

TESE
DE MESTRADO

INSTRUMENTAÇÃO PARA CARACTERIZAÇÃO DE FILMES
FINOS MAGNÉTICOS COM POLARIZAÇÃO DE TROCA
PERPENDICULAR

Luiz Carlos de Lima

MESTRADO EM INSTRUMENTAÇÃO CIENTÍFICA
CENTRO BRASILEIRO DE PESQUISAS FÍSICAS
RIO DE JANEIRO, JANEIRO DE 2004

*Para
Professor Romeu Abrahão Pereira
com gratidão e carinho.*

Agradecimentos

Em primeiro lugar agradeço a *Deus*.

Gostaria de expressar o meu agradecimento aos meus orientadores Flávio Garcia e Marcelo Portes de Albuquerque por todos os ensinamentos e críticas, pela confiança que depositaram em mim e pela amizade que demonstraram durante estes anos de convivência. Gostaria de agradecer ao Professor Márcio Portes de Albuquerque pelo acompanhamento de todo o meu percurso durante o Mestrado, agindo como um orientador.

Ao Professor Armando Takeuchi, responsável pelo Laboratório de Magnetismo (CBPF); ao Professor Aníbal Caride, responsável pelo Laboratório de Nanoscopia (CBPF); ao Professor Carlos Alberto Achete, responsável pelo Laboratório de Nanoscopia (COPPE); ao Engenheiro Ismar Tomaz Jabur, responsável pela Coordenação de Atividades Técnicas (CAT-CBPF); ao Professor Luiz Carlos Sampaio Lima responsável, pelo Laboratório de Magneto-óptica, demonstro a minha gratidão por todo este tempo de agradável convívio e por todo apoio, direto ou indireto, que me foi dado, aprendi muito com todos que compõem estas super equipes. Agradeço ao Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas (CBPF) pelo suporte e apoio para o desenvolvimento deste trabalho.

Aos professores que muito me incentivaram para o início desta nova jornada: Geraldo Cernicchiaro, Ivan Oliveira, Ademarlaudo Barbosa, Elís Sinnecker, Roberto Sarthour. Aos Professores de graduação Ademar B. Guimarães, Lourival de Souza Lima e em especial ao Prof. Romeu Abrahão Pereira, agradeço pelo empenho, dedicação e ensinamentos transmitidos durante a graduação. Agradeço também a Ir. Cristina Maria

Pastore, diretora da Faculdade de Filosofia Ciências e Letras “Santa Marcelina”, que sempre ajudou e incentivou.

Um agradecimento especial aos meus amigos que muito me ajudaram na construção desta tese, Angelo Gomes, Alexandre Mello, Armando Biondo, Valéria Nunes, José Gomes da Silva Filho, Armando Takeuchi, Valberto Pedruzzi, Deyse Peixoto, Aline Gesualdi, Célia Carneiro Monteiro, Denise Coutinho, Eliene Santos, Rogério Leandro Dantas, Sr. Walmir Freitas de Mendonça, Antônio Jorge Santana e meus amigos de curso que sempre dividíamos as dúvidas, Érica, Sarah, Luciano, Paulo e Rogério.

Agradeço a minha família, mãe, pai, irmãos pelo incentivo, suporte e apoio durante toda a minha vida.

Por fim, agradeço ainda à D. Iracy, Cezar e Márcia Martins, Kal, André, João Pedro, Emília, Julianna, Rosa, Pedro, Adriane, Ester, Dalva, Dudu, Márcia Campos, Fabíola, José Geraldo (Júnior), Eraldo, Glicéria, Célia, Gislaine, Hérica ...enfim a todos os meus amigos que souberam me entender e ajudar nos momentos em que precisei.

Resumo

Neste trabalho desenvolvemos uma instrumentação para investigar as propriedades magnéticas de sistemas que apresentam *exchange bias* perpendicular. Para caracterizar essa classe de materiais um conjunto de ferramentas foi desenvolvido, nos permitindo medir curvas da magnetização, técnicas de desmagnetização além de investigar o eixo de anisotropia da amostra. Para isso construímos um magnetômetro de alta sensibilidade à componente perpendicular da magnetização baseado no efeito Hall extraordinário. Este trabalho apresenta também técnicas de análise de domínios magnéticos formados durante a mudança da direção do eixo da anisotropia e/ou durante a inversão da magnetização. Para isso, propomos uma análise quantitativa dos domínios por meio de técnicas de processamento digital de imagens.

Abstract

This work presents the development of an instrumentation to study magnetic properties in systems with perpendicular exchange bias. To describe this class of materials a set of tools was developed, allowing measuring magnetization curves, demagnetization techniques and investigating the anisotropy of the sample axis. For this purpose, we developed a high sensitivity magnetometer to measure the perpendicular component of the magnetization based on the extraordinary Hall effect. This work also presents techniques for magnetic domain analysis created during the change of the anisotropy axis direction and/or during the magnetization inversion. For this, we consider a quantitative domain analysis using digital images processing techniques.

Sumário

Agradecimentos	i
Introdução	1
1 Magnetismo em Filmes Finos	5
1.1 Filmes Finos	8
1.2 Energias de Troca e de Anisotropia Magnética	10
1.2.1 Energia de Troca	10
1.2.2 Energia de Anisotropia Magnética	11
1.2.3 Energia Magnetostática	14
1.2.4 Energia Magnetoelástica	15
1.2.5 Energia Magnetocristalina	17
1.3 Paredes de Domínios	17
1.4 Processo de Magnetização	22
1.4.1 Processos Reversíveis da Magnetização	24
1.4.2 Processos Irreversíveis da Magnetização	25
1.4.3 Processo de Inversão da Magnetização	26
1.5 <i>Exchange Bias</i>	30
1.5.1 Tratamento Térmico	32
1.5.2 Exemplo de Configurações Micromagnéticas	33
1.5.3 Energia e Campo de <i>Exchange Bias</i>	36
2 Sistema com <i>Exchange Bias</i> Perpendicular	39

2.1	Introdução	39
2.2	Multicamadas Magnéticas	40
2.3	Preparação das Amostras	42
2.4	Sistema com <i>exchange bias</i> perpendicular	43
2.5	Processo de Inversão da Magnetização	51
3	Instrumentação Desenvolvida	54
3.1	Magnetômetro por Efeito Hall Extraordinário (MEHE)	54
3.1.1	Efeito Hall Ordinário	55
3.1.2	Efeito Hall Extraordinário	58
3.1.3	Descrição e Montagem	60
3.1.4	Funcionamento do MEHE	64
3.1.5	Programa de Automação	66
3.1.6	Preparação para Medir	70
3.1.7	Caracterização do MEHE	71
3.2	Técnicas de Desmagnetização	79
3.2.1	Desmagnetização por Ciclos Menores	80
3.2.2	Desmagnetização por Rotação	81
3.3	Conclusões	82
4	Processamento Digital de Imagens	84
4.1	Introdução	84
4.2	Sistema de Processamento de Imagens Desenvolvido	86
4.2.1	Pré-Processamento	87
4.2.2	Segmentação	87
4.2.3	Pós-processamento	89
4.2.4	Extração de Atributos	90
4.3	Programa de Processamento de Imagens	92
4.3.1	Imagem para Validação	92
4.3.2	Teste de Validação	92

4.3.3	Filtragem	94
4.3.4	Pós Processamento	97
4.3.5	Análise em Função do Ruído	97
4.3.6	Exemplos de Imagens Processadas	98
5	Resultados -	
	Aplicações da Instrumentação	101
5.1	Estudo do Processo Assimétrico da Inversão Magnetização	101
5.1.1	Medidas magnéticas	102
5.1.2	Análise de Domínios	104
5.1.3	Conclusão	109
5.1.4	Utilização do MEHE no Estudo da Inversão da Magnetização .	110
5.2	Estudo da Reorientação do Eixo de Anisotropia	112
5.2.1	Caracterizações Magnéticas	113
5.2.2	Desmagnetização e Análise de Domínios	122
5.2.3	Conclusão	128
5.2.4	Metodologia para Estudo da Reorientação do Eixo da Anisotro- pia Magnética	130
	Conclusão	132
	A Processamento Digital de Imagens	134
A.1	Processamento Digital de Imagens	135
A.1.1	Representação da Imagem Digital	135
A.1.2	Etapas do Processamento de Imagens	137
A.1.3	Aquisição de Imagens Digitais	137
A.1.4	Técnicas de Pré-processamento	138
A.1.5	Segmentação	140
A.1.6	Pós-processamento	142
A.1.7	Extração de Atributos	144

Lista de Figuras

1.1	Estrutura de Filme Fino: (a) monocamada (b) sanduíche e (c) multicamadas.	9
1.2	Configuração dos momentos magnéticos quando (a) $J > 0$ e (b) $J < 0$.	11
1.3	Representação dos dipolos magnéticos não compensados, nas situações em que o campo externo é aplicado ao longo de diferentes dimensões de um filme fino. Também estão representados os “diagramas” dos campos de H_{ext} , H_d e H_{ef}	15
1.4	Representação de uma parede de domínios do tipo de Bloch de 180° . .	19
1.5	Representação de uma linha ao longo do eixo x, formada por $N + 1$ átomos, perpendicular à parede de Bloch.	21
1.6	Evolução dos domínios magnéticos sob a influência de um campo magnético externo aplicado.	23
1.7	Curva de magnetização de um material ferromagnético; em pontilhado é apresentada a curva da primeira magnetização, ou curva virgem. . . .	24
1.8	Esquema da expansão reversível e irreversível da parede de domínio com campo magnético externo aplicado.	26
1.9	(a) Esquema das direções dos domínios magnéticos durante o processo de inversão da magnetização por rotação coerente em (b) Esquema das direções da magnetização e campo aplicado.	27
1.10	Esquema das configurações de domínios magnéticos durante o processo de inversão da magnetização por nucleação de domínios.	29

1.11	Esquema das configurações de domínios magnéticos durante o processo de inversão da magnetização por propagação de paredes de domínios.	30
1.12	Curva típica de magnetização de sistemas que apresentam o efeito de <i>exchange bias</i>	31
1.13	Esquema da configuração dos momentos magnéticos durante o tratamento térmico de um sistema FM-AFM, onde $H_{ext} > H_{satFM}$	32
1.14	Exemplos de interfaces FM-AFM, onde a superfície do AFM é: (a) compensada e (b) não compensada.	33
1.15	Diagrama esquemático de uma curva de magnetização relacionada à configuração microscópica dos momentos magnéticos em diferentes estágios.	35
1.16	Diagrama esquemático das direções das magnetizações, das anisotropias e do campo magnético aplicado, envolvidos em um sistema com <i>exchange bias</i>	37
2.1	Esquema da multicamada magnética [Pt/Co] ₃ sobre um substrato de SiO ₂	41
2.2	Curvas de histerese de multicamadas [Pt/Co] _n , com $n = 2$ e 5	41
2.3	Esquema de multicamada que apresenta EBP.	43
2.4	Curva de histerese da componente perpendicular da magnetização (a) multicamada magnética e (b) sistema com <i>exchange bias</i> perpendicular.	44
2.5	Curvas de histerese da componente perpendicular da magnetização de multicamadas [Pt/Co] _n /FeMn, para n igual a 2, 3 e 5 medidas com campo aplicado perpendicular à superfície da amostra.	45
2.6	Anisotropia perpendicular efetiva (K_{ef}) vs n para amostras com <i>exchange bias</i> perpendicular (quadrados), multicamadas (círculos) e modelo esperado para multicamadas magnéticas de [Pt/Co] _n (linha).	46
2.7	H_e em função de t_{NM} com espaçador de (a) Cu, Al e Ru, [Pt(20Å)/Co(4Å)] ₅ /NM(t)/FeMn(130Å) e (b) Pt [Pt(20Å)/Co(4Å)] _n /Pt(t)/FeMn(130Å), para as séries com $n = 2, 3$ e 5	48

2.8	Curvas de histerese da componente perpendicular da magnetização de multicamadas $[Pt(20\text{Å})/Co(4\text{Å})]_2/Pt(t)/FeMn(130\text{Å})/Pt(20\text{Å})$, com t_{Pt} igual a 0, 2, 4 e 20 Å.	49
2.9	Esquema da configuração dos momentos magnéticos em sistemas com exchange bias perpendicular.	50
2.10	Curvas de histerese medidas por efeito Kerr polar dinâmico a várias taxas de varredura de campo magnético.	52
2.11	Dependência com a taxa de varredura do campo para: (a) campo de <i>exchange bias</i> , e campo coercitivo dos ramos (b) ascendente e (c) descendente.	53
3.1	Esquema do efeito Hall ordinário em um filme fino condutor.	55
3.2	Esquema do Efeito Hall Extraordinário.	59
3.3	Foto do Núcleo do MEHE montado no Laboratório de Magnetismo. . .	62
3.4	(a) Haste suporte do porta amostras, (b) Parte superior do porta amostras e em (c) Porta amostras.	63
3.5	Diagrama de blocos do Efeito Hall Extraordinário.	65
3.6	Interface gráfica principal do programa desenvolvido.	67
3.7	Interface gráfica do editor de rotinas de medidas.	68
3.8	Fluxograma simplificado do programa de automação do MEHE.	69
3.9	Cruva de histerese de uma válvula de spin, $[Pt(20\text{Å})Co(4\text{Å})]_3/Pt(20\text{Å})/Cu(30\text{Å})/[Pt(20\text{Å})/Co(4\text{Å})]_5/Pt(20\text{Å})/FeMn(130\text{Å})$, usada para caracterizar o sistema quanto à frequência.	73
3.10	Cruvas de histerese de uma válvula de spin, $[Pt(20\text{Å})Co(4\text{Å})]_3/Pt(20\text{Å})/Cu(30\text{Å})/[Pt(20\text{Å})/Co(4\text{Å})]_5/Pt(20\text{Å})/FeMn(130\text{Å})$. Em (a) medida a uma corrente de 4,5 μA e em (b) a uma corrente de 4,5 mA.	74
3.11	Relação Sinal Ruído em função da frequência.	76
3.12	Curva de histerese da multicamada $[Pt(60\text{Å})/Co(3.75\text{Å})]/Pt(20\text{Å})$, usada para calcular a sensibilidade.	77

3.13	Curvas de histerese da amostra, $[\text{Pt}(20\text{Å})/\text{Co}(4\text{Å})]_3/\text{Pt}(20\text{Å})/\text{Cu}(30\text{Å})-[\text{Pt}(20\text{Å})/\text{Co}(4\text{Å})]_7/\text{Pt}(20\text{Å})/\text{FeMn}(130\text{Å})$, medidas no SQUID (triângulos) e no MEHE (círculos).	79
3.14	(a) Esquema de campo magnético alternado decrescente e (b) resultado na curva de magnetização.	81
3.15	Foto do sistema de desmagnetização por rotação.	82
4.1	Imagens de domínios magnéticos.	85
4.2	Módulos de processamento digital de imagens.	86
4.3	Medida do segmento médio livre. Em (a), $L(X_i)$ é o tamanho de uma linha que corta o domínio X_i em uma direção. Em (b), $L(X'_i)$ é o tamanho de uma linha que corta os domínios na direção oposta.	91
4.4	(a) Imagem teste desenvolvida para validar o programa de processamento de imagens e (b) Imagem teste acrescida de ruído gaussiano.	93
4.5	(a) Imagem teste acrescida de ruído gaussiano; (b) Imagem filtrada; (c) Histograma indicando o ponto de magnetização a 50%; (d) Imagem segmentada; (e) Imagem filtrada morfologicamente e (f) Curva do Ponto de magnetização em função do <i>threshold</i>	94
4.6	(a) Espectro da imagem teste acrescida de ruído gaussiano; (b) Espectro do filtro gaussiano; (c) Espectro da imagem filtrada no domínio da frequência e em (d) o espectro da imagem filtrada em 3D.	95
4.7	(a) Imagem teste acrescida de ruído gaussiano; (b) Imagem filtrada; (c) Histograma indicando o Ponto de magnetização a 0,5; (d) Imagem segmentada; (e) Imagem processada morfologicamente e (f) Curva do Ponto de magnetização em função do <i>threshold</i>	96
4.8	Curva de desvio padrão dos <i>MFS</i> brancos na direção x em função do número de repetições de aplicações do filtro morfológico.	97
4.9	Curvas do <i>MFS</i> preto em função da largura σ do ruído gaussiano para: (a) a direção x; (b) a direção y.	98
4.10	Imagem de domínio magnético em forma de linhas.	99

4.11	Imagem de domínio magnético em forma de bolhas.	99
4.12	Imagem de domínio magnético em forma de dendritos	99
4.13	Imagem de domínio magnético de uma superfície de um disco magnético (HD).	100
5.1	(a) Curva de histerese, (b) e (b') Curva de histerese incompleta, (c) e (c') curva a qual aprisiona os momentos magnéticos à 25% da magnetização de saturação e (d) e (d') Curva virgem. Todas estas curvas são da amostra $[Pt(20\text{Å})/Co(4\text{Å})]_4/FeMn(90\text{Å})$	103
5.2	Resultado do processamento da imagem de domínios magnéticos com 3% dos momentos magnéticos invertidos do ramo ascendente da curva de histerese.	105
5.3	Resultado do processamento da imagem de domínios magnéticos com 3% dos momentos magnéticos invertidos do ramo descendente da curva de histerese.	106
5.4	Resultado do processamento da imagem de domínios magnéticos com 25% dos momentos magnéticos invertidos do ramo ascendente da curva de histerese.	107
5.5	Resultado do processamento da imagem de domínios magnéticos com 25% dos momentos magnéticos invertidos do ramo ascendente da curva de histerese.	108
5.6	Fluxograma com as etapas realizar investigação dos padrões de domínios magnéticos em função do processo de inversão da magnetização.	111
5.7	Curvas de histerese da série $Pt(40\text{Å})[Pt(20\text{Å})/Co(3.75\text{Å})]_n/Pt(20\text{Å})$ com n variando de 1 e 8, realizadas no MEHE com o campo magnético aplicado perpendicularmente à superfície das amostras.	114
5.8	Curva do campo coercitivo em função do número de repetições das camadas magnéticas para a amostra $Pt(40\text{Å})[Pt(20\text{Å})/Co(3.75\text{Å})]_n/Pt(20\text{Å})$	115

5.9	Curvas de histerese de um sistema magnético [Pt(20Å)/Co(3.75Å)] ₅ - /Pt(tÅ)IrMn(70Å)/Pt(20Å), realizadas no MEHE com o campo mag- nético aplicado perpendicularmente à superfície das amostras.	117
5.10	Curvas de (a) campo coercivo e (b) campo de <i>exchange bias</i> do sistema magnético [Pt(20Å)/Co(3.75Å)] ₅ /Pt(tÅ)/IrMn(70Å)/Pt(20Å).	118
5.11	Curvas de histerese do sistema [Pt(20Å)/Co(3.75Å)] ₃ /Pt(t)/IrMn(50Å)- /Pt(20Å), com $n = 3$ e t_{Pt} entre 0 e 20Å, realizadas no MEHE com o campo magnético aplicado perpendicularmente à superfície das amostras.	119
5.12	Campo coercitivo e de <i>exchange bias</i> em função da espessura do espaçador.	120
5.13	Curvas de magnetização da amostra [Pt(20Å)/Co(3.75Å)] ₃ /Pt(t)/IrMn- (50Å)/Pt(20Å) com diferentes valores do espaçador.	120
5.14	Curvas de histerese da amostra [Pt(20Å)/Co(3.75Å)] ₃ /Pt(4Å)/IrMn- (50Å)/Pt(20Å) em diferentes ângulos.	121
5.15	Curva virgem da amostra Pt(40Å)[Pt(20Å)/Co(3.75Å)] ₇ /Pt(20Å) após desmagnetização por rotação.	123
5.16	Imagem de domínios magnéticos adquiridas pela técnica MFM. Em (a) da amostra Pt(40Å)[Pt(20Å)/Co(3.75Å)] ₇ /Pt(20Å) e em (b) da amostra [Pt(20Å)/Co(3.75Å)] ₅ /Pt(12,5Å)/IrMn(70Å)/Pt(20Å).	124
5.17	(a) Curvas de desmagnetização por ciclos e (b) curva virgem da amostra Pt(40Å)[Pt(20Å)/Co(3.75Å)] ₇ /Pt(20Å).	125
5.18	Resultado do processamento da imagem de domínios magnéticos da mul- ticamada (MC) Pt(40Å)[Pt(20Å)/Co(3.75Å)] ₇ /Pt(20Å).	126
5.19	Imagens de domínios magnéticos adquiridas por MFM, para a amostra com <i>exchange bias</i> perpendicular (EBP)[Pt(20Å)/Co(3.75Å)] ₅ /Pt(12,5Å)- /IrMn(70Å)/Pt(20Å).	127
5.20	Fluxograma com as etapas realizar investigação dos padrões de domínios magnéticos em função da mudança da direção do eixo da anisotropia magnética.	131
A.1	Imagem monocromática com destaque na região de 20 × 20 pixels . . .	136

A.2	Ilustração dos tipos de conectividade	136
A.3	Etapas de um sistema de PDI.	137
A.4	Exemplo de um pré-processamento simples	138
A.5	Exemplo de imagens com histogramas diferenciados.	139
A.6	Exemplo de imagens com histogramas bimodal e multimodal.	140
A.7	Duas abordagens para segmentação.	142
A.8	Imagens processadas com operadores básicos	143
A.9	Principais atributos de região, ou seja, dos objetos independentes presentes na imagem.	145

Lista de Tabelas

3.1	Equipamentos envolvidos na montagem do MEHE	61
4.1	Valores médios obtidos pela técnica de processamento desenvolvida em unidade de pixels.	100
5.1	Comparação entre os valores médios de domínios magnéticos, estimados de forma direta e indireta com suas relações, apresentando a razão entre os domínios minoritários dos ramos descendentes pelos ascendentes para cada uma imagem, essa razão nos indica a porcentagem do tamanho dos domínios entre os ramos.	109
5.2	Valores médios obtidos de multicamas (MC), Pt(40Å)[Pt(20Å)/Co(3.75Å)] ₇ -Pt(20Å) e um sistema que apresenta <i>exchange bias</i> perpendicular (EBP), [Pt(20Å)/Co(3.75Å)] ₅ /Pt(12,5Å)/IrMn(70Å)/Pt(20Å).	128

Introdução

Sistemas magnéticos na forma de filmes finos constituídos de multicamadas ferromagnéticas (FM) e antiferromagnéticas (AFM), sujeitos a um tratamento térmico na presença de um alto campo magnético externo, sofrem alterações em suas propriedades micromagnéticas e dinâmicas.

Estes filmes possuem geralmente uma anisotropia magnética planar, *i.e.*, a magnetização do filme está confinada no plano. Variando-se alguns parâmetros da estrutura do filme, é possível modificar o eixo da anisotropia magnética, passando de uma direção planar para perpendicular. Além disso, observa-se nesses sistemas um fenômeno devido ao acoplamento via interação de troca entre as camadas FM e AFM, denominado de *exchange bias*¹. Filmes finos magnéticos que apresentam anisotropia magnética perpendicular e *exchange bias*, formam uma nova classe de materiais, que são conhecidos como sistemas com *exchange bias* perpendicular.

O crescente interesse de sistemas que apresentam *exchange bias* perpendicular é devido às suas possíveis aplicações tecnológicas, como por exemplo: memórias magnéticas (MRAM), sensores magnéticos, ímãs permanentes, mídias de gravação de alta densidade, cabeça de escrita e leitura magnética, entre outras.

Várias hipóteses vem sendo estabelecidas para explicar o efeito de *exchange bias* perpendicular, no entanto, seu comportamento não está satisfatoriamente compreendido. Uma das questões a ser melhor investigada é o processo de formação de diferentes padrões de domínios magnéticos (linhas -“stripes”, bolhas, dendritos etc.) durante a dinâmica de inversão da magnetização. Nesse contexto surgem alguns aspectos inte-

¹Polarização de troca

ressantes tanto do ponto de vista fundamental quanto tecnológico. Procura-se, por exemplo, entender a razão da assimetria na formação de domínios durante o processo de inversão da magnetização, ou ainda a configuração destes domínios em função do eixo de anisotropia magnética (planar e perpendicular).

Nesse sentido, fez-se necessário o desenvolvimento de uma instrumentação específica, voltada para a investigação das propriedades magnéticas destes sistemas. Esta tese aborda a elaboração de um ferramental que permita caracterizar essa nova classe de materiais através de uma análise quantitativa de domínios, tendo sido necessário para tanto a construção de um magnetômetro de alta sensibilidade à componente perpendicular da magnetização, técnicas para desmagnetização e de processamento digital de imagens.

O magnetômetro desenvolvido fundamenta-se no efeito Hall extraordinário e é adequado devido à sua alta sensibilidade e múltiplas funções. Em particular, no caso de filmes finos com *exchange bias* perpendicular, podemos: caracterizar as amostras magneticamente (ou seja, fazer curvas de magnetização), desmagnetização quando necessário e ainda possibilita a investigação do eixo de anisotropia. Tudo isso de uma forma simples, rápida e funcional. Para exemplificar a versatilidade deste equipamento, no volume da prestigiada revista *Science* de 3 de outubro de 2003, foi publicado um artigo intitulado “*The anomalous Hall effect and magnetic monopoles in momentum space*”², no qual este equipamento foi utilizado como principal ferramenta no estudo em que foi evidenciado a existência de monopólos magnéticos [1].

A desmagnetização das amostras faz-se necessária, pois permite fazer com que o sistema passe de um estado saturado, *i.e.*, monodomínio, à uma configuração de domínios que corresponda a de menor energia magnética. Como técnica de desmagnetização, além do magnetômetro, foi desenvolvido um sistema que permite desmagnetizar amostras por um método de rotação de um campo magnético decrescente. A fim de uma análise quantitativa das imagens dos domínios magnéticos, obtidas por Microscopia de Força Magnética (MFM), foram elaboradas técnicas de processamento digital das

²É comum referenciar o Efeito Hall Extraordinário como Efeito Hall Anômalo

imagens obtidas.

Este trabalho teve como objetivo desenvolver técnicas modernas de instrumentação científica que viessem a fornecer dados relevantes para a pesquisa e análise das propriedades atípicas das configurações de domínios magnéticos de filmes finos com *exchange bias* perpendicular. Ademais, esta instrumentação, integralmente desenvolvida no CBPF, possibilitará ao grupo de magnetismo estudar o comportamento de tais sistemas por meio de técnicas versáteis, de fácil manuseio, baixo custo, alta sensibilidade e grande precisão. É importante ressaltar que o escopo desta tese não é somente a construção de um único equipamento de medida. Na verdade, nossa proposta é o desenvolvimento de métodos, técnicas e processos que levem a resultados de alta qualidade.

A seguir apresentamos breves comentários sobre a estrutura escolhida:

Capítulo 1 - Filmes finos magnéticos: Contém a parte teórica, propondo um levantamento bibliográfico para o entendimento de sistemas de filmes finos magnéticos e suas propriedades.

Capítulo 2 - Sistema com *exchange bias* perpendicular: Refere-se a um sistema em particular de filmes finos magnéticos com *exchange bias* perpendicular (EBP), a qual é o objeto de estudo através da instrumentação desenvolvida nesta tese.

Capítulo 3 - Instrumentação desenvolvida: Apresentamos o magnetômetro baseado no efeito Hall extraordinário e as técnicas de desmagnetização desenvolvidas.

Capítulo 4 - Processamento digital de imagens: Descrevemos as técnicas de processamento digital de imagens que foram desenvolvidas com o objetivo de analisar quantitativamente os domínios magnéticos estudados.

Capítulo 5 - Resultados: Aborda algumas aplicações da instrumentação desenvolvida, estando divididas em duas partes ambas para sistemas com *exchange bias* perpendicular. A primeira parte refere-se à investigação da formação dos padrões de domínios, durante o processo de inversão da magnetização e a segunda refere-se à investigação dos padrões de domínios em função da reorientação do eixo da anisotropia magnética.

Capítulo 6 - Conclusão: Apresentará a conclusão e discussão dos resultados, propondo sugestões para a continuidade do trabalho.

Capítulo 1

Magnetismo em Filmes Finos

Os materiais exibem diferentes comportamentos quando estão sob a influência de um campo magnético. De acordo com este comportamento, estes materiais são tradicionalmente classificados em três tipos distintos: diamagnéticos, paramagnéticos e ferromagnéticos.

Os materiais diamagnéticos são repelidos pelo campo magnético, já os paramagnéticos são fracamente atraídos, ao contrário dos ferromagnéticos que são fortemente atraídos.

Com a evolução da física no último século, pôde ser identificada que esta diferença de comportamento tinha origem na forma com que as entidades magnéticas elementares, os momentos magnéticos atômicos, se comportavam dentro do material, não sendo propriedade intrínseca de um dado material. Por exemplo, os materiais ferromagnéticos freqüentemente possuem uma característica marcante que é conhecida como magnetização espontânea, ou seja, eles apresentam uma magnetização não nula, mesmo na ausência de campo externo aplicado. Esta magnetização diminui à medida em que se aumenta a temperatura (devido à agitação térmica), tornando o material totalmente desordenado a um valor crítico de temperatura, passando assim a um estado paramagnético.

