese rotacional, é necessário introduzir a contribuição dos grãos interfaciais instáveis [6, 7].



## 7 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo serão apresentados e discutidos os resultados obtidos na realização desse trabalho. Foram produzidos dois conjuntos de amostras na forma de filmes finos, bicamadas de NiFe/FeMn e multicamadas de NiFe/IrMn, os quais apresentam o fenômeno de *Exchange Bias* e analisadas as medidas de difratometria de raios-X a baixo e alto ângulo, magnetização, magnetorresistência ( $R \times \theta_H$  e  $R \times H$ ) e de torque nas amostras. Para o ajuste aos dados das curvas de magnetização e AMR foi utilizado um modelo de rotação coerente da magnetização e para o ajuste das curvas de torque médio utilizamos a equação 6.22, a qual leva em conta dois termos harmônicos. Todas as medidas aqui apresentadas foram realizadas a temperatura ambiente.

### 7.1 Medidas de Difração de Raios-X

Nas figuras 7.1 e 7.2 estão apresentados os difratogramas de raios-X das amostras estudadas, obtidos todos nas mesmas condições em termos de área de amostra e intensidade do feixe de raios-X.

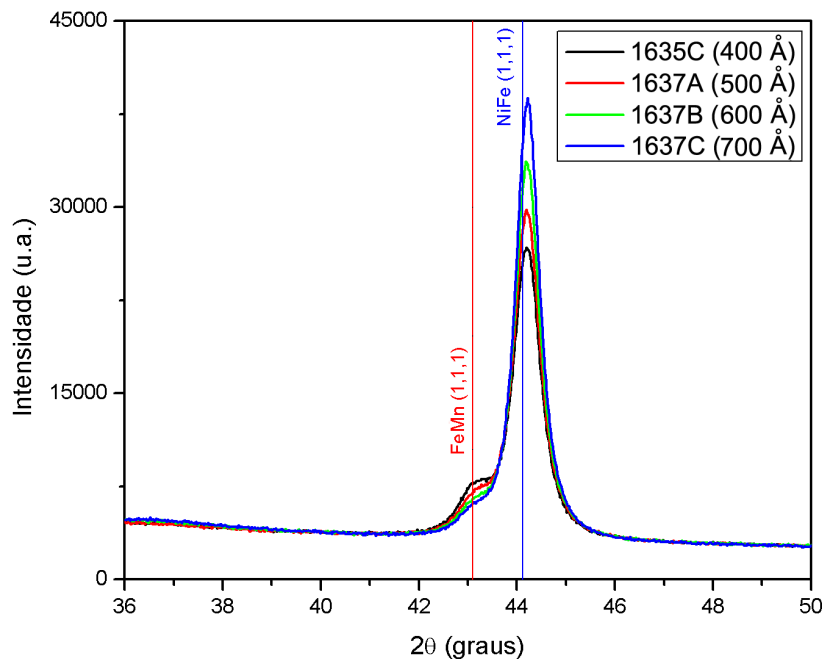


Figura 7.1 – Medidas de difratometria de raios-X a alto ângulo para as amostras de bicamadas de NiFe/FeMn variando a espessura da camada FM.

Na figura 7.1 podemos observar os picos característicos do NiFe (111) (linha azul) e do

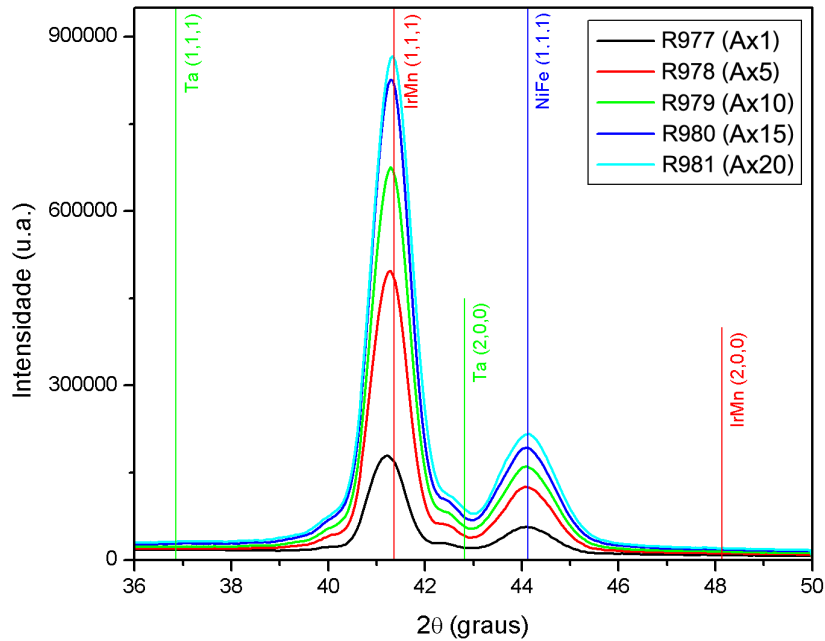


Figura 7.2 – Medidas de difratometria de raios-X a alto ângulo para as amostras de multicamadas de NiFe/IrMn variando o número de repetições da tricamada (NiFe/IrMn/Ta).

FeMn (111) (linha vermelha) em menor intensidade, para as amostras de bicamadas.

Na figura 7.2 observamos os picos característicos do NiFe (111) (linha azul), do IrMn (111) (linha vermelha) e o do Ta (111) (linha verde). Esta ainda apresenta outros picos, relativos a outras direções de crescimento nas multicamadas.

Analisando a figura 7.1, vemos que o pico do NiFe na direção (111) cresce conforme sua espessura vai aumentando, enquanto tal pico (111) do FeMn decresce. No difratograma das multicamadas, figura 7.2, pode ser visto que ambos os materiais FM (NiFe) e AFM (IrMn) apresentam uma textura cristalográfica na direção (111). Um fator de fundamental importância para a ocorrência do fenômeno de *Exchange Bias* é que ambos os materiais FM e AFM cresçam com textura cristalográfica na direção (111) [61].

A figura 7.3 apresenta as medidas de raios-X a baixo ângulo (refletividade de raios-X) para as bicamadas e multicamadas. A partir destas medidas e usando a Lei de *Bragg* podemos calcular a espessura das amostras em estudo. Podemos identificar nas medidas os picos de *Bragg*, mais intensos, acompanhados de pequenas oscilações superpostas à esses (franjas de *Kiessig*). As multicamadas apresentam picos melhor definidos, resultado da contribuição da refletividade de raios-X de cada tricamada (NiFe/IrMn/Ta) ao longo da amostra. A medida de refletividade de raios-X da multicamada nos permitiu calcular a espessura das tricamadas. Para calcular a espessura total das multicamadas é necessário acrescentar o tamanho nominal das

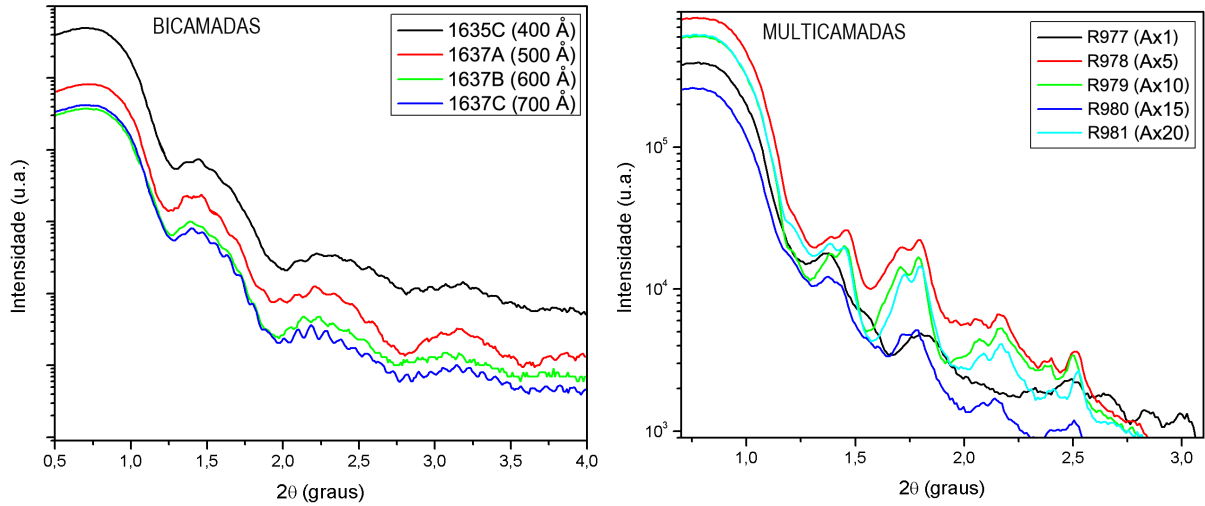


Figura 7.3 – Medidas de difratometria de raios-X a baixo ângulo para as amostras de bicamadas e multicamadas.

camadas de Ta de "buffer" e "cap layer". Nas tabelas 7.1 e 7.2 estão apresentadas as espessuras nominais e calculadas através da medida de refletividade de raios-X para as bicamadas e multicamadas, respectivamente.

Tabela 7.1 – Espessura nominal e calculada das amostras de bicamadas.

Amostra	t nominal (Å)	t total (Å)
1635C	900	929
1637A	1000	1050
1637B	1100	1117
1637C	1200	1209

Tabela 7.2 – Espessura nominal e calculada das amostras de multicamadas.

Amostra	t nominal (Å)	t calculada da tricamada (Å)	t total (Å)
R977	520	-	498
R978	1520	$251 \times 5 + (270 \text{ Å de Ta})$	1525
R979	2770	$246 \times 10 + (270 \text{ Å de Ta})$	2730
R980	4020	$230 \times 15 + (270 \text{ Å de Ta})$	3720
R981	5270	$246 \times 20 + (270 \text{ Å de Ta})$	5190

onde  $t$  é a espessura das amostras.

As espessuras das amostras de bicamadas e multicamadas apresentaram valores muito próximos dos valores nominais, à exceção da amostra R980.

Utilizando as medidas de XRD a alto ângulo, relacionamos a largura à meia altura dos picos de difração com o tamanho médio de grão cristalino ( $L$ ) das amostras desse trabalho, a partir da equação 6.8, sendo os resultados apresentados nas tabelas 7.3 e 7.4.

Tabela 7.3 – Tamanho médio de grão ( $L$ ) para as amostras de bicamadas.

Amostra	$L$ do $NiFe$ (Å)	$L$ do $FeMn$ (Å)
1635C	154,8	-
1637A	155,4	-
1637B	160,1	-
1637C	166,4	-

Tabela 7.4 – Tamanho médio de grão ( $L$ ) para as amostras de multicamadas.

Amostra	$L$ do $NiFe$ (Å)	$L$ do $IrMn$ (Å)
R977	105,5	81,9
R978	105,3	80,5
R979	103,2	78,2
R980	101,1	76,9
R981	97,5	75,8

Pode ser visto na tabela 7.3 que o tamanho médio de grão do NiFe aumenta à medida que aumenta a espessura da camada FM. O tamanho de grão do FeMn não pode ser calculado devido à convolução dos picos do FeMn com NiFe em torno de  $43^\circ$ . Nas amostras de multicamadas, ambos os materiais FM e AFM apresentam uma pequena redução no tamanho médio de grão, sugerindo uma redução da rugosidade à medida que as camadas são empilhadas [70]. É interessante notar que os valores encontrados tanto para o NiFe quanto para o IrMn, ficam limitados pela espessura das respectivas camadas, uma vez que o parâmetro  $L$  é relativo a direção perpendicular ao plano da amostra.

## 7.2 Magnetização

Para avaliar o comportamento magnético das amostras em estudo foram realizadas medidas de magnetização no AGFM, descrito na seção 6.4. As medidas foram realizadas com o campo magnético aplicado no plano da amostra ao longo de diferentes direções,  $\theta = 0^\circ$  e  $\theta = 90^\circ$ , em relação ao eixo fácil da amostra.

Nas figuras 7.4 e 7.5 são mostradas as curvas de magnetização, para as amostras de bicamadas e multicamadas, respectivamente. Pode ser visto claramente um deslocamento em campo magnético da curva de histerese na medida a  $\theta = 0^\circ$ , comprovando assim a ocorrência do fenômeno de *Exchange Bias* nas amostras em estudo.

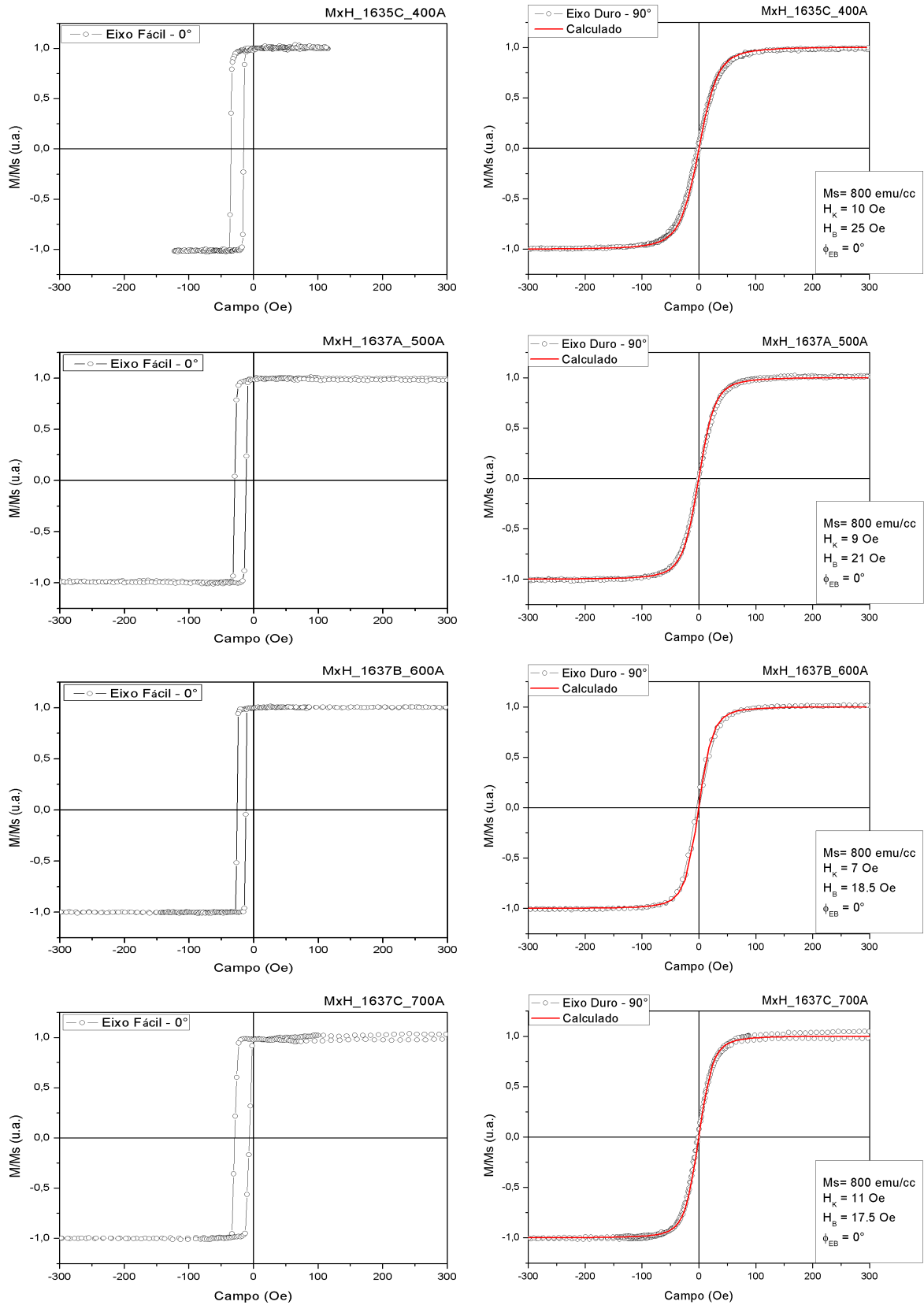


Figura 7.4 – Medidas de magnetização e ajustes das amostras 1635C, 1637A, 1637B e 1637C realizadas em relação ao eixo duro (90°).

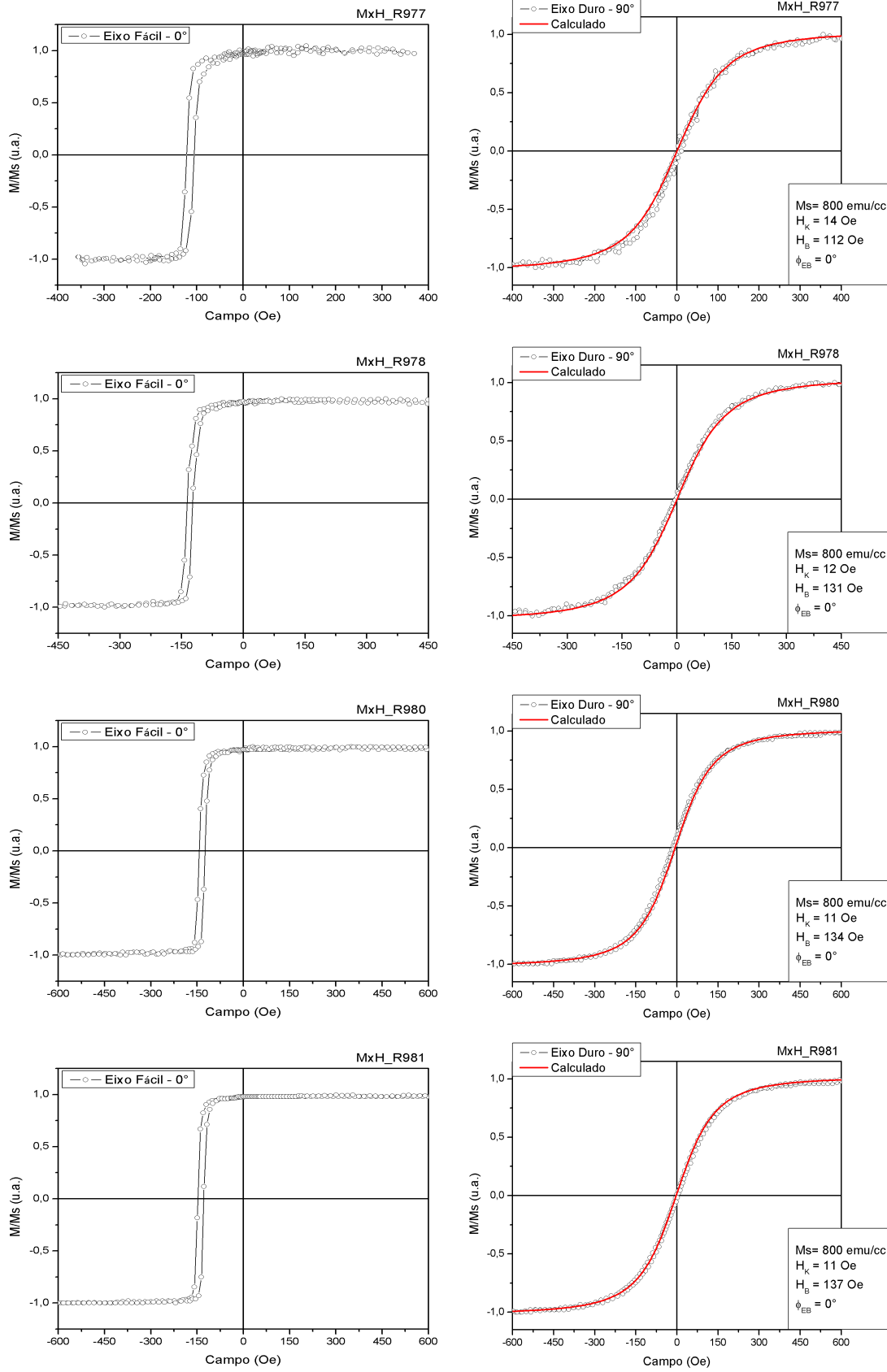


Figura 7.5 – Medidas de magnetização e ajustes da amostra R977, R978, R980 e R981 realizadas em relação ao eixo duro (90°).



Analisando as medidas de magnetização percebe-se algumas diferenças entre o comportamento magnético das amostras, tanto no valor de  $H_{EB}$ , que varia de 17,6 a 24,8 Oe para as bicamadas e de 113,8 a 137 Oe para as multicamadas, como no formato das curvas de magnetização. O formato mais quadrado da curva, caso da bicamada, sugere uma anisotropia melhor definida comparado com a multicamada, onde o arredondamento da curva próximo à saturação é uma indicativa da ocorrência de dispersão nos eixos de anisotropia das diferentes camadas.

Nas bicamadas, conforme a espessura do NiFe aumenta, o  $H_{EB}$  diminui, evidenciando que a espessura do material FM influencia fortemente no acoplamento de troca interfacial.

Juntamente com as medidas de magnetização estão mostrados os ajustes realizados através do modelo de rotação coerente da magnetização, descrito na seção 6.7. Pode ser visto que as curvas ajustadas apresentam boa concordância com os dados experimentais, tanto as bicamadas quanto as multicamadas. A partir dos ajustes realizados nas curvas de magnetização obtivemos os seguintes parâmetros:  $H_K$  - campo de anisotropia e  $H_{EB}$  campo de *exchange bias*, os quais são apresentados nas tabelas 7.5 e 7.6, e ilustrados na figura 7.6 juntamente com  $H_C$ .

Tabela 7.5 – Valores do campo de anisotropia medidos [M] e calculados [C], de *exchange bias* e coercivo para as amostras de bicamadas.

Amostra	$H_K(\text{Oe})$ [M]	$H_K(\text{Oe})$ [C]	$H_{EB}(\text{Oe})$ [M]	$H_{EB}(\text{Oe})$ [C]	$H_C(\text{Oe})$ [M]
1635C	10	10	24,8	25	10
1637A	9	9	20,9	21	9
1637B	7	7	18,6	18,5	7
1637C	11	11	17,6	17,5	11

Tabela 7.6 – Valores do campo de anisotropia medidos [M] e calculados [C], de *exchange bias* e coercivo para as amostras de multicamadas.

Amostra	$H_K(\text{Oe})$ [M]	$H_K(\text{Oe})$ [C]	$H_{EB}(\text{Oe})$ [M]	$H_{EB}(\text{Oe})$ [C]	$H_C(\text{Oe})$ [M]
R977	10	14	113,8	112	8,1
R978	15	13	130,6	130	6,6
R979	15	13	132,4	132	5,6
R980	10	12	134,3	134	10
R981	12	11	137	137	7,3

Os parâmetros obtidos dos ajustes são muito próximos dos valores experimentais, a exceção do  $H_K$  para multicamada. Pode ser visto que o comportamento uniaxial da camada FM nas bicamadas é evidenciado, com  $H_K \cong H_C$ .

Nas multicamadas esperava-se uma diminuição no valor do campo de anisotropia ( $H_K$ ) com o aumento do número de repetições das tricamadas (NiFe/IrMn/Ta) devido a uma dispersão

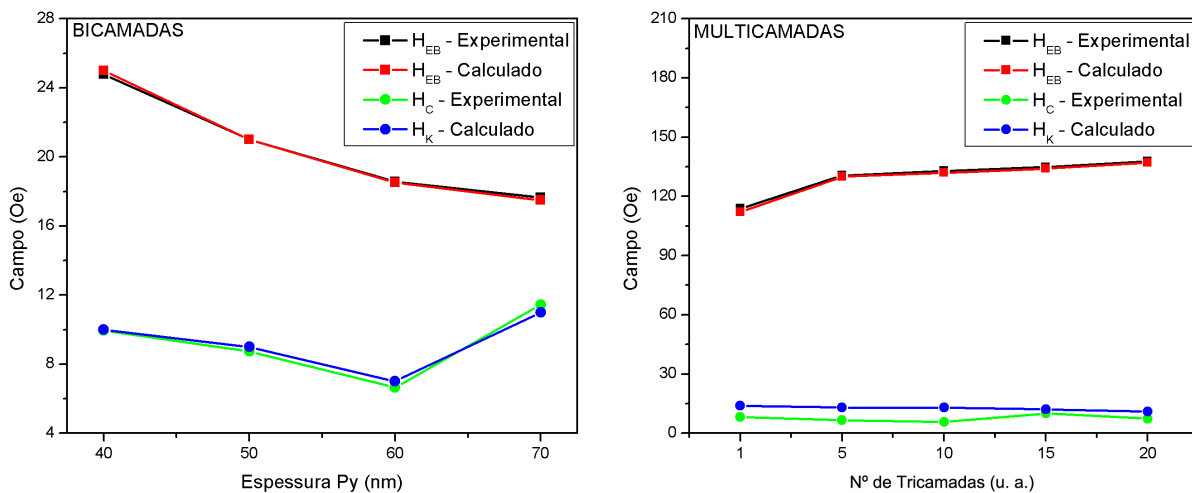


Figura 7.6 – Comparação entre os valores do campo de anisotropia, de *exchange bias* e coercivo para as amostras de bicamadas e multicamadas.

dos eixos de anisotropia das diferentes camadas, no entanto mesmo os ajustes apresentando essa diminuição, o que sugere que exista tal dispersão, os dados experimentais não corroboram com esse fato. Essa dispersão poderia ser verificada pela segunda derivada da magnetização com relação ao campo magnético aplicado perpendicularmente à direção de fácil de magnetização da amostra.