Em uma outra classe de materiais magnéticos, nos antiferromagnéticos, há uma interação mútua negativa entre os momentos magnéticos atômicos adjacentes. Como resultado, os momentos magnéticos adjacentes tendem a se alinhar de forma antipara-

lela. Apesar do ordenamento magnético, os antiferromagnéticos possuem magnetização líquida total nula. A uma certa temperatura, o material antiferromagnético se comporta como paramagnético, e abaixo desta temperatura os momentos magnéticos se alinham de maneira antiparalela.

A temperatura de transição no caso de materiais ferromagnéticos é conhecida como temperatura de Curie (T_C) e a temperatura de transição para materiais antiferromagnéticos é conhecida como temperatura de Néel (T_N).

Em materiais ferromagnéticos, geralmente um campo da ordem de 10^2 Oe é suficiente para se obter o estado de completo alinhamento dos momentos magnéticos eletrônicos, produzindo o que se chama de estado de saturação. Em contrapartida, os paramagnéticos necessitam de campos da ordem de 10^6 Oe para que alcancem o estado de saturação. Explicar porque os momentos elementares dos materiais ferromagnéticos se alinham mais facilmente do que os materiais paramagnéticos era o problema fundamental do ferromagnetismo no início do século XX.

A primeira explicação satisfatória para o ferromagnetismo foi dada por Pierre Weiss [2]. Este sugeriu que cada momento atômico individual é orientado sob a influência de um campo magnético interno, gerado pelo conjunto de todos os outros momentos magnéticos atômicos. Weiss chamou este campo de campo molecular. Este modelo prevê o completo alinhamento dos momentos magnéticos no zero absoluto. O alinhamento diminui à medida em que aumenta a temperatura, tornando-se totalmente desordenado em T_C . Hoje sabemos, graças à mecânica quântica, que este campo molecular é uma interação fundamental responsável pela ocorrência de qualquer espécie de ordenamento magnético espontâneo, chamada “interação de troca”.

A interação de troca tem origem eletrostática, porém é de natureza quântica, sem qualquer analogia clássica. Essa interação pode assumir valores positivos ($J > 0$) originando um ordenamento ferromagnético entre os momentos magnéticos, isto é, os momentos magnéticos se ordenam paralelos uns aos outros, ou assumir valores negativos ($J < 0$) originando um ordenamento antiferromagnético, isto é, os momentos magnéticos se ordenam antiparalelos uns aos outros [3].

Com o modelo de campo molecular, Weiss pôde explicar o fato de os materiais ferromagnéticos se encontrarem magnetizados espontaneamente, mesmo na ausência de campos externos. No entanto, continuava uma questão: por que a maioria dos materiais ferromagnéticos não se encontram espontaneamente magnetizados, mas muito freqüentemente possuindo uma magnetização próxima de zero?

Weiss então apresentou uma brilhante hipótese, assumindo que o material está dividido em pequenas regiões chamadas domínios magnéticos, onde dentro destes, os momentos magnéticos permanecem constante em magnitude e sentido, devido às forças de interação, mas variando em direção, de um domínio para outro. Portanto, as forças de interação são capazes de manter o alinhamento paralelo dos momentos ao longo de pequenas regiões, enquanto que a grandes distâncias, é relativamente fácil haver mudança na direção da magnetização.

Dessa maneira, pôde-se fazer uma distinção entre micromagnetização, ou magnetização intrínseca e macromagnetização. A micromagnetização está relacionada ao momento magnético e à forma com que este interage com seus vizinhos através das interações de troca, e a macromagnetização é o vetor resultante das micromagnetizações de todos os domínios, podendo ter qualquer valor, desde zero (onde o material está dividido em domínios opostamente magnetizados) até o valor de saturação igual à soma das micromagnetizações. Mudanças na macromagnetização devem ser interpretadas como resultado das mudanças nas direções das micromagnetizações [4].

A hipótese dos domínios magnéticos simplifica o problema dos ferromagnetos, separando a análise destes materiais em duas partes: a primeira e mais fundamental diz respeito à magnitude da micromagnetização espontânea; a segunda diz respeito à variação da sua direção, de região para região no material.

Neste capítulo serão introduzidos conceitos básicos de filmes finos magnéticos, os quais servirão de subsídio teórico para a interpretação dos resultados e conclusões deste trabalho. Neste intuito, primeiramente serão introduzidos as características básicas e alguns aspectos relevantes dos filmes finos. Em seguida descreveremos os termos de anisotropia magnética mais relevantes; faremos breves comentários sobre paredes

de domínios e sua dinâmica; descreveremos ainda os processos de magnetização em materiais ferromagnéticos e o que os caracteriza, e por último procuraremos introduzir o fenômeno conhecido como *exchange bias* a partir de um exemplo simples.

1.1 Filmes Finos

Filme fino é o resultado de deposição de materiais com espessura da ordem de ângstrons, sobre bases metálicas, amorfas, isolantes ou semicondutoras, podendo em muitos casos ser considerado como um sistema bidimensional.

Nas últimas décadas foram desenvolvidos sistemas de ultra alto vácuo que possibilitam a deposição de camadas individuais de átomos ou moléculas, umas sobre as outras, mantendo alto grau de ordem cristalina, esta forma de deposição é chamada epitaxia.

Além da deposição em ultra alto vácuo, a preparação destes filmes pode ser feita por vários métodos diferentes, tais como, evaporação térmica, bombardeamento por feixe de elétrons, *sputtering*¹, entre outras [5, 4].

A técnica utilizada para produzir os filmes que serão apresentados neste trabalho foi o *sputtering*. Nesta técnica, após evacuada a uma pressão de base (da ordem de 10^{-8} mbar) uma câmara de alto vácuo, preenchemo-na com um gás inerte, geralmente o *Ar*, até a pressão de trabalho (da ordem de 10^{-3} mbar). O *sputtering* consiste no bombardeamento do material que se pretende depositar (o alvo) por um feixe de íons positivos do gás. Os íons positivos são produzidos por um campo elétrico aplicado ao gás rarefeito, com a finalidade de acelerá-los em direção ao alvo. Estes, ao se chocarem com o alvo com energias suficientemente grandes, arrancam átomos e/ou moléculas pela transferência de energia. As partículas ejetadas são direcionadas ao substrato onde se depositam, formando o filme.

Sistemas magnéticos na forma de filmes finos são de grande interesse pela sua grande gama de aplicações. Tipicamente, estes sistemas são constituídos a partir de uma es-

¹Será usado esse termo por não existir uma tradução adequada ao Português, uma desta seria pulverização catódica

estrutura base, chamada substrato, que além de servir como apoio, pode ter a função de induzir determinadas propriedades estruturais, ou mesmo magnéticas ao filme. Sobre o substrato é comum depositar uma camada de algum material com uma função específica, chamada camada *buffer*². Entre outras, a camada *buffer* pode ser usada para separar e/ou isolar química ou magneticamente o substrato do filme propriamente dito, ou ainda servir para melhorar a cristalinidade ou induzir uma certa estrutura cristalina (textura) ao filme.

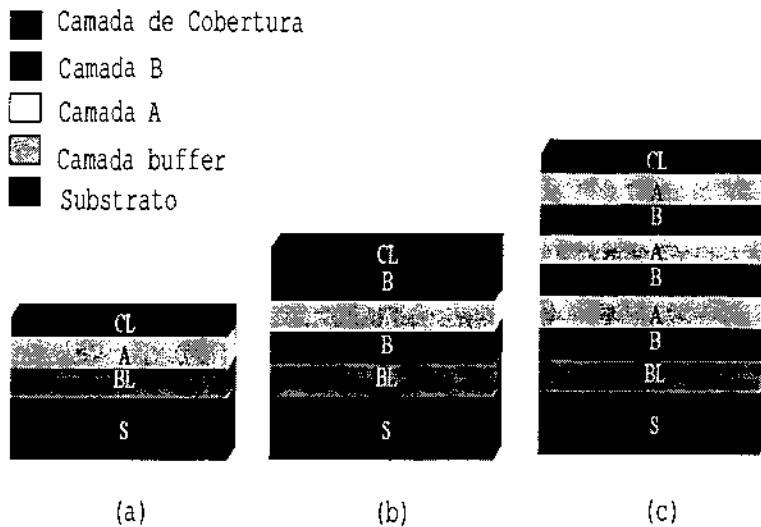


Figura 1.1: Estrutura de Filme Fino: (a) monocamada (b) sanduíche e (c) multicamadas.

As demais camadas são escolhidas conforme o interesse de estudo, monocamada, bicamadas, multicamadas, sanduíche, entre outras estruturas mais complexas. É comum terminar o filme com uma última camada de um material que irá protegê-lo da oxidação pelo ar atmosférico, sendo chamada de camada de cobertura ou proteção (*cap layer*) [5]. Na Figura 1.1 apresentamos o empilhamento de três estruturas típicas de filmes finos.

Sistemas de multicamadas constituem-se em geral de uma estrutura onde as camadas são repetições periódicas de materiais, e sanduíche é constituído de uma estrutura

²Será usado o termo em Inglês por não haver uma tradução adequada, que seria camada de tampão.

de duas camadas de um material B separadas por um outro material A, conforme representamos na Figura 1.1.

1.2 Energias de Troca e de Anisotropia Magnética

Nesta seção descreveremos os termos de energias mais relevantes para o entendimento dos comportamentos apresentados por filmes finos magnéticos. Começaremos com uma breve introdução de energia de troca e a seguir as principais energias que contribuem a energia de anisotropia.

1.2.1 Energia de Troca

A interação de troca é de natureza eletrostática e ocorre entre momentos magnéticos eletrônicos dos átomos. Essa interação é interpretada corretamente somente através da teoria quântica do magnetismo, não havendo nenhuma correspondência direta na física clássica.

A interação de troca possui ação a curtas distâncias, sendo necessário uma descrição em termos da energia de interação entre dois átomos vizinhos i e j , com momentos magnéticos \vec{S}_i e \vec{S}_j . De acordo com o modelo de Heisenberg de momentos magnéticos localizados, esta energia pode ser escrita na forma:

$$E_{troca} = -2J\vec{S}_i \cdot \vec{S}_j \quad (1.1)$$

onde \vec{S}_i e \vec{S}_j são os momentos magnéticos de dois íons i e j , J é conhecido como integral de troca.

Dependendo do sinal de J , teremos interações com distintos alinhamentos; No caso de $J > 0$ teremos um alinhamento paralelo entre os momentos magnéticos, isto é, dois momentos magnéticos vizinhos tendem a ficar na mesma direção e sentido, isto corresponde a um ordenamento ferromagnético, no caso de $J < 0$ o alinhamento será antiparalelo entre os momentos magnéticos, isto é, os dois momentos magnéticos tenderão ficar na mesma direção, porém com sentidos opostos, correspondendo a um

ordenamento antiferromagnético, conforme apresentamos na Figura 1.2.

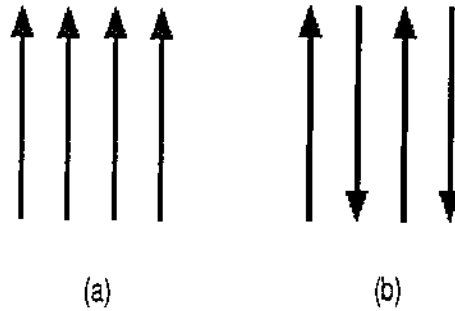


Figura 1.2: Configuração dos momentos magnéticos quando (a) $J > 0$ e (b) $J < 0$.

1.2.2 Energia de Anisotropia Magnética

Em materiais magnéticos é comum os momentos magnéticos possuírem direções privilegiadas, nas quais, estes tendem a se orientar espontaneamente na ausência de campo magnético externo. Essa direção é chamada de eixo de fácil magnetização, e pode ser interpretada como sendo a direção na qual o vetor soma das micromagnetizações dos domínios magnéticos se localiza na ausência de campo. Em consequência disto, a energia necessária para magnetizar uma amostra depende da direção em que o campo é aplicado, em relação às suas dimensões. Na prática, isto significa que o campo necessário para saturar uma amostra dependerá do ângulo que este forma com a direção de fácil magnetização. Em particular, define-se a direção de difícil magnetização como sendo aquela na qual o campo de saturação é máximo. Normalmente estes dois eixos (fácil e difícil) formam um ângulo de 90° entre si.

A diferença entre as energias necessárias para magnetizar o cristal nas direções difícil e fácil é denominada energia de anisotropia magnética. Determinar esta grandeza é somar todas as suas contribuições separadamente, sejam estas espontânea (intrínseca do material) ou induzidas (devido à agentes externos, como: temperatura, campo magnético ou tensão mecânica). Esta soma é definida como sendo a anisotropia efetiva $[K_u(T, H, \lambda)]$ e, no caso uniaxial, a energia de anisotropia por unidade de volume pode ser escrita como:

$$E_k = K_u \sin^2 \theta \quad (1.2)$$

onde θ é o ângulo entre o campo aplicado e a direção de fácil magnetização.

Tanto do ponto de vista tecnológico quanto fundamental, esta anisotropia magnética é uma das propriedades mais importantes dos materiais magnéticos. Dependendo do tipo de aplicação, materiais com alta anisotropia magnética (ímãs permanentes), média anisotropia magnética (meios de armazenamento de informações) ou baixa anisotropia magnética (núcleos magnéticos em transformadores e/ou cabeçotes de gravação magnética) podem ser utilizados [6].

Filmes finos magnéticos, por razões que serão explicadas a frente neste capítulo, geralmente possuem uma anisotropia magnética planar, isto é, a magnetização do filme está confinada ao plano definido pela superfície da amostra.

Em particular e de interesse a este trabalho, é possível introduzir uma mudança do eixo de anisotropia, passando de uma direção planar para perpendicular à superfície do filme, bastando variar a espessura do filme magnético ou sua estrutura. A presença de quebra de simetria nas interfaces planares e nas superfícies, são a origem desta mudança no eixo de anisotropia (reorientação dos momentos magnéticos).

Quando a energia de anisotropia magnética está no eixo perpendicular ao plano da superfície do filme, a anisotropia é normalmente chamada de anisotropia magnética perpendicular (PMA). Do ponto de vista tecnológico, filmes finos apresentando PMA são particularmente interessantes para o armazenamento de informações, sendo que a utilização destes como revestimento de disco rígido de computador é uma das perspectivas a curto prazo.

A energia de anisotropia magnética perpendicular efetiva K_{ef} pode ser fenomenologicamente separada em uma contribuição de volume K_v e uma contribuição de interface K_s , aproximadamente obedecendo a relação:

$$K_{ef}^\perp = K_v + \frac{2K_s}{t} \quad (1.3)$$

Esta relação representa uma média ponderada da energia de anisotropia magnética (MAE) dos átomos de interface e dos átomos internos de uma amostra com espessura t [6].

Um K_{ef} positivo descreve o caso de uma direção preferida da magnetização perpendicular ao plano do filme, enquanto que um K_{ef} negativo descreve o caso da direção preferida da magnetização estar contida no plano do filme. Como principais contribuições para K_v destacamos as anisotropias magnetostática e magnetocristalina e como contribuição para K_s a anisotropia magnetoelástica.

A contribuição de volume K_v é geralmente negativa, por outro lado a contribuição de superfície K_s pode ser tanto positiva quanto negativa³, tendo portanto, papel crucial na definição entre uma situação de anisotropia planar e perpendicular.

No caso de uma espessura (t) muito grande, o segundo termo, relacionado à K_s , tenderá a um valor muito pequeno, logo a contribuição da anisotropia de volume será muito mais significativa, fazendo com que a anisotropia tenda a ser planar. Para uma espessura (t) muito pequena, o segundo termo referente à contribuição de interface, tenderá a um valor elevado. Então, abaixo de uma certa espessura crítica, a contribuição de interface pode exceder em módulo o valor a contribuição de volume. Logo, no caso em que $K_s > 0$, o sistema terá anisotropia perpendicular, sendo portanto magnetizado espontaneamente perpendicularmente ao plano do filme.

Assim como a espessura do filme, outros parâmetros como um campo externo aplicado, o alinhamento dos momentos magnéticos na interface, a temperatura, tensões mecânicas, entre outras causas, podem contribuir para uma reorientação do eixo de anisotropia.

Nas Seções seguintes serão discutidas as principais contribuições à energia de anisotropia.

³Como veremos nas seções seguintes, onde serão detalhadas as principais contribuições a K_v e K_s

1.2.3 Energia Magnetostática

A energia magnetostática se manifesta basicamente de duas maneiras. A primeira devido à interação dos momentos magnéticos com um campo externo aplicado (H_{ext}), conhecida por energia Zeeman, e pode ser expressa por:

$$E_z = -\vec{H}_{ext} \cdot \vec{M}_s = -M_s H_{ext} \cos \theta \quad (1.4)$$

onde θ é o ângulo entre o campo aplicado \vec{H}_{ext} e a magnetização de saturação, \vec{M}_s .

O segundo modo de a energia magnetostática se manifestar é pela anisotropia de forma. Esta energia é devido aos momentos de dipolos magnéticos não compensados na superfície da amostra, que geram um campo desmagnetizante H_d dentro da amostra, que se opõe ao campo externamente aplicado.

O campo magnético efetivo dentro do material será:

$$\vec{H}_{ef} = \vec{H}_{ex} - \vec{H}_d$$

onde \vec{H}_{ex} é o campo externo aplicado e \vec{H}_d é o campo desmagnetizante (que apresentamos na Figura 1.3). Este campo é fenomenologicamente definido por:

$$\vec{H}_d = -N_d \vec{M}$$

onde N_d é o fator desmagnetizante e \vec{M} o vetor magnetização. O termo N_d depende exclusivamente da geometria da amostra e da direção do campo aplicado, podendo variar entre 0 e 1, em SI ou de 0 a 4π no sistema CGS. Em uma amostra de forma arbitrária, o campo desmagnetizante varia de ponto à ponto; o campo é homogêneo somente no interior de amostras elipsoidais. Estas amostras incluem casos limitantes, com $a = b = c$ (esferas), $a = 0$ (planos), ou $b = c = 0$ (fio). Os fatores desmagnetizantes ao longo destes três eixos em uma elipse podem ser descritos como: $N_d^a + N_d^b + N_d^c = 1$. Em particular para um filme fino é necessário um campo magnético

externo muito maior na direção perpendicular ao plano, para superar o campo desmagnetizante e saturar a amostra, do que na direção planar, onde o campo desmagnetizante é menor em relação ao perpendicular.

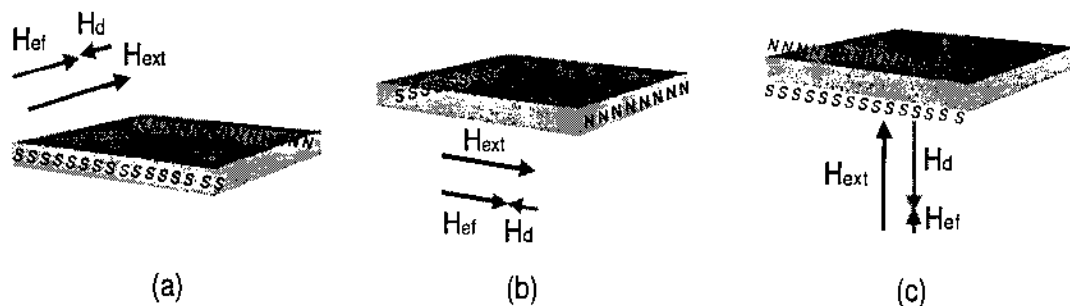


Figura 1.3: Representação dos dipolos magnéticos não compensados, nas situações em que o campo externo é aplicado ao longo de diferentes dimensões de um filme fino. Também estão representados os “diagramas” dos campos de H_{ext} , H_d e H_{ef}

Na Figura 1.3 apresentamos o esquema do campo magnético e do campo desmagnetizante em diferentes eixos de um filme fino: (a) campo aplicado ao longo do eixo transversal do filme; (b) o campo magnético aplicado ao longo do eixo longitudinal do filme. Em (a) e (b), o campo magnético aplicado gera um \vec{H}_d pequeno com sentido contrário, conseqüentemente \vec{H}_{ef} será grande (obviamente, no mesmo sentido do campo magnético externo aplicado). Em (c) o campo magnético é aplicado normalmente ao plano do filme, gerando um \vec{H}_d muito grande, fazendo com que $\vec{H}_{ef} \approx 0$ para baixos valores de campos. Portanto nesta direção é necessário um campo magnético externo muito grande para saturar o filme, enquanto que nos casos em que o campo é aplicado no plano, o campo necessário para saturar a amostra será muito menor. Desta análise qualitativa conclui-se que a anisotropia de forma contribui fortemente ao caso da anisotropia planar.

1.2.4 Energia Magnetoelástica

A energia magnetoelástica está ligada a uma propriedade intrínseca do material, denominada magnetostricção. A magnetostricção é o efeito no qual um material ferro-

magnético muda suas dimensões ao ter sua magnetização alterada, podendo ser positiva ou negativa. Sua origem está associada ao acoplamento spin-órbita dos átomos que compõem o material [3].

Pode-se também introduzir a energia magnetoelástica no sentido inverso, ou seja, alterando às dimensões do material com aplicação uma tensão mecânica, com isso alterando as propriedades magnéticas do mesmo. Particularmente, filmes finos são bastante sensíveis à tensão mecânica, sendo assim fortemente influenciados por este tipo de anisotropia.

Esta tensão, na maior parte dos casos, tem origem na interface entre duas camadas consecutivas de materiais diferentes, podendo ser induzida por diversas maneiras. Algumas das formas de induzir uma anisotropia magnetoelástica em um filme fino podem ser: escolhendo camadas de materiais adjacentes com diferentes coeficientes de expansão térmica; com diferentes parâmetros de rede; ou ainda, através de certos procedimentos adotados durante a deposição do filme. Por exemplo, uma deposição com incidência oblíqua ou com um campo magnético aplicado, pode causar a formação de grãos ligeiramente alongados em uma certa direção e, portanto, tensionados. Cabe ressaltar que um dos papéis mais importantes desempenhado pela camada *buffer* é o de induzir estas tensões sobre o filme fino.

Se a tensão σ for aplicada uniaxialmente, a energia magnetoelástica assumirá uma expressão simplificada:

$$E_{me} = -\frac{3}{2}\lambda_s\sigma \cos^2 \theta \quad (1.5)$$

onde θ é o ângulo entre a magnetização e o eixo de aplicação da tensão; λ_s é a constante de magnetostricção do material saturado ($\lambda_s = \Delta l/l$).

Esta forma de anisotropia, dependendo da direção em que é aplicada a tensão, pode tanto contribuir à anisotropia planar quanto perpendicular.

1.2.5 Energia Magnetocristalina

Um fato já bem conhecido experimentalmente é que cristais ferromagnéticos possuem fáceis e difíceis direções de magnetização ao longo de certos eixos cristalográficos [7].

A dependência das propriedades magnéticas com as direções cristalográficas é conhecida como anisotropia magnetocristalina.

A magnetização em cada direção cristalográfica possui uma energia associada. A diferença dessas energias determina a anisotropia magnetocristalina, e por fim o comportamento magnético.

Particularmente, no caso de filmes finos, diferentes graus ou tipos de texturas⁴ podem ser induzidas, de acordo com a escolha do substrato, da camada *buffer*, do método ou das condições de deposição. Dependendo do grau ou do tipo de textura, em um filme fino a anisotropia magnetocristalina pode ter tanto uma contribuição positiva quanto negativa à anisotropia efetiva, ou seja, pode ser tanto planar quanto perpendicular.

1.3 Paredes de Domínios

A presença de estruturas de domínios em ferromagnetos foi indicada pela primeira vez por Pierre Weiss em 1907 [2], em seu trabalho sobre a hipótese do campo molecular, onde também introduziu o conceito de magnetização espontânea.

A primeira verificação experimental da presença de domínios ferromagnéticos foi indireta, feita por Barkhausen, em 1919 [8], que mediu pequenas reorientações irreversíveis dos domínios, ocorridas devido à aplicação de baixos campos, através da amplificação do sinal proveniente de uma bobina de indução enrolada na amostra magnética.

Bitter obteve em 1931 [9] imagens da estrutura de domínios, aplicando sobre a superfície polida do material uma suspensão coloidal de partículas finas de magnetita. Os padrões foram observados quando as partículas se acumulavam em posições da

⁴Texturização - é o grau de monocristalinidade de um filme fino

superfície onde o gradiente de campo é alto, ou seja, nas paredes de domínios. Bitter não concluiu de imediato que o observado era realmente estrutura de domínios, pois as explicou como sendo resultado das irregularidades em amostras ferromagnéticas.

As estruturas de domínios foram estudadas de maneira teórica, inicialmente por F. Bloch em 1932 [10] e continuaram sendo estudadas posteriormente por Landau e Lifshitz em 1935 [11] e por Néel em 1944 [12].

Em seu trabalho de 1932, Bloch argumentou que devido às interações de troca, descritas na Seção 1.2.1, é mais fácil energeticamente para os momentos magnéticos mudarem gradualmente a sua direção de magnetização ao longo dos momentos magnéticos vizinhos da rede, do que uma mudança abrupta da magnetização de um momento magnético à outro. Isso significa que deve existir uma região de transição que separa dois domínios diferentes, onde a direção da magnetização varia gradualmente, a esta região dá-se o nome de parede de domínio.

De fato, os domínios magnéticos são conseqüência direta da minimização da energia magnetostática total de uma amostra ferromagnética, em outras palavras, isso quer dizer que energeticamente é mais favorável um ferromagneto se dividir espontaneamente em domínios a fim de anular sua magnetização remanente (magnetização a campo nulo), do que encontrar-se em um estado saturado a campo nulo ($M_r = M_s$). Uma conseqüência disto, é que, ainda que um material apresente uma remanência igual à saturação, este estado será meta-estável, ou seja, num intervalo de tempo finito, o sistema decairá ao estado de menor energia ($M_r = 0$). Este resultado é de vital importância tecnológica, pois mesmo os materiais vulgarmente conhecidos como ímãs permanentes, na realidade não são eternos, mas sim apresentam um tempo de relaxação muito grande. Por isso, o estudo da estabilidade de estados magnéticos em ferromagnéticos tem sido um assunto de grande interesse, em especial em materiais com potencialidade de serem utilizados como revestimento de armazenadores de informações (disco rígido de computador, discos flexíveis, entre outros).

Existem dois tipos principais de paredes de domínios, as de Bloch e as de Néel. Dentro de uma parede de Bloch de 180° que separa dois domínios antiparalelos, os

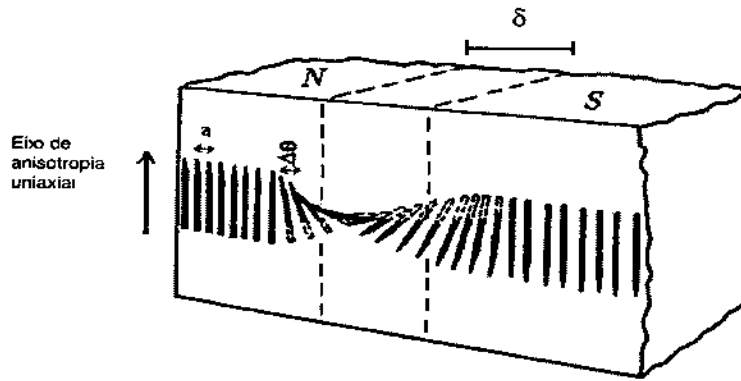


Figura 1.4: Representação de uma parede de domínios do tipo de Bloch de 180°

spins giram fora do plano definido pelas magnetizações dos domínios vizinhos, conforme representamos na Figura 1.4.

O segundo tipo de parede de domínios que vale ser mencionado, são as paredes de Néel. A diferença básica entre as paredes de Bloch e Néel é que nesta última, os momentos magnéticos estão confinados no plano definido pelos momentos dos domínios adjacentes. Este tipo de parede é muito comum em filmes finos em virtude da forte anisotropia de forma, que faz com que seja energeticamente desfavorável aos momentos magnéticos se orientarem perpendicularmente ao plano definido pela superfície da amostra.

Em uma primeira aproximação, as características principais de uma parede de domínio (tipo, espessura e energia) podem ser estimadas pela minimização de três formas diferentes de energia. A primeira destas é a energia magnetostática. Como já discutido na Seção 1.2.3, por consequência da anisotropia de forma, será a minimização desta forma de energia que vai definir se uma parede será de Bloch ou de Néel. O cálculo da energia magnetostática neste caso, envolve ferramentas matemáticas de considerável complexidade, portanto, não será desenvolvido aqui [13]. As duas outras formas de energias a serem consideradas na estimativa da largura de uma parede, são as energias de troca e de anisotropia.

A fim de identificar o papel das energias de anisotropia e de troca no processo de formação das paredes de domínios, usaremos um exemplo bem simples. Consideremos

uma parede formada por uma cadeia unidirecional de N átomos, cada qual com o momento magnético \vec{S} , separando dois domínios com magnetizações opostas, isto é, formando um ângulo de 180° entre eles. Neste caso, a energia de troca, de um par de átomos vizinhos que formam um ângulo θ entre si, pode ser expressa por:

$$E_{troca}^{par} = -2JS^2 \cos \theta \quad (1.6)$$

onde J é a integral de troca. Expandindo $\cos \theta$ em série de potências, obtemos:

$$\cos \theta = 1 - \frac{\theta^2}{2} + \frac{\theta^4}{24} - \dots$$

Considerando os termos até a segunda ordem e desprezando o que não depende de θ , a energia de troca por unidade de área pode ser escrita como:

$$E_{troca}^{par} = JS^2 \theta^2 \quad (1.7)$$

A energia de troca total da parede toma a seguinte forma:

$$E_{troca} = JS^2 \sum_i^N \theta_i^2 \quad (1.8)$$

com a soma feita sobre os N pares de vizinhos mais próximos.

Na Figura 1.5, podemos visualizar uma representação de um linha ao longo do eixo x , formada por $N+1$ átomos vizinhos, perpendicular a uma parede de 180° (contida no plano yz). Neste exemplo, o ângulo médio $\bar{\theta}$ entre dois momentos magnéticos vizinhos será π/N . Sendo assim, o somatório na Equação 1.8 pode ser substituído por, $N \cdot \bar{\theta}$, ou seja:

$$\sum_i^n \theta_i^2 \approx N \cdot (\bar{\theta})^2 = N \left(\frac{\pi}{N} \right)^2 = \frac{\pi^2}{N} \quad (1.9)$$

Logo, a energia da parede, associada à energia de troca, toma a seguinte forma:

$$E_{troca} = \frac{JS^2 \pi^2}{N} \quad (1.10)$$

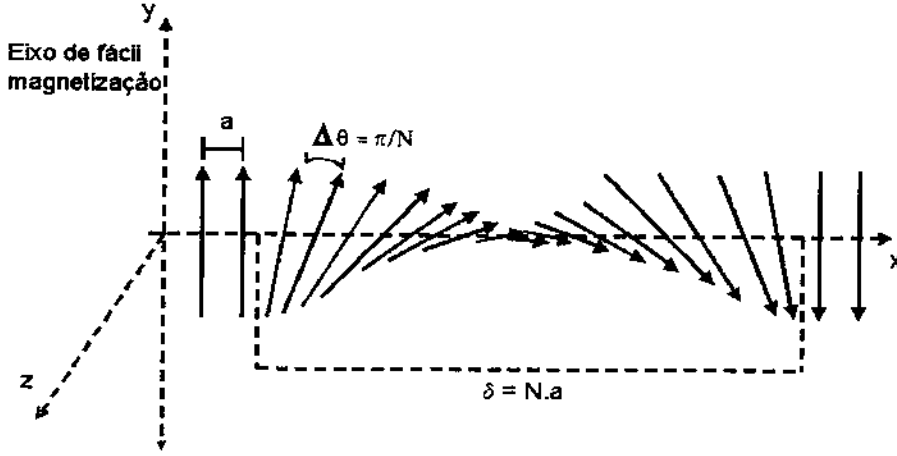


Figura 1.5: Representação de uma linha ao longo do eixo x, formada por $N + 1$ átomos, perpendicular à parede de Bloch.

Sendo a uma separação entre dois átomos, a área da parede atravessada por esta linha será a^2 , logo a energia de troca por unidade de área toma a seguinte forma:

$$e_{troca} = \frac{E_{troca}}{a^2} = \frac{\pi^2 JS^2}{Na^2} \quad (1.11)$$

A condição para que a energia seja mínima é que N cresça indefinidamente; no entanto, se N aumenta a energia de anisotropia aumenta, pois cresce também o número de momentos magnéticos fora da direção de fácil magnetização. No caso de uma amostra com anisotropia uniaxial, a energia de anisotropia por unidade de volume (E_k) pode ser aproximada pela Equação 1.2.

Sendo a espessura da parede, δ , definida como Na (ver Figura 1.5), a energia de anisotropia por unidade de área pode ser escrita como:

$$e_K = E_k \cdot \delta = NaK_u \overline{\text{sen}^2\theta} \approx K_u Na \quad (1.12)$$

Onde, a fim de dar uma idéia da ordem de grandeza de uma largura da parede, a média $\overline{\text{sen}^2\theta}$ foi tomada como sendo 1. A Figura 1.5 apresenta o esquema dos momentos magnéticos numa parede de domínios de largura δ .

A energia total por unidade de área é a soma das energias de troca e anisotropia e a condição que minimiza é dada por:

$$\frac{de}{dN} = -\frac{\pi^2 JS^2}{N^2 a^2} + K_u a = 0 \quad (1.13)$$

e a parede que satisfaz esta condição tem um número de átomos dado por:

$$N = \frac{\pi S}{a^{3/2}} \sqrt{\frac{J}{K_u}} \quad (1.14)$$

portanto a espessura da parede é:

$$\delta = Na = \frac{\pi S}{a^{1/2}} \sqrt{\frac{J}{K_u}} \quad (1.15)$$

A espessura da parede é, em conseqüência, diretamente proporcional a \sqrt{J} e inversamente proporcional a $\sqrt{K_u}$.

1.4 Processo de Magnetização

Por um período de aproximadamente cinqüenta anos, as idéias de Weiss sobre os domínios não foram usadas na explicação do formato da curva de magnetização ou no mecanismo de histerese magnética, até que em 1949, foram observadas estruturas bem definidas de domínios num cristal de ferro-silício, por Williams, Bozorth e Shockley [14].

A estrutura de domínios é uma conseqüência de um complicado balanço das energias envolvidas no sistema. A compreensão do processo de deslocamento de paredes e rotação dos domínios leva-nos à compreensão do processo de magnetização.

Quando uma amostra é colocada sob a ação de um campo magnético crescente até H_{max} , sua magnetização aumenta progressivamente até atingir o estado de saturação, em seguida, fazendo-o variar até $-H_{max}$ e de volta a $+H_{max}$, realizamos o que se chama de curva de magnetização. O conjunto das diferentes etapas envolvidas nesta curva é chamado de processo de magnetização.

Uma amostra ferromagnética virgem (que nunca tenha sofrido influência de um campo magnético externo) apresenta domínios magnéticos que se orientam de tal forma

que o momento magnético resultante é nulo (estado desmagnetizado), conforme discutido na Seção 1.3 e apresentado a Figura 1.6(i). Ao ser submetido a um campo magnético externo (H_{ext}) crescente, em um primeiro momento haverá deslocamentos reversíveis das paredes de domínios, no sentido de aumentar o volume daqueles domínios cujas direções de suas magnetizações sejam favoráveis à H_{ext} , surgindo uma magnetização total não nula, conforme Figura 1.6(ii). Após este intervalo, as paredes de domínios passam a se deslocar, ainda de modo a aumentar o volume dos domínios com a magnetização na direção de H_{ext} , no entanto estes deslocamentos são causados por saltos irreversíveis das paredes de domínios entre sucessivas posições metaestáveis. Este comportamento se estende até bem próximo da saturação, onde o aumento da magnetização passa a ser quase que exclusivamente devido às rotações dos momentos magnéticos dentro dos domínios, conforme Figura 1.6(iii). A partir do valor de (H_{ext}) responsável pelo completo alinhamento dos momentos magnéticos, um aumento do (H_{ext}) irá somente alinhar os momentos magnéticos, que geralmente são desalinhados devido às agitações térmicas, conforme Figura 1.6(iv), o resultado final é um monodomínio totalmente saturado na direção do campo.

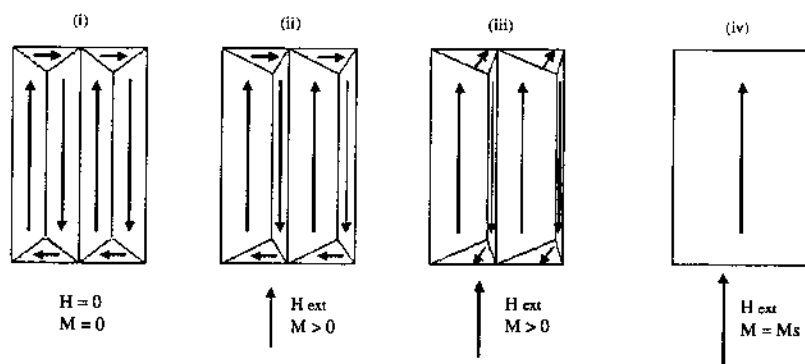


Figura 1.6: Evolução dos domínios magnéticos sob a influência de um campo magnético externo aplicado.

Como mostrado na Figura 1.7, para um material ferromagnético, a magnetização M em função de H geralmente é um processo irreversível, resultando num ciclo de histerese. O campo H_c , no qual M se anula, é chamado de campo coercivo ou campo

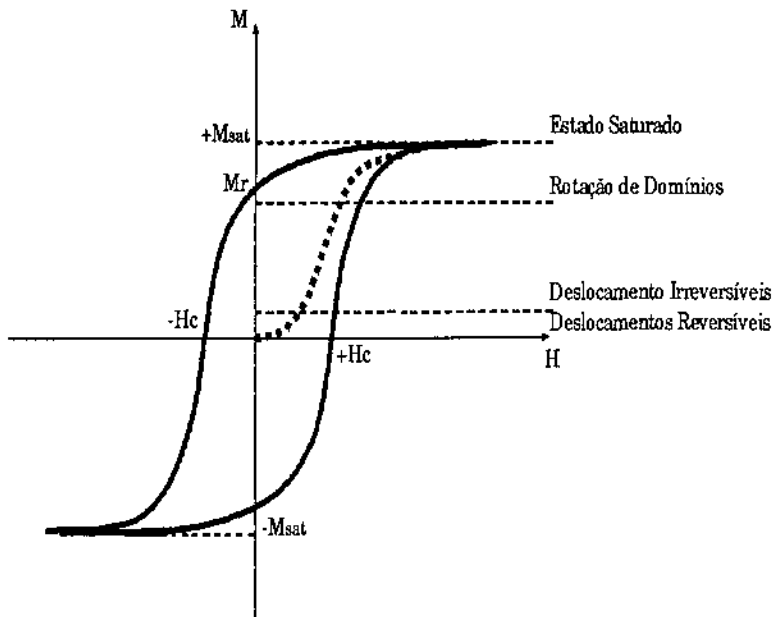


Figura 1.7: Curva de magnetização de um material ferromagnético; em pontilhado é apresentada a curva da primeira magnetização, ou curva virgem.

coercitivo. É comum tal material apresentar uma magnetização remanente não nula, M_r , após a remoção do campo magnético.

De um modo geral, o processo de magnetização é dividido em reversível e irreversível, os quais são caracterizados por rotação da magnetização num monodomínio e deslocamento das paredes de domínios, conforme Figura 1.6.

1.4.1 Processos Reversíveis da Magnetização

O perfil da curva de magnetização é caracterizado em termos da geometria do material, de suas propriedades magnéticas, e da direção que o campo magnético externo é aplicado em relação aos eixos de anisotropia da amostra. Nesse processo, a suscetibilidade magnética inicial, χ , exerce um papel fundamental.

Ao aplicar um campo magnético num material virgem perfeitamente homogêneo, haverá o deslocamento da parede sem alterar a energia desta parede. Assim, ao ser retirado o campo, a parede voltará à sua origem, pois não existem irregularidades no material que causem alterações na energia da parede. Para que o deslocamento seja

reversível, o material não deve possuir regiões irregulares que aprisionem as paredes num mínimo local de energia. Tais regiões são chamadas de centros de aprisionamento (*pinning*).

Ao contrário dos deslocamentos das paredes, a rotação reversível da magnetização é independente das várias irregularidades do material ferromagnético e, podendo desenvolver-se de forma semelhante em diferentes materiais magnéticos.

Um campo magnético aplicado causa na magnetização uma rotação de sua direção estável. As energias que devem ser levadas em conta são: as diferentes energias de anisotropia (natural ou induzida) e a energia resultante da aplicação do campo magnético externo, energia Zeeman. Para altos campos, próximos à saturação, os deslocamentos das paredes têm uma contribuição desprezível no processo de magnetização.

1.4.2 Processos Irreversíveis da Magnetização

Estes processos correspondem à uma propriedade marcante do ferromagnetismo, determinando a dependência não unívoca entre a magnetização da amostra e o campo magnético aplicado.

Na Figura 1.8 apresentamos a expansão de uma parede de domínios na direção do campo magnético externo aplicado.

Consideremos o caso em que uma parede se desloca num material com várias irregularidades estruturais, assim, a energia das paredes irá variar de maneira irregular em termos da posição inicial. Na ausência do campo magnético a parede irá se situar numa posição de energia mínima, conforme Figura 1.8 (a).

Conforme a Figura 1.8, se a parede estiver numa posição (c) a ação de um campo crítico H_0 , fará com que a parede salte irreversivelmente para uma outra posição (d). Se o campo for retirado, a parede retornará (reversivelmente) para a posição de mínimo mais próxima à sua posição atual e não para a posição inicial. O campo H_0 , define a passagem do movimento reversível para irreversível.

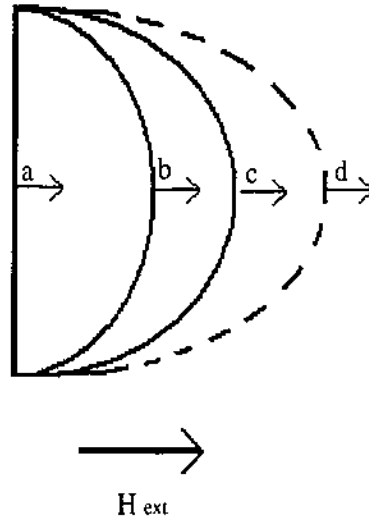


Figura 1.8: Esquema da expansão reversível e irreversível da parede de domínio com campo magnético externo aplicado.

Em materiais reais os diferentes processos de magnetização não acontecem de forma isolada. Quando uma parede é presa em uma região irregular e aumentamos ainda mais o campo magnético aplicado, parte da energia armazenada será usada na rotação de domínios, isto é, termos de rotação da magnetização devem ser considerados nesse caso. Portanto devemos considerar que simultaneamente com os deslocamentos irreversíveis de paredes, devem acontecer também rotações.

Assim, mesmo que a rotação da magnetização não seja intrinsecamente irreversível, ela pode se apresentar como uma componente importante em processos de magnetização envolvendo deslocamentos irreversíveis de paredes de domínios.

1.4.3 Processo de Inversão da Magnetização

A dinâmica do processo de inversão da magnetização em filmes finos é de grande importância e complexidade. A motivação para o estudo dos processos envolvidos nesta dinâmica vem do surgimento de novas classes de sistemas magnéticos e suas possíveis aplicações em dispositivos e mídias de gravação magnética. Portanto, informações destes processos, como o tempo de relaxação e sua dinâmica tornam-se de vital importância. Associado a esses processos, o desenvolvimento de modernas

técnicas de aquisição de imagens de domínios magnéticos têm permitido consideráveis avanços nesse sentido. Os processos de inversão da magnetização podem ser classificados por três modos distintos: rotação coerente, nucleação de domínios magnéticos, ou propagação das paredes dos domínios magnéticos.

Rotação Coerente

A inversão da magnetização por rotação coerente ocorre de forma simples. Este tipo de processo é comum em sistemas com anisotropia magnética uniaxial, medida com o campo magnético aplicado na direção do eixo de difícil magnetização.

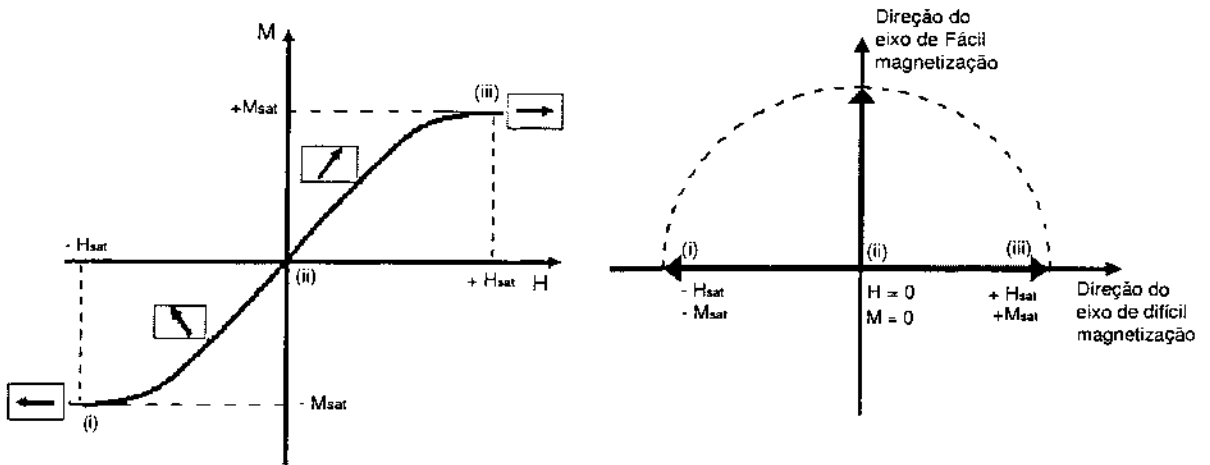


Figura 1.9: (a) Esquema das direções dos domínios magnéticos durante o processo de inversão da magnetização por rotação coerente em (b) Esquema das direções da magnetização e campo aplicado.

Conforme apresentamos na Figura 1.9 (a) os momentos magnéticos acompanham o sentido do campo magnético aplicado e em (b) as direções de fácil magnetização e do campo aplicado (difícil magnetização).

Partimos de um estado sem campo aplicado ($H_{ext} = 0$; $M = 0$). Um aumento do campo na direção do eixo de difícil magnetização faz com que os momentos magnéticos girem coerentemente, tendendo a alinhar-se na direção do campo, até um valor crítico em que se alinham paralelamente, saturando a amostra ($+H_{ext}$; $+M_{sat}$). Com a dimi-

nuição deste campo, até zerá-lo, os momentos magnéticos voltam à posição de origem, direção de fácil magnetização ($H_{ext} = 0; M = 0$). Invertendo o sentido do campo aplicado, os momentos magnéticos giram coerentemente com o campo até um valor de campo em que os momentos magnéticos e campo se alinham paralelamente, saturando a amostra no sentido inverso do campo ($-H_{ext}; -M_{sat}$), completando uma curva de magnetização.

Nesse processo há uma necessidade maior de energia magnética para saturar a amostra e a magnetização é reversível, não formando curva de histerese e domínios magnéticos.

Nucleação

Partindo de um estado completamente saturado, no processo de inversão da magnetização por nucleação, começam a ocorrer sucessivas nucleações de domínios no sentido do campo aplicado em posições aleatórias na amostra, sem que haja expressiva movimentação das paredes. Este processo segue até que a amostra tenha seu estado magnético totalmente invertido. Este tipo de inversão da magnetização é recorrente em amostras com uma grande quantidade de centros de aprisionamentos, os quais, além de impedirem a propagação das paredes, servem como centros de nucleação de domínios. Os centros de aprisionamentos podem ser de diversas origens, sendo as mais comuns: defeitos na estrutura cristalina, impurezas e irregularidades ou não homogeneidade magnética.

Sistemas magnéticos com alta viscosidade magnética estão propensos à nucleação de domínios devido à dificuldade de propagação das paredes. Um fator que tende a aumentar o número de nucleações é o aumento da taxa de variação do campo magnético ($\frac{dB}{dt}$). No regime dinâmico, a taxas suficiente altas, as nucleações passam a ocorrer sem que as paredes tenham tempo de se propagar.

Conforme apresentamos na Figura 1.10 os ciclos de histerese neste caso são geralmente mais arredondadas, e os campos de saturação são relativamente pequenos.

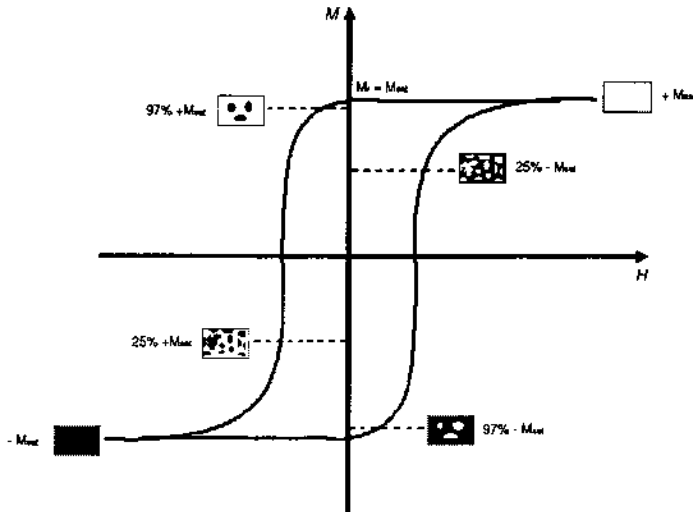


Figura 1.10: Esquema das configurações de domínios magnéticos durante o processo de inversão da magnetização por nucleação de domínios.

Propagação de Paredes

O processo de inversão da magnetização por propagação das paredes de domínios é comum em sistemas com poucos centros de aprisionamentos (centros de nucleação) e com expressiva anisotropia uniaxial, quando medido com o campo aplicado na direção do eixo de fácil magnetização.

Nesse processo de inversão, ao contrário do que ocorre no processo por nucleação, basta que sejam nucleados alguns poucos domínios, no sentido do campo aplicado, para que suas paredes se propaguem instantaneamente, fazendo com que estes domínios cresçam até que tomam completamente a amostra, sem que tenha havido a oportunidade de ocorrer novas nucleações.

Este processo deve-se ao fato de as amostras não apresentarem centros de nucleação, fazendo com que a energia necessária para nuclear um domínio seja relativamente maior que a energia necessária para propagar as paredes destes domínios nucleados. Portanto, basta uma nucleação para que as paredes de domínios se propaguem até os limites físicos da amostra. Conforme apresentamos na Figura 1.11, o ciclo de histerese de uma amostra caracterizada por este tipo de inversão da magnetização, e um ciclo extremamente quadrado e apresenta $M_r = M_{sat}$ e grande coercividade.

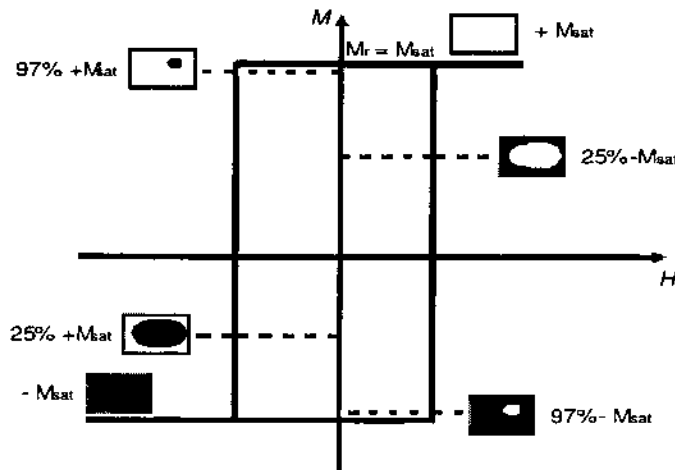


Figura 1.11: Esquema das configurações de domínios magnéticos durante o processo de inversão da magnetização por propagação de paredes de domínios.

Em sistemas reais, os processos de inversão da magnetização ocorrem conjuntamente, no entanto em muitos casos é possível distinguir qual dos processos é dominante.

1.5 *Exchange Bias*

Quando sistemas possuindo uma interface do tipo ferromagnética (*FM*) - antiferromagnética (*AFM*) passam por um tratamento térmico (descrito na próxima sub-seção), uma anisotropia unidirecional passa a ser observada. Este efeito é conhecido como *exchange bias*. Este fenômeno está associado ao acoplamento, via interação de troca, entre as camadas *FM* e *AFM*[15]. Este efeito foi descoberto por Meiklejohn e Bean em 1956 quando estudavam partículas de *Co* embutidas no óxido antiferromagnético (*CoO*) [16], desde então é observado em diferentes sistemas que apresentam este tipo de interface.

Atualmente sistemas que apresentam efeito de *exchange bias* têm se mostrado de grande interesse do ponto de vista tecnológico, principalmente com aplicações em dispositivos relacionados à gravação/leitura magnética.

Como manifestações macroscópica do *exchange bias*, temos uma curva de magnetização apresentando uma assimetria em relação ao eixo do campo magnético e um expressivo aumento da coercividade, conforme apresentamos na Figura 1.12. Este deslocamento acontece geralmente na direção oposta à direção do campo magnético externo aplicado durante o tratamento térmico. Este efeito diminui com a elevação da temperatura, desaparecendo perto de T_N , confirmando que a presença do material AFM é a causa desta anisotropia.

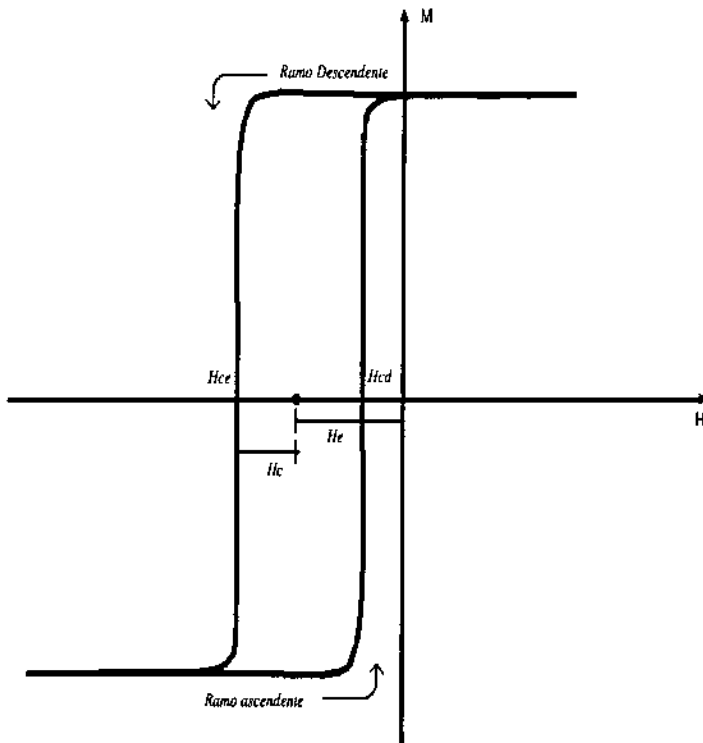


Figura 1.12: Curva típica de magnetização de sistemas que apresentam o efeito de *exchange bias*.

O campo coercivo (H_c) e o campo de *exchange bias* (H_e) são definidos neste caso como sendo a meia largura do ciclo de histerese e o deslocamento deste em relação à origem, respectivamente, e podem facilmente ser calculados através das expressões:

$$H_e = \frac{|H_{cd} + H_{ce}|}{2} \quad (1.16)$$

$$H_c = \frac{|H_{cd} - H_{ce}|}{2}, \quad (1.17)$$

onde H_{cd} e H_{ce} são respectivamente os campos coercivos da esquerda (ramo ascendente) e da direita (ramo descendente) da curva de magnetização.

1.5.1 Tratamento Térmico

Assim como os materiais ferromagnéticos virgens, os antiferromagnéticos virgens também tendem se dividir em domínios magnéticos, conforme apresentamos na Figura 1.13(a). No entanto, ao contrário dos ferromagnéticos, estes domínios não desaparecem em um campo magnético ordinário, visto ser este tipo de material praticamente insensível a um campo magnético externo. Por causa disto, a fim de tornar este material monodomínio (ou próximo disto) é necessário submetê-lo a um tratamento térmico.

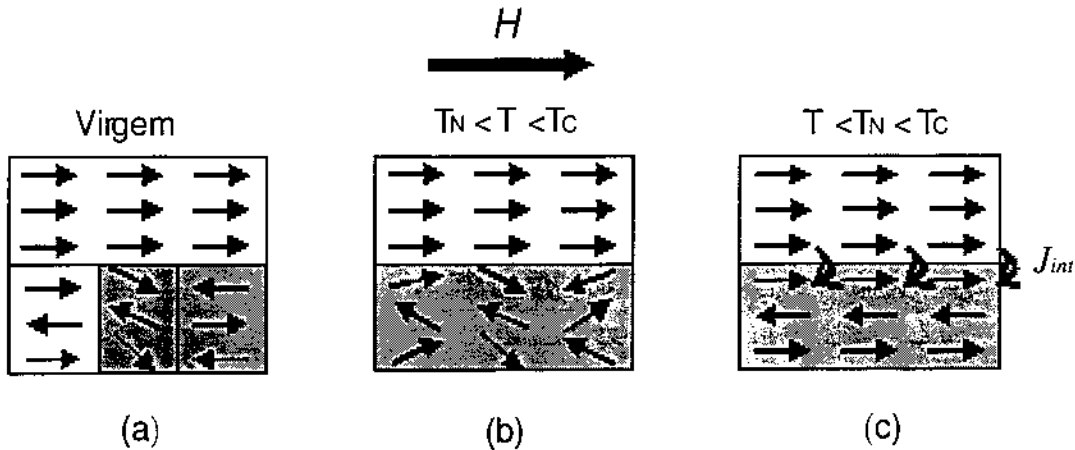


Figura 1.13: Esquema da configuração dos momentos magnéticos durante o tratamento térmico de um sistema FM-AFM, onde $H_{ext} > H_{satFM}$.