O campo coercivo de ambos os conjuntos de amostras apresentou valores abaixo de 12 Oe, sugerindo que o material FM destas é magneticamente macio, independente da espessura das camadas [21]. Nas bicamadas se esperava que o  $H_C$  diminuisse a medida que a espessura da camada FM aumentasse, no entanto a amostra 1637C não segue esse comportamento. O aumento de  $H_C$  pode estar relacionado a uma contribuição dos grãos AFM instáveis durante a reversão da magnetização da camada FM, visto que as curvas de torque para esta amostra apresentam uma histerese rotacional mais significativa, como será visto adiante.

Para as medidas realizadas ao longo do eixo duro ( $90^\circ$ ), o campo de saturação das amostras de bicamadas apresentou um valor em torno de 100 Oe, já as multicamadas apresentaram valores acima de 400 Oe. Esse alto campo de saturação das multicamadas refletiu em uma dificuldade na realização das curvas de torque para campos maiores do que 240 Oe, campo magnético máximo gerado pelas bobinas de *Helmholtz* do LMMM (UFMS).

### 7.3 AMR

A fim de estudar o comportamento do transporte eletrônico das amostras de bicamadas e multicamadas, foram realizados dois procedimentos de medida: resistência elétrica em função do ângulo ( $\theta$ ) entre a corrente elétrica e o campo magnético externo aplicado, e resistência elétrica em função do campo magnético para um determinado ângulo escolhido em relação ao eixo fácil das amostras.

#### 7.3.1 AMR - $R \times \theta_H$

As medidas foram realizadas com a aplicação de uma corrente elétrica de  $300 \mu\text{A}$  ao longo do eixo fácil. O ângulo zero para início das medidas foi definido quando a corrente elétrica é aplicada paralela ao campo magnético externo, na mesma direção do eixo fácil de magnetização das amostras. As medidas da resistência elétrica em função do ângulo entre a corrente elétrica e o campo magnético externo aplicado ( $R \times \theta_H$ ) foram realizadas no sentido horário e anti-horário em diferentes valores de campo magnético aplicados.

Nas figuras 7.7 a 7.15 estão mostradas as medidas de AMR ( $R \times \theta_H$ ), junto com os ajustes realizados e os parâmetros obtidos ( $H_K$ ,  $H_{EB}$ ,  $H$  e  $\phi_{EB}$ ).

Os ajustes apresentam boa concordância com os dados experimentais tanto para as bicamadas quanto para multicamadas, sendo utilizado novamente o modelo de rotação coerente da magnetização considerando os quatro termos de energia: Zeeman, uniaxial, unidirecional e magnetostático. Pode ser visto claramente nas medidas uma evolução da AMR conforme o campo magnético externo tem seu valor aumentado até o campo de saturação das amostras, como previsto pelo modelo apresentado anteriormente na seção 6.7. As curvas de AMR apresentam dois valores máximos de resistência ao longo do eixo fácil ( $0^\circ$  e  $180^\circ$ ) da amostra e dois mínimos quando em torno do eixo duro ( $90^\circ$  e  $270^\circ$ ), isso por que ao longo do eixo fácil a magnetização e a corrente estão alinhados, enquanto ao longo do eixo duro estão perpendiculares, reduzindo assim a resistência das amostras como pode ser observado. Nota-se claramente nas medidas de AMR que para campos menores que o  $H_{EB}$ , existe um desvio do pico central da AMR em torno de  $180^\circ$ , bem como uma assimetria ou desnível entre os mínimos. Segundo o modelo utilizado, essa assimetria pode ser causada por um desalinhamento entre os eixos de anisotropia ou por um desalinhamento entre a direção da corrente de medida e o eixo fácil da amostra. Não sendo possível afirmar qual é o responsável por esta assimetria.

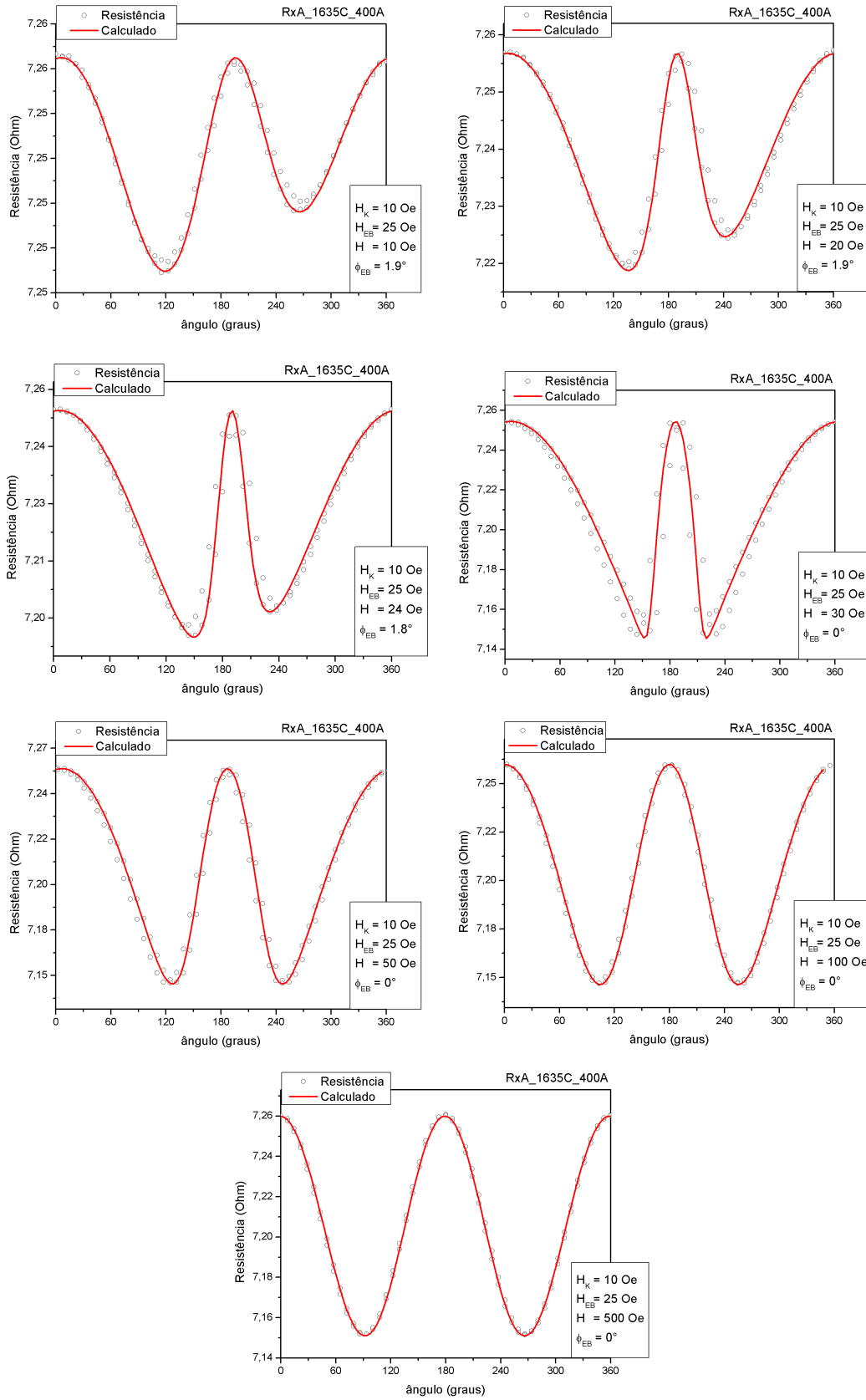


Figura 7.7 – Medidas de AMR ( $R \times \theta_H$ ) e ajustes da amostra 1635C para diferentes valores de campos aplicados.

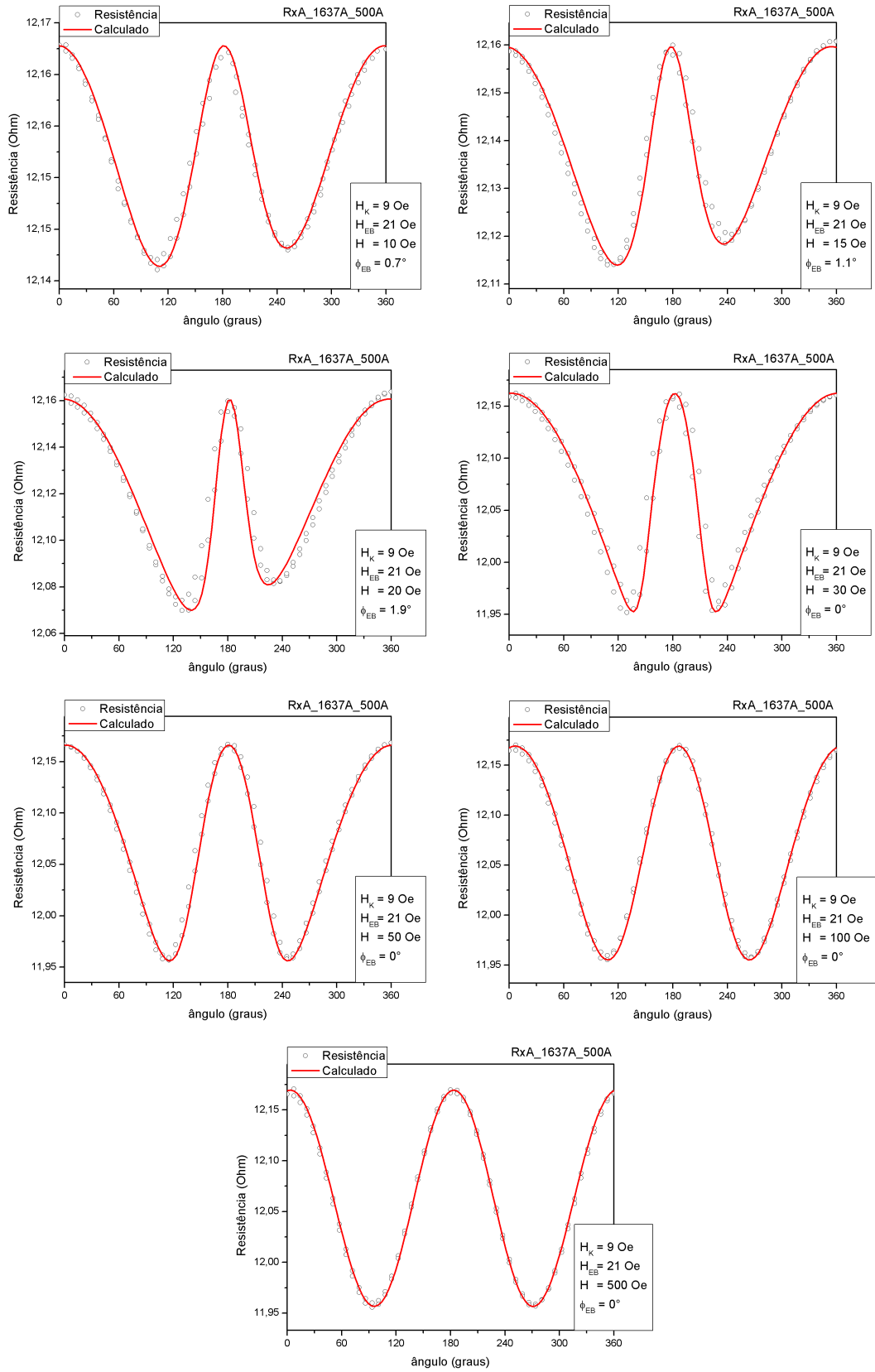


Figura 7.8 – Medidas de AMR ( $R \times \theta_H$ ) e ajustes da amostra 1637A para diferentes valores de campos aplicados.

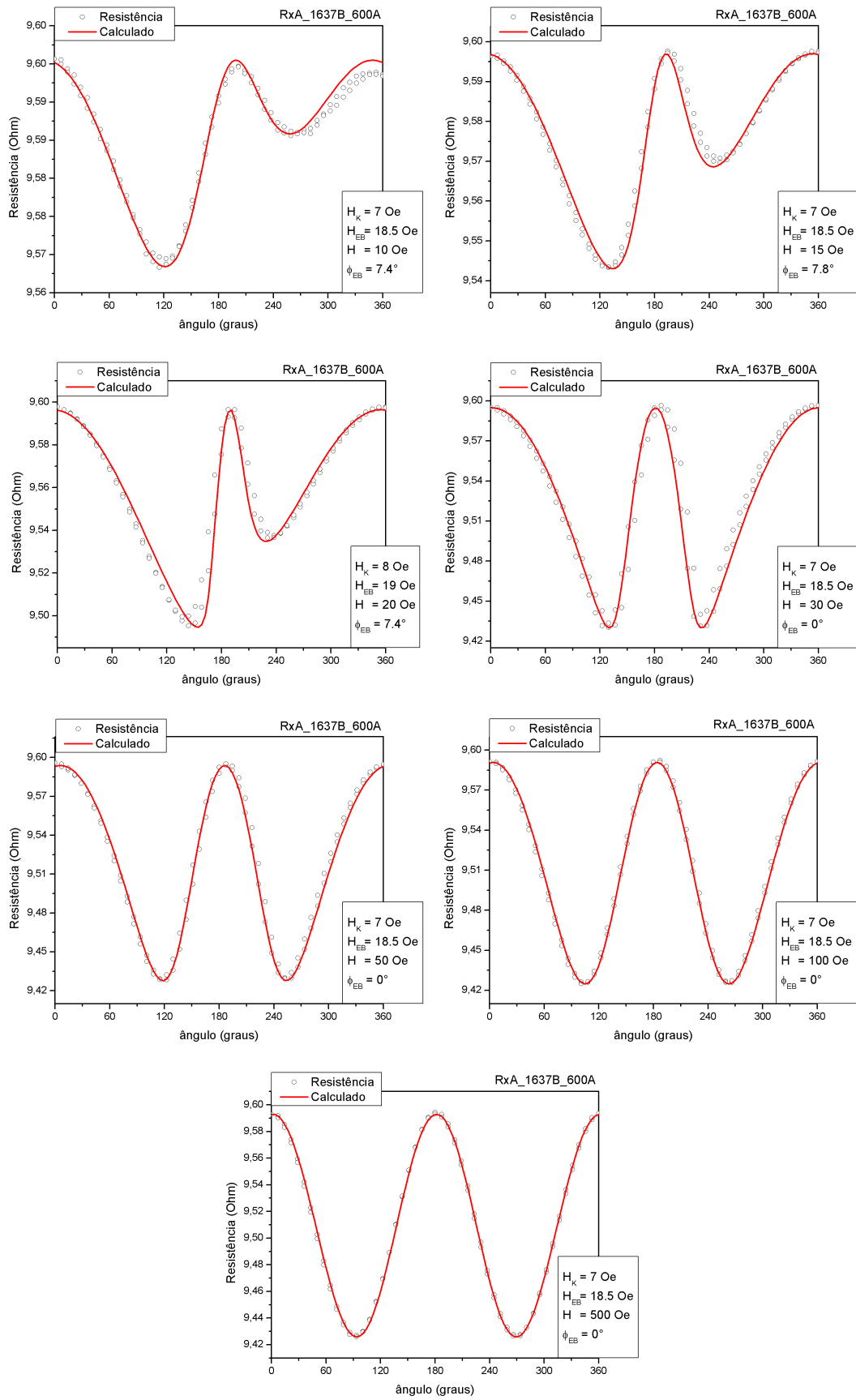


Figura 7.9 – Medidas de AMR ( $R \times \theta_H$ ) e ajustes da amostra 1637B para diferentes valores de campos aplicados.

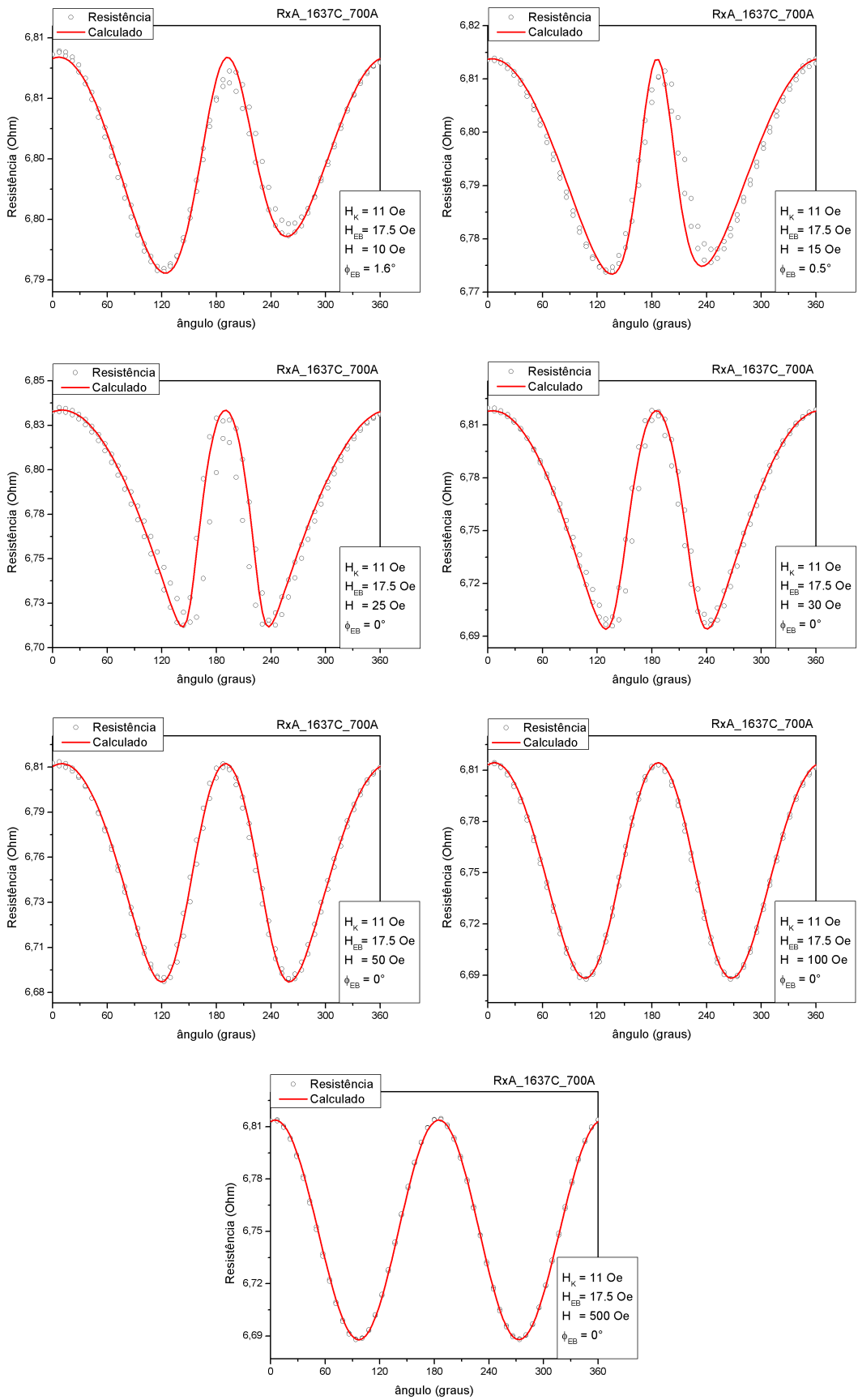


Figura 7.10 – Medidas de AMR ( $R \times \theta_H$ ) e ajustes da amostra 1637C para diferentes valores de campos aplicados.

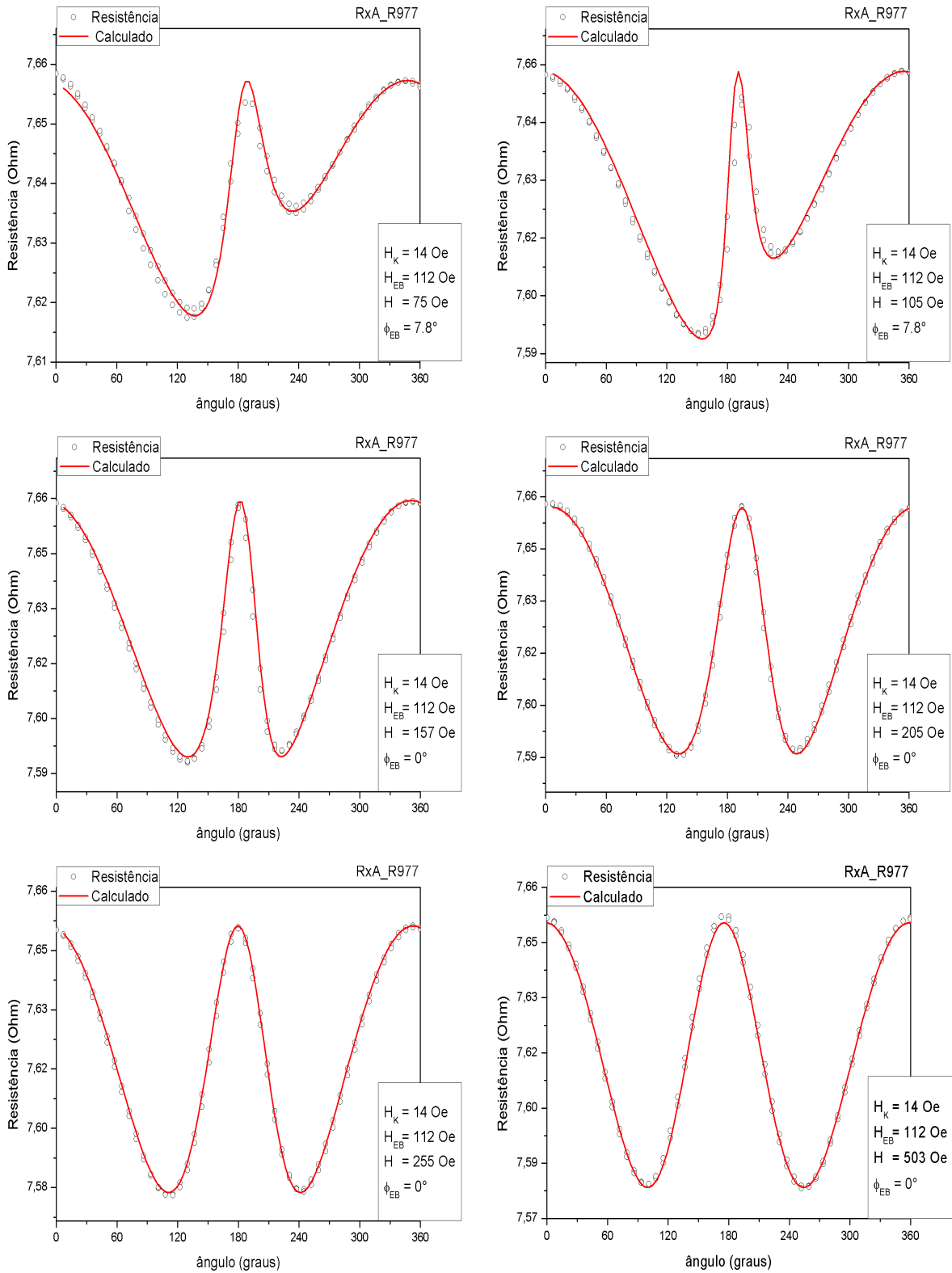


Figura 7.11 – Medidas de AMR ( $R \times \theta_H$ ) e ajustes da amostra R977 para diferentes valores de campos aplicados.