O tratamento térmico se dá elevando a temperatura do sistema à uma temperatura que seja superior a de Néel do material AFM e inferior à de Curie do material FM ($T_N < T < T_C$). A esta temperatura, o material ferromagnético permanece em seu estado FM, por outro lado, o material antiferromagnético encontra-se em seu estado paramagnético, completamente desordenado, conforme representado na Figura 1.13(b).

Posteriormente o sistema é resfriado a uma temperatura inferior à temperatura de

Néel ($T < T_N$) sob ação de um campo magnético externo maior que o campo magnético de saturação do material ferromagnético $H_{ext} > H_{sat}$.

Por causa do acoplamento interfacial (J_{int}), o material AFM, ao passar por T_N , tem uma direção privilegiada para se orientar, impedindo que este se divida em domínios magnéticos (como representado na Figura 1.13 (c), para o caso de um acoplamento interfacial ferromagnético).

De acordo com a configuração dos momentos magnéticos do material AFM, a interface entre o material FM e AFM pode ser compensada ou não compensada. Em uma superfície de AFM compensada, a média líquida dos momentos magnéticos sobre uma escala microscópica é zero, conseqüentemente, esta superfície terá a magnetização líquida zero, conforme Figura 1.14 (a). Em contraste, se o arranjo dos momentos magnéticos for tal que a magnetização superficial seja diferente de zero, a interface será não compensada, conforme Figura 1.14 (b). Os outros planos dos momentos magnéticos no AFM acompanham a ordem antiferromagnética de forma a produzir magnetização total igual a zero.

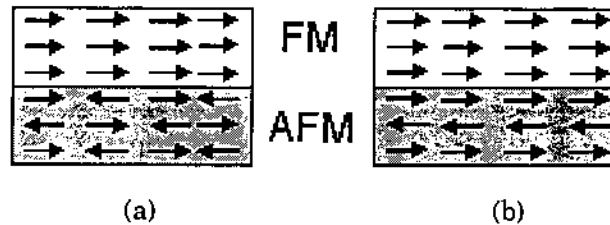


Figura 1.14: Exemplos de interfaces FM-AFM, onde a superfície do AFM é: (a) compensada e (b) não compensada.

1.5.2 Exemplo de Configurações Micromagnéticas

Para facilitar o entendimento do deslocamento da curva de magnetização em sistemas que apresentam *exchange bias*, apresentaremos um exemplo relacionando a configuração microscópica dos momentos magnéticos a uma curva de magnetização.

Começaremos supondo que: o acoplamento entre os momentos magnéticos do mate-

rial FM e do material AFM na interface seja ferromagnético ($J_{int} > 0$)⁵, a configuração dos momentos magnéticos do material AFM seja não compensada nesta interface e que a anisotropia da camada AFM seja muito maior que a interação de troca interfacial ($K_{AFM} \gg J_{int}$).

Partindo de um estado em que a camada FM esteja saturada na direção do campo aplicado, conforme Figura 1.15 (i), quando o valor do campo magnético externo é reduzido à zero, o material continua saturado na direção do campo.

Agora invertemos o campo magnético até um valor em que os momentos magnéticos da camada FM comecem a girar. Na camada AFM os momentos magnéticos permanecem inalterados, por terem uma anisotropia magnética muito maior J_{int} , conforme Figura 1.15 (ii). Portanto, a interação interfacial entre os momentos FM-AFM age no sentido de manter alinhados ferromagneticamente os momentos da camada AFM com os da FM, preservando sua posição original (ferromagneticamente alinhados à interface). Por causa disto, os momentos magnéticos da camada FM têm única configuração estável, a anisotropia é unidirecional.

Assim, o campo necessário para inverter completamente os momentos magnéticos da camada FM será maior do que aquela no caso onde não exista acoplamento interfacial. Isso porque, o campo externo além de ser suficientemente intenso para inverter os momentos magnéticos da camada FM, deverá ainda suplantiar o acoplamento interfacial (J_{int}). Este último pode ser encarado como um campo extra, campo de “*exchange bias*”, que surge devido ao torque microscópico que tende a manter o ordenamento ferromagnético, portanto no sentido contrário ao campo (Conforme Figura 1.15 (iii)).

Porém, quando começamos a retornar o campo ao seu sentido original, ou seja, quando estamos no ramo descendente do ciclo de histerese, os momentos magnéticos da camada FM começarão a girar a um campo menor, devido à interação com os momentos magnéticos do AFM (que apresenta agora um torque na mesma direção do campo), como apresentado na Figura 1.15 (iv).

Este campo extra, campo de “*exchange bias*”, tem sentido contrário ao do campo

⁵No entanto, o mesmo raciocínio vale para o caso em que este acoplamento seja antiferromagnético, *i.e.* $J_{int} < 0$

aplicado durante o tratamento térmico, e pode ser quantificado pelo deslocamento do ciclo de histerese (H_e). Cabe ainda explicar que o campo de “*exchange bias*” é uma medida indireta do acoplamento interfacial, J_{int} entre as camadas FM e AFM.

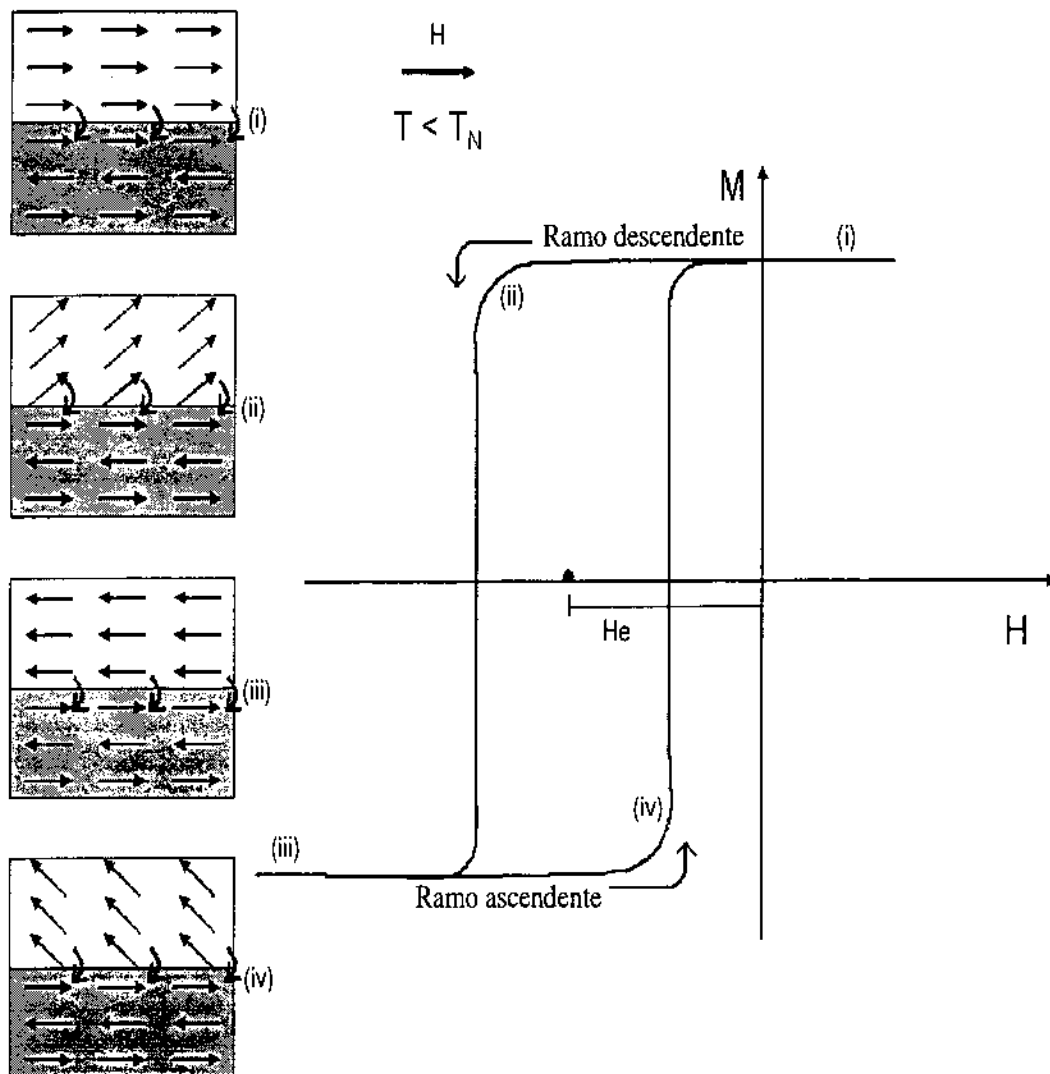


Figura 1.15: Diagrama esquemático de uma curva de magnetização relacionada à configuração microscópica dos momentos magnéticos em diferentes estágios.

Embora este modelo simples dê uma apresentação intuitiva, a origem microscópica deste fenômeno ainda não está totalmente compreendida. Além disso, o papel dos muitos parâmetros envolvidos no efeito de *exchange bias*, como anisotropia, rugosidade, configuração dos momentos magnéticos ou domínios magnéticos, precisam ser levados em conta, em uma análise mais aprofundada deste fenômeno.

1.5.3 Energia e Campo de *Exchange Bias*

A fim de se comparar diferentes sistemas, independentemente do material ferromagnético e sua espessura, é conveniente expressar o valor do campo de *exchange bias* em termos da energia interfacial por unidade de área [17]:

$$\Delta E = M_{FM} t_{FM} H_e, \quad (1.18)$$

onde M_{FM} e t_{FM} são a magnetização de saturação e a espessura do material ferromagnético, respectivamente, e H_e é o valor do campo de *exchange bias*. Note que na prática podemos supor que ΔE depende somente da magnetização de saturação e não do tipo de material FM.

A energia por unidade de área de um sistema com *exchange bias*, supondo uma rotação coerente na magnetização, pode ser escrita como:

$$E = -HM_{FM}t_{FM}\cos(\theta - \beta) + K_{FM}t_{FM}\text{sen}^2(\beta) + \\ + K_{AFM}t_{AFM}\text{sen}^2(\alpha) - J_{int}\cos(\beta - \alpha), \quad (1.19)$$

onde H é o campo aplicado, 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_{int} é a constante de acoplamento na interface. β, α e θ são ângulos entre a magnetização FM e o eixo de anisotropia FM; a magnetização do AFM e seu eixo de anisotropia; o campo aplicado e o eixo da anisotropia FM, respectivamente, conforme definido na Figura 1.16. Note que os eixos de anisotropia AFM e FM são supostos colineares e a magnetização do AFM tem duas posições opostas referentes às subredes dos AFM.

O primeiro termo da equação de energia é o termo de Zeeman, o segundo termo refere-se à anisotropia FM, o terceiro termo à anisotropia AFM e o último termo à energia associada ao acoplamento interfacial.

Embora esta função de energia envolva os parâmetros principais, supõe-se que tanto os domínios da camada FM quanto os da AFM são paralelos ao eixo de anisotropia; e

ferromagneticamente acoplados na interface.

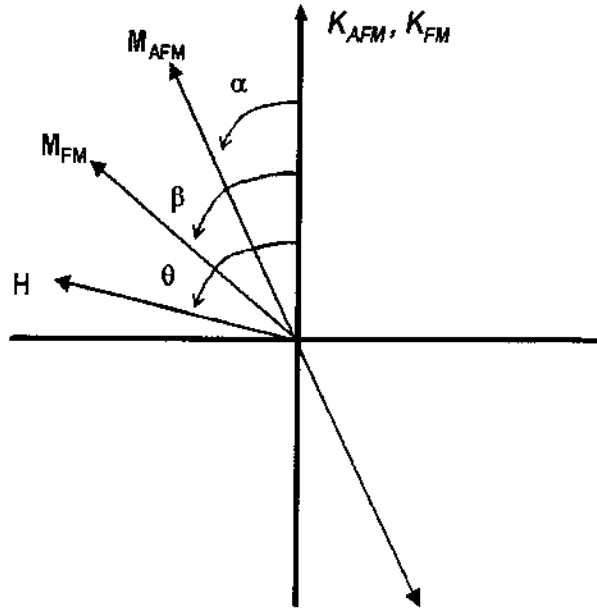


Figura 1.16: Diagrama esquemático das direções das magnetizações, das anisotropias e do campo magnético aplicado, envolvidos em um sistema com *exchange bias*.

No caso mais simples a anisotropia FM é desprezível, visto que $K_{FM} \ll K_{AFM}$. A energia pode então ser escrita como:

$$E = -HM_{FM}t_{FM} \cos(\theta - \beta) + K_{AFM}t_{AFM} \sin^2(\alpha) - J_{int} \cos(\beta - \alpha), \quad (1.20)$$

Minimizando a energia com relação a α e β , o campo de *exchange bias* encontrado será [17]:

$$H_E = \frac{J_{int}}{M_{FM}t_{FM}} \quad (1.21)$$

O valor do campo de *exchange bias* previsto por estes cálculos depende do valor suposto para o J_{int} . Como H_e é diretamente proporcional a J_{int} , se tivermos um alto valor para J_{int} , teremos um aumento em H_e , em consequência. H_e é inversamente proporcional a M_{FM} e t_{FM} , magnetização do material FM e a espessura da camada do material FM, respectivamente. Se tivermos um filme com camadas muito espessas ou se o material FM tiver uma magnetização muito alta, H_e tende a diminuir. Embora

este modelo dê uma idéia qualitativa do problema, prevê-se que H_e é várias ordens de grandezas maior do que os resultados experimentais [18].

Outro importante resultado desta minimização é a condição exigida para observação de *exchange bias*:

$$K_{AFM}t_{AFM} \geq J_{int} \quad (1.22)$$

Se $K_{AFM}t_{AFM} \gg J_{int}$ este sistema é minimizado mantendo-se α pequeno, independentemente de β . Porém, se $J_{int} \gg K_{AFM}t_{AFM}$ é energeticamente mais favorável manter $(\beta - \alpha)$ pequeno. Em outras palavras, se a condição 1.22 não for satisfeita, os momentos da camada AFM seguem o movimento da camada FM.

Exchange bias e os efeitos relacionados podem ser investigados por vários métodos experimentais, tais como magnetização, torque, ressonância ferromagnética, difração de nêutrons, suscetibilidade-AC, observação de domínios, efeito Hall extraordinário, espalhamento Brillouin, efeito Mössbauer, magneto-resistência, entre outros[17].

Capítulo 2

Sistema com *Exchange Bias*

Perpendicular

Neste Capítulo descreveremos os sistemas que apresentam *exchange bias* perpendicular (EBP), os quais são os sistemas físicos a serem estudados pela instrumentação desenvolvida. Começaremos apresentando as propriedades de um sistema magnético com anisotropia magnética perpendicular (PMA), composta por multicamadas de Co e Pt. Em seguida descreveremos os aspectos experimentais relativos à fabricação dos sistemas com EBP utilizados nesta tese, descrevendo suas propriedades gerais. A partir destas definições, apresentaremos um sistema com *exchange bias* perpendicular com suas propriedades. E por último descreveremos uma assimetria no processo de inversão da magnetização que ocorre nesses sistemas.

2.1 Introdução

Até os dias atuais a grande maioria dos sistemas com *exchange bias* estudados apresentam anisotropia magnética planar. Somente bem recentemente começou-se a estudar uma nova classe de materiais que apresentam *exchange bias* e anisotropia perpendicular [19, 20, 21, 22, 23, 24, 25], referidas aqui como sistemas com *exchange bias* perpendicular ou simplesmente EBP.

Desde os primeiros trabalhos [15, 16] publicados acerca destes sistemas, manifestou-

se um considerável interesse da comunidade científica no assunto, haja vista, o número importante de artigos publicados e comunicações em conferências proferidas sobre o assunto [17, 26, 27, 16].

O crescente interesse nos sistemas que apresentam *exchange bias* é devido às suas possíveis aplicações tecnológicas, como por exemplo: memórias magnéticas (MRAM), sensores magnéticos, ímãs permanentes, mídia de gravação de alta densidade, cabeça de escrita e leitura magnética, entre outras. Em particular, sistemas que apresentam EBP oferecem a possibilidade da fabricação de válvulas de spins ou junções túnel com a magnetização perpendicular ao plano do filme [19, 25, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34, 30].

2.2 Multicamadas Magnéticas

As multicamadas formadas pela repetição periódica de Co e Pt são sistemas largamente estudados, de modo que suas propriedades magnéticas e estruturais são muito bem conhecidas na literatura.

Em particular, estes sistemas apresentam uma propriedade de grande interesse, que é a anisotropia magnética perpendicular (PMA). Hoje em dia acredita-se que a anisotropia magnética perpendicular tem origem numa anisotropia magnetoelástica positiva (descrita na Seção 1.2), gerada por uma tensão mecânica causada pelo desemparelhamento dos parâmetros de rede na interface entre o Co e Pt. Cabe aqui ressaltar que este efeito é bem específico desta particular interface, e que outras combinações de metais somente em condições bem específicas de deposição podem apresentar tal efeito.

Na Figura 2.1 apresentamos o esquema de uma multicamada composta de $[\text{Pt}/\text{Co}]_n$, onde n é o número de repetições das camadas de Co e Pt. Notem que neste caso a multicamada foi iniciada por Pt, que serviu como camada *buffer* e também foi utilizada Pt na última camada, a qual serve como camada de cobertura e tem a função de proteger a multicamada contra a ação de agentes externos, como oxidação atmosférica.

Na Figura 2.2 apresentamos medidas da componente perpendicular da magnetização desse sistema de multicamadas $[\text{Pt}/\text{Co}]_n$, para $n = 2$ e 5. Através destes gráficos podemos observar dois ciclos de histerese, os quais mostram que esses siste-

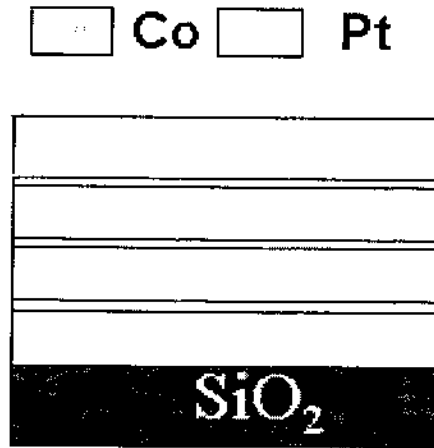


Figura 2.1: Esquema da multicamada magnética $[Pt/Co]_3$ sobre um substrato de SiO_2 .

mas magnéticos apresentam anisotropia magnética perpendicular independente de n . Além disso é observado um aumento do campo coercitivo diretamente proporcional ao aumento de n .

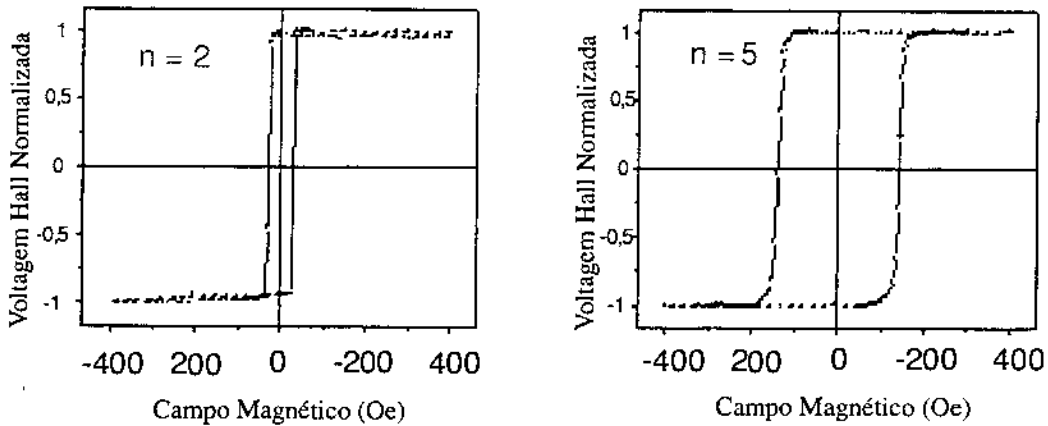


Figura 2.2: Curvas de histerese de multicamadas $[Pt/Co]_n$, com $n = 2$ e 5.

Nesse sistema a anisotropia perpendicular efetiva é obtida somando todas as contribuições para cada uma das n camadas de Co, assim podemos escrevê-la como:

$$K = \sum_{i=1}^n K_v^{Co} t_{Co} + \sum_{i=1}^n 2K_s^{Co/Pt} \quad (2.1)$$

onde n representa o número total de repetições das camadas de Co, K_v a contribuição de volume à anisotropia, K_s a contribuição superficial à anisotropia, e t_{Co} a

espessura de uma camada de Co; o fator 2 vem do fato de cada camada de Co apresentar duas interfaces com Pt. Realizando o somatório e dividindo todos os termos por nt_{Co} a anisotropia magnética perpendicular efetiva média, pode ser escrita como:

$$K_{ef}^{\perp} = K_v^{Co} + \frac{2K_s^{Co/Pt}}{t_{Co}} \quad (2.2)$$

Esta relação representa uma média ponderada da energia de anisotropia magnética, descrita na Seção 1.2. O primeiro termo representa a contribuição de volume da anisotropia magnética do Co incluindo a anisotropia de forma e magnetocristalina. O segundo termo refere-se à anisotropia superficial das interfaces de Co/Pt.

Notem que esta expressão é independente do número de repetições (n), portanto, esperamos que mesmo para n igual a 1, a anisotropia seja definida uniaxialmente perpendicular ao plano do filme. Contudo, considerando esta expressão e a própria origem da PMA nestes sistemas (anisotropia magnetoelástica), podemos variar K_{ef}^{\perp} , simplesmente alterando a estrutura do filme, como a espessura da camada de Co (t_{Co}) ou a espessura da camada *buffer*; o número de repetições das camadas de Co e Pt, entre outras alterações de ordem estrutural na amostra.

Estas mudanças na arquitetura da amostra provocam mudanças consideráveis na textura da multicamada, causando alterações na microestrutura da interface, afetando de forma direta a anisotropia magnetoelástica. Apesar de a Expressão 2.2 não depender explicitamente de n , quando este é muito grande, há uma propagação das irregularidades e defeitos, de uma camada a outra, que atuam no sentido de degradar a estrutura cristalográfica da multicamada, diminuindo assim a anisotropia magnetoelástica.

2.3 Preparação das Amostras

Todas as amostras foram produzidas no Laboratório Spintec/ CEA/ Grenoble. Estas foram crescidas sobre substratos de SiO_2 , e uma camada *buffer* de Pt com uma espessura de 20 Å; as camadas de Pt e Co tiveram 20 e 4 Å respectivamente e a do material AFM 70 Å.

A técnica de deposição utilizada foi o *sputtering* a uma pressão de base de $5,33 \times 10^{-8}$ mbar, e uma pressão do argônio durante a deposição de $2,5 \times 10^{-3}$ mbar (pressão de trabalho). As taxas de deposição foram 0,9, 0,6 e 0,8 Å/s para Pt, Co e FeMn, respectivamente. Como tratamento térmico, a temperatura das amostras foi elevada a 150° C por uma hora, resfriando-as na presença de um campo magnético de 2,5 kOe, aplicado perpendicularmente ao plano do filme.

2.4 Sistema com *exchange bias* perpendicular

Um dos sistemas com *exchange bias* perpendicular mais promissor é formado por uma multicamada ferromagnética tipo $[Pt/Co]_n$, onde é depositada uma camada anti-ferromagnética de *FeMn* ou *IrMn* diretamente sobre a última camada de Co. Este sistema é particularmente interessante, pois, além de apresentar uma forte anisotropia magnética perpendicular, também apresenta *exchange bias* perpendicular, mesmo a temperatura ambiente.

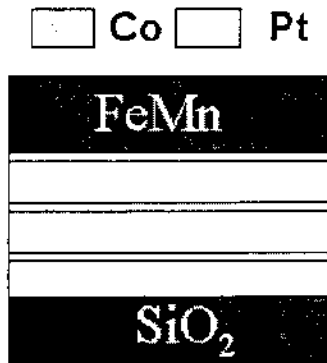


Figura 2.3: Esquema de multicamada que apresenta EBP.

Na Figura 2.3 apresentamos um esquema de um sistema de $[Pt/Co]_n$ /AFM que apresenta EBP. Aqui a multicamada tem o comportamento análogo de uma camada FM simples em sistemas que apresentam *exchange bias* planar.

Outra vantagem deste sistema é o fato de que a manipulação da estrutura das multicamadas $[Pt/Co]_n$, permite que as propriedades do sistema com *exchange bias* perpendicular possam ser ajustadas da forma mais conveniente. Dentre os quais a

PMA, H_c e mesmo H_e podem ser alterados variando alguns parâmetros estruturais do sistema, facilitando a fabricação de filmes com características desejadas.

Conforme apresentamos na Figura 2.4, nesse sistema podemos observar a modificação de algumas propriedades magnéticas em relação às multicamadas sem o material AFM. Dentre estas, as mais importantes são: o aumento do campo coercitivo; e um considerável deslocamento da curva de histerese no eixo do campo.

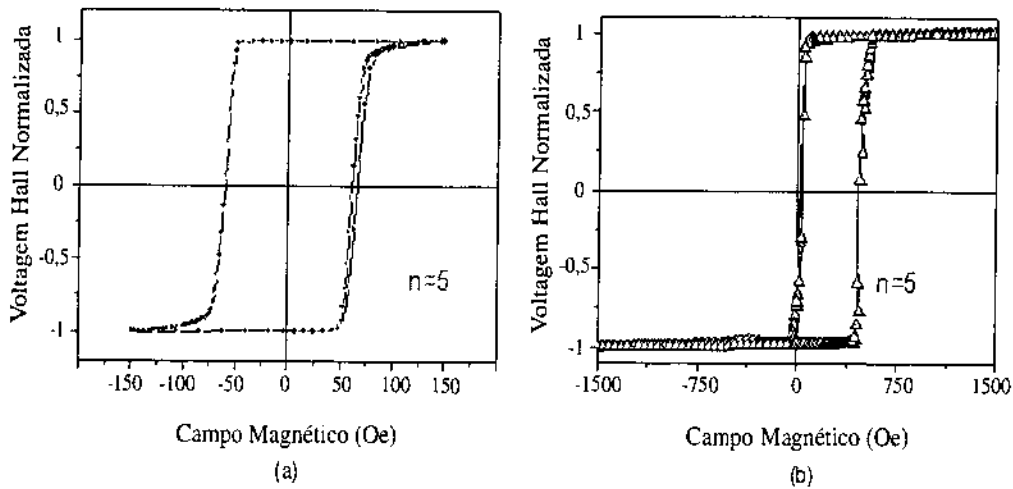


Figura 2.4: Curva de histerese da componente perpendicular da magnetização (a) multicamada magnética e (b) sistema com *exchange bias* perpendicular.

Apesar de este sistema possuir a anisotropia magnética perpendicular, apresenta as mesmas características gerais dos sistemas com *exchange bias* planar. As principais características destes são: valores de H_e compatíveis aos do caso planar à temperatura ambiente; variação linear de H_e em função de $1/t_{FM}$, que neste caso é proporcional a $1/n$; diminuição de H_e com o aumento da temperatura, que desaparece perto de T_N e uma dependência similar de H_e com a anisotropia do AFM.

Além destas características, podemos observar uma dependência da PMA em função de n , ver Figura 2.5. A curva da componente perpendicular da magnetização da amostra $[\text{Pt}(20\text{\AA})/\text{Co}(4\text{\AA})]_n/\text{FeMn}(70\text{\AA})/\text{Pt}(20\text{\AA})$ com $n = 5$, apresenta claramente o eixo de anisotropia perpendicular ao plano. Enquanto que a curva da amostra com $n = 3$ podemos observar que o eixo de anisotropia está em uma direção intermediária, apre-

sentando componentes perpendicular e planar. Para a curva da amostra com $n = 2$ observamos que a anisotropia está nitidamente confinada no plano do filme.

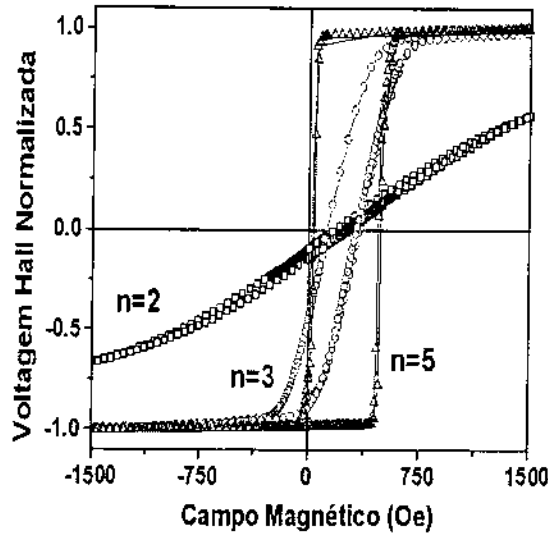


Figura 2.5: Curvas de histerese da componente perpendicular da magnetização de multicamadas $[\text{Pt/Co}]_n/\text{FeMn}$, para n igual a 2, 3 e 5 medidas com campo aplicado perpendicular à superfície da amostra.