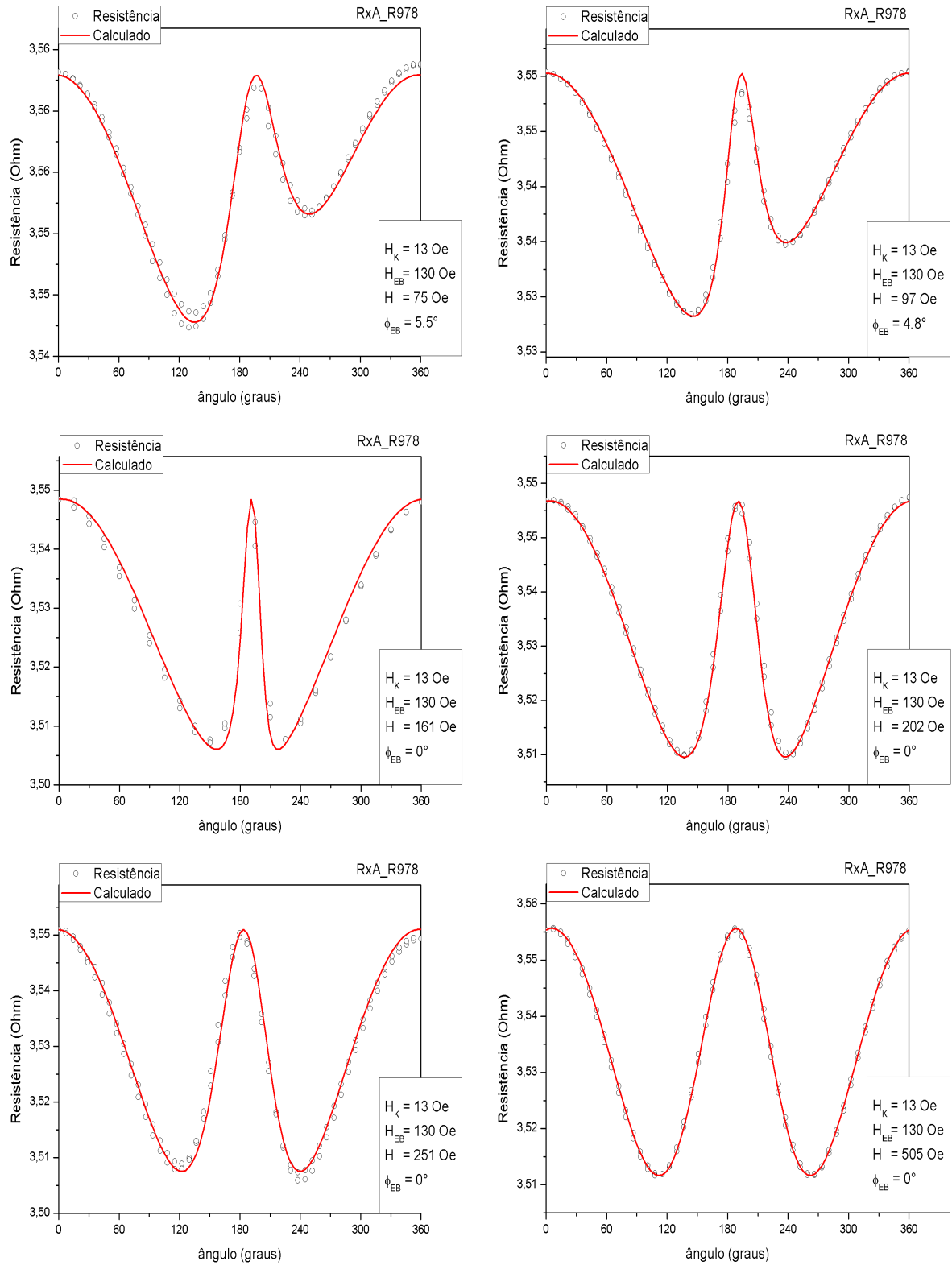


Figura 7.12 – Medidas de AMR ( $R \times \theta_H$ ) e ajustes da amostra R978 para diferentes valores de campos aplicados.

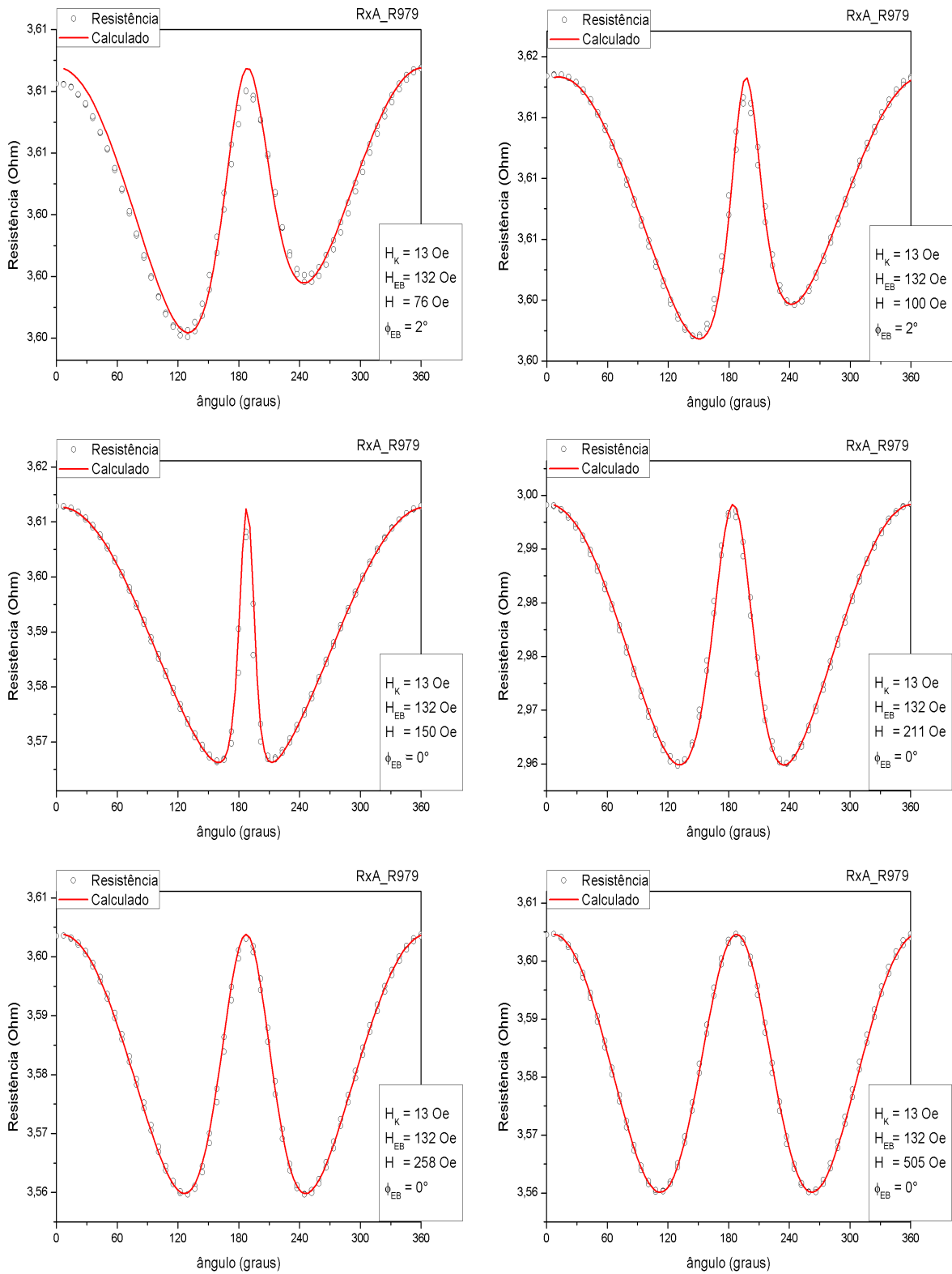


Figura 7.13 – Medidas de AMR ( $R \times \theta_H$ ) e ajustes da amostra R979 para diferentes valores de campos aplicados.

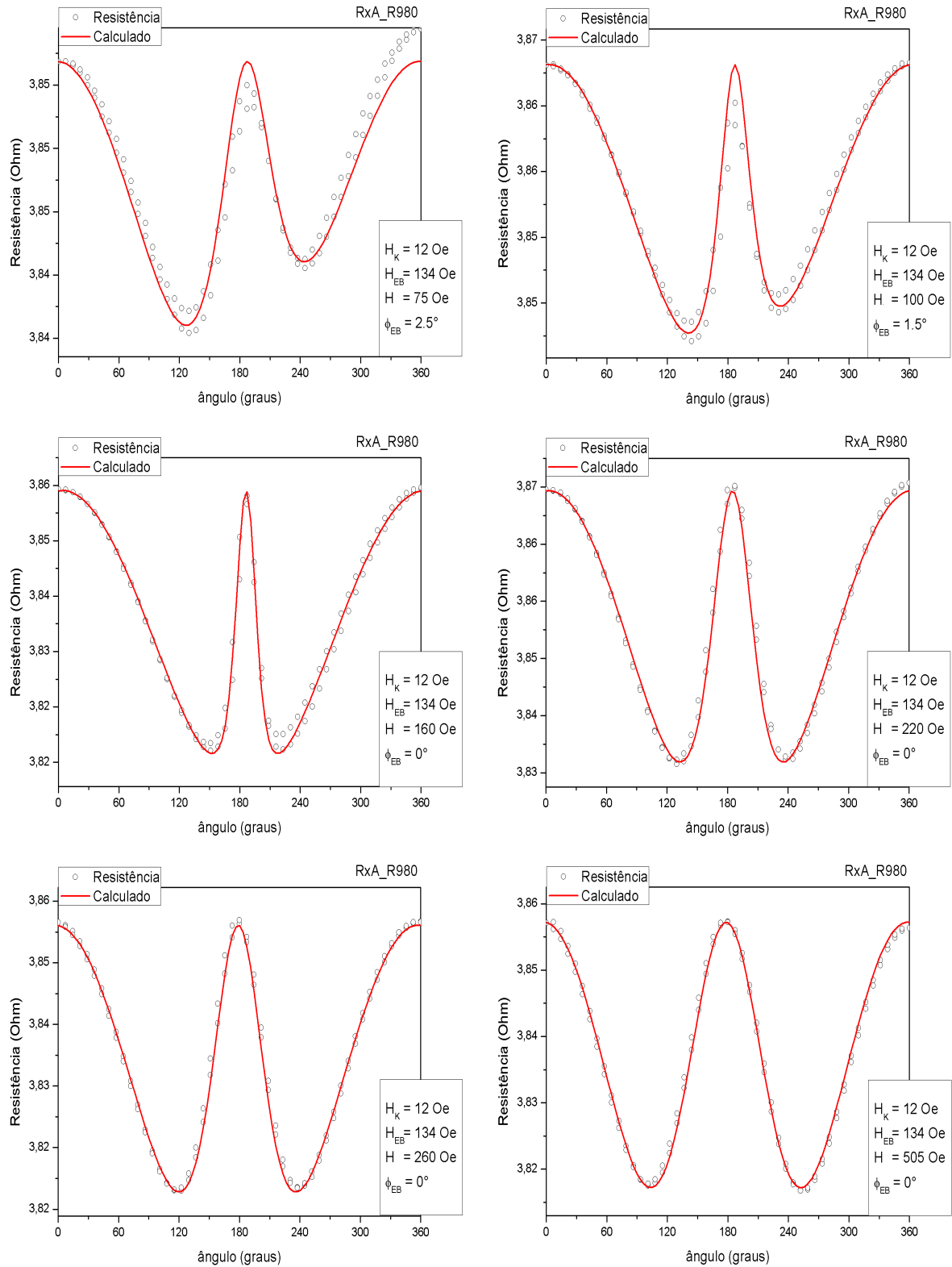


Figura 7.14 – Medidas de AMR ( $R \times \theta_H$ ) e ajustes da amostra R980 para diferentes valores de campos aplicados.

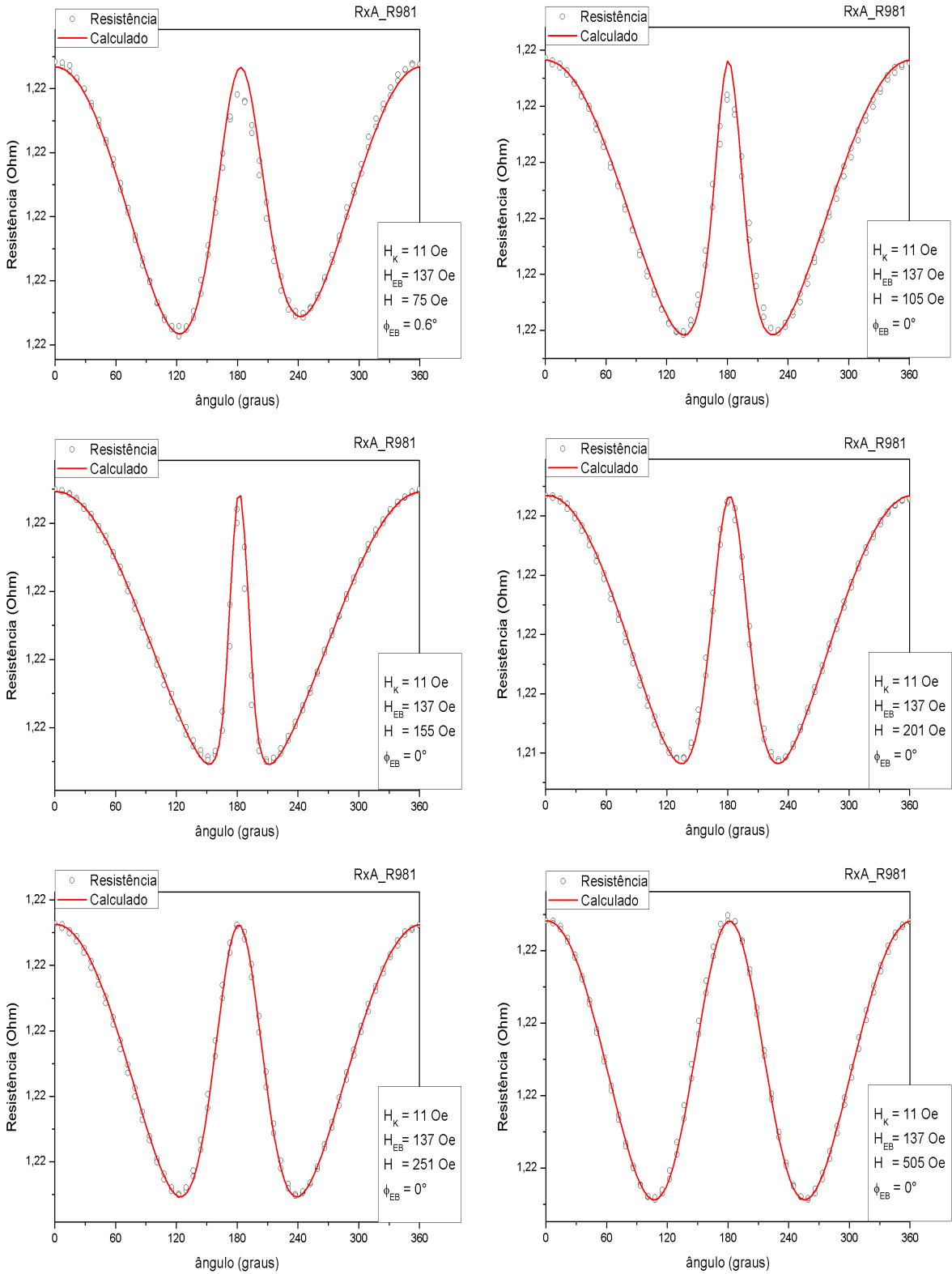


Figura 7.15 – Medidas de AMR ( $R \times \theta_H$ ) e ajustes da amostra R981 para diferentes valores de campos aplicados.

O desalinhamento entre os vales pode ser devido a vários fatores, como por exemplo: desalinhamento dos eixos induzidos durante a produção das amostras, utilização de amostras que não são cortadas de forma simétrica, apresentando bordas, ou os contatos utilizados não estão colados adequadamente, de modo que a corrente elétrica não flua ao longo do eixo fácil. É difícil dizer com precisão quem é o responsável pelo desalinhamento, sendo necessário uma análise adicional a partir de outra técnica que não leve em consideração a aplicação de corrente elétrica.

Para campos magnéticos aplicados maiores que o  $H_{EB}$  (30 Oe para as bicamadas e 150 Oe para as multicamadas), a assimetria nos mínimos praticamente desaparece, apresentando-se de forma mais aguda em torno de  $180^\circ$ . A AMR atinge um valor máximo, permanecendo constante para valores maiores de campo magnético aplicados, enquanto os vales se afastam. Para valores de  $H$ , onde  $H_S > H > H_{EB}$ , os vales se mostram mais arredondados e simétricos. Isso acontece porque nesses campos a magnetização praticamente acompanha o campo magnético aplicado. Para medidas realizadas acima de  $H_S$ , o comportamento esperado das curvas de AMR é semelhante a um sistema contendo unicamente um material FM. Pode-se observar que os vales se afastam e o comportamento das curvas se aproxima de um  $\cos^2\theta$ .

As tabelas 7.7 e 7.8 apresentam os parâmetros obtidos a partir dos ajustes das amostras de bicamadas e multicamadas.

Tabela 7.7 – Valores do campo *exchange bias*, de anisotropia e da variação da resistência (%) para as amostras de bicamadas.

Amostra	Espessura do NiFe (Å)	$H_{EB}$ (Oe)	$H_K$ (Oe)	$\Delta R$ (%)
1635C	400	25	10	1,50
1637A	500	21	9	1,75
1637B	600	18,5	7	1,76
1637C	700	17,5	11	1,87

Tabela 7.8 – Valores do campo *exchange bias*, de anisotropia e da variação da resistência (%) para as amostras de multicamadas.

Amostra	Nº de repetições	$H_{EB}$ (Oe)	$H_K$ (Oe)	$\Delta R$ (%)
R977	1	112	14	1,16
R978	5	130	13	1,25
R979	10	132	13	1,26
R980	15	134	12	1,29
R981	20	137	11	1,31

O  $H_{EB}$  e o  $H_K$  obtidos a partir dos ajustes das curvas de AMR, apresentam praticamente

os mesmos valores que aqueles obtidos a partir dos ajustes na magnetização. As amostras de bicamadas, tabela 7.7, apresentam valores de  $\Delta R$  maiores em comparação àqueles obtidos das multicamadas, tabela 7.8, além disso observa-se que  $\Delta R$  cresce à medida que aumenta a espessura das amostras.

Analisando as medidas de AMR das amostras de bicamadas, no sentido horário e anti-horário, é possível observar a presença de uma histerese rotacional, como já discutido na seção 5.1 para campos menores que o  $H_{EB}$ . Esta pode estar associada à presença de grãos AFM instáveis na interface FM/AFM, os quais alteram o comportamento da magnetização da camada FM em uma medida realizada em ambos os sentidos [5, 7].

Quanto a escolha dos parâmetros ( $H_K$ ,  $H_{EB}$ ,  $\Delta R$ ,  $\phi_K$ ,  $\phi_{EB}$  e  $\phi_I$ ) utilizados nos ajustes, é realizado um teste preliminar para um determinado campo magnético da ordem de  $H_{EB}$ , de modo a contemplar o desalinhamento entre os mínimos. Encontrado o conjunto de parâmetros que melhor descreva o comportamento da curva experimental com  $H \sim H_{EB}$ , se testa estes mesmos parâmetros nas curvas medidas a campos magnéticos maiores. De modo que o conjunto de parâmetros utilizados é o mesmo para ajustar todas as curvas, relacionados ao mesmo experimento ou conjunto de amostras.

### 7.3.2 AMR - $R \times H$

Como o programa em HP-VEE utilizado para realizar as medidas de ( $R \times H$ ) estava configurado para utilizar a fonte de corrente separada do nanovoltímetro, tivemos que realizar um teste para verificar a corrente elétrica que apresentasse a melhor relação sinal/ruído, um exemplo dos testes está apresentado na figura 7.16.

Pode ser visto na figura 7.16 que as correntes utilizadas são bem maiores que nas medidas anteriores ( $300 \mu A$ ). Lá a corrente fluía em ambos os sentidos, reduzindo os efeitos termo-elétricos, o que não acontece aqui. As medidas com correntes menores ( $0,5 \text{ mA}$ ) apresentaram um enorme ruído, enquanto que medidas a correntes altas ( $7,5 \text{ mA}$ ) apresentam um *drift*, possivelmente devido a um efeito de temperatura nas amostras. Medidas de ( $R \times H$ ) com valores de corrente entre  $4 \text{ mA}$  e  $5 \text{ mA}$ , foram as que apresentaram a melhor resposta em termos de ruído para que as medidas fossem realizadas sem comprometer o experimento.

Nas figuras 7.17 a 7.21 são mostradas as medidas de AMR ( $R \times H$ ), juntamente com os ajustes realizados, bem como os parâmetros ( $H_K$ ,  $H_B$ ,  $\Delta R$  e  $\theta_H$  - ângulo de aplicação do campo magnético em relação ao eixo fácil da amostra) usados nos cálculos.

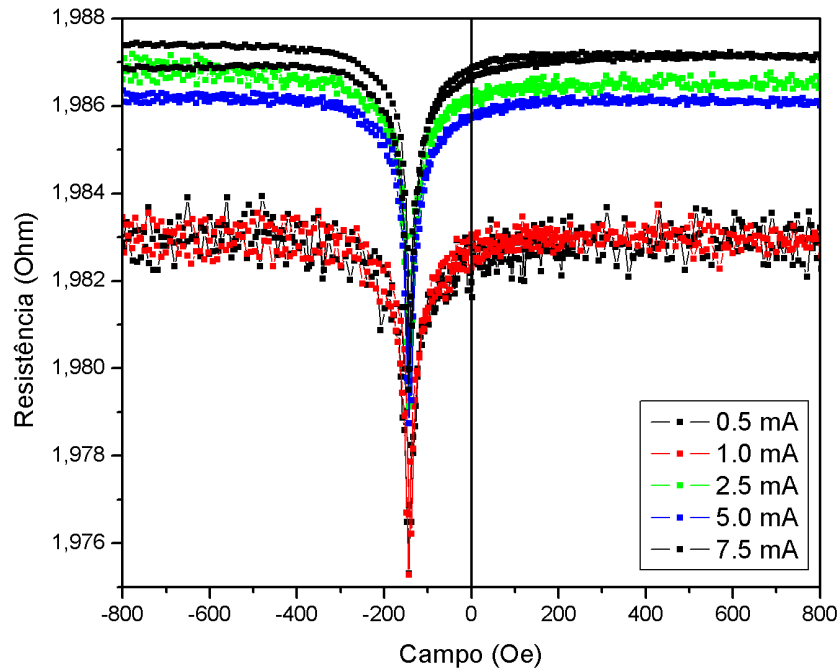


Figura 7.16 – Resistência em função do campo magnético externo aplicado para diferentes valores de corrente elétrica, ambos aplicados ao longo do eixo fácil da amostra.

Pode ser visto que os ajustes apresentam boa concordância com os dados experimentais, mesmo a ângulos intermediários entre ( $\theta_H = 0^\circ$  e  $\theta_H = 90^\circ$ ), onde as curvas de AMR, apresentam um comportamento não muito intuitivo, tanto nas bicamadas, quanto nas multicamadas. Acima de  $H_S$ , para  $\theta_H = 0^\circ$  a resistência é máxima, enquanto para  $\theta_H = 90^\circ$  a resistência é mínima. Em  $\theta_H = 0^\circ$  o campo magnético está sendo aplicado ao longo do eixo da corrente elétrica, assim a magnetização e a corrente estão alinhados, de modo que a resistência é máxima. Já para  $\theta_H = 90^\circ$  o campo magnético é aplicado perpendicularmente em relação ao eixo da corrente elétrica, de modo que a magnetização e a corrente elétrica formam um ângulo de  $90^\circ$ , a resistência é mínima nessa configuração. Para pequenos valores de  $\theta_H$  ( $< 5^\circ$ ) as curvas de  $(R \times H)$  apresentam uma queda brusca nas medidas realizadas em ambos os sentidos, como ilustrado na figura 7.22 (b).