Apresentamos na Figura 2.6 a anisotropia efetiva em função de n , dos mesmos sistemas anteriormente apresentados, *i.e.*, multicamada (círculos), e o sistema com *exchange bias* perpendicular (quadrados). No caso das multicamadas, a direção da anisotropia está bem definida na direção perpendicular, e como predito pela Equação 2.2, é praticamente independente de n . Já no caso do sistema com *exchange bias* perpendicular, para valores pequenos de n a anisotropia apresenta-se confinada no plano, *i.e.*, ela é negativa. A partir de um valor crítico de n , a anisotropia muda sua direção e passa a ser perpendicular, *i.e.*, ela passa a ser positiva. Neste caso observamos experimentalmente uma clara dependência da anisotropia com n , e ela pode estar na direção tanto planar quanto perpendicular.

No entanto, esta reorientação do eixo de fácil magnetização não é tão surpreendente quando observamos que a anisotropia magnética perpendicular nestes sistemas tem origem nas especificidades da interface Pt/Co. Como uma destas interfaces foi alterada

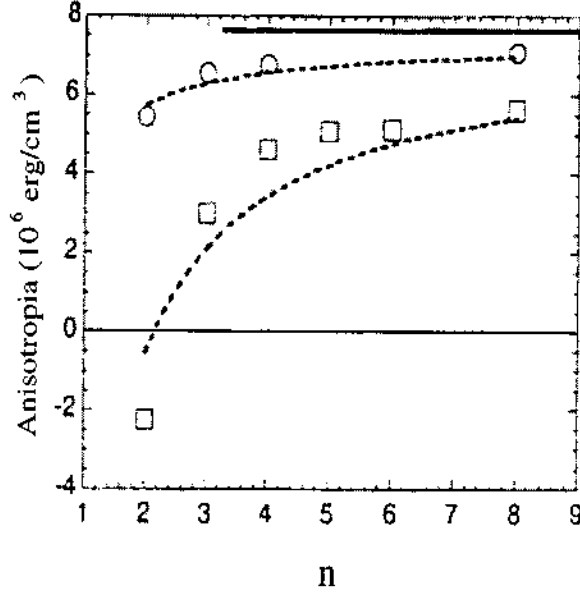


Figura 2.6: Anisotropia perpendicular efetiva (K_{ef}) vs n para amostras com *exchange bias* perpendicular (quadrados), multicamadas (círculos) e modelo esperado para multicamadas magnéticas de $[\text{Pt}/\text{Co}]_n$ (linha).

por Co/FeMn, tal efeito é perfeitamente explicável. Considerando os resultados experimentais, esta interface sem dúvida contribui a um termo interfacial negativo, *i.e.*, à anisotropia planar.

Neste caso podemos escrever, seguindo o mesmo raciocínio empregado no caso das multicamadas, a anisotropia como:

$$K = \sum_{i=1}^n K_v^{Co} t_{Co} + \sum_{i=1}^{n-1} 2K_s^{Co/Pt} + K_s^{Co/Pt} + K_s^{Co/AFM} \quad (2.3)$$

resultando em:

$$K = nK_v^{Co} t_{Co} + (n-1)2K_s^{Co/Pt} + K_s^{Co/Pt} + K_s^{Co/AFM} \quad (2.4)$$

Reorganizando e dividindo todos os termos por nt_{Co} , temos:

$$K_{ef}^{\perp} = K_v^{Co} + \frac{2K_s^{Co/Pt}}{t_{Co}} + \frac{(K_s^{Co/FeMn} - K_s^{Co/Pt})}{nt_{Co}} \quad (2.5)$$

Os dois primeiros termos desta equação são os mesmos da Equação 2.2, já o ter-

ceiro termo refere-se à contribuição interfacial entre as camadas de Co/FeMn. Este termo de anisotropia é negativo, contribuindo para a anisotropia planar, mas com uma dependência de n . Como a soma dos dois primeiros termos é sempre positiva, será o terceiro termo que definirá a direção do eixo de anisotropia. No caso de n pequeno, esse termo tende a superar os dois primeiros em módulo, resultando em um K_{ef}^\perp negativo, definindo uma anisotropia planar. No caso de n grande, esse termo tende a um valor pequeno, menor, em módulo, que os dois primeiros termos, resultando em um K_{ef}^\perp positivo, definindo uma anisotropia perpendicular. Portanto, o material AFM além de contribuir para a manifestação de *exchange bias*, induz uma reorientação do eixo da anisotropia em função de n .

A partir de multicamadas magnéticas, pode ser acrescido uma camada espaçadora não magnética (NM) entre as camadas de material FM e AFM. Esta introdução de material NM foi realizado com objetivo de estudar o acoplamento entre a multicamada e a camada AFM.

Garcia *et al* [19] desenvolveram um estudo adicionando uma camada espaçadora não magnética (NM), de espessura t_{NM} , entre a última camada de Co e a camada AFM, formando o sistema: [Pt(20Å)/Co(4Å)] $_n$ /NM(t)/FeMn(130Å).

O papel deste espaçador é modificar o acoplamento entre as camadas FM e AFM. Segundo Gökemeijer *et al* [20], a energia interfacial pode ser interpretada da forma:

$$J_{int} \propto e^{-t_{NM}} \quad (2.6)$$

onde t_{NM} é a espessura da camada espaçadora não magnética.

Substituindo essa expressão na energia do campo de *exchange bias* temos:

$$H_e = \frac{S_{FM} S_{AFM} \cos \theta}{n M_{FM} t_{FM} e^{t_{NM}}} \quad (2.7)$$

onde S_{FM} e S_{AFM} são respectivamente os momentos magnéticos da multicamada e do material AFM; θ é o ângulo formado entre estes momentos.

Através desta expressão podemos observar que alterando o valor do espaçador, há uma modificação em H_e . Quanto maior for t_{NM} , menor será o acoplamento interfacial,

e por conseqüência menor será H_e .

Para este sistema magnético, com espaçador de material não magnético como *Cu*, *Al* ou *Ru*, observamos que mesmo para pequenos valores do espaçador há um decaimento exponencial de H_e , conforme apresentamos na Figura 2.7 (a). Contudo, como pode ser observado na Figura 2.7 (b), no caso do espaçador de Pt, uma situação oposta ocorre, H_e aumenta mais de três vezes para finas espessuras deste espaçador.

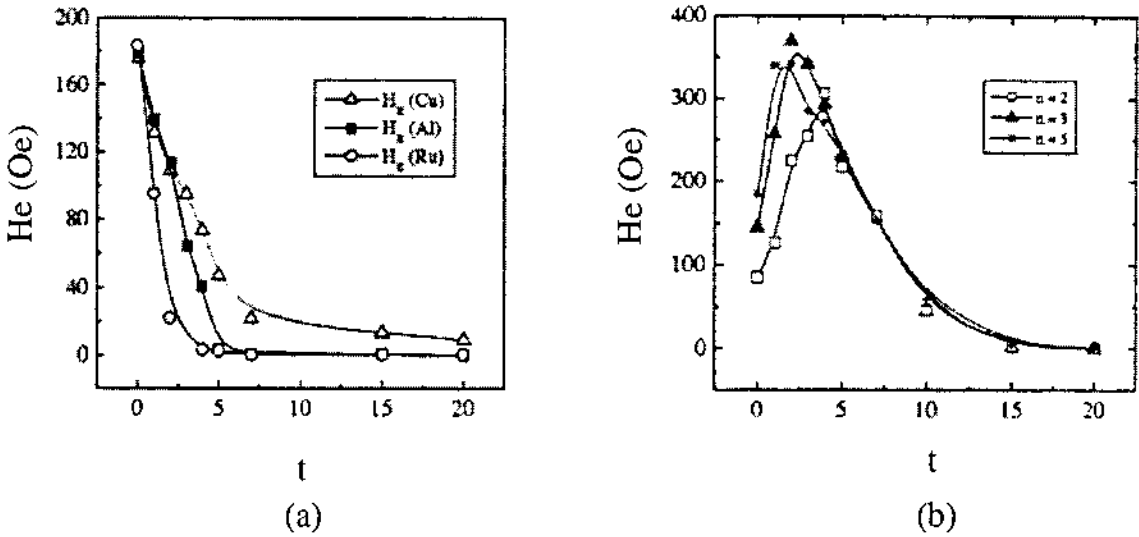


Figura 2.7: H_e em função de t_{NM} com espaçador de (a) Cu, Al e Ru, $[\text{Pt}(20\text{\AA})-\text{Co}(4\text{\AA})]_5/\text{NM}(t)/\text{FeMn}(130\text{\AA})$ e (b) Pt $[\text{Pt}(20\text{\AA})/\text{Co}(4\text{\AA})]_n/\text{Pt}(t)/\text{FeMn}(130\text{\AA})$, para as séries com $n = 2, 3$ e 5.

No caso particular, onde o espaçador é uma camada de Pt, este comportamento absolutamente anômalo, pode ser compreendido analisando a Figura 2.8, onde apresentamos quatro curvas de histerese da amostra com $n = 2$, as quais variamos t_{Pt} . Fica claro destas curvas que ocorre uma mudança de direção do eixo de anisotropia de planar, no caso de pequenas espessuras do espaçador de Pt, para perpendicular, no caso de maiores espessuras.

Neste caso em particular onde o espaçador é de Pt, a anisotropia efetiva perpendicular introduzida pode ser escrita da Equação 2.5, na seguinte forma:

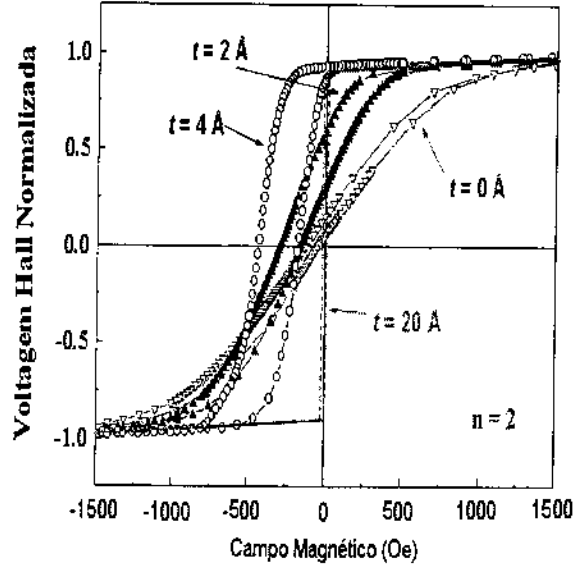


Figura 2.8: Curvas de histerese da componente perpendicular da magnetização de multicamadas $[\text{Pt}(20\text{\AA})/\text{Co}(4\text{\AA})]_2/\text{Pt}(t)/\text{FeMn}(130\text{\AA})/\text{Pt}(20\text{\AA})$, com t_{Pt} igual a 0, 2, 4 e 20 Å.

$$K_{ef}^{\perp} = K_v^{Co} + \frac{2K_s^{Co/Pt}}{t_{Co}} + \frac{(K_s^{Co/Pt/FeMn} - K_s^{Co/Pt})}{nt_{Co}} \quad (2.8)$$

onde o terceiro termo desta equação representa a contribuição interfacial entre as camadas Co/Pt/FeMn.

Analisando os limites para o valor de t_{Pt} na Equação 2.8, observamos que para $t_{Pt} = 0$ Å temos um acoplamento interfacial Co/FeMn, que conforme a Equação 2.5 fornece uma anisotropia negativa, *i.e.* planar. À medida que aumentamos a espessura da camada espaçadora de Pt, a interface original da multicamada ($[\text{Pt}(4\text{\AA})/\text{Co}(20\text{\AA})]_n$) passa a ser gradualmente reconstituída, aumentando na mesma proporção a anisotropia perpendicular. No limite para $t_{Pt} = 20$ Å temos inteiramente reconstruída a interface $[\text{Pt}(20\text{\AA})/\text{Co}(4\text{\AA})]$, que é exatamente o caso da multicamada. Nesse caso podemos substituir Co/Pt/FeMn simplesmente por Co/Pt, o que anula o terceiro termo desta equação, reduzindo-a à uma multicamada simples (Equação 2.2), que fornece uma anisotropia positiva, *i.e.* perpendicular. Cabe ainda ressaltar que neste limite, $t_{Pt} = 20$ Å, a curva de histerese é idêntica à curva do caso da multicamada, corroborando

assim esta idéia.

Esta mudança no eixo de anisotropia tem consequência direta em H_e . Analisando novamente as Equações 2.6 e 2.7, vemos que no limite em que a anisotropia da multicamada é planar, o ângulo θ na Equação 2.7 entre os momentos magnéticos do AFM e da multicamada é $\pi/2$, resultando em um acoplamento perpendicular nulo, conforme representamos na Figura 2.9 (a); à medida em que t_{Pt} aumenta, a anisotropia consequentemente começa a sair do plano, passando a existir uma componente perpendicular dos momentos da multicamada, *i.e.*, na Equação 2.7 θ passa a ter um valor entre 0 e $\pi/2$ aumentando gradativamente o acoplamento perpendicular, justificando assim o aumento em H_e (ver Figura 2.9(b)). No limite em que $t_{Pt} = 20\text{\AA}$, embora $\theta = 0$, $e^{t_{NM}}$ na Equação 2.6 é grande o bastante para desacoplar inteiramente as duas camadas (ver Figura 2.9(c)), justificando desta forma, a diminuição de H_e a partir de um determinado valor de t_{Pt} .

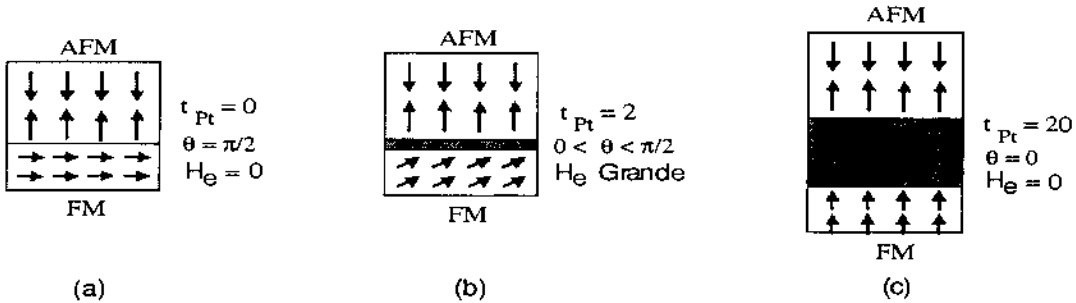


Figura 2.9: Esquema da configuração dos momentos magnéticos em sistemas com exchange bias perpendicular.

Nesse sentido, torna-se atrativa a idéia de fazer imagens de domínios magnéticos nestes sistemas ao longo dessa mudança da direção do eixo da anisotropia magnética, pois em sistemas planares os padrões de domínios normalmente não são os mesmos que os observados no caso dos sistemas perpendiculares.

2.5 Processo de Inversão da Magnetização

Vem sendo observado em diversos sistemas que apresentam *exchange bias* e anisotropia magnética planar uma assimetria no processo de inversão da magnetização [35, 36, 37, 38].

Esta assimetria se manifesta através da observação de diferentes padrões de domínios para cada um dos ramos da curva de histerese (ascendente e descendente). Em casos extremos, esta assimetria pode se manifestar como um processo de inversão da magnetização por nucleação em um dos ramos, seguida de propagação das paredes de domínios, enquanto que no outro ramo observa-se um processo de rotação coerente da magnetização. Recentemente este mesmo fenômeno foi observado de forma indireta em sistemas que apresentam EBP [39, 40].

Em Garcia *et al* [24] foi realizado um estudo usando medidas dinâmicas magneto-ópticas (Kerr polar), motivado pela busca de um melhor entendimento deste mecanismo de inversão da magnetização. Foram medidas curvas de histerese a diferentes taxas de variação do campo magnético (dH/dt).

Estes resultados mostraram que o processo de inversão da magnetização da camada FM é dominado por processos ativados termicamente, sendo que os regimes de propagação das paredes de domínios e o de nucleação de domínio, dominam a inversão a baixas e altas taxas de varredura, respectivamente.

Ciclos de histerese com diferentes taxas de varredura de campo, da amostra $[Pt(20\text{Å})/Co(4\text{Å})]_4/FeMn(90\text{Å})$ são apresentados na Figura 2.10. O efeito dinâmico de inversão da magnetização do material FM mais óbvio de ser observado é o aumento dos campos coercitivos em ambos os ramos da curva de histerese (ascendente e descendente).

Neste trabalho os autores usaram um modelo teórico que relaciona o campo coercitivo com o logaritmo da taxa de varredura do campo aplicado. Este modelo é baseado em processos de nucleação termicamente ativados, e supõe que a energia de inversão da magnetização varia linearmente com o campo aplicado. Nestas condições o campo coercitivo dos dois ramos da curva de histerese pode ser escrito como:

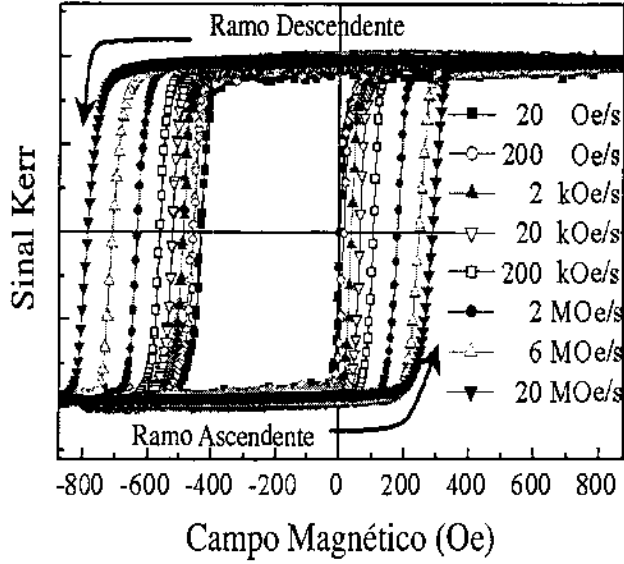


Figura 2.10: Curvas de histerese medidas por efeito Kerr polar dinâmico a várias taxas de varredura de campo magnético.

$$|H_{e,d}| = \frac{kT}{V_B M_s} \ln \left[\frac{dH}{dt} \ln 2 \tau_{\omega_0} \frac{V_B M_s}{kT} + 1 \right] \quad (2.9)$$

onde kT é a constante de Boltzman multiplicada pela temperatura; M_s é a magnetização de saturação; V_B é o volume característico (de Barkhausen) e $2\tau_{\omega_0}$ é o tempo de relaxação à campo zero. V_B é estimado através do coeficiente angular da curva de H versus $\log dH/dt$ para cada ramo da curva de histerese, significando o menor volume de magnetização invertida durante a propagação de uma parede de domínio.

Apresentamos na Figura 2.11 as dependências com $\frac{dH}{dt}$: em (a) do campo de *exchange bias* e em (b) do campo coercitivo do ramo ascendente, e em (c) do campo coercitivo do ramo descendente.

Através destas curvas podemos definir o processo majoritário de inversão. A parte linear, onde o modelo de propagações de paredes de domínios é válido, indicando ser este o processo mais importante, enquanto que a parte não linear indica que o processo inversão é dominado por nucleações de domínios.

Garcia *et al* estimaram o valores de V_B para cada um dos ramos da curva de histerese pelo ajuste da Equação 2.9. Foram encontrados valores distintos de V_B em cada ramo

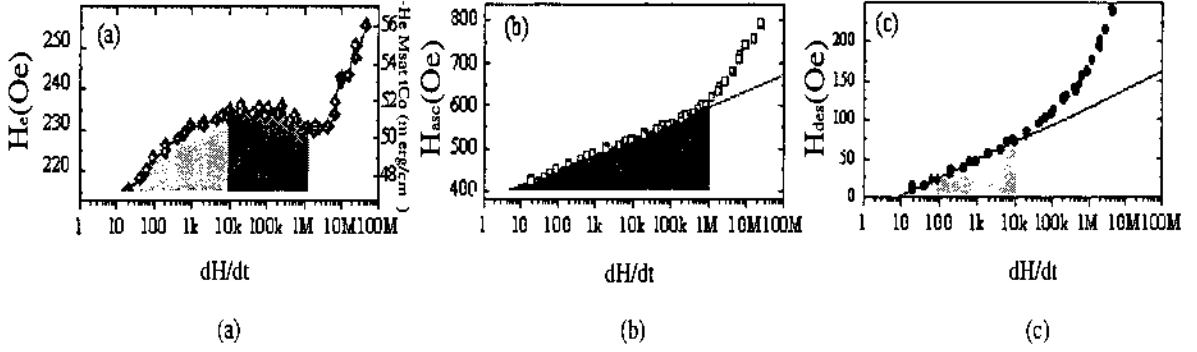


Figura 2.11: Dependência com a taxa de varredura do campo para: (a) campo de *exchange bias*, e campo coercitivo dos ramos (b) ascendente e (c) descendente.

da curva $H \times \ln \frac{dH}{dt}$, sendo a razão entre estes valores igual 0,59 [19]. Isto sugere que enquanto em um ramo da curva um salto irreversível de uma parede inverte um volume V_B , no outro ramo é necessário, para que ocorra a expansão mínima das paredes, que se inverta num volume 70% maior. Essa diferença de V_B para cada um dos ramos nos leva a crer que diferentes tamanhos de domínios são formados para cada ramo da curva de histerese.

Em resumo, a consequência no acoplamento de troca interfacial com FeMn favorece o regime de nucleação em pequenos domínios nos ramos descendentes, isto é, nos processos em que a inversão é ajudada pelo campo de *exchange bias* e, pelo contrário, favorece a propagação de paredes de domínio quando a inversão acontece contra o campo de *exchange bias*, haja vista que a parte da curva na Figura 2.11 (b) do ramo ascendente se estende por uma faixa bem maior de $\ln \frac{dH}{dt}$ que no caso da Figura 2.11 (c) do ramo descendente, sugerindo a formação de diferentes tamanhos de domínios para cada ramo desta curva.

Nesse sentido torna-se interessante adquirir imagens de domínios magnéticos nos diferentes ramos da curva de histerese para um estudo mais minucioso dessa assimetria.

Capítulo 3

Instrumentação Desenvolvida

Neste capítulo apresentaremos a instrumentação desenvolvida no laboratório de magnetismo para estudar sistemas com *exchange bias* perpendicular. Este será dividido em três seções; a primeira refere-se ao magnetômetro por efeito Hall extraordinário (MEHE); a segunda às técnicas para desmagnetizar estes sistemas magnéticos; por último apresentaremos uma conclusão.

3.1 Magnetômetro por Efeito Hall Extraordinário (MEHE)

O magnetômetro desenvolvido fundamenta-se no efeito Hall extraordinário e possui alta sensibilidade a componente perpendicular da magnetização. Em particular, no sentido de estudar sistemas magnéticos com *exchange bias* perpendicular, este sistema permite: caracterizar as amostras magneticamente, *i.e.*, fazer curvas de magnetização; desmagnetização quando necessário; e ainda possibilita a investigação do eixo de anisotropia através de um goniômetro acoplado à base do porta amostras. Tudo isso de uma forma simples, rápida e funcional. Nesta seção apresentaremos os fundamentos deste instrumento.

3.1.1 Efeito Hall Ordinário

Em 1879, Edwin H. Hall, na Universidade Johns Hopkins, mostrou que elétrons de condução se movendo num fio de cobre podem também ser desviados por um campo magnético. Uma vez que os portadores de cargas em movimento sofrem a influência de um campo magnético externo (força de Lorentz), estes portadores são acelerados para um dos lados do condutor.

Há assim uma separação de cargas no condutor, que é o Efeito Hall. Este fenômeno nos permite determinar a densidade do número de portadores de carga por unidade de volume, n , além de ser um método conveniente para medir a intensidade de campo magnético.

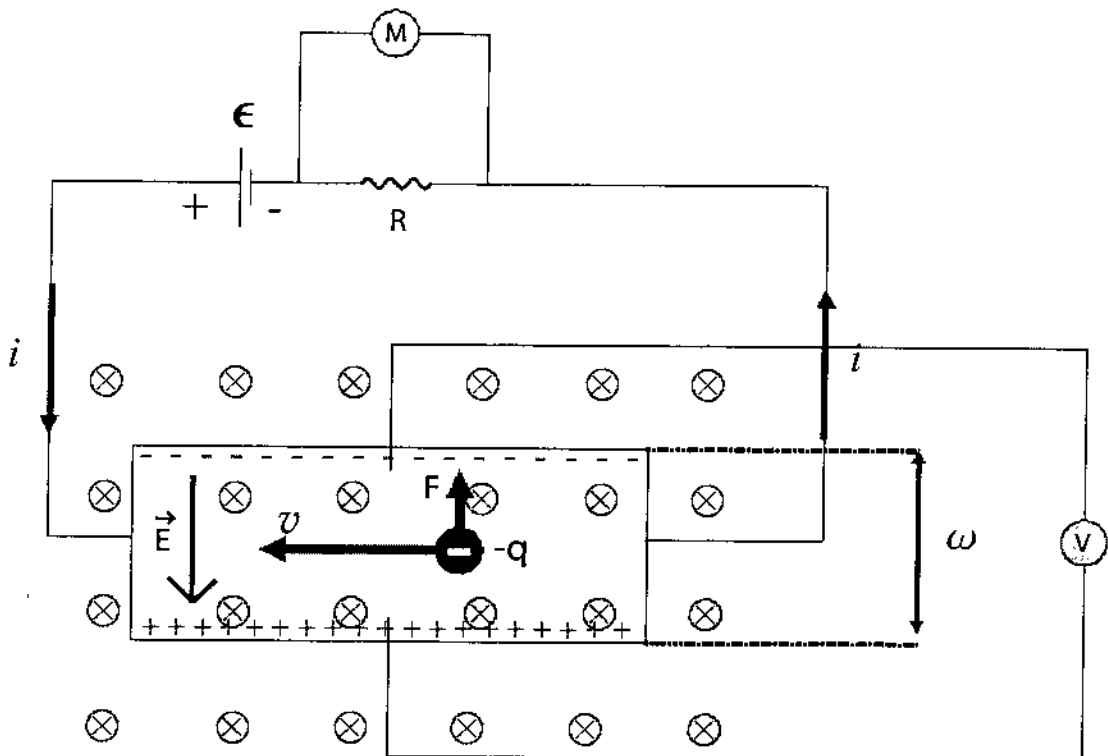


Figura 3.1: Esquema do efeito Hall ordinário em um filme fino condutor.

Na Figura 3.1 apresentamos um filme fino condutor com os portadores de cargas negativos, deslocando-se da direita para a esquerda, onde, i a corrente de excitação¹, \mathcal{E}

¹A corrente que passa pela amostra, chamaremos de corrente de excitação para distinguir de outras correntes elétricas usuais nos equipamentos eletrônicos.

é a força eletromotriz, R uma resistência padrão, F a força magnética, v a velocidade de migração dos portadores de carga, q a carga elementar e ω a largura do filme. Este filme está submetido a um campo magnético externo, dirigido da frente para o verso da página. A força magnética sobre os elétrons de condução (Força de Lorentz) é:

$$\vec{F}_M = -e\vec{v} \times \vec{H} \quad (3.1)$$

onde, \vec{v} é a velocidade de migração dos elétrons e \vec{H} o campo magnético externo.

Esta força está dirigida para cima, portanto, os elétrons se deslocam para a região superior do filme, deixando sua região inferior positivamente carregada. Esta separação de cargas provoca um campo eletrostático que se opõe à força magnética sobre os elétrons. Quando as forças eletrostática e magnética se equilibram, os portadores de carga não mais migrarão para a parte superior. Nesta situação de equilíbrio, a parte superior fica com excesso de carga negativa e, portanto, estará num potencial mais baixo que a parte inferior. A diferença de potencial entre a região superior e inferior do filme é a voltagem Hall ordinária (V_H).

Podemos calcular o valor da voltagem Hall ordinária na condição de equilíbrio, ou seja, quando a força de Lorentz é anulada pela força eletrostática:

$$\begin{aligned} \vec{F}_M &= \vec{F}_E \\ -evH &= -eE \end{aligned}$$

onde e é a carga elementar de um elétron e E é o campo elétrico devido à separação das cargas. Sendo ω a largura do filme, a diferença de potencial será $E\omega$. A voltagem Hall ordinária então, toma a seguinte forma:

$$V_H = E\omega = vH\omega \quad (3.2)$$

Em virtude da velocidade de migração ser muito pequena, podemos ver, pela Equação 3.2, que a voltagem Hall ordinária é muito pequena no caso de filmes de dimensões ordinárias e campos magnéticos comuns.

Pela medição da voltagem Hall em um filme com suas dimensões, corrente de excitação e campo magnético aplicado conhecidos, podemos determinar o número de portadores de carga por unidade de volume e a resistência Hall ordinária. A corrente de excitação no filme pode ser escrita:

$$i = -nevA \quad (3.3)$$

onde n é a densidade de elétrons, $A = \omega t$ é a área da secção reta, sendo t a espessura do filme.