Os dois picos (vales) ocorrem quando há uma inversão dos momentos magnéticos, em ambos os sentidos, de modo que cada pico corresponde a um valor do campo coercivo ( $H_{C1}$  e  $H_{C2}$ ) nas curvas de magnetização, figura 7.22 (a). As limitações impostas nas medidas, devido ao uso de um passo em campo de 5 Oe e uma corrente alta (5 mA), quando comparada à corrente ( $300 \mu A$ ) utilizada nas medidas de  $(R \times \theta_H)$ , não possibilitaram a identificação desses picos com precisão, apenas um valor correspondente ao que seria o  $H_{EB}$ .

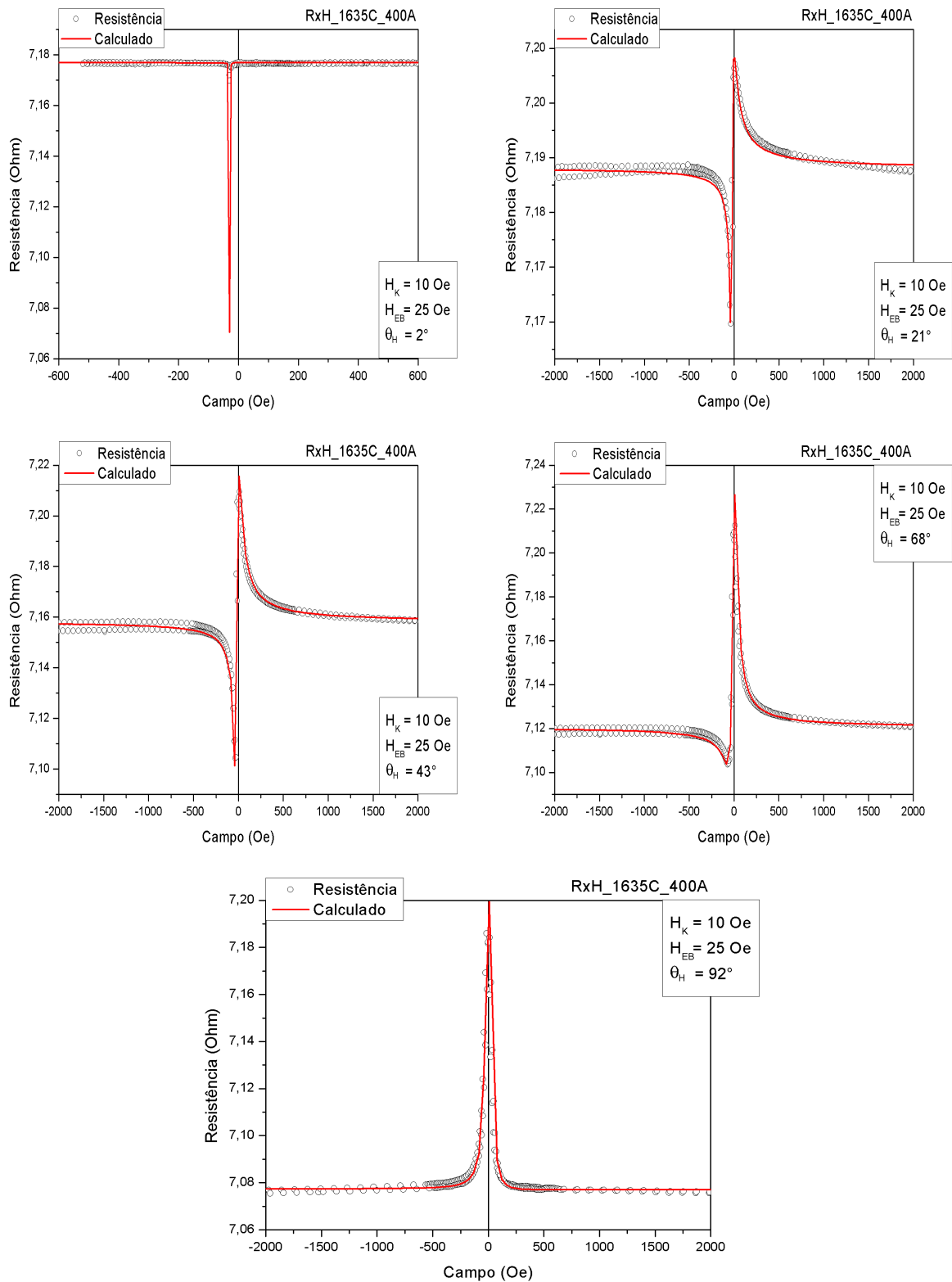


Figura 7.17 – Medidas de AMR ( $R \times H$ ) e ajustes da amostra 1635C para diferentes ângulos ( $\theta_H$ ) entre o eixo fácil da amostra e o campo magnético externo aplicado.



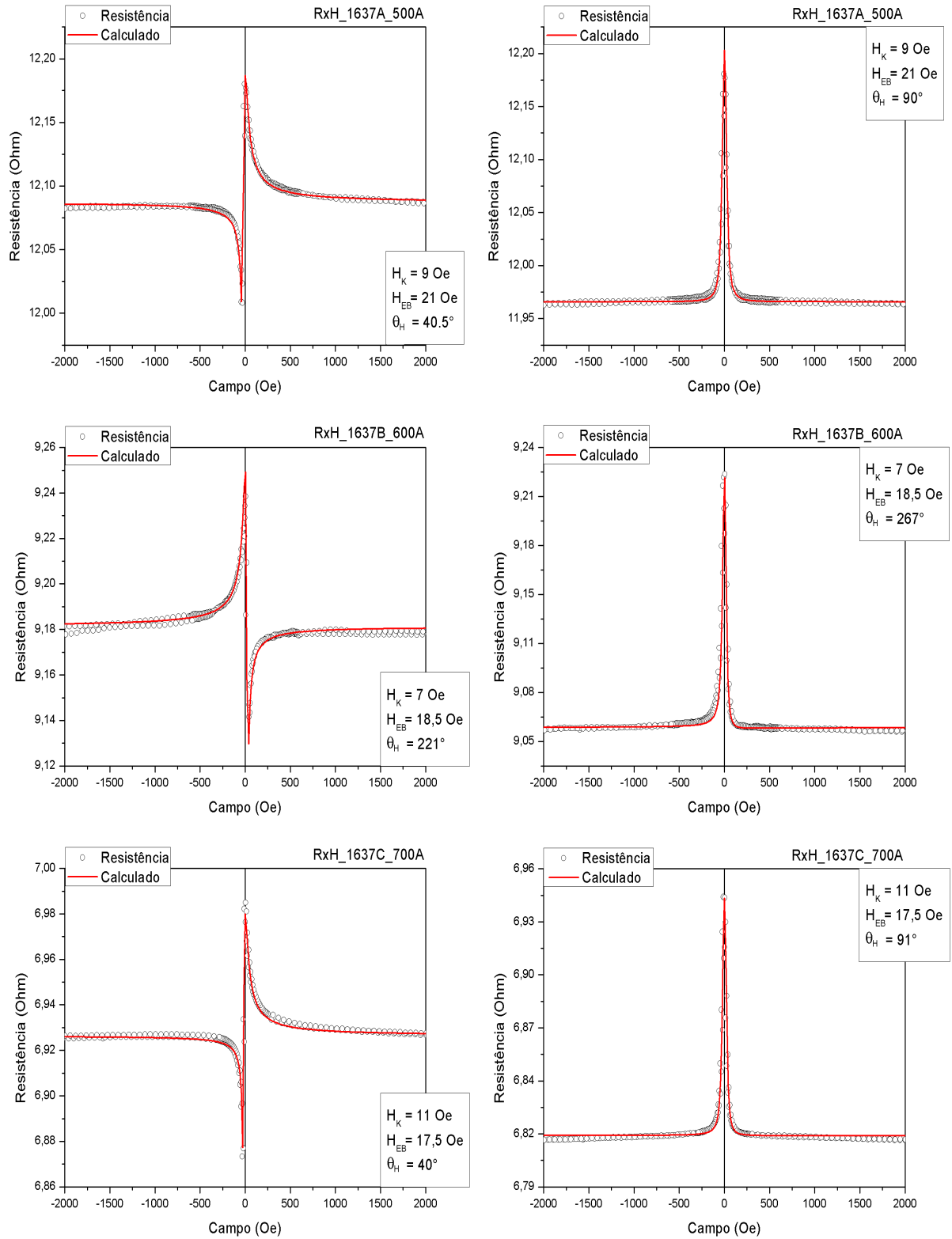


Figura 7.18 – Medidas de AMR ( $R \times H$ ) e ajustes das amostras 1637A, 1637B e 1637C para diferentes ângulos ( $\theta_H$ ) entre o eixo fácil da amostra e o campo magnético externo aplicado.

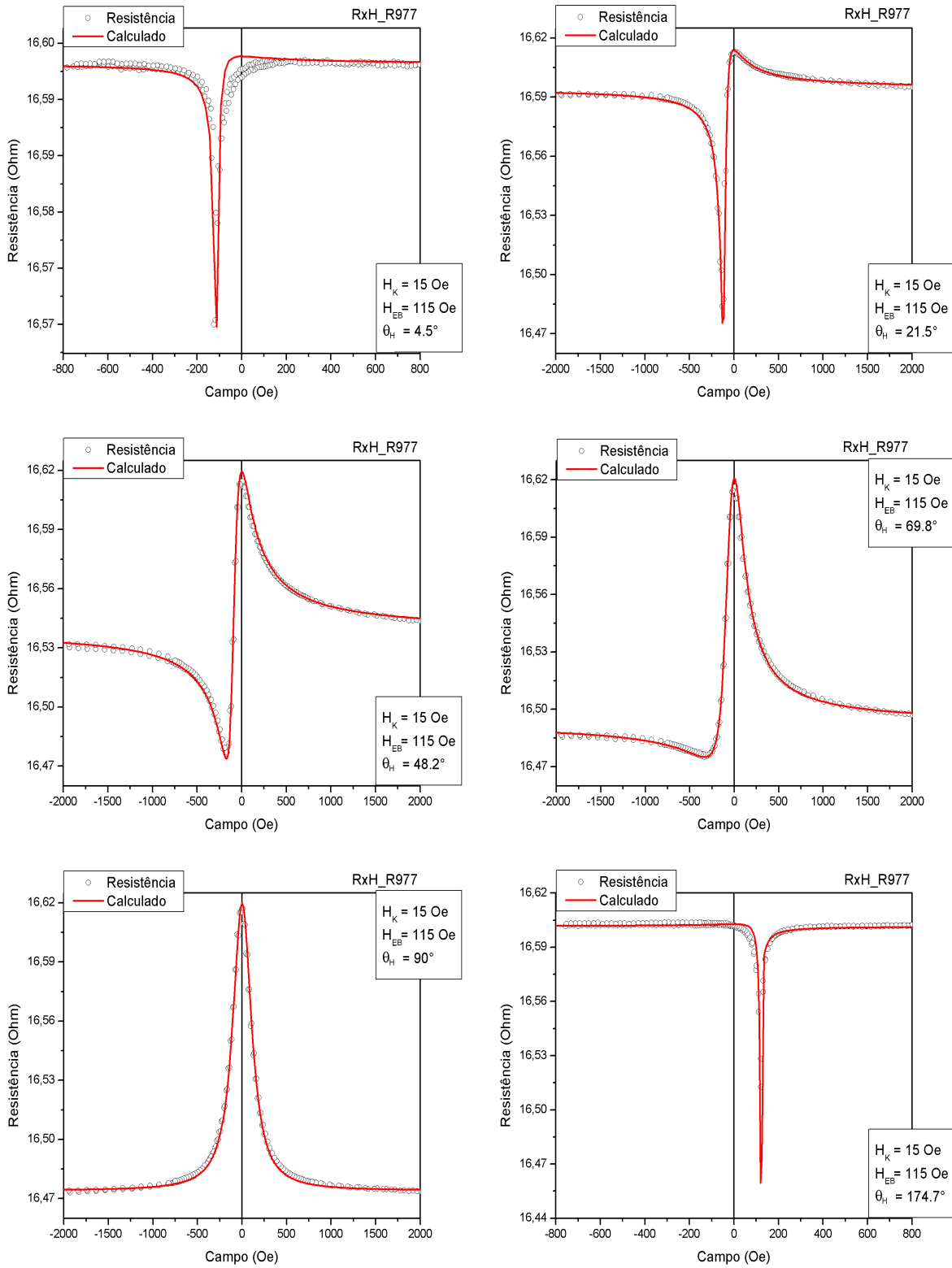


Figura 7.19 – Medidas de AMR ( $R \times H$ ) e ajustes da amostra R977 para diferentes ângulos ( $\theta_H$ ) entre o eixo fácil da amostra e o campo magnético externo aplicado.

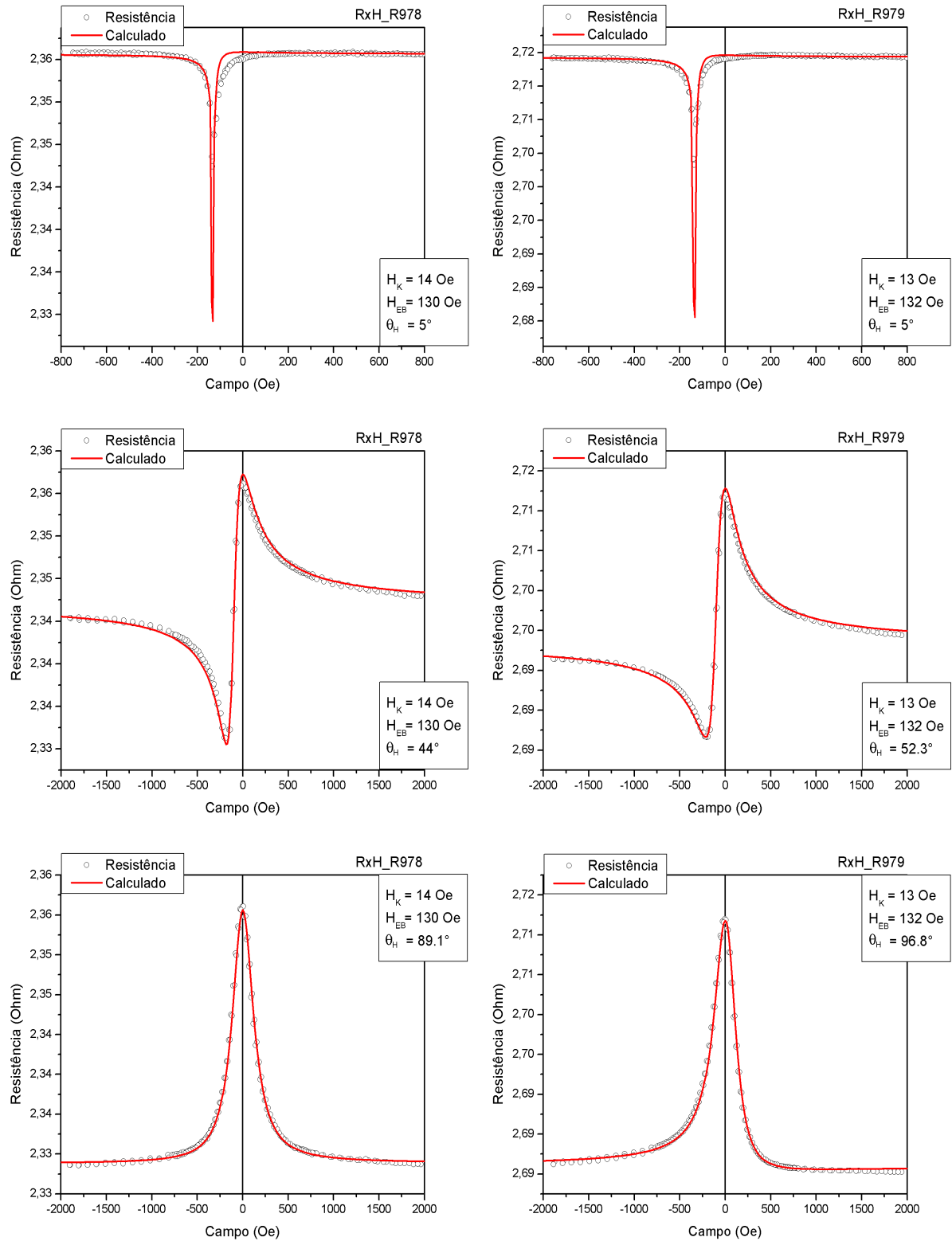


Figura 7.20 – Medidas de AMR ( $R \times H$ ) e ajustes das amostras R978 e R979 para diferentes ângulos ( $\theta_H$ ) entre o eixo fácil da amostra e o campo magnético externo aplicado.

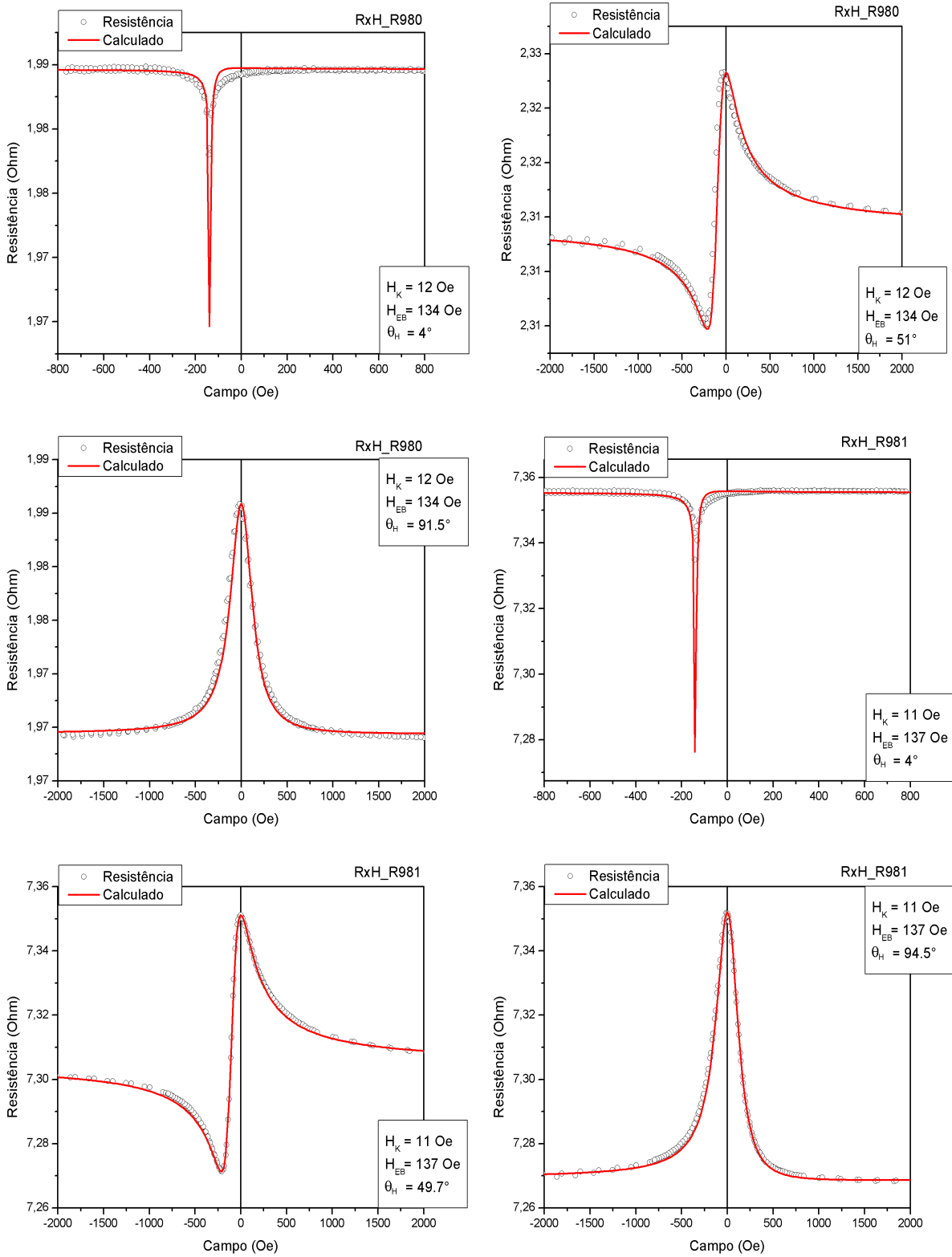


Figura 7.21 – Medidas de AMR ( $R \times H$ ) e ajustes das amostras R980 e R981 para diferentes ângulos ( $\theta_H$ ) entre o eixo fácil da amostra e o campo magnético externo aplicado.

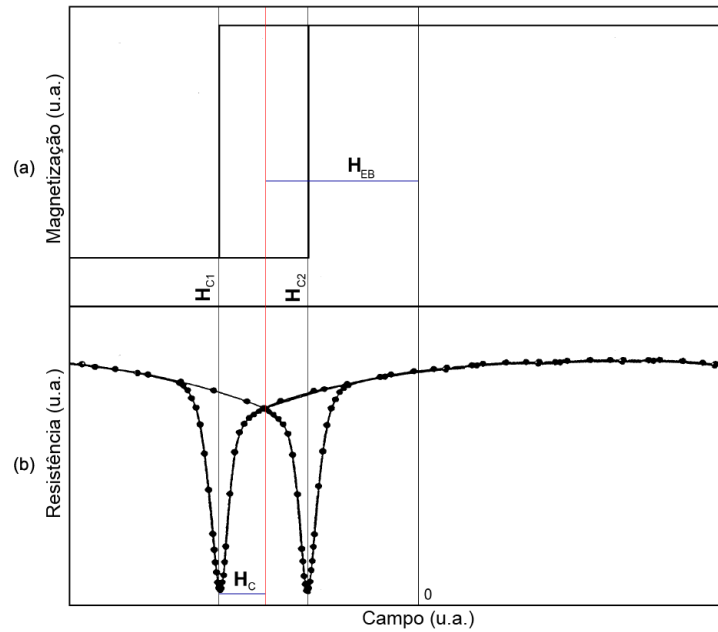


Figura 7.22 – Comparação esquemática entre as medidas de magnetização (a) e  $(R \times H)$  (b).

Nas curvas medidas a um ângulo de  $\theta_H = 90^\circ$ , quando reduzimos o campo magnético aplicado, os momentos magnéticos naturalmente preferem se alinhar ao longo do eixo fácil, de forma a minimizar a energia livre magnética do sistema, com isso temos um pico na resistência pelo simples fato de a magnetização à  $H = 0$ , encontrar-se alinhada paralelamente ao eixo de aplicação da corrente na amostra. Os parâmetros obtidos a partir dos ajustes das curvas de  $R \times H$  para as bicamadas e multicamadas são mostrados nas tabelas 7.9 e 7.10.

Tabela 7.9 – Valores do campo *exchange bias*, de anisotropia e da variação da resistência (%) para as amostras de bicamadas.

Amostra	$H_{EB}(\text{Oe})$	$H_K(\text{Oe})$	$\Delta R (\%)$
1635C	25	10	1,82
1637A	21	9	1,90
1637B	18,5	7	1,93
1637C	17,5	11	1,98

Tabela 7.10 – Valores do campo *exchange bias*, de anisotropia e da variação da resistência (%) para as amostras de multicamadas.

Amostra	$H_{EB}(\text{Oe})$	$H_K(\text{Oe})$	$\Delta R (\%)$
R977	115	15	0,92
R978	130	14	1,08
R979	132	13	1,13
R980	134	12	1,14
R981	137	11	1,16

As medidas de  $(R \times H)$  apresentam uma evolução do  $\Delta R$  semelhante às medidas de  $(R \times \theta_H)$ . As amostras de bicamadas, tabela 7.9, apresentam valores de  $\Delta R$  maiores em comparação àqueles obtidos das multicamadas, tabela 7.10, e o  $\Delta R$  cresce à medida que aumenta a espessura das amostras. Quando comparado os valores de  $\Delta R$  obtidos a partir dos dois procedimentos, vemos que estes são maiores para as bicamadas, enquanto para as multicamadas são menores, possivelmente devido a diferença nos valores de corrente elétrica utilizados.

Pode ser visto na figura 7.23 que os parâmetros obtidos dos ajustes, a partir dos três procedimentos de medidas (magnetização,  $R \times \theta_H$  e  $R \times H$ ) são praticamente os mesmos.

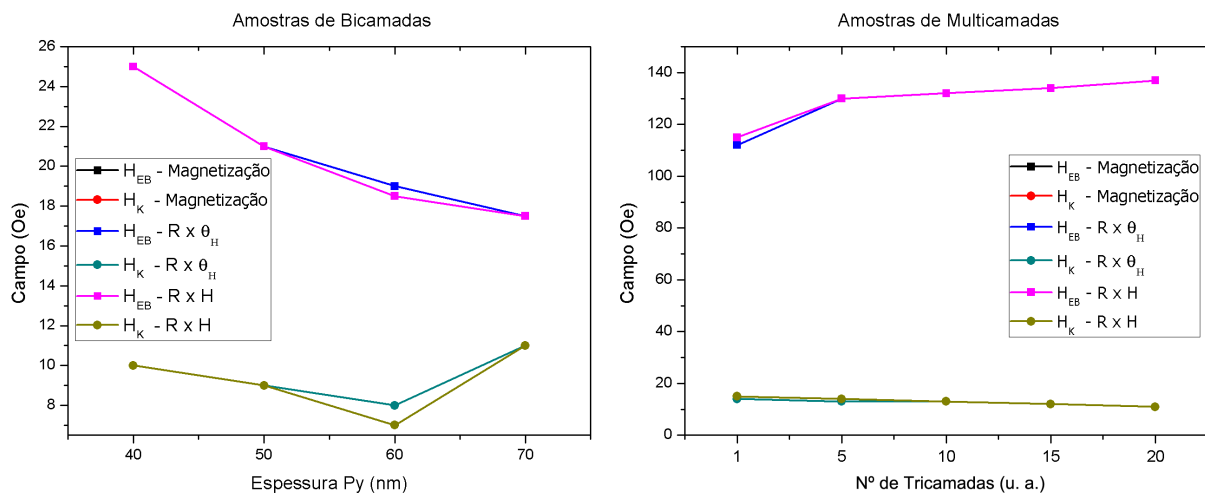


Figura 7.23 – Comparação dos valores dos parâmetros ( $H_{EB}$  e  $H_K$ ) obtidos a partir dos ajustes das curvas de magnetização,  $(R \times \theta_H)$  e  $(R \times H)$ .

Isso mostra que esse modelo simples de rotação coerente da magnetização considerando os quatro termos de energia (Zeeman, uniaxial, unidirecional e magnetostático) é adequado para a obtenção dos parâmetros das amostras, visto que realizou o ajuste de praticamente todas as curvas obtidas destas três técnicas. A fim de dar conta dos ajustes próximo das regiões de reversão dos momentos magnéticos, seria interessante levar em conta outros termos de energia associados a formação de domínios e movimento das paredes de domínio.

Também avaliamos o comportamento da resistividade nas bicamadas e como esta é influenciada pelo empilhamento de camadas nas multicamadas. A partir das dimensões geométricas das amostras, podemos calcular a resistividade pela equação:

$$\rho = \frac{R.L.t}{d} \quad (7.1)$$

onde  $R$  é a resistência elétrica,  $L$  é a largura da amostra,  $t$  é a espessura da amostra e  $d$  é a distância entre os contatos (+V e -V), como ilustrado na figura 7.25.

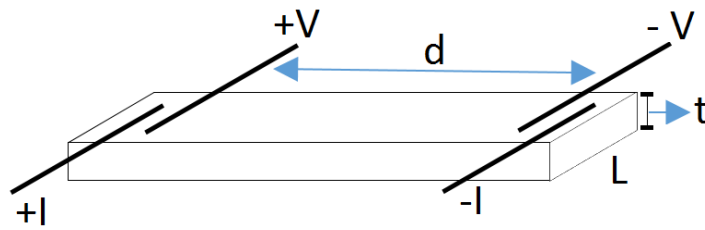


Figura 7.24 – Ilustração esquemática da forma geométrica das amostras.

Nas bicamadas a resistividade apresentou um comportamento como esperado, se manteve constante, apresentando um  $\rho \approx 0,6 \text{ m}\Omega\cdot\text{m}$ , figura 7.25 (a). Enquanto nas multicamadas, a resistividade aumenta conforme as tricamadas (NiFe/IrMn/Ta) são empilhadas, figura 7.25 (b).

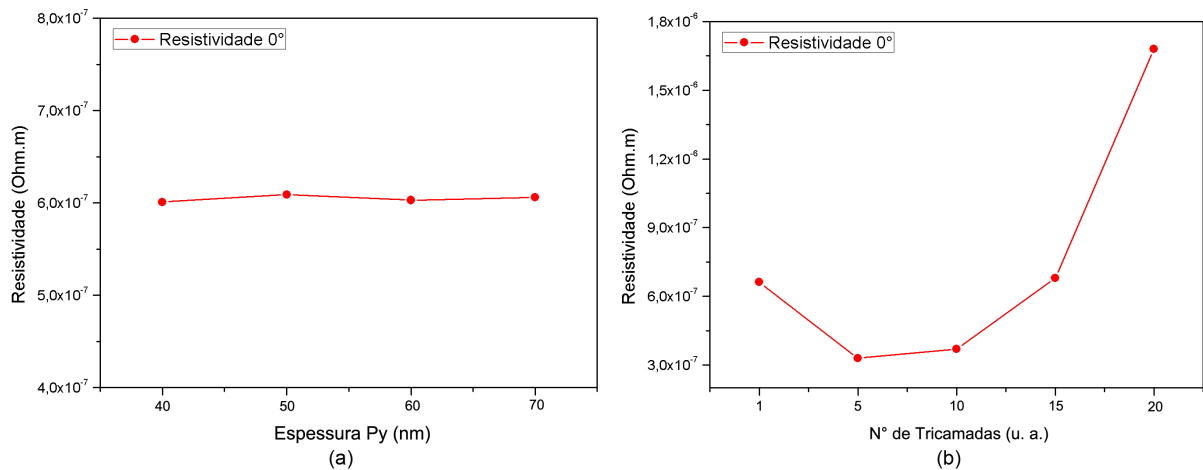


Figura 7.25 – Resistividade para as amostras de bicamadas (a) e de multicamadas (b).

Sendo a resistividade uma propriedade do material, esta não deveria variar com a espessura, uma vez que a espessura das amostras desse trabalho estão na região do gráfico, figura 4.6, na qual a resistividade se mantém constante com o aumento da mesma. Com isso, podemos concluir que as interfaces atuam como centro espalhadores contribuindo para um aumento da resistividade nas amostras de multicamadas.

#### 7.4 Medidas de Torque

Todas as medidas de torque foram realizadas usando-se um protocolo padrão para as medidas, a fim de torná-las comparáveis. Primeiro aplica-se um campo magnético de 250 Oe em um sentido. Após, esse campo magnético é levado a zero e então aumentado no sentido contrário, então as medidas são iniciadas. Esse procedimento garante que os momentos magnéticos estarão orientados em um determinado sentido no início das medidas.

As amostras 1635C (bicamada) e R977 (multicamada) não puderam ser estudadas através dessa técnica em função do seu momento magnético reduzido. Serão apresentadas e discutidas primeiramente as medidas de torque realizadas nas amostras de multicamadas (NiFe/IrMn) e posteriormente as amostras de bicamadas (NiFe/FeMn).

#### 7.4.1 Multicamadas

Na figura 7.27 são apresentadas as medidas realizadas nos sentidos horário e anti-horário, bem como a curva de torque médio para diferentes valores de campo magnético externo aplicado. Estas curvas foram escolhidas de modo a dar uma ideia da evolução do torque sobre as amostras de multicamadas.

A magnitude do torque máximo aplicado sobre as amostras aumenta até que o  $H \sim H_{EB}$  (130 Oe) permanecendo constante para campos maiores. Para o campo magnético aplicado de 130 Oe, o torque inverte seu sentido em um ângulo  $\theta_H = 180^\circ$  de forma abrupta, isso por que os momentos magnéticos não giram acompanhando o campo magnético, apenas se deslocam para um valor máximo de torque associado ao campo magnético aplicado, próximo a  $180^\circ$ . Acima do  $H_{EB}$  as curvas de torque voltam a ter um comportamento mais harmônico, com os momentos magnéticos girando com o campo magnético externo aplicado.

Analizamos a evolução das componentes  $K_\theta$  e  $K_{2\theta}$  em função do campo magnético externo aplicado. As componentes foram extraídas a partir dos ajustes realizados no programa *Origin*, utilizando a equação 6.22. Realizando-se os ajustes nas curvas de torque para cada valor de campo magnético, construímos os gráficos da figura 7.26.

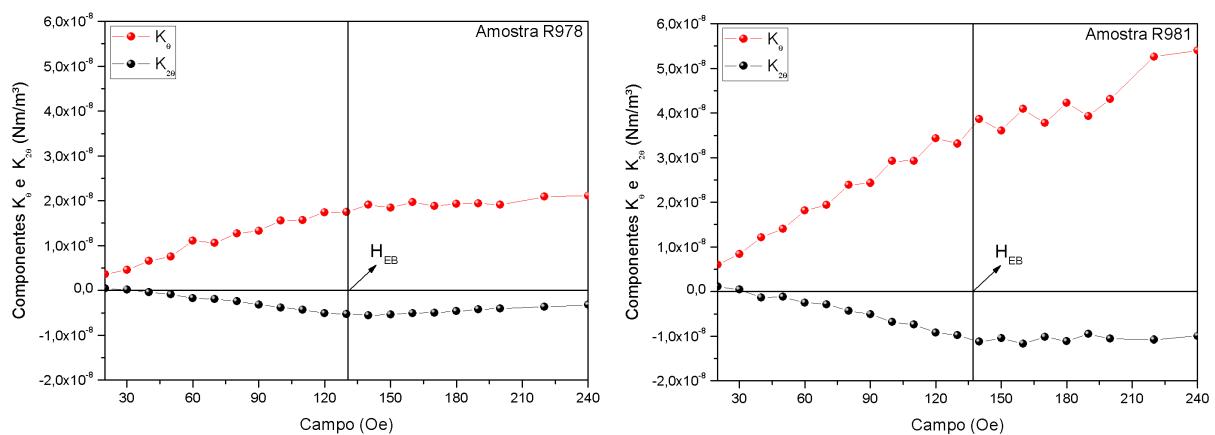


Figura 7.26 – Evolução das componentes  $K_\theta$  (sen  $\theta$ ) e  $K_{2\theta}$  (sen  $2\theta$ ), em função do campo magnético aplicado para as amostras R978 e R981.



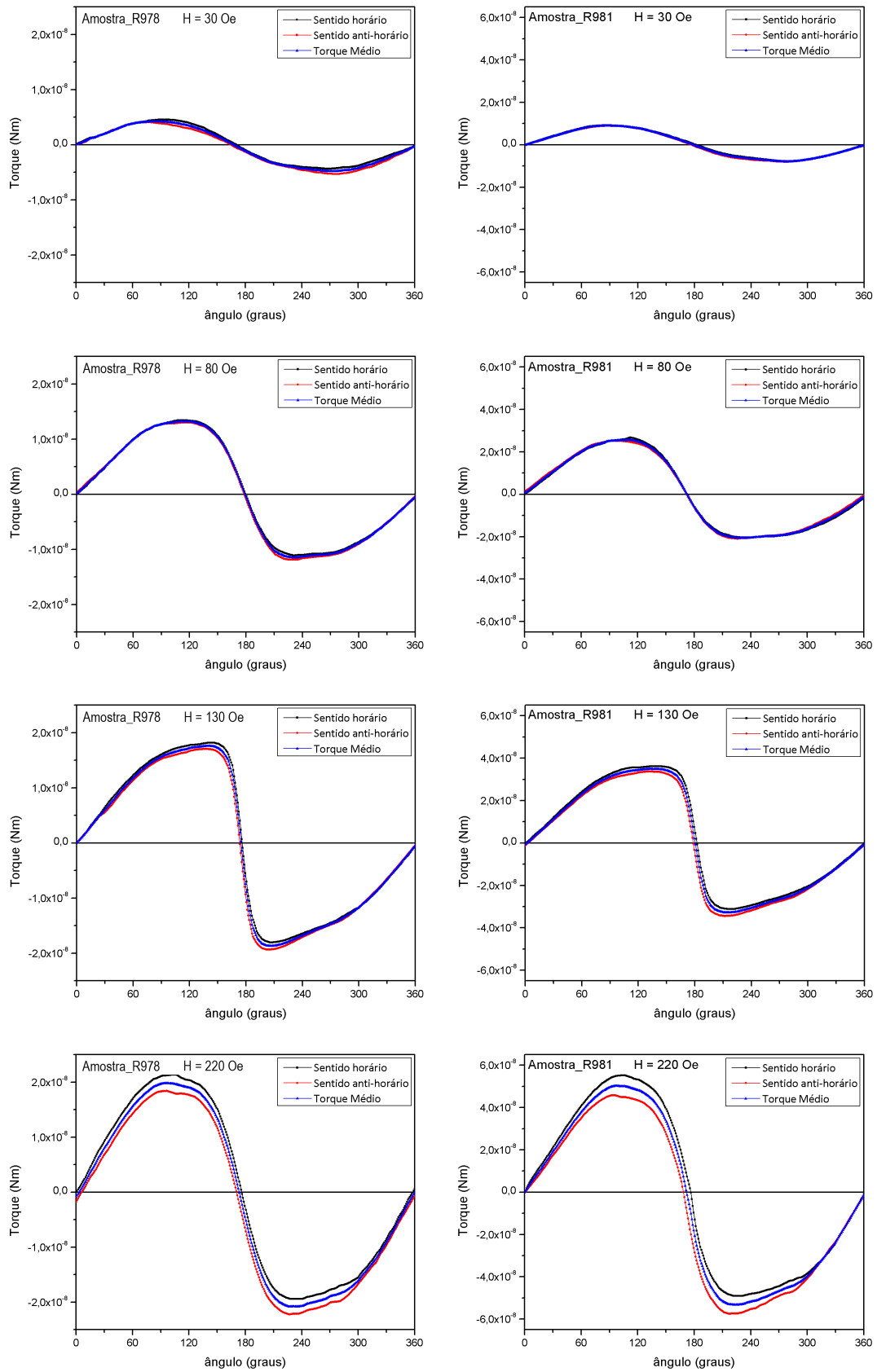


Figura 7.27 – Medidas de torque em função do ângulo do campo magnético externo aplicado para as amostras R978 e R981.

Na figura 7.26 observa-se a predominância da componente  $K_\theta$  sobre a componente  $K_{2\theta}$  para ambas as amostras. Além disso, na amostra R981, a evolução de  $K_\theta$  apresenta um crescimento mais acentuado quando comparado à amostra R978, na mesma faixa de campo magnético. Já o termo  $K_{2\theta}$  da amostra R981 apresenta valores menores em relação a amostra R978, na mesma faixa de campo magnético. As demais amostras de multicamadas apresentaram evolução semelhante ao apresentado na figura 7.26.

As curvas de torque das multicamadas apresentam um comportamento do tipo  $\sin \theta$  em uma ampla faixa de campos magnéticos aplicados, inclusive acima de  $H_{EB}$ , devido a predominância da anisotropia unidirecional. Isso fica mais evidente quando analisamos a evolução das constantes de ajuste em função do campo magnético externo aplicado.

A figura 7.28 apresenta os ajustes das curvas de torque médio para a amostra R981.

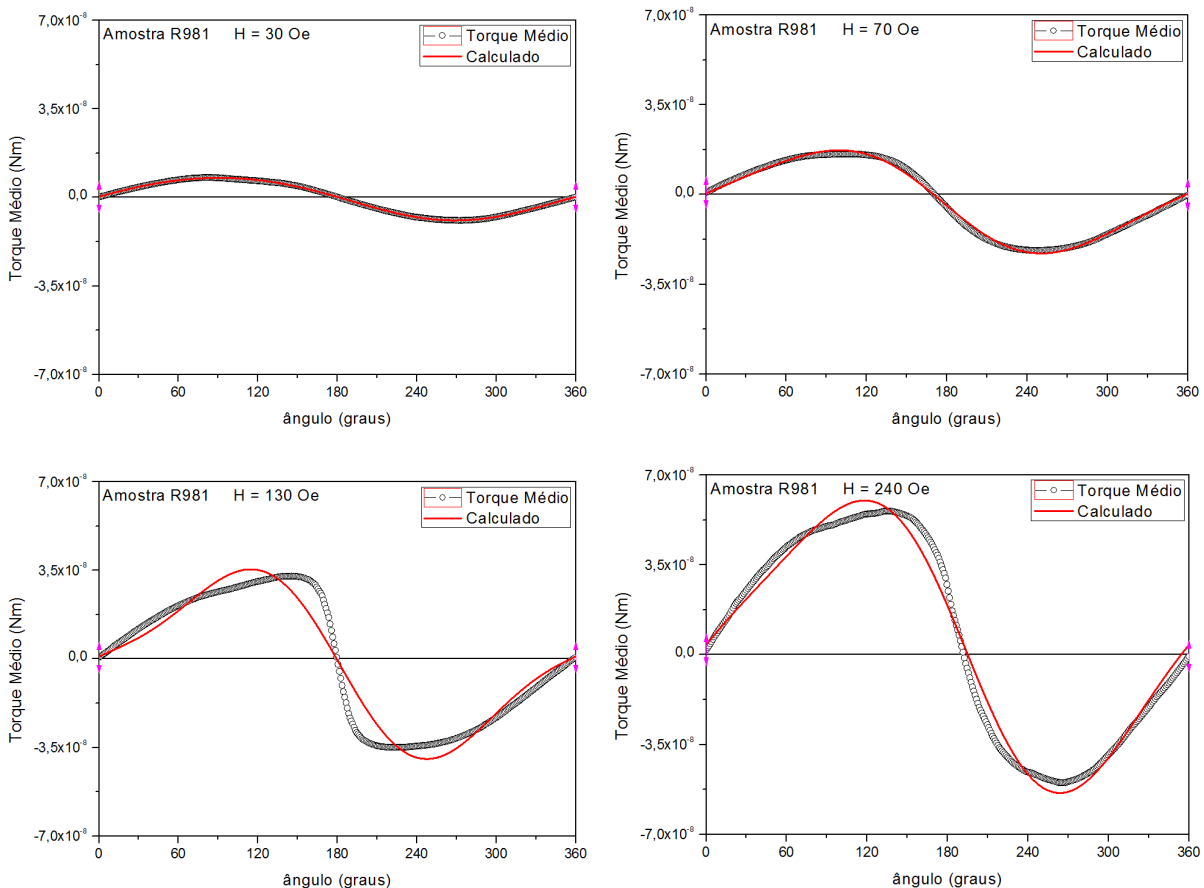


Figura 7.28 – Ajustes realizados sobre as medidas de torque médio da amostra R981, utilizando a expressão de torque com dois termos de energia.

Pode ser visto na figura 7.28 que para campos magnéticos abaixo de  $H_{EB}$ , as curvas podem ser ajustadas considerando apenas os dois termos de torque, no entanto para campos magnéticos aplicados em torno do valor de  $H_{EB}$  e acima, seria necessário levar em conta outros

termos, visto que a competição entre as anisotropias altera o comportamento da magnetização da camada FM.

De modo a quantificar a energia associada ao torque médio e as perdas de energia por histerese rotacional, utilizando o programa *Origin*, integramos os dados associados ao torque médio e à HR, em função do ângulo do campo magnético aplicado, obtendo os dados apresentados na figura 7.29.

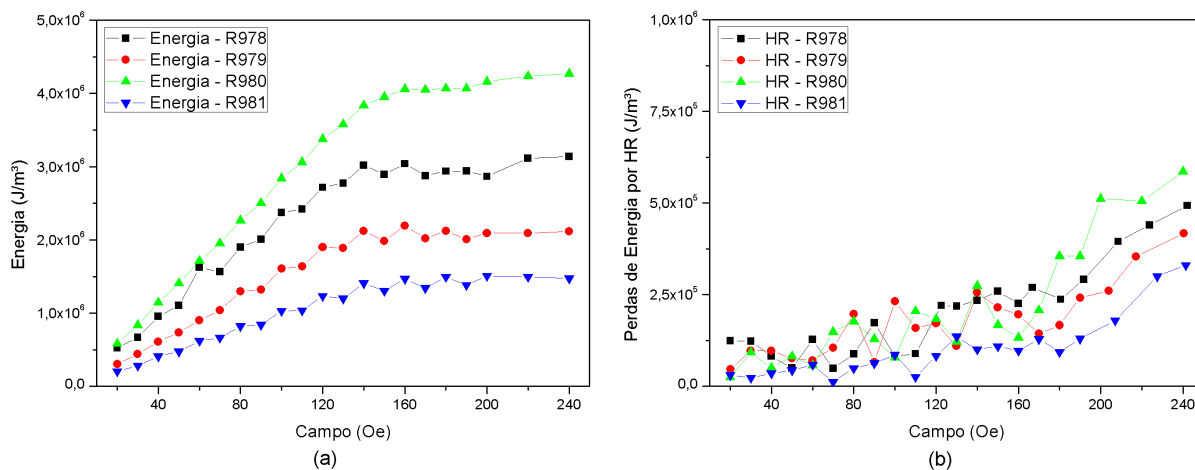


Figura 7.29 – Evolução da energia (a) e da HR (b) para as amostras de multicamadas.

Na figura 7.29 (a), a evolução da energia é praticamente linear em função do campo magnético aplicado até próximo o  $H_{EB}$  das amostras, se mantendo constante para valores acima desse. Quanto maior a energia necessária para realizar a curva de torque médio, maiores são as perdas de energia por HR, figura 7.29 (b). As perdas de energia por HR aumentam com o campo magnético externo aplicado, apresentando uma maior variação acima do  $H_{EB}$  dessas amostras. A amostra R980 apresenta a maior perda de energia por HR, com isso se espera que apresente a maior contribuição para o campo coercivo. Isso de fato concorda com os dados apresentados para essa amostra na tabela 7.6, obtidos a partir das curvas de magnetização.

Devido a limitação do campo magnético gerado pelas bobinas de *Helmholtz* para realização das medidas das curvas de torque, a análise do comportamento da histerese rotacional para campos maiores que 240 Oe fica comprometida.

#### 7.4.2 Bicamadas

Na figura 7.30 são apresentadas as medidas de torque realizadas em ambos os sentidos, bem como a curva de torque médio para diferentes valores de campo magnético externo aplicado para a amostra 1637A (500 Å de NiFe).

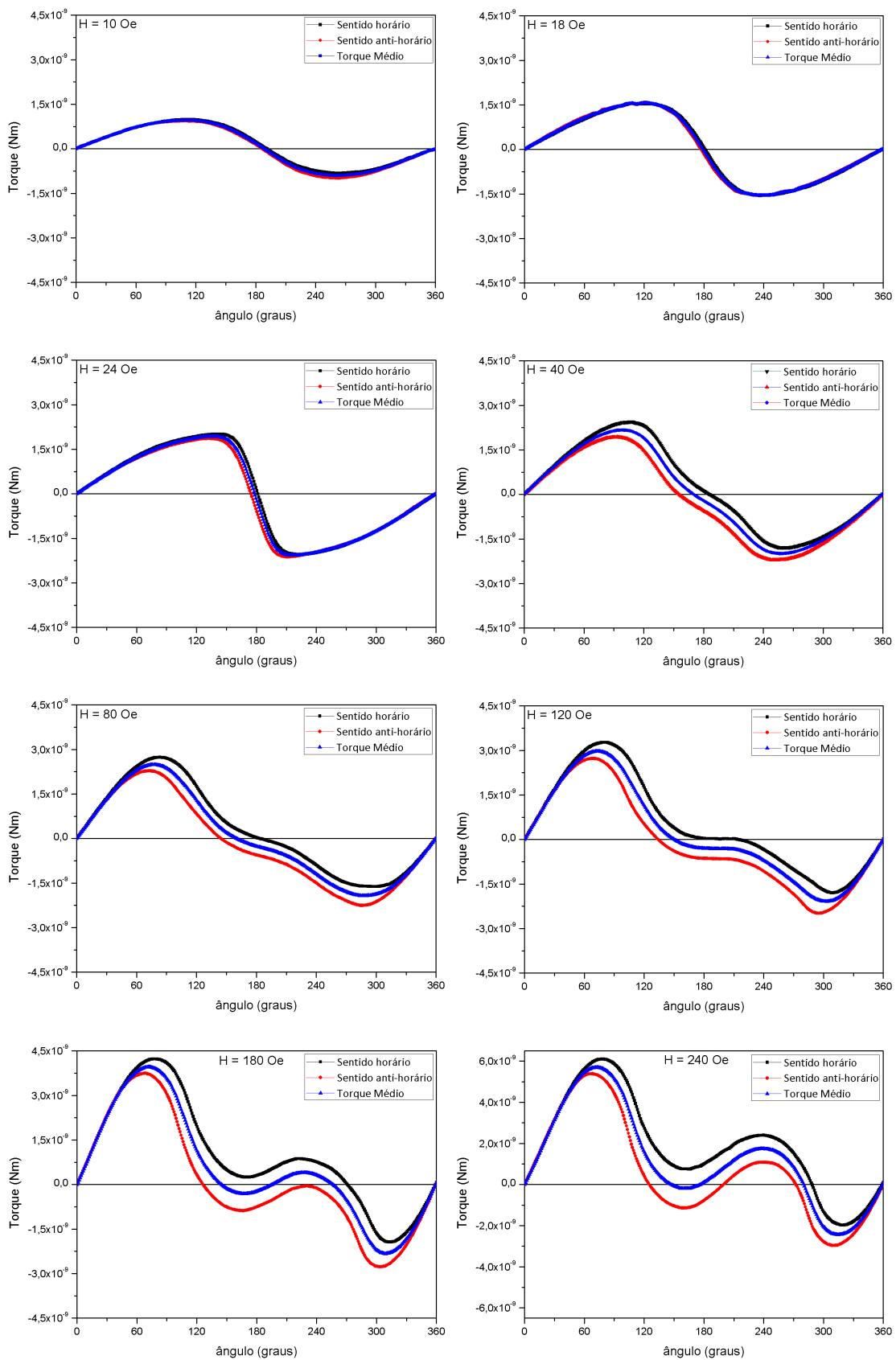


Figura 7.30 – Medidas de torque em função do ângulo do campo magnético externo aplicado para a amostra 1637A.