A densidade de elétrons n é então dada por:

$$n = -\frac{i}{\omega t e v} \quad (3.4)$$

substituindo $v\omega = V_H/H$, da Equação 3.2, temos:

$$n = -\frac{iH}{etV_H} \quad (3.5)$$

Embora a voltagem Hall seja ordinariamente muito pequena, proporciona um método conveniente para a medida de campos magnéticos. Se reordenarmos a Equação 3.5, podemos escrever a voltagem Hall como:

$$V_H = -\frac{i}{net}H \quad (3.6)$$

Um filme fino pode ser calibrado pela medição da voltagem Hall com uma dada corrente de excitação e um campo magnético conhecido. Nesse sentido, a medida da voltagem Hall permitirá a medição de H . Esta idéia é largamente utilizada em sondas de campos magnéticos, chamadas sondas Hall.

Conhecidas a corrente de excitação (i) e a voltagem Hall (V_H), podemos estimar a resistência Hall através da Lei de Ohm. A resistividade Hall ordinária pode ser escrita como:

$$\rho_H = \frac{1}{net}H = R_o H \quad (3.7)$$

onde ρ_H é a resistividade Hall e R_o o coeficiente Hall ordinário.

3.1.2 Efeito Hall Extraordinário

O efeito Hall em materiais magnéticos pode ser muito maior que em metais usuais, devido à influência das interações spin-órbita no espalhamento dos elétrons de condução [41, 42, 43].

Em filmes finos magnéticos ocorre um efeito chamado efeito Hall extraordinário (EHE) que, devido à sua complexidade, não explicaremos detalhadamente aqui. Apresentaremos apenas um modelo bastante simplificado, porém que pode fornecer uma explicação qualitativa do problema.

Nestes filmes, os momentos magnéticos se ordenam ferromagneticamente gerando um campo magnético interno, podendo apresentar uma componente perpendicular ao plano. Esta componente perpendicular do campo magnético interno age sobre os elétrons de condução, de forma análoga ao campo magnético externamente aplicado, no caso do efeito Hall ordinário.

Esta analogia fica mais evidente no caso de filmes finos com anisotropia magnética perpendicular. Neste caso, no estado saturado, como apresentamos na Figura 3.2, os elétrons são acumulados na parte superior do filme, resultando em uma tensão Hall positiva (por convenção) enquanto que no estado oposto de saturação, o campo interno gerado pelos momentos magnéticos será no sentido inverso ao representado na figura, *i.e.*, do verso para frente da página, e a força magnética será para baixo, resultando em um acúmulo de elétrons na parte inferior do filme e, portanto, em uma V_H negativa (seguindo a mesma convenção).

É fácil extrapolar esta idéia à situação intermediária onde, através da aplicação de um campo magnético externo perpendicularmente à superfície do filme, passamos de um estado saturado à outro e portanto, fazemos variar a componente perpendicular da magnetização causando a variação proporcional do campo interno experimentado pelo elétron. V_H neste caso fornecerá aproximadamente uma curva de histerese seletiva à componente perpendicular da magnetização.

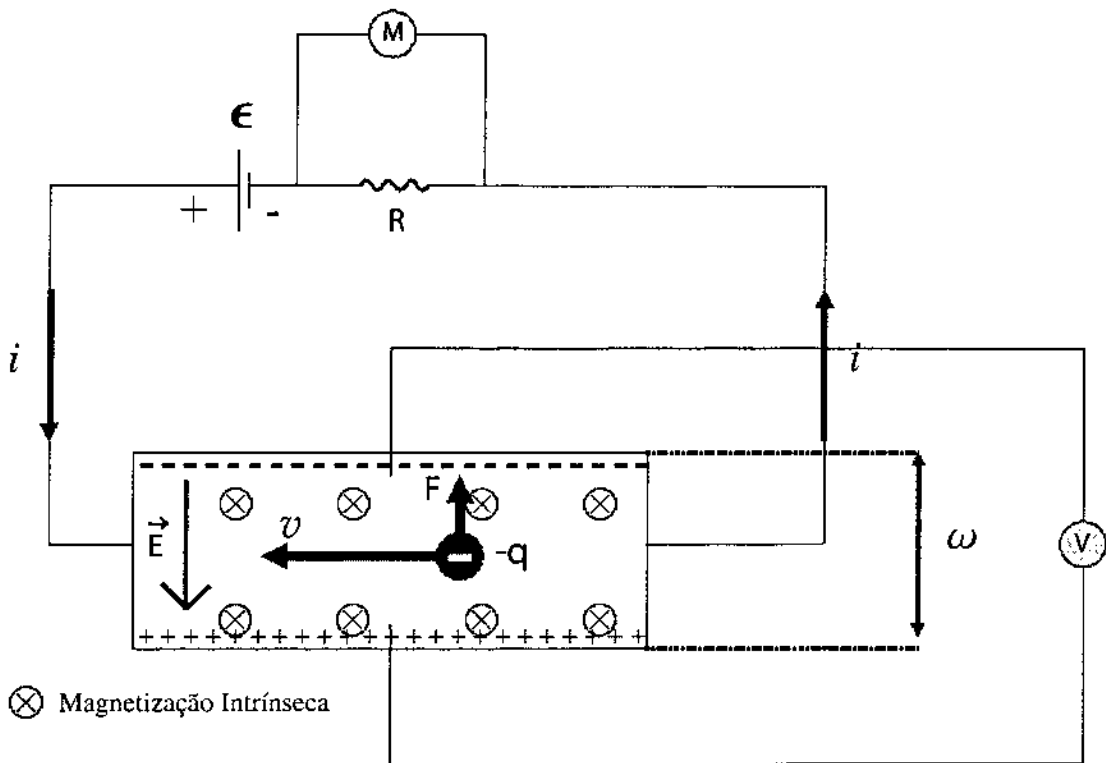


Figura 3.2: Esquema do Efeito Hall Extraordinário.

Considerando mais esta contribuição, a resistividade Hall completa, em materiais magnéticos, pode ser descrita fenomenologicamente por:

$$\rho_H = R_o H + R_e \mu_0 M_{\perp}, \quad (3.8)$$

Onde ρ_H é a resistividade Hall, H é o campo magnético externo e M_{\perp} é a componente da magnetização perpendicular à superfície do filme, R_o é o coeficiente Hall ordinário (descrito na seção anterior), R_e é o coeficiente Hall extraordinário e μ_0 é a permeabilidade magnética do vácuo.

A resistividade Hall, ρ_H , em metais ferromagnéticos homogêneos contém dois termos de resistividade: (i) o coeficiente Hall ordinário R_o , relacionado com a força de Lorentz atuando sobre as cargas em movimento e (ii) o coeficiente Hall extraordinário R_e , associado com uma quebra de simetria durante o espalhamento spin-órbita em materiais magnéticos, sendo proporcional à componente perpendicular da magnetização da amostra.

Em materiais magnéticos R_e pode ser muito maior que R_o . Nestes casos a voltagem Hall pode ser uma medida direta da componente perpendicular da magnetização [44], que pode ser estimada através de:

$$\rho_H \approx R_e M_{\perp} \quad (3.9)$$

Uma vez que o coeficiente Hall extraordinário R_e é neste caso muito maior que o coeficiente Hall ordinário R_o , a dependência de ρ_H com o campo é muito parecida com uma curva de histerese da componente perpendicular da magnetização, mas com uma inclinação finita acima da saturação.

O valor de R_e pode ser estimado através da extrapolação, para $H = 0$, de um ajuste linear da parte da curva acima da saturação, enquanto que o R_o pode ser obtido da inclinação desta mesma reta.

De uma forma um pouco mais formal, R_e tem origem em diferentes mecanismos de espalhamento dos elétrons de condução [45], dos quais os mais importantes são:

$$R_e = a\rho_H$$

e

$$R_e = b\rho_H^2$$

A combinação das duas contribuições podem ser escritas por:

$$R_e = a\rho_H + b\rho_H^2 \quad (3.10)$$

onde os termos de resistividade estão relacionados com o mecanismo de espalhamento spin-órbita dos elétrons de condução, sendo o primeiro referente ao espalhamento assimétrico e o segundo à saltos laterais [41, 43, 45, 46].

3.1.3 Descrição e Montagem

Nesta seção descreveremos os equipamentos envolvidos na montagem do MEHE.

O MEHE está montado no Laboratório de Magnetismo do CBPF. Os equipamentos envolvidos na construção do magnetômetro estão especificados na Tabela 3.1.

Equipamentos envolvidos no montagem do MEHE		
Equipamento	Marca	Modelo
Gerador de Funções	Keithley	3910
Amplificador Lock-in	ECG	5210
Eletroímã (Bobina)	CBPF	
Resistência Padrão $1K\Omega$	Leeds Northrup CO.	4035-B
Multímetro	Keithley	2000
Transformador Baixo Ruído	PAR	190
Computador		Pentium-200
Fonte de Tensão Estabilizada	Tectrol	TC- 100-01
Inversor de Corrente	CBPF	
Sonda Hall	Lake Shore	HGCT 3020
Nanovoltímetro	Keithley	181
Multímetro	Keithley	172
Fonte de Corrente Estabilizada	CBPF	
GPIB		
Porta Paralela		
Conversor D/A		
Cabos co-axiais		

Tabela 3.1: Equipamentos envolvidos na montagem do MEHE

Todos os equipamentos foram conectados via cabos co-axiais, com objetivo de minimizar ruídos provenientes de se trabalhar em diferentes faixas de frequências da corrente de excitação.

Na Figura 3.3 apresentamos uma foto do núcleo do sistema do MEHE. Este núcleo é composto por um par de bobinas que geram o campo magnético externo; um goniômetro, que possibilita um estudo em função do ângulo entre o campo magnético aplicado e a

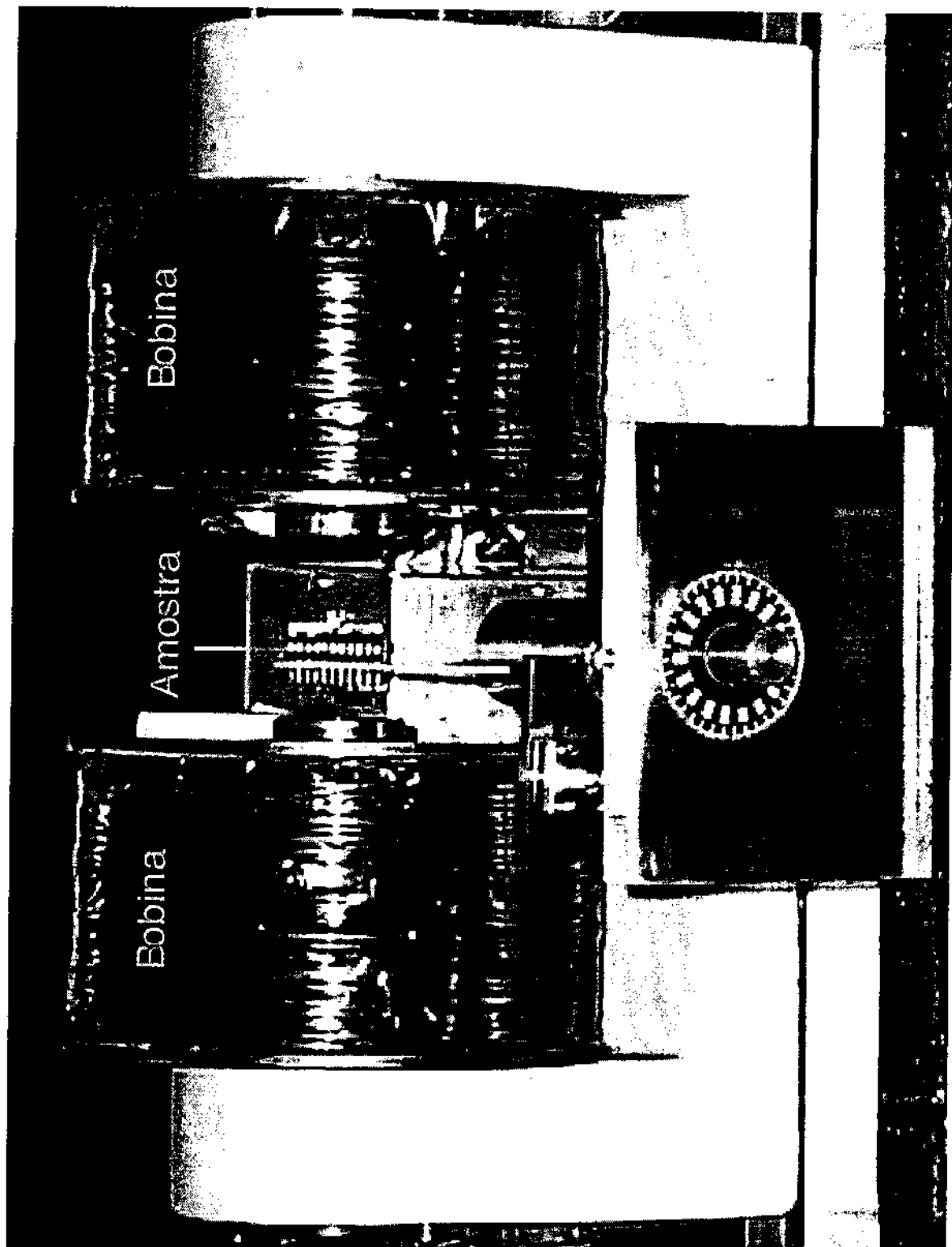
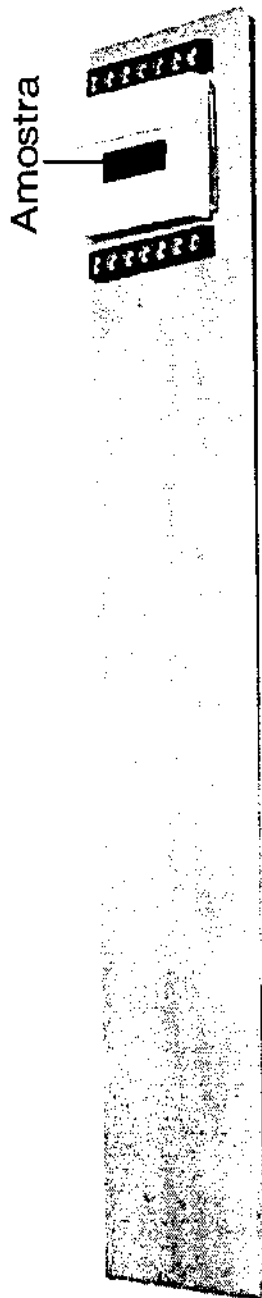


Figura 3.3: Foto do Núcleo do MEHE montado no Laboratório de Magnetismo.



(a)



(b)



(c)

Figura 3.4: (a) Haste suporte do porta amostras, (b) Parte superior do porta amostras e em (c) Porta amostras.

superfície da amostra.

Na Figura 3.4 apresentamos o porta amostras. Através desta figura podemos observar em (a) a haste, que funciona como suporte para o porta amostras; em (b) a parte superior do porta amostras, onde podem ser vistas as pontas de provas e em (c) o porta amostras.

O porta amostras possui na parte superior dois pares de pontas de provas dotadas de molas, da marca Everett Charles Technologies (ECT), que permitem o contato elétrico através de pressão mecânica sem danificar a superfície da amostra. Os pares de ponta de prova estão dispostos perpendiculares um ao outro, *i.e.*, na geometria Hall, conforme Figura 3.4 (b). Cada par tem uma função, enquanto um faz o contato da corrente de excitação, o outro é usado para medir a diferença de potencial (V_H) gerada na amostra em virtude do efeito Hall.

3.1.4 Funcionamento do MEHE

Nesta seção descrevemos o funcionamento do MEHE.

Na Figura 3.5 apresentamos o diagrama de blocos do MEHE, ilustrando os equipamentos envolvidos na montagem do magnetômetro e descritos na Tabela 3.1.

O gerador de funções fornece uma tensão senoidal para o *lock-in*² e para a amostra simultaneamente. O *lock-in* recebe essa tensão como sinal de referência.

Para medirmos a corrente de excitação que passa pela amostra acoplamos em série ao circuito uma resistência padrão de 1 k Ω . Por meio de um multímetro Keithley modelo 2000 medimos a tensão nas extremidades deste resistor a fim de determinar a corrente de excitação, que será utilizada posteriormente para cálculo da resistência Hall na amostra. O programa mede periodicamente a corrente de excitação, visto que o gerador de funções opera como fonte de tensão, não garantindo portanto uma corrente fixa.

²Este equipamento é usado no processo de detecção síncrona para recuperar os sinais com relação sinal ruído muito baixa. As razões para usar o amplificador *lock-in* em uma experiência científica são a habilidade de reduzir o ruído, *i.e.*, melhorar a relação sinal ruído e de fazer a detecção sensível à fase. Usaremos esse termo em Inglês por não ter tradução para o Português.

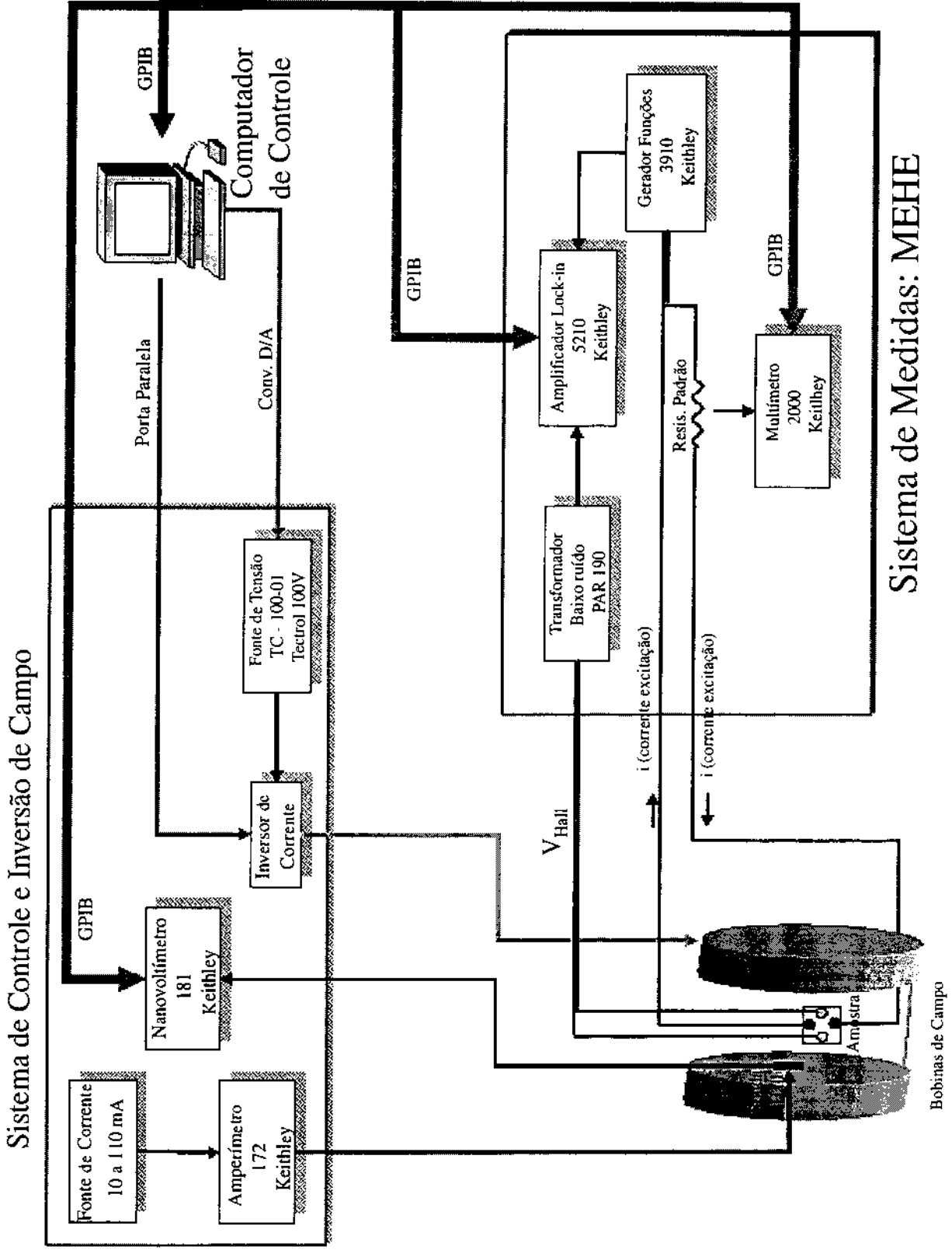


Figura 3.5: Diagrama de blocos do Efeito Hall Extraordinário.

A diferença de potencial V_H que surge na amostra, quando esta é conectada ao gerador de funções, é devido ao acúmulo de portadores de cargas nas suas extremidades, *i.e.*, é devido ao EHE.

Esta diferença de potencial é medida pelo *lock-in*, após ter sido amplificada por um transformador de baixo ruído (*low noise transformer*), em até 100 vezes. Este transformador tem a função não só de amplificar o sinal mas também de desacoplar a amostra do sistema de detecção, reduzindo bastante o ruído.

O computador, além de armazenar e processar os dados através do programa de automação, descrito na seção seguinte, controla o sistema de leitura e inversão de campo.

No sistema de inversão do campo magnético externo, o computador controla uma fonte de tensão estabilizada via DAC (conversor digital analógico) e um inversor de corrente. A fonte de tensão fornece a corrente para as bobinas, que geram o campo magnético externo e o inversor permite mudar o sentido da corrente e conseqüentemente do campo aplicado.

A leitura do campo magnético é feita por uma sonda Hall. Esta é alimentada por uma corrente contínua de 100 mA, gerada por uma fonte de corrente, monitorada por um multímetro Keithley modelo 172 conectado em série ao circuito. O computador adquire a voltagem da sonda Hall por meio de um nanovoltímetro Keithley 181 conectado à interface GPIB.

3.1.5 Programa de Automação

O programa de automação do MEHE foi desenvolvido pelo Dr. Ângelo Gomes na linguagem Visual Basic. Este programa basicamente controla o campo aplicado, coleta e processa os dados (divide a V_H pela corrente de excitação lida sobre a resistência padrão, resultando na resistência Hall), montando uma planilha e gravando em um arquivo no formato ASCII (".dat").

Na Figura 3.6 apresentamos a interface gráfica principal, onde são selecionadas as variáveis de entrada: tempo de espera para estabilização do campo magnético externo,

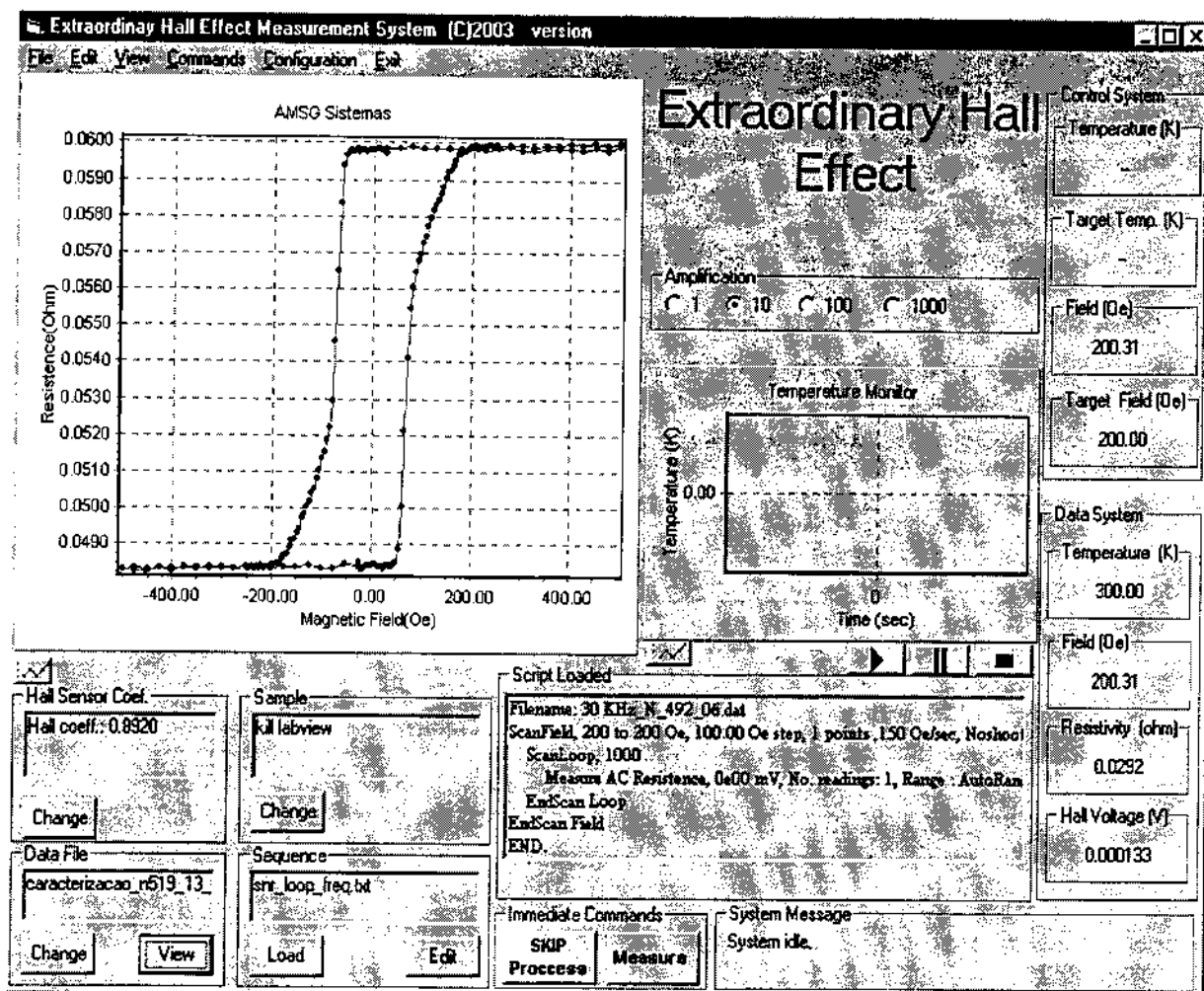


Figura 3.6: Interface gráfica principal do programa desenvolvido.

número de medidas para calcular a média dos valores da voltagem Hall, o sentido da corrente de excitação (consequentemente o sentido do campo magnético externo), a amplificação da voltagem Hall e um editor de rotinas de medidas.

Na Figura 3.7 apresentamos a interface gráfica do editor de rotinas de medidas, que possui duas janelas principais. A primeira (esquerda) é utilizada na montagem da rotina de medida e a segunda (direita) estão as opções de comandos a serem selecionados para construção da rotina de medida. Nesta interface podemos editar diferentes programas com distintas funções, tais como medida em função do campo aplicado, desmagnetizações, medidas de resistência, entre outras.

Após a edição da rotina de medida e executado o programa, a interface gráfica

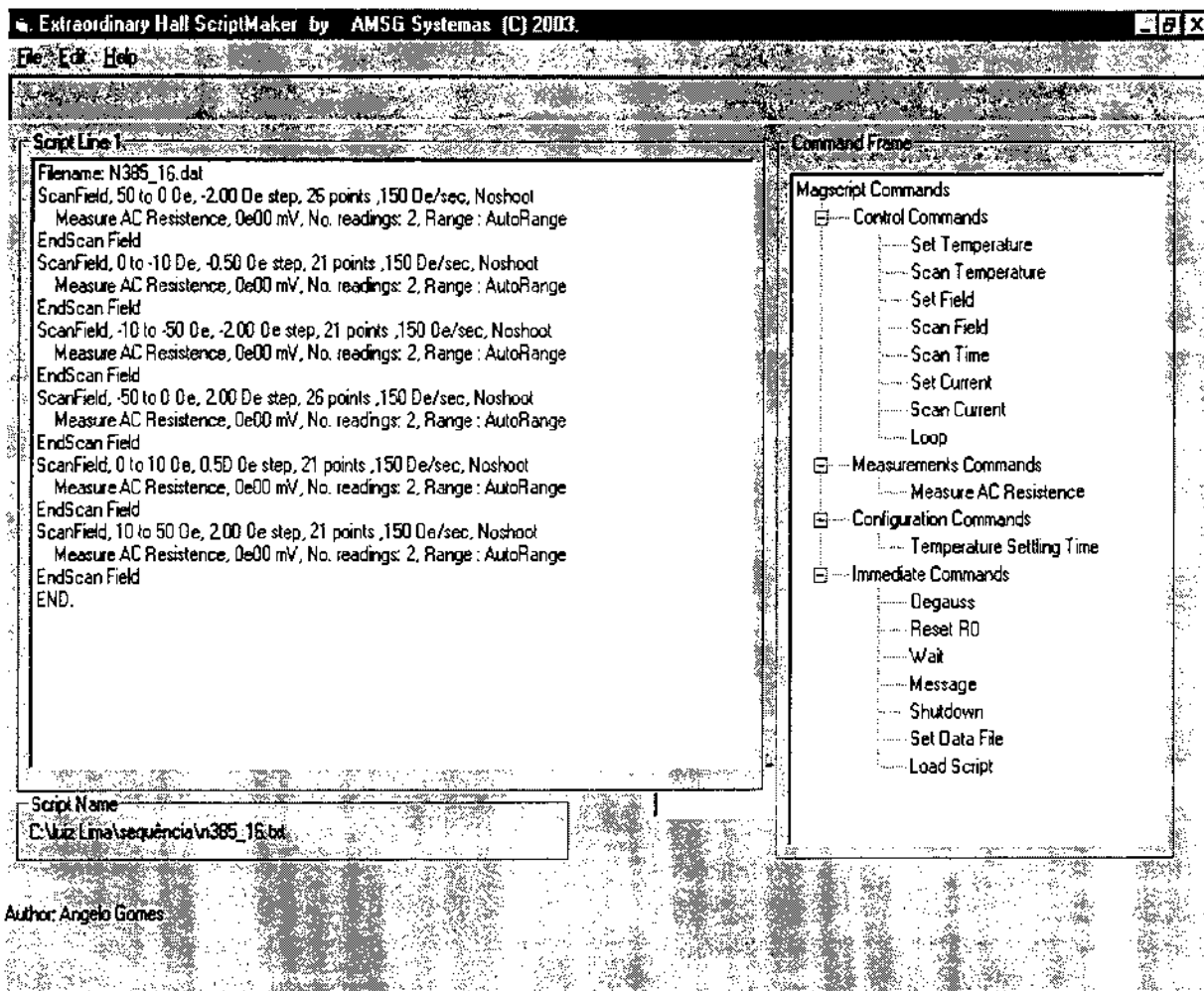


Figura 3.7: Interface gráfica do editor de rotinas de medidas.

apresenta o valor do campo magnético, da resistência e da voltagem Hall, mostrando os pontos em um gráfico a cada medida e gravando os dados em arquivo formato ASCII.