A evolução das curvas de torque apresentam um comportamento diferente das multicamadas. A magnitude do torque máximo aumenta com o campo magnético, mesmo acima de  $H_{EB}$ , sugerindo que outro termo está contribuindo para o aumento da magnitude do torque. As curvas de torque apresentam um comportamento do tipo  $\sin \theta$  para campos menores que  $H_{EB}$  e tipo  $\sin 2\theta$  para campos maiores que o campo de saturação.

Na figura 7.31 é apresentado a evolução das componentes  $K_\theta$  e  $K_{2\theta}$ .

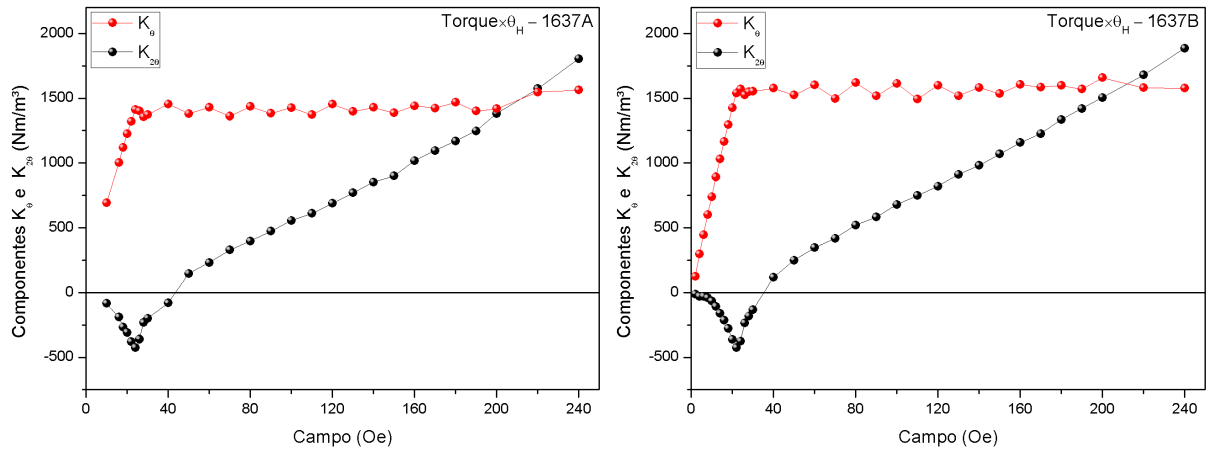


Figura 7.31 – Evolução das componentes  $K_\theta$  ( $\sin \theta$ ) e  $K_{2\theta}$  ( $\sin 2\theta$ ), em função do campo magnético aplicado para as amostras 1637A e 1637B.

As componentes  $K_\theta$  e  $K_{2\theta}$  apresentam evoluções semelhantes em função de  $H$ . O termo  $K_\theta$  aumenta linearmente com  $H$  até o valor de  $H_{EB}$ , permanecendo constante para maiores valores de campo magnético aplicado. Enquanto  $K_{2\theta}$  decresce até o valor de  $H_{EB}$  para então começar a crescer, invertendo seu sinal em torno de 40 Oe e aumentando linearmente com  $H$ .

A partir da análise da evolução das componentes, pode-se notar que a predominância da componente  $K_\theta$  para campos abaixo de  $H_{EB}$  configura o comportamento  $\sin \theta$  observado nas curvas de torque. Acima de 32 Oe, as curvas de torque começam a apresentar a contribuição da componente  $K_{2\theta}$ , a qual influencia na forma das curvas de torque, figura 7.30. Como a componente  $K_\theta$  permanece constante acima de  $H_{EB}$ , o aumento de  $K_{2\theta}$  estaria relacionado ao número de momentos magnéticos da camada FM que giram juntamente com o campo magnético. Esse mesmo comportamento já foi relatado por *Meiklejohn e Bean* [2], e por *Tsunoda et al.* [131].

Os ajustes aos dados das curvas de torque são apresentados na figura 7.32.

Para as amostras de bicamadas, a equação 6.22 com dois termos harmônicos foi capaz de ajustar as curvas de torque médio para baixos e altos campos magnéticos aplicados. No entanto para campos magnéticos em torno de  $H_{EB}$ , assim como nas multicamadas, será necessário

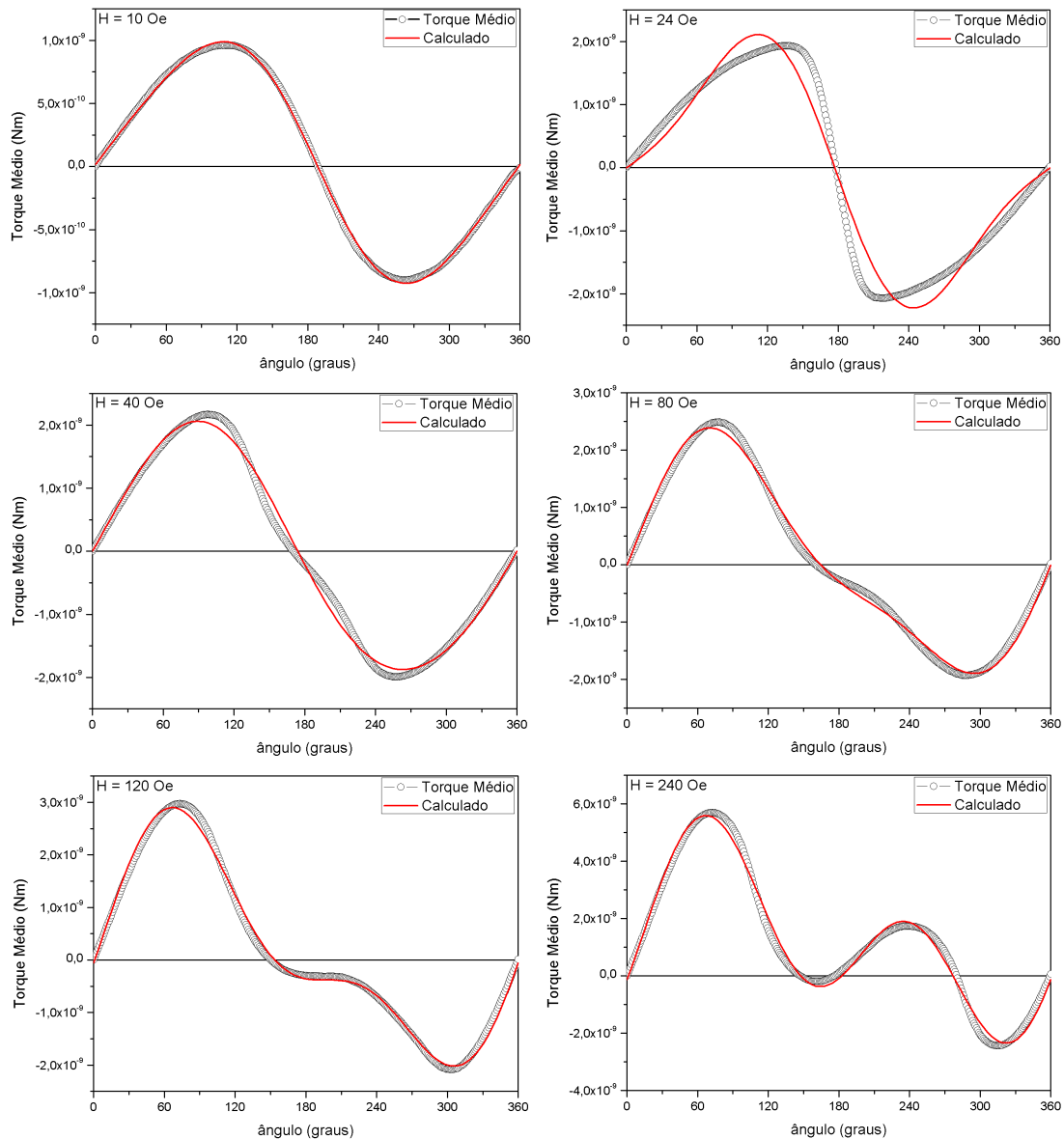


Figura 7.32 – Ajustes realizados sobre as medidas de torque médio da amostra 1637A, utilizando a expressão de torque com dois termos harmônicos.

considerar a contribuição de outros termos para se obter um bom ajuste.

A figura 7.33 (a) apresenta a fase das componentes ( $K_\theta$  e  $K_{2\theta}$ ), enquanto a figura 7.33 (b) mostra a mudança que ocorre quando a fase é desconsiderada nos ajustes.

Na figura 7.33 (a), para um bom ajuste aos dados das curvas de torque foi necessário considerar uma diferença de fase entre os termos harmônicos da ordem de  $25^\circ$ . Na figura 7.33 (b) pode ser visto que a fase desempenha um papel fundamental nos ajustes, de modo que a partir das medidas de torque podemos sugerir que existe um desalinhamento entre os eixos de anisotropia. No entanto uma investigação mais detalhada é necessária para esclarecer a origem deste desalinhamento.

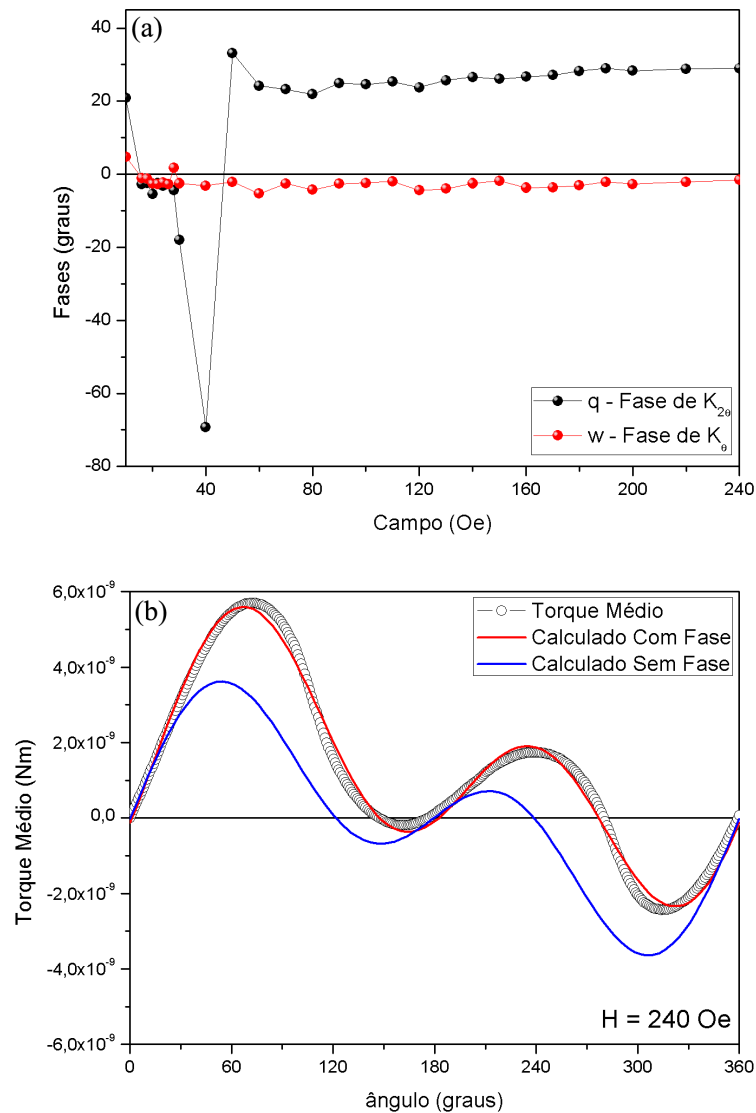


Figura 7.33 – Em (a) são apresentadas as fases das componentes ( $K_{2\theta}$  e  $K_{\theta}$ ) e em (b) a mudança que ocorre quando a diferença de fase é desconsiderada nos ajustes.

A figura 7.34 apresenta a evolução da energia e da HR para as amostras de bicamadas.

Percebe-se das curvas que essas quantidades apresentam um comportamento diferente das multicamadas, acima de  $H_{EB}$ . Podemos ver um crescimento linear da energia com o campo magnético aplicado até  $H_{EB}$ , onde o pico representa a energia máxima necessária para vencer o acoplamento de troca interfacial. Esse comportamento linear reflete a estabilidade do sistema, visto que o torque sobre a amostra é proporcional à  $H$  nessa região. Após o pico, a energia do sistema diminui um pouco. Nessa região de campo os momentos magnéticos começam a girar junto com o campo aplicado. Considerando que somente o acoplamento de troca interfacial contribui para a energia do sistema, se esperava que a energia permanecesse constante acima de

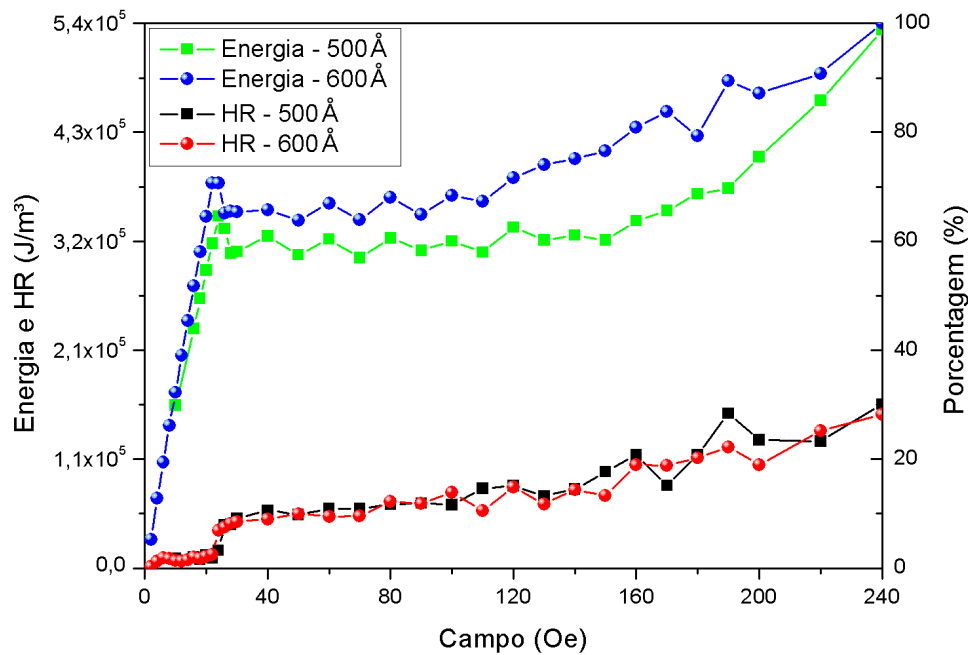


Figura 7.34 – Evolução da energia e da HR com o campo magnético externo aplicado para as amostras de bicamadas 1637A (500 Å) e 1637B (600 Å).

$H_S$ , no entanto, ela cresce à medida que o campo aplicado aumenta.

As perdas de energia por HR são pequenas abaixo de  $H_{EB}$ , visto que os momentos magnéticos não acompanham o campo magnético. Em  $H_{EB}$  as perdas por HR aumentam rapidamente, devido às mudanças descontínuas na magnetização da camada FM. Após esse aumento, se esperava que HR permanecesse constante, assim como na figura 5.8, no entanto, HR aumenta conforme o campo magnético aumenta. Possivelmente este comportamento está associado à configuração de *spins* interfaciais, sugerindo que existe outra contribuição para a energia do sistema. Na figura 7.34, a amostra 1637B (600 Å) apresentou uma maior energia associada ao torque em comparação a amostra 1637A (500 Å). Já a amostra 1637C (700 Å) foi uma exceção, apresentando um comportamento distinto tanto na energia quanto na HR, figura 7.35.

Pode-se ver na figura 7.35 que a energia associada ao torque é menor quando comparada as amostras de bicamadas da figura 7.34, enquanto as perdas de energia por HR são maiores para a amostra 1637C (700 Å). Essa redução na energia pode estar associada ao aumento dos grãos AFM instáveis na interface FM/AFM. Do mesmo modo que, a perda de energia por histerese rotacional associada aos grãos AFM instáveis, acima de  $H_S$ , possivelmente acarretaram no aumento do campo coercivo observado nas curvas de magnetização da amostra 1637C (700 Å) [5, 7].



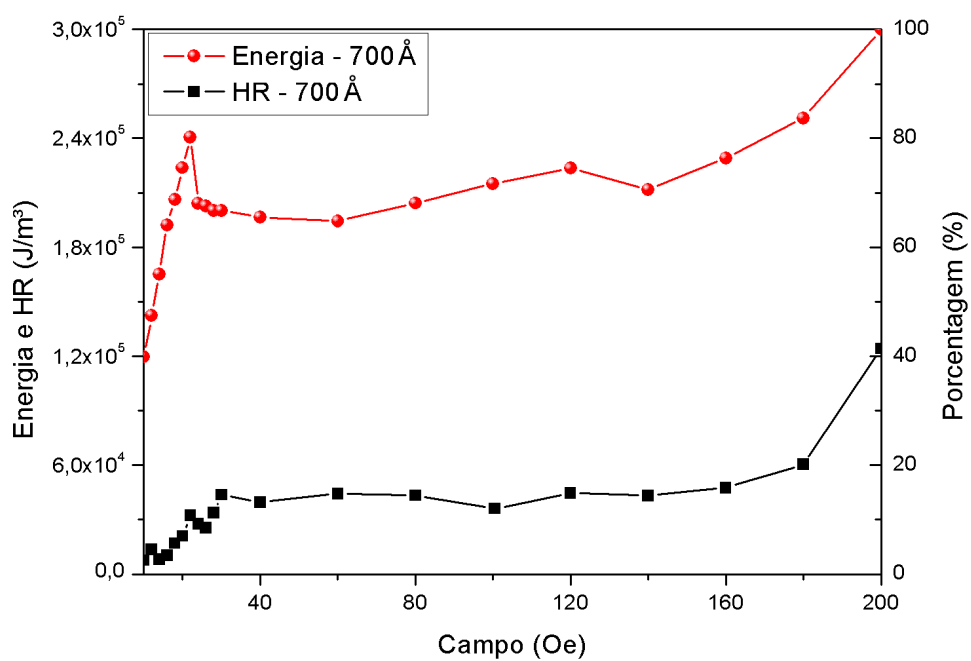


Figura 7.35 – Evolução da energia e da HR com o campo magnético externo aplicado para a amostra de bicamada 1637C (700 Å).



## 8 CONCLUSÃO E PERSPECTIVAS

Nesse trabalho foi apresentado um estudo do comportamento magnético de amostras de bicamadas (NiFe/FeMn) e multicamadas (NiFe/IrMn) que apresentam o fenômeno de *Exchange Bias*. As amostras foram produzidas via *magnetron sputtering* e caracterizadas estrutural, magnética e eletricamente (transporte eletrônico).

Nas medidas de difratometria de raios-X se observa um crescimento preferencial dos picos do NiFe, FeMn e IrMn na direção (111). Esta orientação prevalece na medida em que variamos a espessura da camada FM nas bicamadas e empilhamos as tricamadas (NiFe/IrMn/Ta) para formar as multicamadas. A intensidade dos picos do NiFe e do IrMn aumentam conforme aumenta a espessura das amostras. Das medidas de refletividade de raios-X e usando a lei de *Bragg* obtivemos a espessura das amostras de bicamadas e multicamadas, apresentando valores próximos dos valores nominais. Calculamos o tamanho médio de grão a partir da equação de *Scherrer*. Nas amostras de bicamadas, o tamanho médio de grão do NiFe aumenta a medida que aumenta a espessura da camada FM. Nas amostras de multicamadas, ambos os materiais FM e AFM apresentam uma pequena redução no tamanho médio de grão, sugerindo uma redução na rugosidade à medida em que as camadas são empilhadas.

Medidas de magnetização e magnetorresistência anisotrópica ( $R \times \theta_H$  e  $R \times H$ ) foram realizadas e comparadas com os ajustes feitos através de um modelo fenomenológico para EB. O modelo se mostrou adequado para a obtenção dos parâmetros relacionados às amostras, apresentando bons resultados quando aplicado à diferentes procedimentos, mesmo para valores de campos próximos à  $H_{EB}$ .

Nas medidas de magnetização, as bicamadas apresentaram uma anisotropia uniaxial melhor definida, formato mais quadrado da curva, evidenciado por  $H_K \sim H_C$ . As multicamadas apresentaram um arredondamento da curva próximo à saturação, sendo uma indicativa de dispersão na anisotropia, no entanto  $H_K$  se manteve praticamente constante nas diferentes amostras de onde se pode concluir que não houve um aumento na dispersão da anisotropia com o aumento da repetição das tricamadas.

Observamos nas bicamadas que  $H_{EB}$  diminui à medida que a espessura do NiFe aumenta, enquanto nas multicamadas este aumenta conforme as tricamadas são empilhadas, evidenciando que tanto a espessura do material FM quanto as repetições nas multicamadas influenciam fortemente no acoplamento de troca interfacial. O material FM de ambos os conjuntos

é magneticamente macio, independente da espessura das camadas. Se observa que o  $H_C$  das bicamadas diminui com o aumento da espessura da camada FM, no entanto a amostra 1637C é exceção. Provavelmente este valor de  $H_C$  está relacionado a uma maior contribuição dos grãos AFM instáveis, visto que as curvas de torque dessa amostra também apresentam um HR maior.

As medidas de AMR para campos magnéticos aplicados menores do que  $H_{EB}$  apresentaram uma assimetria nas curvas. A partir do modelo conseguimos observar que esta assimetria pode ser devido a um desalinhamento entre os eixos de anisotropia (uniaxial e unidirecional) ou ainda devido a um desalinhamento entre a direção da corrente de medida e o eixo fácil das amostras. Somente pelas nossas medidas de AMR não podemos afirmar qual destes desalinhamentos é responsável por tal assimetria, pois nem sempre as amostras são cortadas de forma simétrica ou os contatos utilizados não estão colados tal que a corrente flua exatamente na direção do eixo fácil.

Observamos que os valores de  $\Delta R$  obtidos a partir das medidas de  $R \times H$  quando comparados com as medidas de  $R \times \theta_H$  apresentaram uma discrepância, acreditamos que seja devido a diferença nos valores de corrente elétrica utilizados. A resistividade das amostras de bicamadas se manteve constante,  $\rho \approx 0,6 \text{ m}\Omega\cdot\text{m}$ , enquanto nas multicamadas a resistividade aumentou com o número de repetições das tricamadas. Podemos concluir que nas multicamadas as interfaces atuam como centro espalhadores adicionais contribuindo para o aumento da resistividade final do sistema.