Na Figura 3.8 apresentamos um fluxograma simplificado do programa de automação do MEHE. Inicialmente o programa verifica se todos os equipamentos estão ligados. Posteriormente lê o campo aplicado através do multímetro Keithley 181, estabiliza o campo para iniciar as medidas, lê a voltagem Hall gerada na amostra através do *lock-in* e calcula uma média com o número de pontos definida no início do programa, lê a corrente de excitação nas bordas da resistência padrão através do multímetro Keithley 2000 e calcula o valor da Resistência Hall. Este procedimento é repetido para cada valor de campo a ser medido, até que complete todo o ciclo de histerese.

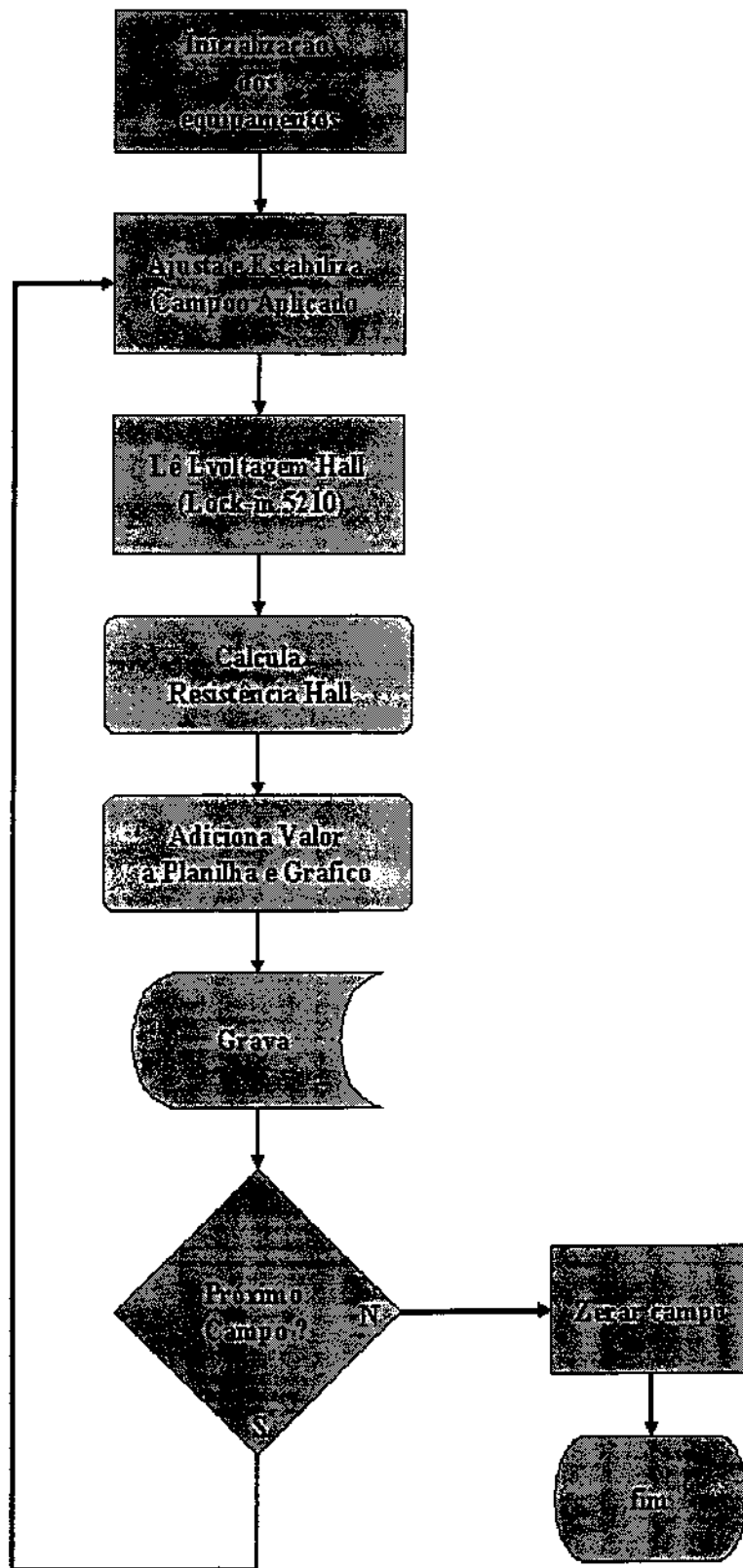


Figura 3.8: Fluxograma simplificado do programa de automação do MEHE.

É construída uma planilha com os parâmetros: campo magnético, tempo, corrente de excitação, voltagem Hall e resistência. Adiciona o valor estimado através de uma média, à planilha e ao gráfico, gravando no arquivo especificado. Ao término da medida, zera o campo magnético externo e finaliza as tarefas.

3.1.6 Preparação para Medir

Nesta seção apresentaremos a metodologia básica utilizada em medidas no MEHE.

Após ligar todos os equipamentos e preparar a amostra, selecionamos a amostra que deverá ser medida colocando-a dentro do porta amostras e fechando-o.

Em seguida, deveremos verificar os contatos entre as pontas de prova e a superfície da amostra. Esta verificação poderá ser realizada por um multímetro de mão, medindo a resistência entre as pontas de prova na parte superior do porta amostras, que deverão estar em curto circuito, indicando que as duas pontas de provas estão em contato com a amostra. Verificado os contatos, o porta amostras está pronto para ser conectado ao sistema de medidas.

Posteriormente selecionamos a forma de onda da corrente de excitação, sua frequência e amplitude e esperamos que a amostra atinja o equilíbrio térmico, (aproximadamente 40 minutos nestas condições). A estabilização térmica pode ser monitorada por meio da corrente de excitação medida nas bordas da resistência padrão. Quando esta corrente estiver estabilizada, consideramos que a amostra atingiu o equilíbrio térmico.

A etapa seguinte consiste na configuração dos parâmetros do amplificador *lock-in*, que são: fase, sensibilidade (escala), *off set*, modo de medida e de aterramento, filtros e constante de tempo.

A fase, sensibilidade e o *off set* podem ser selecionados de duas maneira: (i) selecionando no amplificador *lock-in* para *auto measure* onde serão selecionados automaticamente; ou (ii) selecionando no amplificador *lock-in* a sensibilidade (voltagem) manualmente e verificando se o sinal está em fase. Utilizamos para estas medidas, a seleção manual da voltagem (sensibilidade), fase e *off set* por ser mais rápido.

O modo de medida pode ser tanto no modo diferencial (A - B) quanto por uma

entrada simples no canal A. No primeiro caso, o sinal que vem da amostra, depois de amplificado pelo transformador baixo ruído, é dividido em dois (fase e neutro) e cada um destes é conectado às entradas A e B do *lock-in*. Após escolha do método mais adequado, deve ser pressionado o botão correspondente no *lock-in*. Cabe ressaltar que para os sistemas estudados neste trabalho, ambos se mostraram igualmente bons, embora espera-se que no caso de sinais menores, o método diferencial diminua o ruído. O modo de aterramento utilizado é o *ground*.

O *lock-in* possui dois filtros, o primeiro é o (*line reject F-2F*), que estando selecionado em F, os sinais na frequência da rede de alimentação são eliminados e quando selecionado 2F, os sinais na frequência duas vezes a da rede são eliminados. Para essas medidas foram utilizados os dois filtros simultaneamente.

O segundo filtro pode trabalhar selecionando em um dos modos: *Band-pass*, *Low-pass*, *NOTCH* ou *FLAT*, podendo ser ajustados manualmente (*man*) ou automaticamente (*track*). Para essas medidas o modo que mais adequado é o "*Band-pass - man*".

A constante de tempo utilizada é de 30 ms, tempo necessário para o amplificador *lock-in* processar os sinais.

O próximo passo é desenvolver a rotina de medida que será executada pelo computador. Várias rotinas de medidas com diferentes funções podem ser construídas, dependendo da necessidade. Essas rotinas podem ser editadas na interface gráfica e são gravadas em formato ASCII.

3.1.7 Caracterização do MEHE

Nesta seção serão abordados os parâmetros mais relevantes à caracterização do sistema de medidas. Basicamente estes parâmetros são a amplitude da corrente de excitação que é passada pela amostra e sua frequência.

Efeito Pele

Estudos e experimentos já comprovaram que uma corrente alternada não se propaga por um condutor da mesma maneira que uma corrente contínua. Enquanto a propagação de uma corrente contínua se dá em toda seção transversal do condutor, no caso da propagação de uma corrente alternada, os portadores de carga tendem a afastar-se de seu eixo principal. Desse modo, as correntes de excitação com frequência muito alta tendem a ser repelidas à superfície dos condutores, penetrando tanto menos em seu interior quanto maior for a frequência. Dessa forma, pelo eixo do condutor que conduz tais correntes não passa carga alguma. Devido a esse fenômeno conhecido como efeito pele, se faz necessário um estudo da frequência da corrente que passa pela amostra (corrente de excitação).

No sentido de caracterizar o sistema foi medida a amostra, tipo válvula de spin, $[\text{Pt}(20\text{Å})/\text{Co}(4\text{Å})]_3/\text{Pt}(20\text{Å})/\text{Cu}(30\text{Å})/[\text{Pt}(20\text{Å})/\text{Co}(4\text{Å})]_5/\text{Pt}(20\text{Å})/\text{FeMn}(130\text{Å})$, composta de duas multicamadas separadas por uma espessa camada de Cu. A primeira multicamada são 3 repetições de Pt e Co e a segunda multicamada são 5 repetições de Pt e Co, com uma camada espaçadora entre a segunda multicamada e o material AFM de 20Å de Pt. O material usado como AFM é FeMn com espessura de 130Å. Apresentamos na Figura 3.9 uma curva de histerese desse sistema magnético medido a uma frequência de 150 Hz.

Válvulas de spin como esta, apresentam em suas curvas de histerese dois saltos na magnetização, indicando o campo magnético onde a primeira camada FM livre, (neste caso com 3 repetições), rotaciona seus momentos com o campo aplicado e onde a segunda camada FM acoplada, (neste caso com 5 repetições), desprende-se do acoplamento com a camada AFM, rotacionando seus momentos e alinhando-se com o campo magnético aplicado.

Essa amostra possibilita uma comparação entre a razão das amplitudes de magnetização de cada uma das multicamadas em função da variação da frequência da corrente de excitação, essa razão nos informa o valor da variação da penetração da corrente nas multicamadas da amostra.

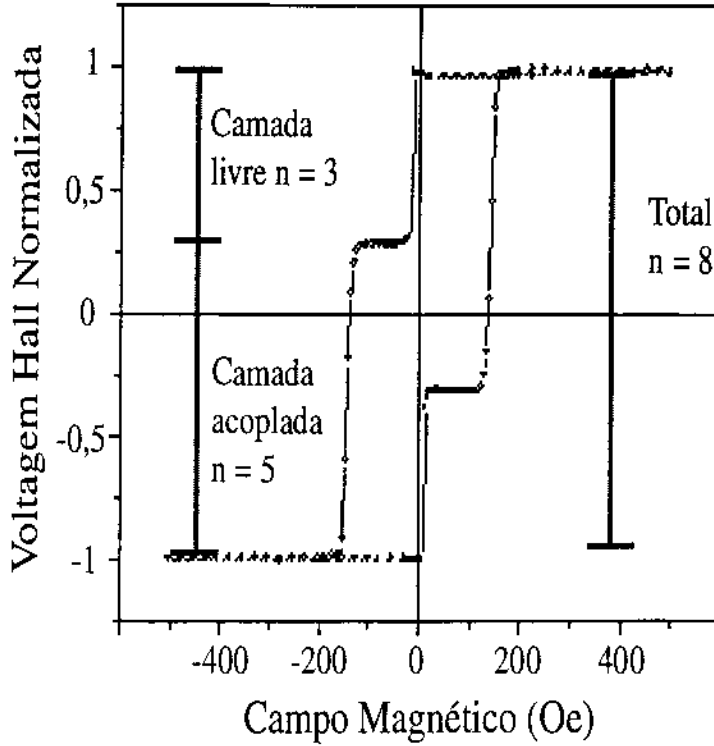


Figura 3.9: Cruva de histerese de uma válvula de spin, $[Pt(20\text{\AA})Co(4\text{\AA})]_3/Pt(20\text{\AA})-Cu(30\text{\AA})/[Pt(20\text{\AA})/Co(4\text{\AA})]_5/Pt(20\text{\AA})/FeMn(130\text{\AA})$, usada para caracterizar o sistema quanto à frequência.

Portanto para esta amostra espera-se que a razão entre as amplitudes das camadas livres e acopladas seja $3/5$ (número de repetições da camada livre em relação ao número de repetições da camada acoplada), como pode ser verificado na Figura 3.9, essa razão medida experimentalmente é de 0,6. Esta amostra foi medida em uma faixa de frequência de 50 Hz a 100 kHz e uma corrente de excitação de 4,5 mA, uma constante de tempo de 30 ms e um campo variando entre 500 e -500 Oe.

Pôde ser verificado que a razão não varia substancialmente com a variação da frequência. Este resultado indica que o efeito pele não influencia significativamente no resultado da magnetização para esta amostra nesta faixa de frequência.

Amplitude da Corrente

É importante ressaltar que o excesso de corrente de excitação pode interferir nos resultados, devido ao aquecimento da amostra.

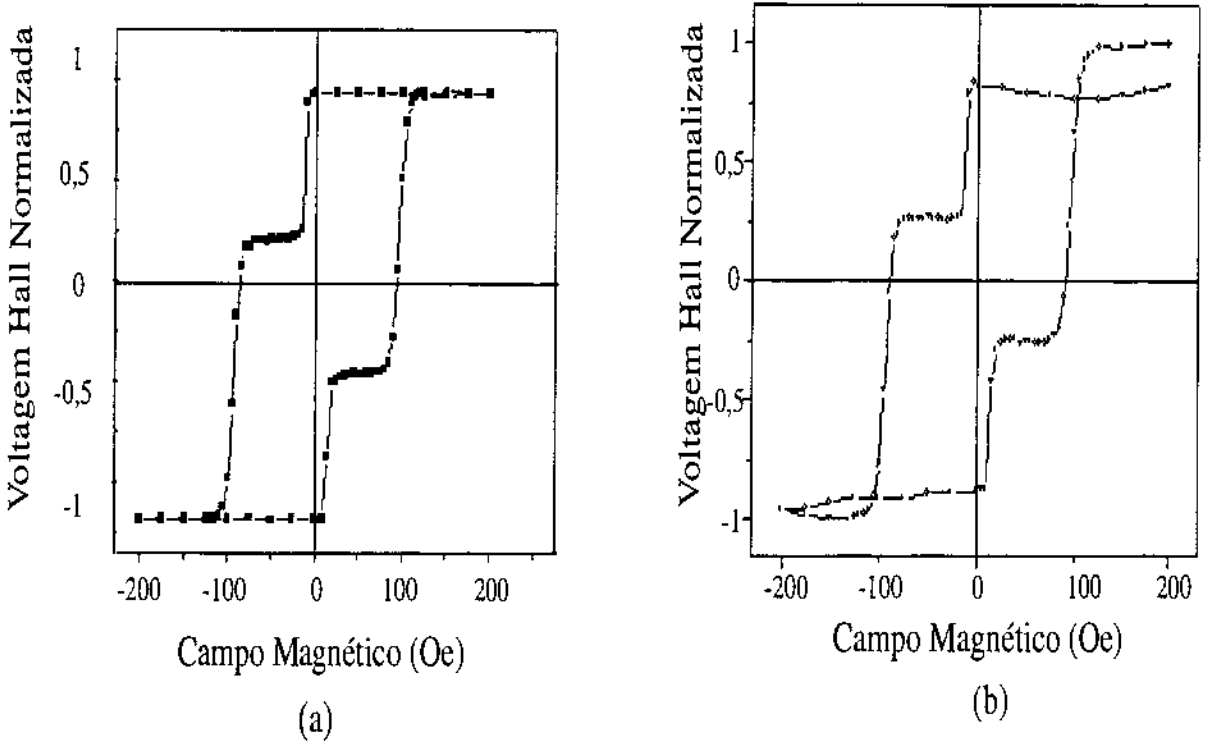


Figura 3.10: Cruvas de histerese de uma válvula de spin, $[\text{Pt}(20\text{\AA})\text{Co}(4\text{\AA})]_3/\text{Pt}(20\text{\AA})/\text{Cu}(30\text{\AA})/[\text{Pt}(20\text{\AA})/\text{Co}(4\text{\AA})]_5/\text{Pt}(20\text{\AA})/\text{FeMn}(130\text{\AA})$. Em (a) medida a uma corrente de $4,5 \mu\text{A}$ e em (b) a uma corrente de $4,5 \text{mA}$.

Na Figura 3.10 apresentamos o resultado da medida onde foi aplicada em (a) uma corrente de $4,5 \mu\text{A}$ e em (b) $4,5 \text{mA}$. Através desta medida podemos observar que houve um aquecimento desta amostra durante o processo de medida.

A potência dissipada durante a medida pode ser estimada através de:

$$P = RI^2 \quad (3.11)$$

onde R é a resistência e I a corrente.

A potencia dissipada na Figura 3.10 em (b) é muito maior que em (a) devido ao aumento da corrente de excitação. Para a amostra $[\text{Pt}(20\text{\AA})\text{Co}(4\text{\AA})]_3/\text{Pt}(20\text{\AA})-$

/Cu(30Å)/[Pt(20Å)/Co(4Å)]₅/Pt(20Å)/FeMn(130Å) onde a resistência medida é de 26 Ω, com uma corrente de 4,5 mA a potência dissipada pode chegar a $5,2 \times 10^{-4}W$. O valor elevado da corrente faz com que o ciclo de histerese se modifique.

Para a amostra [Pt(60Å)/Co(3.75Å)]/Pt(20Å)], a resistência medida é de 52 Ω e foi medida à uma corrente de $5 \times 10^{-6}A$, resultando em uma potência máxima dissipada de $1 \times 10^{-9}W$.

Um outro cuidado que devemos tomar é quando o valor da frequência for alterado, pois há uma pequena variação na amplitude da corrente de excitação que deve ser corrigida.

Estima-se que a partir desta análise, a corrente de excitação ideal é a corrente máxima, com o efeito de melhorar a relação sinal × ruído e não grande o suficiente para aquecer a amostra, ou seja, que não ultrapasse uma potência de $5,2 \times 10^{-4}W$.

Medida Relação Sinal × Ruído

Com a necessidade de caracterizar o sistema de medidas em função da melhor frequência da corrente de excitação se faz necessário uma estimativa da relação sinal × ruído. Para isso utilizamos a mesma amostra das seções anteriores.

Neste estudo fixamos o campo magnético externo em 200 Oe, levando a amostra para o estado de completa saturação, mantivemos constante a amplitude da corrente de excitação. Sua frequência foi variada numa faixa de 15 Hz a 100 kHz. O valor da relação sinal ruído foi estimada através da equação:

$$SNR(dB) = 10 \log \left(\frac{\delta_r}{\bar{\delta}_r} \right)^2 \quad (3.12)$$

onde δ_r é o sinal e $\bar{\delta}_r$ é o ruído.

Na Figura 3.11 apresentamos o gráfico da relação sinal ruído em função da variação da frequência da corrente de excitação. Nesta figura podemos observar que para frequências a partir de 100 Hz o sistema de medida apresenta a melhor e mais estável relação sinal ruído, *i.e.*, maior sinal e menor ruído.

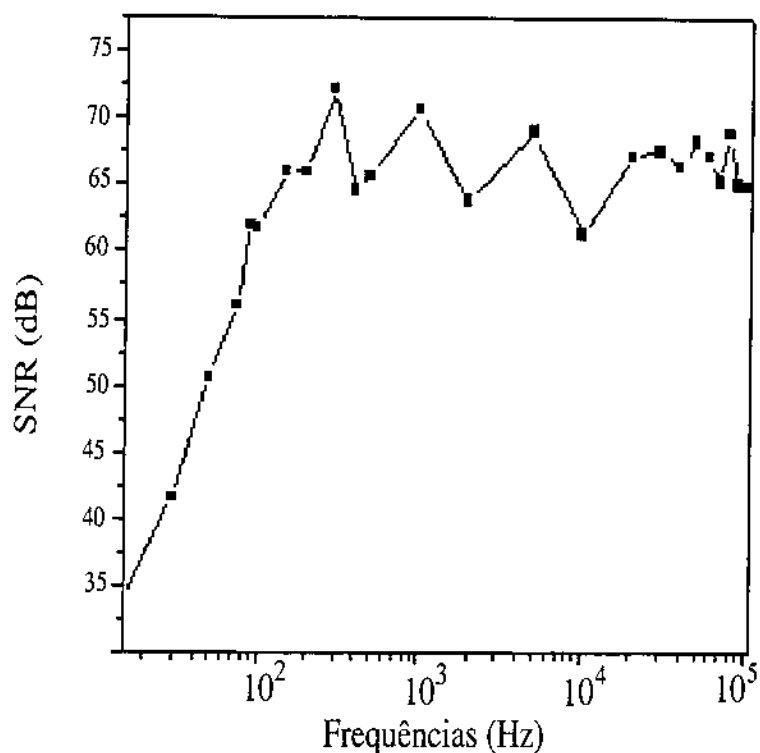


Figura 3.11: Relação Sinal Ruído em função da frequência.

Estimativa da Sensibilidade

A sensibilidade do sistema foi estimada a partir da medida de um filme fino magnético, [Pt(60Å)/Co(3.75Å)]/Pt(20Å)]. Na Figura 3.12 apresentamos uma curva de histerese da amostra usada para calcular a sensibilidade. Como pode ser visto na Figura 3.12, o sistema de medidas mostrou-se capaz de medir 3,75Å de Co com uma boa relação sinal ruído.

Tendo o cobalto o momento magnético de 1400 emu/cm^3 . A sensibilidade pode ser estimada pela relação:

$$S = V \times m \tag{3.13}$$

onde S é a sensibilidade, V ($V = t_{Co} \times \omega \times l$) é o volume em cm^3 e m o valor da magnetização de saturação do Co em emu/cm^3 , neste caso ω e l são as distâncias entre as pontas de provas, de corrente e tensão respectivamente. Neste caso suas dimensões foram de $t_{Co} = 3,75 \times 10^{-8} \text{ cm}$, $\omega = 0,4 \text{ cm}$ e $l = 0,3 \text{ cm}$. Resultando em:

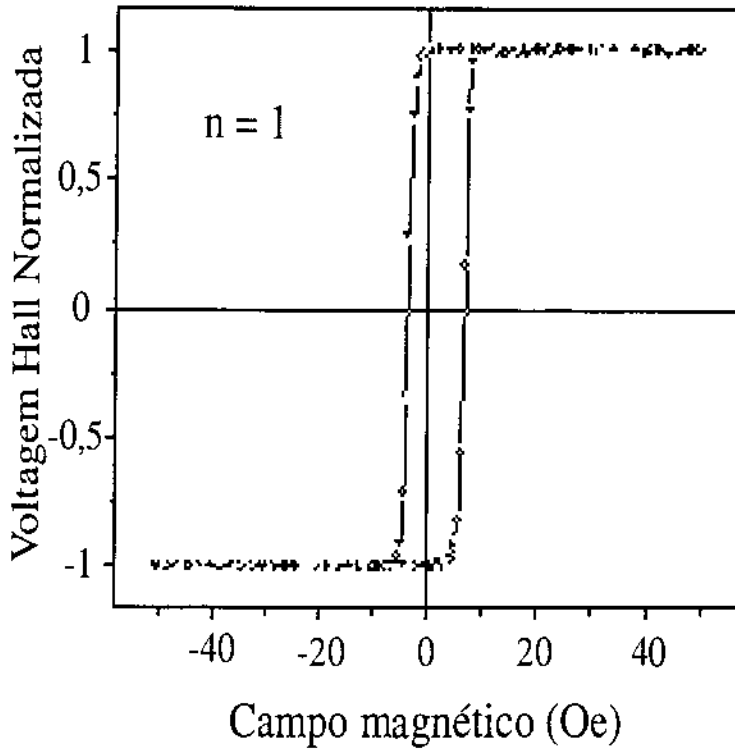


Figura 3.12: Curva de histerese da multicamada [Pt(60Å)/Co(3.75Å)]/Pt(20Å)], usada para calcular a sensibilidade.

$$S = 4,5 \times 10^{-9} \text{cm}^3 \times 1400 \text{emu/cm}^3$$

então,

$$S = 6,3 \times 10^{-6} \text{emu}$$

Isso quer dizer que o sistema é capaz de medir amostras com sinal magnético pequeno. Cabe ressaltar que estas dimensões da amostra foram superestimadas e, fora a dificuldade em se fazer os contatos na amostra, não existe qualquer impedimento em se trabalhar com amostras bem menores, o que permite que sistemas de medidas como este possa medir amostras com sinais pelo menos duas ordens de grandeza menor que este, bastando considerar que as distâncias entre os contatos podem ser da ordem de décimos de milímetros.

Comparação com Outros Sistemas de Medidas

Nesta seção apresentaremos comparações de outros sistemas de medidas com o desenvolvido nesta tese e apresentaremos resultados de medidas de uma amostra por duas técnicas diferentes, o MEHE e o SQUID.

Os efeitos magneto-óticos em sólidos traduzem a influencia do campo magnético ou da magnetização sobre a fase, estado de polarização e a intensidade de um feixe de luz. No modo reflexão a geometria do sistema é muito complexa, impedindo altos campos. Já no modo de transmissão o substrato de SiO_2 não é adequado. Em geral, o MOKE Polar, é muito delicado, sendo constituído de mesas óticas adequadas elevando o custo do equipamento. Essa técnica também possui a desvantagem da luz não ser capaz de penetrar em camadas espessas do material AFM e de cobertura, que em muitos casos, podem alterar a polarização da luz, impossibilitando a medida.

O VSM é muito usado nos laboratórios de pesquisa e caracteriza-se pela sua boa performance e simplicidade no funcionamento, mas sua sensibilidade não permite a medida de um filme fino magnético com 3,75 Å de espessura de Co. Como o VSM, a técnica de extração também é baseada em métodos indutivos, mas com uma sensibilidade inferior que do VSM, não sendo capaz de medir tais filmes.

O magnetômetro SQUID, como elemento detector são atualmente um dos sistemas mais sensíveis para medidas de pequenas variações de fluxo magnético. Mas uma medida no magnetômetro SQUID é lenta, de custo elevado (devido à utilização de Hélio líquido e vácuo) e pode sofrer alterações no resultado devido à forte contribuição do substrato.

Na figura 3.13 apresentamos duas curvas de uma amostra, $[Pt(20\text{Å})Co(4\text{Å})]_3-Pt(20\text{Å})/Cu(30\text{Å})/[Pt(20\text{Å})/Co(4\text{Å})]_5/Pt(20\text{Å})/FeMn(130\text{Å})$, a mesma apresentada na seção anterior.