O magnetômetro de torque utilizado se mostrou viável para realização das medidas apresentando uma sensibilidade de  $10^{-10} \text{ Nm}$  e uma detecção da variação angular mínima de  $\sim 2 \times 10^{-4}$  graus. Em função da boa sensibilidade apresentada pelo torquímetro foi possível avaliar a evolução das componentes  $K_\theta$ ,  $K_{2\theta}$  e de HR. Verificou-se que para um bom ajuste aos dados das curvas de torque foi necessário considerar uma diferença de fase da ordem de  $25^\circ$  entre os termos harmônicos. Podemos sugerir que existe um desalinhamento entre os eixos de anisotropia em ambos os conjuntos de amostras, no entanto uma investigação mais detalhada é necessária para esclarecer a origem deste futuramente.

As multicamadas apresentaram um comportamento do torque tipo  $\sin \theta$ , devido a predominância de uma anisotropia unidirecional, enquanto as bicamadas apresentaram um comportamento do tipo  $\sin \theta$  para campos menores que  $H_{EB}$  e tipo  $\sin 2\theta$  para campos maiores que  $H_S$ . A magnitude do torque máximo nas bicamadas aumentou com o campo magnético, mesmo acima de  $H_{EB}$ , sugerindo que outro termo está contribuindo para o aumento da magnitude do

torque.

Foi visto nas multicamadas que quanto maior a energia associada ao torque médio maiores são as perdas de energia por HR. Nas bicamadas, as perdas de energia por HR aumentam mesmo acima de  $H_S$ , este comportamento deve estar associado à configuração de *spins* interfaciais, sugerindo que existe outra contribuição para a energia do sistema. A amostra 1637C (700 Å) é uma exceção, apresentou a menor energia associada ao torque médio, enquanto as perdas de energia por HR foram maiores. Concluímos que essa redução na energia pode estar associada ao aumento de grãos AFM instáveis na interface FM/AFM e que estes acarretaram em um aumento no  $H_C$ , dando origem a HR, mesmo para campos magnéticos acima de  $H_S$ .

Em resumo, este trabalho me possibilitou entender as técnicas de AMR e magnetometria de torque, as quais serão importantes em novas aplicações com filmes finos que apresentem o fenômeno de EB, bem como, entender o comportamento da magnetização e da histerese rotacional sob diferentes aspectos. Outros estudos podem ser realizados através de medidas de ressonância ferromagnética (FMR) em conjunto com a magnetometria de torque no intuito de analisar a existência e origem dos desalinhamentos observados nesse trabalho.

## 8.1 Sugestão de Trabalho Futuro

Com o objetivo de seguir os estudos sobre perdas de energia por histerese rotacional em sistemas com *Exchange Bias*, pretende-se produzir amostras variando tanto a espessura da camada FM quanto da AFM via *magnetron sputtering*. Pretende-se considerar a influência das impurezas na câmara de produção das mesmas. Essas impurezas alteram o tamanho de grão AFM e conseqüentemente, alteram a microestrutura das amostras, alterando com isto a histerese rotacional. Conhecer o papel de cada um desses parâmetros é fundamental para ser uma maior clareza de como estes influenciam nas perdas por histerese rotacional.

Essa perda de energia por histerese rotacional acaba gerando complicações de ordem tecnológica e científica, pelo fato que resulta em um gasto energético adicional quando revertemos a magnetização de um material FM, em uma medida no sentido horário e anti-horário, a qual não é explicada satisfatoriamente por nenhum modelo físico atualmente, o que se tem são apenas aproximações e possíveis hipóteses sobre a mesma.

A HR apresenta efeitos diretos e indiretos em medidas de Torque, AMR e FMR, de modo que os modelos atuais atribuem estes efeitos aos grãos instáveis do material AFM, os quais contribuem para um aumento do campo coercivo. Sendo que do ponto de vista tecnológico,

a aplicação de sistemas com baixo campo coercivo se torna interessante, uma vez que pode-se facilmente magnetizar e desmagnetizar a amostra, no entanto a presença de tal histerese rotacional acaba afetando esse processo quando trabalhado em microescala, já que esta afeta a direção da magnetização da camada FM por processos irreversíveis.

Investigar este fenômeno é fundamental para se termos uma maior clareza sobre o comportamento das constantes de anisotropia associadas ao sistema FM/AFM que apresentam EB. Em geral o comportamento destas é de difícil generalização, visto que apresentam comportamentos distintos para diferentes sistemas com EB, sob a presença de um campo magnético externo, como visto nesse trabalho.

## REFERÊNCIAS

- [1] MEIKLEJOHN, W. H.; BEAN, C. P. New magnetic anisotropy. **Physical Review**, v. 102, n. 5, p. 1413-1414, 1956.
- [2] MEIKLEJOHN, W. H.; BEAN, C. P. New magnetic anisotropy. **Physical Review**, v. 105, n. 3, p. 904-913, 1957.
- [3] NOGUÉS, J.; SCHULLER, I. Exchange bias. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 192, p. 203-232, 1999.
- [4] OGRADY, K.; FERNANDEZ-OUTON, L.; VALLEJO-FERNANDEZ, G. A new paradigm for exchange bias in polycrystalline thin films. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 322, p. 883, 2010.
- [5] FUJIWARA, H.; HOU, C.; SUN, M.; CHO, H. S.; NISHIOKA, K. Effect of exchange coupling of polycrystalline antiferromagnetic layers on the magnetization behavior of soft magnetic layers. **Magnetics, IEEE Transactions On**, v. 35, n. 5, p. 3082-3087, 1999.
- [6] RIGUE, J. N. **Estudo da anisotropia unidirecional e da histerese rotacional em sistemas com exchange bias**. PhD Thesis, Programa de PG em Física, UFSM, 2014.
- [7] RIGUE, J. N.; BECK, F.; DE ANDRADE, A. M. H.; KERN, P. R.; SIQUEIRA, J. V.; CARARA, M. Exchange Bias in Bilayer and Multilayer NiFe/IrMn. **Magnetics Letters, IEEE**, v. 6, p. 1-4, 2015.
- [8] EISBERG, R.; RESNICK, R. **Quantum physics of atoms, molecules, solids, nuclei, and particles**. 2. ed. Wiley: New York, 1974.
- [9] EISBERG, R.; RESNICK, R. **Física Quântica**. 2. ed. Elsevier, 1979.
- [10] CULLITY, B. D.; GRAHAM, C. D. **Introduction to Magnetic Materials**. 2. ed. Wiley, 2009.
- [11] BLUNDELL, S. **Magnetism in Condensed Matter**. Oxford, New York, 2001.
- [12] COEY, J. M. D. **Magnetism and Magnetic Materials**. 2. ed. Cambridge University Press, 2009.
- [13] KITTEL, C. **Introduction to Solid State Physics**. 8. ed. Wiley, 2005.
- [14] SHULL, C. G.; SMART, J. S. Detection of Antiferromagnetism by Neutron Diffraction. **Physical Review**, v. 76, p. 1256, 1949.
- [15] GETZLAFF, M. **Fundamentals of Magnetism**. Berlim: Springer-Verlag, 2008.
- [16] REZENDE, S. M. **Materiais e Dispositivos Eletrônicos**. 2. ed. São Paulo: Livraria da Física, 2004.
- [17] PUREUR, P. **Correlações Eletrônicas em Sólidos: Magnetismo e Supercondutividade**. Porto Alegre: Instituto de Física - UFRGS, 2007.

- [18] BECK, F. **Dinâmica de paredes de domínio em microfios amorfos recobertos por vidro.** Master's Thesis, Programa de PG em Física, UFSM, 2010.
- [19] BUSCHOW, K.H.J.; BOER, F. R. **Physics of Magnetism and Magnetic Materials.** Kluwer Academic, New York, 2004.
- [20] GUIMARAES, A. P. **Magnetism and Magnetic Resonance in Solids.** John Wiley and Sons, New York, 1998.
- [21] JILES, D. C. Recent advances and future directions in magnetic materials. **Acta Materialia**, v. 51, p. 5907–5939, 2003.
- [22] EDER, T. **Anisotropias Magnéticas.** Disponível em: <[http://www.iag.usp.br/~eder/anisotropias\\_magneticas.pdf](http://www.iag.usp.br/~eder/anisotropias_magneticas.pdf)>. Acesso em: 15 outubro 2015.
- [23] DUNLOP, D. J.; OZDEMIR, O. **Rock Magnetism: Fundamentals and Frontiers.** Cambridge University Press, 1997.
- [24] GÜNDEL, A. **Estudo das propriedades magnéticas e estruturais de filmes ultrafinos de Fe, Co e Ni/Au(111) produzidos por eletrodeposição.** PhD Thesis, Programa de PG em Física, UFRGS, 2002.
- [25] JOHNSON, M. T.; BLOEMEN, P. J. H.; BROEDER, F. J. A.; VRIES, J. J. Magnetic anisotropy in metallic multilayers. **Reports on Progress in Physics**, v. 59, n. 11, p. 1409–1458, 1996.
- [26] BERTOTTI, G. **Hysteresis in Magnetism For Physicists, Materials Scientists and Engineers.** San Diego: Academic Press, 1998.
- [27] CHIKAZUMI, S. **Physics of Ferromagnetism.** 2. ed. Oxford University Press, New York, 1997.
- [28] HUBERT, A., SCHAFER, R. **Magnetic Domains The Analysis of Magnetic Microstructures.** Springer Berlin, 1998.
- [29] MILLS, D.L.; BLAND, J.A.C. **Nanomagnetism: Ultrathin Films, Multilayers and Nanostructures (Contemporary concepts of condensed matter science).** Elsevier, 2006.
- [30] O'HANDLEY, R. C. **Modern Magnetic Materials Principles and Applications.** New York: Wiley, 2000.
- [31] RIGUE, J. N. **Anisotropias magnéticas em filmes finos de Co: Uma análise por magnetometria de torque.** Master's Thesis, Programa de PG em Física UFSM, 2010.
- [32] KRONMULLER, H.; PARKIN, S. **Handbook of Magnetism and Advanced Magnetic Materials.** Wiley, 2007.
- [33] BERKOWITZ, A. E.; TAKANO, K. Exchange anisotropy — a review. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 200, p. 552-570, 1999.
- [34] MEIKLEJOHN, W. H. Exchange anisotropy – a review. **Journal of Applied Physics**, v. 33, n. 3, p. 1328, 1962.



- [35] NOGUÉS, J., SORT, J., LANGLAIS, V.; SKUMRYEV, V.; SURINACH, S.; MUNOZ, J. S.; BARO, M. D. Exchange bias in nanostructures. **Physics Reports**, v. 422, p. 65-117, 2005.
- [36] RADU, F.; ZABEL, H. Exchange bias effect of ferro-antiferromagnetic heterostructures. **Springer Berlin Heidelberg**, v. 10, p. 97-184, 2008.
- [37] RADU, F. **Fundamental Aspects of Exchange Bias Effect in AF/F Bilayers and Multilayers**. PhD Thesis, 2005.
- [38] DIJKEN, S. V.; MORIT, J.; COEY, J. M. D. IrMn as exchange-biasing material in systems with perpendicular magnetic anisotropy. **Journal of Applied Physics**, v. 97, p. 10K1141-10K1143, 2005.
- [39] LEDERMAN, D.; RAMOS, C. A.; JACCARIANO, V.; CARDY, J. L. Finite-size scaling in  $\text{FeF}_2/\text{ZnF}_2$  superlattices. **Physical Review B**, v. 48, n. 11, p. 8365, 1993.
- [40] ALLEGRANZA, O.; CHEN, M. Effect of substrate and antiferromagnetic film's thickness on exchange-bias field. **Journal of Applied Physics**, v. 73, p. 6218, 1993.
- [41] TSUCHIYA, Y.; KOSUGE, K.; YAMAGUCHI, S.; NAKAYAMA, N. Exchange Anisotropy of  $\text{CrN}_x/\text{FeN}_y/\text{CrN}_x$  Trilayer Thin Films Prepared by Reactive Sputtering. **Materials Transactions, JIM**, v. 38, p. 91-98, 1997.
- [42] TSUNODA, M.; TSUCHIYA, Y.; KONOTO, M.; TAKAHASHI, M. Microstructure of antiferromagnetic layer affecting on magnetic exchange coupling in trilayered Ni-Fe/25 at% Ni-Mn/Ni-Fe films. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 171, p. 29-44, 1997.
- [43] JUNGBLUT, R.; COEHOORN, R.; JOHNSON, M. T.; AAN DE STEGGE, J.; REINDERS, A. Orientational dependence of the exchange biasing in molecular-beam-epitaxy-grown  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}/\text{Fe}_{50}\text{Mn}_{50}$  bilayers. **Journal of Applied Physics**, v. 75, p. 6659, 1994.
- [44] GUO, S.; LIU, W.; LIU, X. H.; GONG, W. J.; FENG, J. N.; ZHANG; Z. D. Influence of ferromagnetic layer on the exchange coupling of antiferromagnetic NiO-based films. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 324, p. 3933-3936, 2012.
- [45] PARKIN, S. S. P.; SPERIOSU, V. S. Exchange Anisotropy in NiFe/FeMn Multilayered Structures: Evidence for Finite-Size Scaling in Ultra-Thin Antiferromagnetic Layers. **Springer Proceedings in Physics**, v. 50, p. 110-120, 1990.
- [46] SEUA, K. A.; HUANG, H.; LESOINE, J. F.; SHOWMAN, H. D.; EGELHOFF Jr, W. F.; GAN, L.; REILLYB, A. C. Co layer thickness dependence of exchange biasing for IrMn/Co and FeMn/Co. **Journal of Applied Physics**, v. 93, n. 10, p. 6611-6613, 2003.
- [47] ZHANG, S.; DIMITROV, D. V.; HADJIPANAYIS, G. C.; CAI, J. W.; CHIEN, C. L. Coercivity induced by random field at ferromagnetic and antiferromagnetic interfaces. **Journal of magnetism and magnetic materials**, v. 198, p. 468-470, 1999.
- [48] MAURI, D.; KAY, E.; SCHOLL, D.; HOWARD, J. K. Novel method for determining the anisotropy constant of MnFe in a NiFe/MnFe sandwich. **Journal of Applied Physics**, v. 62, n. 7, p. 2929-2932, 1987.

- [49] MALOZEMOFF, A. P. Heisenberg-to-Ising crossover in a random-field model with uniaxial anisotropy. **Physical Review B**, v. 37, p. 7673, 1988.
- [50] VAN DER ZAAG, P. J.; WOLF, R. M.; BALL, A. R.; BORDEL, C.; FEINER, L. F.; JUNGBLUT, R. A study of the magnitude of exchange biasing in [111] Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>/CoO bilayers. **Journal of magnetism and magnetic materials**, v. 148, p. 346–348, 1995.
- [51] ALI, M.; MARROWS, C. H.; AL-JAWAD, M.; HICKEY, B. J.; MISRA, A.; NOWAK, U.; USADEL, K. D. Antiferromagnetic layer thickness dependence of the IrMn/Co exchange-bias system. **Physical Review B**, v. 68, n. 21, p. 2144201-2144207, 2003.
- [52] XI, H.; WHITE, R. M. Antiferromagnetic thickness dependence of exchange biasing. **Physical Review B**, v. 61, p. 80, 2000.
- [53] HSU, J.; SUN, A.; SHARMA, P. Lateral grain size effect on exchange bias in polycrystalline NiFe/FeMn bilayer films. **Thin Solid Films**, v. 542, p. 87-90, 2013.
- [54] FLEISCHMANN, C.; ALMEIDA, F.; DEMETER, J.; PAREDIS, K.; TEICHERT, A.; STEITZ, R.; BREMS, S.; OPPERDOES, B.; VAN HAESSENDONCK, C.; Vantomme, A. The influence of interface roughness on the magnetic properties of exchange biased CoO/Fe thin films. **Journal of Applied Physics**, v. 107, n. 11, p. 113907, 2010.
- [55] HAN, -H.; ZHU, -G.; JUDY, J. H.; SIVERTSEN, J. M. Texture and surface/interface topological effects on the exchange and coercive fields of NiFe/NiO bilayers. **Journal of Applied Physics**, v. 81, n. 1, p. 340-343, 1997.
- [56] KIM, J. V.; STAMPS, R. L.; MCGRATH, B. V.; CAMLEY, R. E. Angular dependence and interfacial roughness in exchange-biased ferromagnetic/antiferromagnetic bilayers. **Physical Review B**, v. 61, n. 13, p. 8888, 2000.
- [57] MALOZEMOFF, A. P. Random-field model of exchange anisotropy at rough ferromagnetic-antiferromagnetic interfaces. **Physical Review B**, v. 35, n. 7, p. 3679, 1987.
- [58] PARK, -M.; MIN, -I.; SHIN, K. H. Effects of surface topology and texture on exchange anisotropy in NiFe/Cu/NiFe/FeMn spin valves. **Journal of Applied Physics**, v. 79, n. 8, p. 6228-6230, 1996.
- [59] SCHULTHESS, T. C.; BUTLER, W. H. Coupling mechanisms in exchange biased films. **Journal of Applied Physics**, v. 85, n. 8, p. 5510-5515, 1999.
- [60] LAI, -H.; ANTHONY, T. C.; IWAMURA, E.; WHITE, R. L. The effect of microstructure and interface conditions on the anisotropic exchange fields of NiO/NiFe. **Magnetics, IEEE Transactions on**, v. 32, n. 5, p. 3419-3421, 1996.
- [61] CASTRO, I. L.; NASCIMENTO, V. P.; PASSAMANI, E. C.; TAKEUCHI, A. Y.; LARICA, C.; TAFUR, M.; PELEGRINI, F. The role of the (111) texture on the exchange bias and interlayer coupling effects observed in sputtered NiFe/IrMn/Co trilayers. **Journal of Applied Physics**, v. 113, n. 20, p. 203903, 2013.
- [62] GESHEV, J.; DIAS, T.; NICOLODI, S.; CICHELERO, R.; HARRES, A.; ACUNA, J. J. S.; PEREIRA, L. G.; SCHMIDT, J. E.; DERANLOT, C.; PETROFF, F. Role of the uncompensated interface spins in polycrystalline exchange-biased systems. **Journal of Physics D: Applied Physics**, v. 44, n. 9, p. 095002, 2011.

- [63] MALINOWSKI, G.; HEHN, M.; ROBERT, S.; LENOBLE, O.; SCHUHL, A.; PANIS-SOD, P. Magnetic origin of enhanced top exchange biasing in Py/IrMn/Py multilayers. **Physical Review B**, v. 68, n. 18, p. 184404, 2003.
- [64] ALEY, N. P.; FERNANDEZ, G. V.; KROEGER, R.; LAFFERTY, B.; AGNEW, J.; LU, Y.; OGRADY, K. Texture effects in IrMn/CoFe exchange bias systems. **Magnetics, IEEE Transactions On**, v. 44, n. 11, p. 2820-2823, 2008.
- [65] CHEN, Y. T. The Effect of Interface Texture on Exchange Biasing in  $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}/\text{Ir}_{20}\text{Mn}_{80}$  System. **Nanoscale Research Letters**, v. 4, n. 1, p. 90-93, 2009.
- [66] ENGLER, O.; RANDLE, V. **Introduction to Texture Analysis: Macrotexture, Microtexture, and Orientation Mapping, Second Edition**. 2. ed. CRC Press, 2009.
- [67] ANDERSON, G.; HUAI, Y.; MILOSLAWSKY, L. CoFe/IrMn exchange biased top, bottom, and dual spin valves. **Journal of Applied Physics**, v. 87, p. 6989-6991, 2000.
- [68] DRIEL, J. V.; DE BOER, F. R.; LENSSEN, K-M. H.; COEHOORN, R. Exchange biasing by  $\text{Ir}_{19}\text{Mn}_{81}$ : Dependence on temperature, microstructure and antiferromagnetic layer thickness. **Journal of Applied Physics**, v. 88, p. 975-982, 2000.
- [69] OKSUZOGLU, R. M.; YILDIRIM, M.; CMAR, H.; HILDEBRANDT, E.; ALFF, L. Effect of Ta buffer and NiFe seed layers on pulsed-DC magnetron sputtered  $\text{Ir}_{20}\text{Mn}_{80}/\text{Co}_{90}\text{Fe}_{10}$  exchange bias. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 323, n. 13, p. 1827-1834, 2011.
- [70] PAKALA, M.; HUAI, Y.; ANDERSON, G.; MILOSLAVSKY, L. Effect of underlayer roughness, grain size, and crystal texture on exchange coupled IrMn/CoFe thin films. **Journal of Applied Physics**, v. 87, n. 9, p. 6653-6655, 2000.
- [71] TONG, H. C.; QIAN, C.; MILOSLAVSKY, L.; FUNADA, S.; SHI, X.; LIU, F.; DEY, S. Studies on antiferromagnetic/ferromagnetic interfaces. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 209, n. 1, p. 56-60, 2000.
- [72] FERNANDEZ, G. V.; VOPSAROIU, M.; MANZOOR, S.; OGRADY, K. Exchange bias control in CoFe/IrMn via grain size control. **Magnetics Conference, 2005. INTERMAG Asia 2005. Digests of the IEEE International**, p. 2031-2032, 2005.
- [73] TSUNODA, M.; KONOTO, M.; UNEYAMA, K.; TAKAHASHI, M. Effect of surface cleaning of substrate on the exchange coupling field in Ni-Fe/25at% Ni-Mn films. **Magnetics, IEEE Transactions On**, v. 33, n. 5, p. 3688-3690, 1997.
- [74] ENDO, H.; HIROHATA, A.; SAGAR, J.; FLEET, L. R.; NAKAYAMA, T.; O'GRADY, K. Effect of grain size on exchange-biased Heusler alloys. **Journal of Physics. D, Applied Physics**, v. 44, n. 34, 2011.
- [75] UYAMA, H.; OTANI, Y.; FUKAMICHI, K.; KITAKAMI, O.; SHIMADA, Y.; ECHI-GOYA, J-I. Effect of antiferromagnetic grain size on exchange-coupling field of  $\text{Cr}_{70}\text{A}_{130}/\text{Fe}_{19}\text{Ni}_{81}$  bilayers. **Applied Physics Letters**, v. 71, n. 9, p. 1258-1260, 1997.
- [76] VALLEJO-FERNANDEZ, G.; DIMOPOULOS, T.; RUEHRIG, M.; OGRADY, K. Annealing effect on thermal stability and microstructure in IrMn/Co60Fe20B20 bilayers. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 310, n. 2, p. e786-e788, 2007.

- [77] PACCARD, D.; SCHLENKER, C.; MASSENET, O.; MONTMORY, R.; YELON, A. A New Property of Ferromagnetic-Antiferromagnetic Coupling. **Physica Status Solidi (b)**, v. 16, n. 1, p. 301-311, 1966.
- [78] BREMS, S.; TEMST, K.; VAN HAESSENDONCK, C. Origin of the training effect and asymmetry of the magnetization in polycrystalline exchange bias systems. **Physical Review Letters**, v. 99, n. 6, p. 067201, 2007.
- [79] FUJIWARA, H.; ZHANG, K.; KAI, T.; ZHAO, T. Effect of direct exchange coupling between antiferromagnetic grains on magnetic behavior of ferro/antiferromagnetic exchange coupled polycrystalline layer systems. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 235, n. 1, p. 319-328, 2001.
- [80] HARRES, A.; GESHEV, J. Athermal training due to exchange and dipolar coupling within a granular model for exchange bias. **Journal of Physics: Condensed Matter**, v. 23, n. 21, p. 216003, 2011.
- [81] HOFFMANN, A. Symmetry driven irreversibilities at ferromagnetic-antiferromagnetic interfaces. **Physical Review Letters**, v. 93, n. 9, p. 097203, 2004.
- [82] PINA, E.; PRADOS, C.; HERNANDO, A. Large training effects in magnetic relaxation and anisotropic magnetoresistance in nanocrystalline exchange-biased Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>/Co-O bilayers. **Physical Review B**, v. 69, n. 5, p. 052402, 2004.
- [83] ZHANG, K.; ZHAO, T.; FUJIWARA, H. Training effect in ferro (f)/antiferromagnetic (af) exchange coupled systems: Dependence on af thickness. **Journal of Applied Physics**, v. 91, n. 10, p. 6902-6904, 2002.
- [84] MALOZEMOFF, A. P. Mechanisms of exchange anisotropy. **Journal of Applied Physics**, v. 63, n. 8, p. 3874-3879, 1988.
- [85] SCHLENKER, C. Couplage ferro-antiferromagnétique et traînage magnétique dans des couches minces multiples Co-CoO et Ni-NiO Par. **Physica Status Solidi (b)**, v. 28, n. 2, p. 507-517, 1968.
- [86] BITERNAS, A. G.; NOWAK, U.; CHANTRELL, R. W. Training effect of exchange-bias bilayers within the domain state model. **Physical Review B**, v. 80, n. 13, p. 134419, 2009.
- [87] FERNANDEZ-OUTON, L. E.; VALLEJO-FERNANDEZ, G.; MANZOOR, S.; OGRADY, K. Thermal instabilities in exchange biased materials. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 303, n. 2, p. 296-301, 2006.
- [88] KOON, N. C. Calculations of exchange bias in thin films with ferromagnetic/antiferromagnetic interfaces. **Physical Review Letters**, v. 78, n. 25, p. 4865, 1997.
- [89] KOUVEL, J. A ferromagnetic-antiferromagnetic model for copper-manganese and related alloys. **Journal of Physics and Chemistry of Solids**, v. 24, p. 795-822, 1963.
- [90] MARCH, N. H.; LAMBIN, P.; HERMAN, F. Cooperative magnetic properties in single- and two-phase 3d metallic alloys relevant to exchange and magnetocrystalline anisotropy. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 44, n. 1-2, p. 1-19, 1984.

- [91] BERKOWITZ, A. E.; GREINER, J. H. Exchange Anisotropy and Strain Interactions in the Ni-NiO System. **Journal of Applied Physics**, v. 36, n. 10, p. 3330-3341, 1965.
- [92] MORAN, T. J.; GALLEGRO, J. M.; SCHULLER, I. K. Increased exchange anisotropy due to disorder at permalloy/CoO interfaces. **Journal of Applied Physics**, v. 78, n. 3, p. 1887-1891, 1995.
- [93] NICOLODI, S.; NAGAMINE, L. C. C. M.; VIEGAS, A. D. C.; SCHMIDT, J. E.; PEREIRA, L. G.; DERANLOT, C.; PETROFF, F.; GESHEV, J. Copper spacer thickness dependence of the exchange bias in IrMn/Cu/Co ultrathin films. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 316, n. 2, p. e97-e100, 2007.
- [94] TAKAHASHI, M.; YANAI, A.; TAGUCHI, S.; SUZUKI, T. A study of exchange anisotropy in Co-CoO evaporated thin films. **Japanese Journal of Applied Physics**, v. 19, n. 6, p. 1093, 1980.
- [95] CAIN, W. C.; KRYDER, M. H. Investigation of the exchange mechanism in NiFe-TbCo bilayers. **Journal of Applied Physics**, v. 67, n. 9, p. 5722-5724, 1990.
- [96] KIWI, M. Exchange bias theory. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 234, n. 3, p. 584-595, 2001.
- [97] KIWI, M.; MEJIA-LOPEZ, J.; PORTUGAL, R. D.; RAMIREZ, R. Exchange-bias systems with compensated interfaces. **Applied Physics Letters**, v. 75, n. 25, p. 3995-3997, 1999.
- [98] SUESS, D.; KIRSCHNER, M.; SCHREFL, T.; FIDLER, J.; STAMPS, R. L.; KIM, J-V. Exchange bias of polycrystalline antiferromagnets with perfectly compensated interfaces. **Physical Review B. Condensed Matter and Materials Physics**, v. 67, n. 5, p. 054419-1, 2003.
- [99] MAURI, D.; SIEGMANN, H. C.; BAGUS, P. S.; KAY, E. Simple model for thin ferromagnetic films exchange coupled to an antiferromagnetic substrate. **Journal of Applied Physics**, v. 62, n. 7, p. 3047-3049, 1987.
- [100] STILES, M. D.; MCMICHAEL, R. D. Model for exchange bias in polycrystalline ferromagnet-antiferromagnet bilayers. **Physical Review B**, v. 59, p. 3722-3733, 1999.
- [101] MANNA, P. K.; YUSUF, S. M. Two interface effects: Exchange bias and magnetic proximity. **Physics Reports**, v. 535, n. 2, p. 61-99, 2014.
- [102] BERKOWITZ, A. E.; HONG, J-I.; MCCALL, S. K.; SHIPTON, E.; CHAN, K. T.; LEO, T.; SMITH, D. J. Refining the exchange anisotropy paradigm: Magnetic and microstructural heterogeneity at the Permalloy-CoO interface. **Physical Review B**, v. 81, n. 13, p. 134404, 2010.
- [103] STONER, E. C.; WOHLFARTH, E. P. Interpretation of high coercivity in ferromagnetic materials. **Nature**, v. 160, n. 650, p. 98-99, 1947.
- [104] STONER, E. C.; WOHLFARTH, E. P. A mechanism of magnetic hysteresis in heterogeneous alloys. **Philosophical Transactions of the Royal Society of London A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences**, v. 240, n. 826, p. 599-642, 1948.

- [105] JIANG, J. S.; FELCHER, G. P.; INOMATA, A.; GOYETTE, R.; NELSON, C.; BADER, S. D. Exchange-bias effect in Fe/Cr (211) double superlattice structures. **Physical Review B**, v. 61, n. 14, p. 9653, 2000.
- [106] NOGUÉS, J.; LEDERMAN, D.; MORAN, T. J.; SCHULLER, I. K.; RAO, K. V. Large exchange bias and its connection to interface structure in FeF<sub>2</sub>-Fe bilayers. **Applied Physics Letters**, v. 68, n. 22, p. 3186-3188, 1996.
- [107] NÉEL, L. **Annals of Physics - Paris**, v. 2, n. 61, 1967.
- [108] FULCOMER, E.; CHARAP, S. H. Temperature and frequency dependence of exchange anisotropy effects in oxidized NiFe films. **Journal of Applied Physics**, v. 43, n. 10, p. 4184-4190, 1972.
- [109] FULCOMER, E.; CHARAP, S. H. Thermal fluctuation aftereffect model for some systems with ferromagnetic-antiferromagnetic coupling. **Journal of Applied Physics**, v. 43, n. 10, p. 4190-4199, 1972.
- [110] GRIMSDITCH, M.; HOFFMANN, A.; VAVASSORI, P.; HONGTAO, SHI.; LEDERMAN, D. Exchange-induced anisotropies at ferromagnetic-antiferromagnetic interfaces above and below the Néel temperature. **revista**, v. 90, n. 25, p. 257201-1, 2003.
- [111] SCHULTHESS, T. C.; BUTLER, W. H. Consequences of spin-flop coupling in exchange biased films. **Physical Review Letters**, v. 81, n. 20, p. 4516, 1998.
- [112] STILES, M. D.; MCMICHAEL, R. D. Coercivity in exchange-bias bilayers. **Physical Review B**, v. 63, n. 6, p. 064405, 2001.
- [113] STAMPS, R. L. Mechanisms for exchange bias. **Journal of Physics D: Applied Physics**, v. 33, n. 23, p. R247, 2000.
- [114] NOWAK, U.; USADEL, K-D.; KELLER, J.; MILTENYI, P.; BESCHOTEN, B.; GUNTHERODT, G. Domain state model for exchange bias. I. Theory. **Physical Review B**, v. 66, n. 1, p. 014430, 2002.
- [115] KELLER, J.; MILTENYI, P.; BESCHOTEN, B.; GUNTHERODT, G.; NOWAK, U.; USADEL, K. Domain state model for exchange bias. II. Experiments. **Physical Review B**, v. 66, n. 1, p. 014431, 2002.
- [116] MILTENYI, P.; GIERLINGS, M.; KELLER, J.; BESCHOTEN, B.; GUNTHERODT, G.; NOWAK, U.; USADEL, K. D. Diluted antiferromagnets in exchange bias: proof of the domain state model. **Physical Review Letters**, v. 84, n. 18, p. 4224, 2000.
- [117] CHOO, D.; CHANTRELL, R. W.; LAMBERTON, R.; JOHNSTON, A.; OGRADY, K. A model of the magnetic properties of coupled ferromagnetic/antiferromagnetic bilayers. **Journal of Applied Physics**, v. 101, n. 9, p. 09E521, 2007.
- [118] HARRES, A.; GESHEV, J. A polycrystalline model for magnetic exchange bias. **Journal of Physics: Condensed Matter**, v. 24, n. 32, p. 326004, 2012.
- [119] SPALDIN, N. A. **Magnetic Materials: Fundamentals and Applications**. Cambridge University Press, New York, 2010.

- [120] KONDO, J. Anomalous Hall effect and magnetoresistance of ferromagnetic metals. **Progress of Theoretical Physics**, v. 27, n. 4, p. 772-792, 1962.
- [121] CATTANI, M.; SALVADORI, M. C.; BASSALO, J. M. F. Surface-Induced Electrical Resistivity Of Conducting Thin Films. **Surface Review and Letters**, v. 12, n. 02, p. 221-226, 2005.
- [122] DIENY, B.; LI, M.; LIAO, S. H.; HORNG, C.; JU, K. Effect of interfacial specular electron reflection on the anisotropic magnetoresistance of magnetic thin films. **Journal of Applied Physics**, v. 88, n. 7, p. 4140-4145, 2000.
- [123] FERT, A.; CAMPBELL, I. A. (editado por WOHLFARTH, E. P.) **Ferromagnetic Materials, Chapter 9: Transport Properties of Ferromagnets**. North-Holland: North-Holland Publishing Company, 1982.
- [124] SZAFRANSKA-MILLER, B.; PLUSA, D.; WYSLOCKI, J. J.; PFRANGER, R.; WYSLOCKI, B. Torque curves in the range of magnetic field in which rotational hysteresis energy occurs in Nd<sub>15</sub>Fe<sub>77</sub>B<sub>8</sub> permanent magnet. **Solid State Communications**, v. 61, n. 10, p. 649-652, 1987.
- [125] KIM, D. Y.; KIM, C. G.; KIM, C.; SHIBATA, M.; TSUNODA, M.; TAKAHASHI, M. Angular dependence of exchange bias and coercive field in CoFe/MnIr epitaxial bilayers. **Magnetics, IEEE Transactions On**, v. 41, n. 10, p. 2712-2714, 2005.
- [126] LIVESAY, B. R.; GRISMORE, F. L.; SCHEIBNER, E. J. Uniaxial Anisotropy and Rotational Hysteresis in Thin Gadolinium Films. **Journal of Applied Physics**, v. 38, n. 3, p. 1438-1439, 1967.
- [127] TANG, Y. J.; ZHOU, X.; CHEN, X.; LIANG, B. Q.; ZHAN, W. S. Exchange anisotropy of epitaxial Fe/MnPd bilayers. **Journal of Applied Physics**, v. 88, n. 4, p. 2054-2057, 2000.
- [128] ZHANG, K.; KAI, T.; ZHAO, T.; FUJIWARA, H.; HOU, C.; KIEF, M. T. Rotational hysteresis of torque curves in polycrystalline ferro/antiferromagnetic systems. **Journal of Applied Physics**, v. 89, n. 11, p. 7546-7548, 2001.
- [129] TSUNODA, M.; TAKAHASHI, M. Field independent rotational hysteresis loss on exchange coupled polycrystalline Ni-Fe/Mn-Ir bilayers. **Journal of Applied Physics**, v. 87, n. 9, p. 6415-6417, 2000.
- [130] TSUNODA, M.; TAKAHASHI, M. Exchange anisotropy of ferromagnetic/antiferromagnetic bilayers: intrinsic magnetic anisotropy of antiferromagnetic layer and single spin ensemble model. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 239, n. 1, p. 149-153, 2002.
- [131] TSUNODA, M.; TSUCHIYA, Y.; HASHIMOTO, T. TAKAHASHI, M. Magnetic anisotropy and rotational hysteresis loss in exchange coupled Ni-Fe/Mn-Ir films. **Journal of Applied Physics**, v. 87, n. 9, p. 4375-4388, 2000.
- [132] LAI, -H MATSUYAMA, H.; WHITE, R. L.; ANTHONY, T. C.; BUSH, G. G. Exploration of magnetization reversal and coercivity of epitaxial NiO {111}/NiFe films. **Journal of Applied Physics**, v. 79, n. 8, p. 6389-6391, 1996.

- [133] SOEYA, S.; HOSHIYA, H.; FUYAMA, M.; TADOKORO, S. Exchange coupling between ferromagnetic fcc Ni<sub>81</sub>Fe<sub>19</sub> and antiferromagnetic bcc CrMnPt films. **Journal of Applied Physics**, v. 80, n. 2, p. 1006-1011, 1996.
- [134] SOEYA, S.; NAKAMURA, S.; IMAGAWA, T. NARISHIGE, S. Rotational hysteresis loss study on exchange coupled Ni<sub>81</sub>Fe<sub>19</sub>/NiO films. **Journal of Applied Physics**, v. 77, n. 11, p. 5838-5842, 1995.
- [135] OKUYAMA, K.; SHIMATSU, T.; KUJI, S.; TAKAHASHI, M. Extremely clean sputtering process and microstructural properties of Ni-Fe films fabricated by this process. **IEEE Transactions on Magnetics**, v. 31, p. 3838-3840, 1995.
- [136] TSUNODA, M.; UNEYAMA, K.; SUZUKI, T.; YAGAMI, K. TAKAHASHI, M. Enhanced exchange anisotropy of Ni-Fe/Mn-Ni bilayers fabricated under the extremely clean sputtering process. **Journal of Applied Physics**, v. 85, n. 8, p. 4919-4921, 1999.
- [137] DARNELL, F. J. Exchange Anisotropy in Oxidized Iron-Cobalt Particles. **Journal of Applied Physics**, v. 32, n. 3, p. S186-S187, 1961.
- [138] GREINER, J. H.; CROLL, I. M.; SULICH, M. Ferromagnetic-Antiferromagnetic Interaction in Fe-FeS. **Journal of Applied Physics**, v. 31, n. 12, p. 2316-2317, 1960.
- [139] GREINER, J. H.; CROLL, I. M.; SULICH, M. Unidirectional properties in the iron-iron sulfide system. **Journal of Applied Physics**, v. 32, n. 3, p. S188-S189, 1961.
- [140] COLIS, S.; DINIA, A.; DECK, D.; SCHMERBER, G.; DA COSTA, V. Influence of the nature of the buffer on the coupling and the transport properties in Co/Ru/Co sandwiches. **Journal of Applied Physics**, v. 88, p. 1552-1558, 2000.
- [141] VAN DIJKEN, S.; BESNIER, M.; MORITZ, J.; COEY, J. M. D. IrMn as exchange-biasing material in systems with perpendicular magnetic anisotropy. **Journal of Applied Physics**, v. 97, n. 10, 2005.
- [142] OHRING, M. **The Materials Science of Thin Films**. San Diego: Academic Press, 1992.
- [143] CULLITY, B. D. **Elements of X-Ray Diffraction**. Addison-Wesley Publishing Company, 1956.
- [144] ALS-NIELSEN, J.; MCMORROW, D. **Elements of modern X-ray physics**. John Wiley & Sons, 2011.
- [145] DAILLANT, J., GIBAUD, A. **X-ray and Neutron Reflectivity: Principles and Applications**. Springer, Berlin Heidelberg, 2009.
- [146] SCHERRER, P. Bestimmung der Grösse und der inneren Struktur von Kolloidteilchen mittels Röntgenstrahlen. **Nachrichten von der Gesellschaft der Wissenschaften zu Göttingen, mathematisch-physikalische Klasse**, v. 1918, p. 98-100, 1918.
- [147] MONSHI, A.; FOROUGHI, M. R.; MONSHI, M. R. Modified Scherrer equation to estimate more accurately nano-crystallite size using XRD. **World Journal of Nano Science and Engineering**, v. 2, n. 3, p. 154, 2012.



- [148] LANGFORD, J. I.; WILSON, A. J. C. Scherrer after sixty years: a survey and some new results in the determination of crystallite size. **Journal of Applied Crystallography**, v. 11, n. 2, p. 102-113, 1978.
- [149] HOLZWARATH, U.; GIBSON, N. The Scherrer equation versus the Debye-Scherrer equation. **Nature Nanotechnology**, v. 6, n. 9, p. 534-534, 2011.
- [150] ZIJLSTRA, H. A vibrating reed magnetometer for microscopic particles. **Review of Scientific Instruments**, v. 41, n. 8, p. 1241-1243, 1970.
- [151] REEVES, R. An alternating force magnetometer. **Journal of Physics E: Scientific Instruments**, v. 5, n. 6, p. 547, 1972.
- [152] FLANDERS, P. J. An alternating-gradient magnetometer. **Journal of Applied Physics**, v. 63, n. 8, p. 3940-3945, 1988.
- [153] VIEIRA, A. G.; GONZALEZ, D. E. C.; SOMMER, R. L. Desenvolvimento de um magnetômetro de gradiente alternado de campo para nanoestruturas magneticamente macias. **NOTAS TÉCNICAS**, v. 3, n. 3, 2013.
- [154] SAMPAIO, L. C.; GARCIA, F.; CERNICCHIARO, G. R. C.; TAKEUCHI, A. Y. Técnicas de magnetometria. **Revista Brasileira de Ensino de Física**, v. 22, n. 3, 2000.
- [155] KEITHLEY **Low Level Measurements Handbook: Precision DC Current, Voltage, and Resistance Measurements**. 2. ed. Cleveland: Keithley Instruments Inc., 2004.
- [156] SALDANHA, D. R. **Estudo de Exchange Bias via magnetorresistência anisotrópica**. Programa de PG em Física UFSM, 2013.
- [157] KEITHLEY **User's Manual: Model 6221 AC and DC Current Source**. Cleveland: Keithley Instruments Inc., 2004.
- [158] RIGUE, J.; CHRISCHON, D.; DE ANDRADE, A. M. H.; Carara, M. A torque magnetometer for thin films applications. **Journal of magnetism and magnetic materials**, v. 324, n. 8, p. 1561-1564, 2012.
- [159] HUMPHREY, F. B.; JOHNSTON, A. R. Sensitive automatic torque balance for thin magnetic films. **Review of Scientific Instruments**, v. 34, n. 4, p. 348-358, 1963.
- [160] MILLER, D. S. A Recording Torque Magnetometer. **Review of Scientific Instruments**, v. 21, n. 7, p. 605-607, 1950.
- [161] WEISS **Journal de Physique**, v. 4, p. 469, 1905.
- [162] BECK, K. Das magnetische Verhalten von Eisenkristallen bei gewöhnlicher Temperatur. **Zurich Naturforschenden Gesellschaft, Vierteljahrsschrift**, v. 63, p. 116, 1918.
- [163] WEBSTER, W. L. The magnetic properties of iron crystals. **Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character**, p. 496-509, 1925.
- [164] DAHL, O.; PFAFFENBERGER, J. Anisotropy in magnetic materials. **Zeitschrift fuer Physik**, v. 71, p. 93-105, 1931.

- [165] NEURATH, P. W. Simple Recording Torque Magnetometer. **Journal of Applied Physics**, v. 31, n. 5, p. S184-S185, 1960.
- [166] SIXTUS, K. J. Magnetic anisotropy in silicon steel. **Journal of Applied Physics**, v. 6, n. 3, p. 105-111, 1935.
- [167] TARASOV, L. P.; BITTER, F. Precise magnetic torque measurements on single crystals of iron. **Physical Review**, v. 52, n. 4, p. 353, 1937.
- [168] WILLIAMS, H. J. Some Uses of the Torque Magnetometer. **Review of Scientific Instruments**, v. 8, n. 2, p. 56-60, 1937.
- [169] INGERSON, W. E.; BECK JR, F. J. Magnetic anisotropy in sheet steel. **Review of Scientific Instruments**, v. 9, n. 1, p. 31-35, 1938.
- [170] BYRNES, W. S.; CRAWFORD, R. G. Improved Torque Magnetometer. **Journal of Applied Physics**, v. 29, n. 3, p. 493-495, 1958.
- [171] PENOYER, R. F. Automatic torque balance for magnetic anisotropy measurements. **Review of Scientific Instruments**, v. 30, n. 8, p. 711-714, 1959.
- [172] ALDENKAMP, A. A.; MARKS, C. P.; ZIJLSTRA, H. Frictionless recording torque magnetometer. **Review of Scientific Instruments**, v. 31, n. 5, p. 544-546, 1960.
- [173] BOYD, E. L. Magnetic anisotropy in single-crystal thin films. **IBM Journal of Research and Development**, v. 4, n. 2, p. 116-129, 1960.
- [174] DOYLE, W. D.; RUDISILL, J. E.; SHTRIKMAN, S. Angular Dependence of Torque in Anisotropic Permalloy Films. **Journal of Applied Physics**, v. 32, n. 9, p. 1785-1787, 1961.
- [175] DOYLE, W. D.; RUDISILL, J. E.; SHTRIKMAN, S. Unidirectional hysteresis in thin permalloy films. **Journal of Applied Physics**, v. 33, n. 3, p. 1162-1163, 1962.
- [176] LOMMEL, J. M.; GRAHAM JR, C. D. Rotatable anisotropy in composite films. **Journal of Applied Physics**, v. 33, n. 3, p. 1160-1161, 1962.
- [177] MAYFIELD, J. R. Rotational Hysteresis in Thin Films. **Journal of Applied Physics**, v. 30, n. 4, p. S256-S257, 1959.
- [178] MIYAJIMA, H.; SATO, K.; MIZOGUCHI, T. Simple analysis of torque measurement of magnetic thin films. **Journal of Applied Physics**, v. 47, n. 10, p. 4669-4671, 1976.
- [179] NEUGEBAUER, C. A. Saturation magnetization of nickel films of thickness less than 100 Å. **Physical Review**, v. 116, n. 6, p. 1441, 1959.
- [180] TAKAHASHI, M.; WATANABE, D.; SASAGAWA, T.; KONO, T.; OGAWA, S. Magnetic Anisotropy of Evaporated Films. I. Iron Films Formed in Magnetic Field. **Journal of the Physical Society of Japan**, v. 16, n. 10, p. 1913-1923, 1961.
- [181] TEJEDOR, M.; FERNANDEZ, A.; HERNANDO, B.; CARRIZO, J. Very simple torque magnetometer for measuring magnetic thin films. **Review of scientific instruments**, v. 56, n. 11, p. 2160-2161, 1985.

- [182] TOROK, E. J.; AGOURIDIS, D. C.; OLSON, A. L.; OREDSON, H. N. Steady-State B-H Hysteresigraph for Thin Ferromagnetic Films Using a Torque Magnetometer. **Review of Scientific Instruments**, v. 35, n. 8, p. 1039-1040, 1964.
- [183] WIELINGA, T. Torque measurement of magnetic thin films. **Journal of Applied Physics**, v. 50, n. 7, p. 4888-4890, 1979.
- [184] BERGMULLER, F.; BARLOCHER, C.; GEYER, B.; GRIEDER, M.; HELLER, F.; ZWEIFEL, P. A torque magnetometer for measurements of the high-field anisotropy of rocks and crystals. **Measurement Science and Technology**, v. 5, n. 12, p. 1466, 1994.
- [185] PECHAN, M.; J.; BAIT, M. E.; PAUL, B. D. Analysis of magnetic multilayer anisotropy using an ultralow-compliance-torque magnetometer. **Journal of Applied Physics**, v. 69, n. 8, p. 5085-5087, 1991.
- [186] TEJEDOR, M.; FERNANDEZ, A.; CERDEIRA, M. A. Automation of a torque magnetometer for measuring magnetic thin films. **Review of Scientific Instruments**, v. 67, n. 3, p. 851-852, 1996.
- [187] TEJEDOR, M.; GARCIA, J. A.; CARRIZO, J. Compact torque magnetometer. **Journal of Physics E: Scientific Instruments**, v. 22, n. 6, p. 362, 1989.
- [188] BURD, J.; HUQ, M.; LEE, E. W. The determination of magnetic anisotropy constants from torque curves. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 5, n. 2, p. 135-141, 1977.
- [189] HUQ, M.; LEE, E. W. The determination of anisotropy constants from torque curves—II. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 9, n. 4, p. 333-335, 1978.
- [190] HUR, J.; SHIN, S. New measurement techniques to determine magnetization and coercivity using a torque magnetometer. **Applied Physics Letters**, v. 62, n. 17, p. 2140-2142, 1993.
- [191] PASTOR, G.; FERREIRO, A.; TORRES, M. A comment to torque curve analysis of uniaxial magnetic samples. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 62, n. 1, p. 101-102, 1986.
- [192] PASTOR, G.; FERREIRO, A.; TORRES, M. Torque curve analysis of magnetic thin films. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 53, n. 4, p. 349-353, 1986.
- [193] PETERS, R. D. Linear rotary differential capacitance transducer. **Review of Scientific Instruments**, v. 60, n. 8, p. 2789-2793, 1989.