Desta figura podemos observar que o MEHE possibilita um estudo do comportamento de sistemas com *exchange bias* perpendicular por meio de técnicas versáteis, fácil manuseio, baixo custo, alta sensibilidade, rapidez e de grande precisão em relação a outros magnetômetros como o SQUID. Enquanto o SQUID necessitou de um tempo

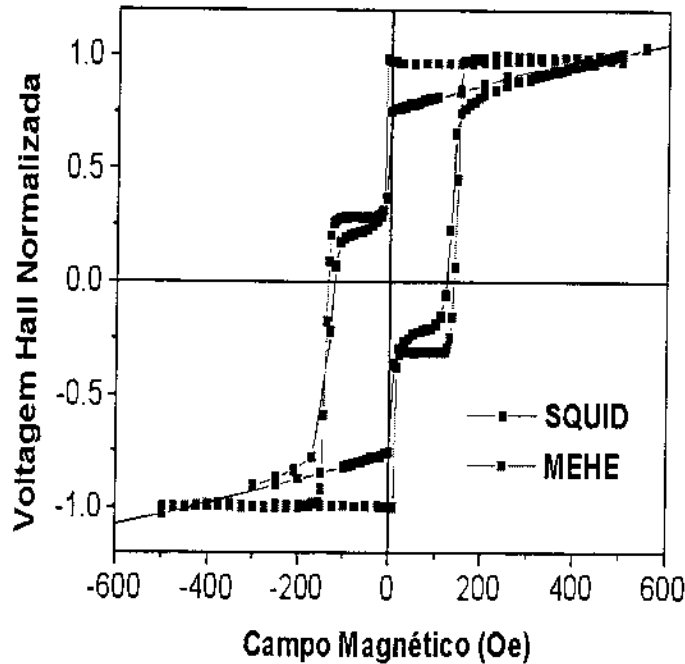


Figura 3.13: Curvas de histerese da amostra, $[\text{Pt}(20\text{\AA})/\text{Co}(4\text{\AA})]_3/\text{Pt}(20\text{\AA})/\text{Cu}(30\text{\AA})$ - $[\text{Pt}(20\text{\AA})/\text{Co}(4\text{\AA})]_7/\text{Pt}(20\text{\AA})/\text{FeMn}(130\text{\AA})$, medidas no SQUID (triângulos) e no MEHE (círculos).

de aproximadamente 6:30 horas para adquirir esta curva de magnetização, no MEHE pode ser feito em 30 minutos, além de seu baixo custo pelo fato de dispensar o uso de Hélio líquido ou vácuo. Vale ressaltar que essa amostra possui oito vezes mais material magnético que a utilizada na estimativa da sensibilidade.

A utilização do MEHE se restringe a sistemas de filmes finos com anisotropia magnética perpendicular, devido sua alta sensibilidade a componente perpendicular da magnetização.

3.2 Técnicas de Desmagnetização

Antes de começar a adquirir imagens, em alguns casos, as amostras devem passar pelo processo de desmagnetização, para que cheguem ao estado de menor energia.

Desmagnetização é o processo que submetemos a amostra a fim de reduzir sua energia magnética, levando-a ao estado de menor energia.

Existem vários processos de desmagnetização, como: tratamento térmico, aplicação de um campo magnético alternado e decrescente em função do tempo, girar a amostra na presença de um campo magnético de amplitude decrescente, dentre outros possíveis.

Como na maior parte dos casos, o interesse na aquisição das imagens de domínios magnéticos por MFM é ter informação do tamanho de domínio no estado de menor energia da amostra. A fim de comparar os resultados de sistemas diferentes ou para que tenhamos informações quantitativas destes, é de suma importância, antes de se iniciar este tipo de estudo, determinar o método de desmagnetização mais eficaz, *i.e.*, que deixe a amostra o mais próximo possível de seu estado de menor energia, ou seja, o estado onde se tenha os menores domínios.

Essa preocupação é baseada no fato de os resultados serem bastantes discrepantes, de fato em alguns casos, estes métodos não necessariamente fornecem resultados iguais.

Nesta tese abordamos dois métodos de desmagnetização. Um deles pode ser desenvolvido através do MEHE, a qual podemos desmagnetizar amostras pelo método conhecido por ciclos menores. Este método é realizado aplicando-se um campo alternado com amplitude decrescente em função do tempo. O outro método é a rotação, neste caso foi desenvolvido um sistema que gira a amostra em torno do seu próprio eixo na presença de um campo magnético externo decrescente.

Nas seções seguintes apresentamos as técnicas de desmagnetização, como técnica de preparação das amostras para aquisição das imagens de domínios magnéticos.

3.2.1 Desmagnetização por Ciclos Menores

Este método de desmagnetização consiste na aplicação de um campo magnético alternado de amplitude decrescente em função do tempo.

Na Figura 3.14 apresentamos em (a) a forma do campo magnético aplicado e em (b) a curva de magnetização resultante deste processo de desmagnetização.

Enquanto a variação de H é periódica, M descreve a curva de histerese, atingindo

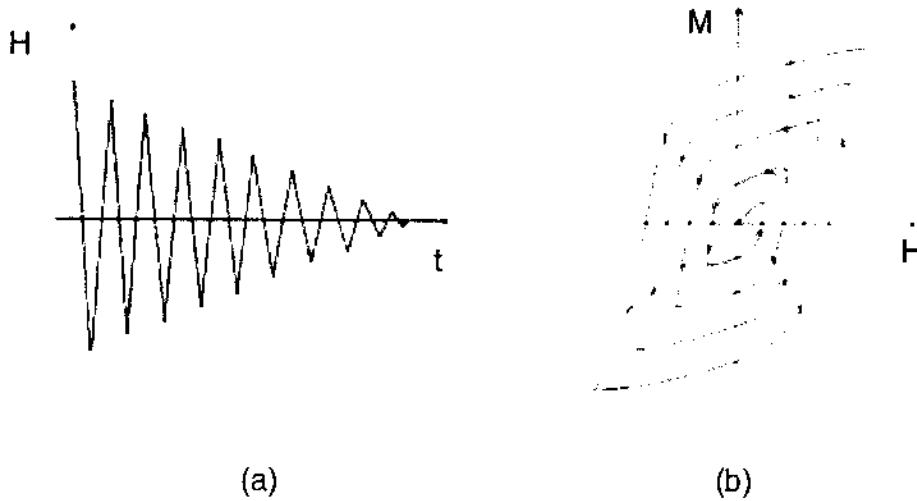


Figura 3.14: (a) Esquema de campo magnético alternado decrescente e (b) resultado na curva de magnetização.

a saturação nos extremos positivo e negativo. Quando a amplitude de H decresce, em cada extremo consecutivo, o valor máximo de M é menor que no ciclo anterior. Como resultado, à medida que a amplitude de M tende para zero, o material torna-se gradualmente desmagnetizado.

3.2.2 Desmagnetização por Rotação

Foi desenvolvido um sistema para desmagnetizar, onde a amostra gira em torno do seu próprio eixo na presença de um campo magnético externo decrescente, a partir de um campo suficiente para saturar a amostra em seu eixo de difícil magnetização, até o campo nulo. A amostra gira de tal forma que o campo ora é aplicado perpendicularmente ora no plano da amostra. No referencial da amostra, o que se observa é um campo girante com amplitude decrescente no tempo.

Na Figura 3.15 apresentamos a foto do sistema montado para desmagnetizar amostras por rotação. A amostra é fixada na extremidade de uma haste, que é acoplada a um motor DC. A frequência com que a amostra gira é regulável e pode chegar até a $3.600RPM$ (60 Hz).

O sistema é levado ao interior das bobinas que geram um campo magnético, o qual

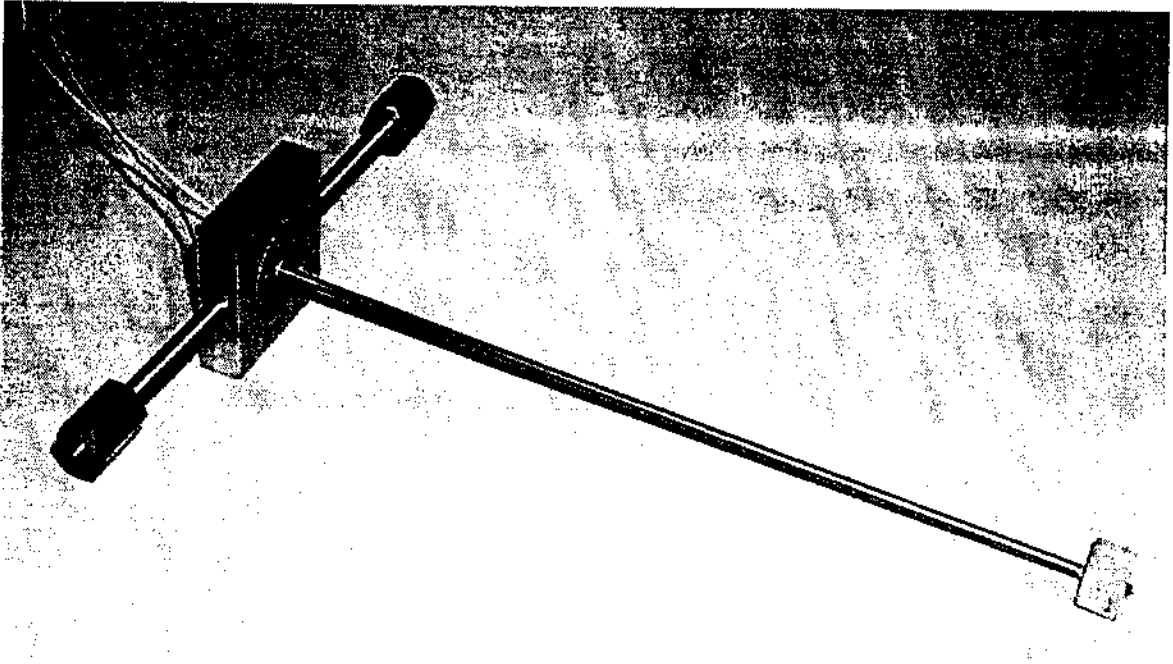


Figura 3.15: Foto do sistema de desmagnetização por rotação.

deve ter seu valor decrescente em função do tempo, até que o campo externo chegue ao valor zero. Neste ponto, devemos deixar o sistema continuar girando, retirando-o lentamente do interior das bobinas, eliminando ao máximo qualquer possível efeito devido à remanência das bobinas. Só então devemos desligar o motor. Após retirada, a amostra está pronta para aquisição de imagens.

3.3 Conclusões

Este capítulo apresenta o desenvolvimento de um magnetômetro fundamentado no efeito Hall extraordinário (MEHE), possibilitando caracterizar magneticamente e desmagnetizar filmes finos magnéticos que apresentam *exchange bias* perpendicular.

O capítulo apresentou também duas técnicas de desmagnetização, uma desenvolvida pelo magnetômetro e outra baseada na rotação da amostra em torno de seu próprio eixo na presença de um campo magnético decrescente no tempo. Esta última

foi desenvolvida pela sua rapidez na desmagnetização.

As medidas realizadas, mostram que o sistema MEHE é estável para medidas à uma frequência acima de 100 Hz e com a sensibilidade da ordem de pelo menos 10^{-6} .

A instrumentação desenvolvida possibilita um estudo do comportamento de sistemas com *exchange bias* perpendicular por meio de técnicas versáteis, fácil manuseio, baixo custo, alta sensibilidade, rapidez e de grande precisão em relação a outros magnetômetros.

Sua utilização é destinada a sistemas de filmes finos com anisotropia magnética perpendicular, devido sua alta sensibilidade a componente perpendicular da magnetização.

Capítulo 4

Processamento Digital de Imagens

Neste capítulo descrevemos as técnicas de processamento digital de imagens (PDI) que foram desenvolvidas com o objetivo de quantificar os domínios magnéticos estudados¹.

4.1 Introdução

Análise de imagens é uma ferramenta importante principalmente quando a imagem está associada a um fenômeno físico, servindo de suporte à informação. O processamento digital de imagens consiste na transformação sucessiva da imagem a fim de extrair esta informação. Estas transformações podem ser realizadas no sinal numérico ou por meio de um tratamento de mais alto nível, que corresponde ao sentido cognitivo da imagem.

As imagens dos sistemas magnéticos utilizadas nesta tese foram obtidas por meio de Microscopia de Força Magnética (MFM), descrita no apêndice A. Estas imagens podem exibir diferentes padrões de domínios magnéticos, tais como: i) monodomínio; ii) linhas (“*stripes*”); iii) labirintos; iv) bolhas; e v) dendritos entre outros. É também possível a observação de diferentes padrões em uma mesma amostra, dependendo dos processos envolvidos durante a inversão da magnetização. A formação de domínios irre-

¹No apêndice A apresentamos de uma forma genérica, uma introdução relacionada ao processamento digital de imagens.

gulares está relacionada provavelmente aos detalhes da estrutura interfacial (tais como defeitos, tensões e/ou rigidez interfacial). Estes defeitos interfaciais podem dar forma aos domínios locais bloqueando ou facilitando o movimento das paredes do domínio.

Os domínios magnéticos podem estar orientados em todas as direções possíveis do espaço. A Figura 4.1 apresenta algumas imagens típicas de domínios magnéticos observados por MFM. As coordenadas x e y da imagem referem-se às medidas espaciais e suas dimensões são expressas em micrometro ou nanômetro. $f(x, y)$ representa um pixel da imagem, expresso em uma unidade arbitrária. Os pixels são quantificados em 256 níveis de cinza (8 bits), onde o preto é simbolizado pelo 0 e o branco por 255. Em particular para sistemas com *exchange bias* perpendicular, os quais os domínios magnéticos podem se orientar em duas direções opostas, os níveis claros, tendendo ao branco, representam os domínios alinhados com o campo aplicado (domínios *UP*). Os níveis escuros, por sua vez, representam os domínios na direção inversa ao campo aplicado (domínios *DOWN*).

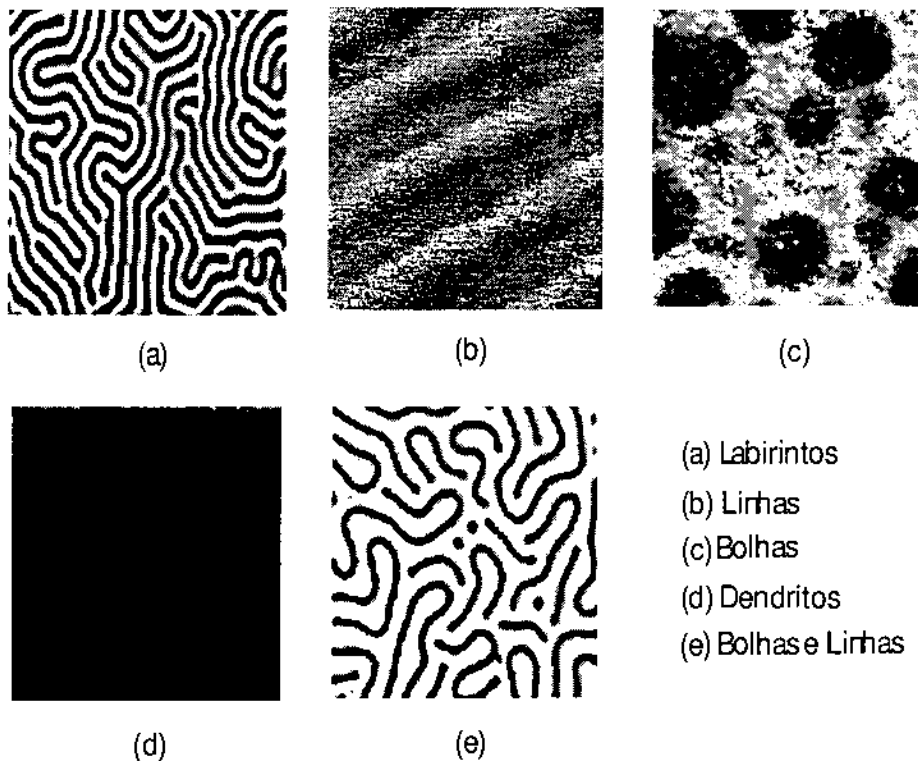


Figura 4.1: Imagens de domínios magnéticos.

4.2 Sistema de Processamento de Imagens Desenvolvido

O sistema de processamento digital de imagens desenvolvido, tem por objetivo estimar a largura média dos domínios magnéticos *UP* e *DOWN* nas direções *x* e *y* para cada imagem. A Figura 4.2 apresenta um diagrama de blocos deste sistema que está dividido em quatro módulos principais:

- **Pré-processamento:** aplicação de filtros digitais no domínio espacial e/ou freqüencial a fim de minimizar ruídos brancos e melhorar a qualidade da imagem.
- **Segmentação:** separação na imagem original das regiões de domínios minoritários e majoritários: domínios *UP* e *DOWN*, levando em consideração a magnetização remanente da amostra.
- **Pós-processamento:** aplicação de uma filtragem por morfologia matemática a fim de minimizar os defeitos da etapa de segmentação.
- **Extração de atributos:** cálculo do valor do tamanho médio dos domínios magnéticos *UP* e *DOWN* da imagem original nas direções *x* e *y*.

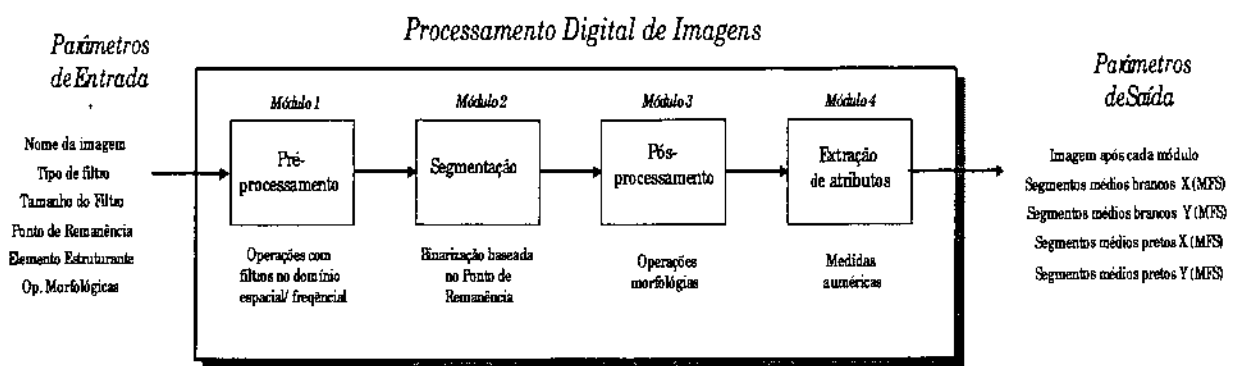


Figura 4.2: Módulos de processamento digital de imagens.

4.2.1 Pré-Processamento

A etapa de pré-processamento possui o objetivo de melhorar a qualidade da imagem realçando as informações que nos interessam. Devido às limitações experimentais, as imagens adquiridas por MFM são ruidosas. Algumas estimativas assumem que nas imagens medidas são adicionadas um ruído branco de fundo. O ruído é proveniente de flutuações aleatórias das propriedades micro e macroscópicas da camada magnética.

As técnicas de filtragem utilizadas envolvem operações no domínio espacial ou no domínio da frequência. As operações no domínio espacial baseiam-se em filtros que manipulam o plano da imagem, enquanto que as técnicas de processamento no domínio da frequência baseiam-se em filtros que agem sobre o espectro da imagem, através de:

$$I_s = TF^{-1}[F(.) \bullet TF[I_e]] \quad (4.1)$$

onde I_s é a imagem de saída, TF^{-1} a transformada de Fourier inversa, $F(.)$ o filtro e $TF[I_e]$ a transformada de Fourier da imagem de entrada. Este procedimento se dá no domínio freqüencial, ou no domínio espacial por:

$$I_s(x, y) = I_e(x, y) * g_e(x, y) = \frac{1}{MN} \sum_{m=0}^{M-1} \sum_{n=0}^{N-1} I_e(m, n) g_e(x - m, y - n) \quad (4.2)$$

onde $I_s(x, y)$ é a imagem de saída, $I_e(x, y)$ é a imagem de entrada, $g_e(x, y)$ o filtro. A equação 4.2 é uma convolução discreta 2D.

4.2.2 Segmentação

Após a filtragem da imagem devemos separar as regiões dos domínios *UP* e *DOWN* por meio de uma técnica de segmentação. A segmentação é considerada, dentre todas as etapas do processamento de imagens, a etapa mais crítica. É nesta etapa que são definidas as regiões de interesse que, por sua vez, serão analisadas *a posteriori*. Dessa forma, quaisquer erros ou distorções presentes nesta etapa se propagarão, de forma a produzir ao final do processo resultados que não tenham significado físico e, portanto, podem contribuir de forma negativa para a eficiência de todo o processamento.

Deve ser ressaltado que não existe um modelo formal para a segmentação de imagens. A segmentação é um processo empírico e adaptativo, procurando sempre se adequar às características particulares de cada tipo de imagem e aos objetivos que se pretende alcançar. Para imagens de domínios magnéticos temos interesse em duas áreas distintas, que são os domínios minoritários e os majoritários.

A segmentação utilizada foi baseada na *binarização* (ou *image thresholding*) que é uma técnica eficiente e simples do ponto de vista computacional. Este tipo de segmentação é utilizada quando as amplitudes dos níveis de cinza são suficientes para caracterizar os domínios *UP* e os domínios *DOWN* na imagem. Na binarização, um nível de cinza, t_h , é considerado como um ponto de separação entre os pixels que compõem os domínios nas duas possíveis direções *UP* ou *DOWN*. Dessa forma, se obtém como saída uma imagem binária, *i.e.*, com apenas dois níveis de luminância: preto e branco.

A determinação de t_h foi baseada no valor do Ponto de Remanência (P) da amostra. A curva de magnetização nos informa qual o valor da magnetização remanente e conseqüentemente podemos calcular o percentual de domínios magnéticos *UP* e *DOWN* esperados após a segmentação. O percentual do P pode ser obtida através da fórmula:

$$P = \frac{M_s - M_r}{M_s} \quad (4.3)$$

onde M_s é a magnetização de saturação e M_r a magnetização remanente. Através da função de distribuição de probabilidades² p da imagem calculamos o valor de t_h igualando a proporção de pixels pretos e brancos aquela de P . Logo, t_h é obtido quando:

$$\sum_{i=0}^{t_h} p_i = P \quad (4.4)$$

ou por:

$$\sum_{i=t_h+1}^{L_{max}} p_i = (1 - P) \quad (4.5)$$

²Distribuição dos valores dos níveis de cinza. Na sua forma gráfica observamos o número de pixels em cada nível de cinza possível em uma imagem.

O resultado desta etapa é uma imagem binarizada contendo somente duas regiões de domínios magnéticos *UP* e *DOWN* na mesma proporção do campo remanente da amostra no momento da aquisição da imagem.

4.2.3 Pós-processamento

Nesta etapa tentamos corrigir os principais defeitos ou imperfeições causadas na segmentação. Normalmente estes defeitos são corrigidos por meio da aplicação de filtros morfológicos.

Esses filtros são baseados nas técnicas de Morfologia Matemática (MM). As operações morfológicas são operações pontuais, onde um pixel da imagem da saída é função do valor dos pixels numa vizinhança da imagem de entrada. Em imagens binárias, um pixel será preservado, eliminado ou invertido em função de ter um certo número de vizinhos iguais ou diferentes [47, 48]. Essas operações são baseadas na noção de forma básica, chamado de “elemento estruturante”. As operações são realizadas sempre entre a imagem e o elemento estruturante e sua forma está relacionada com o tratamento desejado.

As operações básicas da morfologia são a erosão e a dilatação. O procedimento de erosão consiste em verificar se, para cada pixel branco, existe um número de vizinhos brancos menor que um limiar, N ; caso exista, tal pixel é invertido. Este procedimento elimina objetos finos ou pequenos e objetos maiores tem sua área reduzida. A dilatação, por sua vez, realiza a operação inversa, verificando se o número de vizinhos brancos excede o limiar N , quando então o pixel é invertido. Este procedimento elimina buracos finos ou pequenos, unindo objetos. Os objetos, por sua vez, têm sua área aumentada. Estas operações, por si só, na maior parte dos casos, geram distorções nas áreas dos objetos. No entanto, a combinação de erosão e dilatação produz resultados muito mais interessantes [49, 50].

Algoritmo de erosão e dilatação

A erosão binária reduz a área geométrica do objeto, colocando os pixels de contorno com o mesmo valor do fundo da imagem. A dilatação, por outro lado, realiza um aumento na área do objeto, adicionando pixels de contorno aos objetos. Para calcularmos estas filtragens, utilizamos dois tipos diferentes de elementos estruturantes ambos definidos por uma matriz 3×3 , são eles: B_4 , que possui seus vértices iguais a zero e as outras regiões da matriz iguais a 1, e B_8 , definido por uma matriz composta de elementos iguais a 1, conforme descrito no apêndice A.

O procedimento de erosão da imagem é $I_h \ominus B$, onde B é normalmente do tipo B_4 ou B_8 . A erosão é calculada da seguinte forma:

$$I_h \ominus B = \{x | (B)_x \subseteq A\} \quad (4.6)$$

onde a erosão de A pelo elemento estruturante B resulta no conjunto de pontos x tais que B , transladado de x , está contido em A .

O procedimento de dilatação utilizado é $I_h \oplus B$, onde B pode ser B_4 ou B_8 . A dilatação é calculada da seguinte forma:

$$I_h \oplus B = \{x | \hat{B}_x \cap A \neq \emptyset\} \quad (4.7)$$

onde a dilatação de A pelo elemento estruturante B resulta no conjunto de todos os x deslocamentos para os quais a interseção de \hat{B}_x e A inclui pelo menos um elemento diferente de zero.

No sistema desenvolvido podemos combinar estas operações morfológicas a fim de melhorar a imagem de saída.

4.2.4 Extração de Atributos

Nesta etapa, desejamos extrair as informações da largura média dos domínios *UP* e *DOWN*. Após a segmentação, os domínios são agrupados em conjuntos de pixels X_i definido por fronteiras e superfícies.

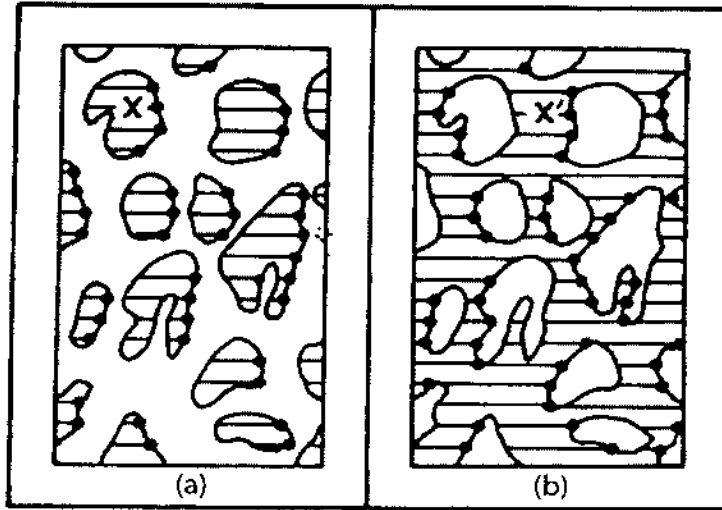


Figura 4.3: Medida do segmento médio livre. Em (a), $L(X_i)$ é o tamanho de uma linha que corta o domínio X_i em uma direção. Em (b), $L(X'_i)$ é o tamanho de uma linha que corta os domínios na direção oposta.

Na Figura 4.3 podemos então caracterizar o tamanho de cada domínio separadamente, calculando o valor médio de segmentos MFS^3 que cortam um único domínio X_i por uma reta Δ orientada horizontalmente.

Se este procedimento for repetido utilizando-se uma reta Δ escolhida aleatoriamente e o mesmo valor MFS for encontrado diz-se que o domínio é isotrópico. Nesta tese realizamos cálculos para as direções vertical (y) e horizontal (x) da reta Δ . Cada linha (ou coluna) da imagem foi considerada como uma reta Δ a ser analisada. O comprimento médio de cada domínio X_i é dado por $MFS(X_i)$:

$$MFS(X_i) = \frac{\sum_{k=1}^{N_{X_i}} L_k(X_i)}{N_{X_i}} \quad (4.8)$$

Onde N_{X_i} é o número de segmentos contabilizados para o domínio X_i , e $L(X_i)$ é o tamanho de uma reta que corta o domínio X_i (em pixels). Este parâmetro é muito importante, pois define um valor característico do domínio independente da morfologia (forma do objeto) e da topologia (parâmetro obtido por desdobramento) de X_i [51], pois sempre podemos cortar X_i em linhas.

³MFS - Mean Free Segment

Ao final, calculamos, para toda a imagem MFM, o valor dos segmentos médios livres para cada tipo de domínio (*UP* ou *DOWN*) nas direções x e y (MFS_{\uparrow}^x , MFS_{\downarrow}^x , MFS_{\uparrow}^y , MFS_{\downarrow}^y), através de:

$$MFS_{\uparrow} = \frac{\sum_{i=1}^{M_{\uparrow}} MFS_{\uparrow}(Xi)}{M_{\uparrow}}, \quad \sigma_{MFS_{\uparrow}}^2 = \frac{\sum_{i=1}^{M_{\uparrow}} (MFS_{\uparrow}(Xi) - MFS_{\uparrow})^2}{M_{\uparrow}} \quad (4.9)$$

e

$$MFS_{\downarrow} = \frac{\sum_{i=1}^{M_{\downarrow}} MFS_{\downarrow}(Xi)}{M_{\downarrow}}, \quad \sigma_{MFS_{\downarrow}}^2 = \frac{\sum_{i=1}^{M_{\downarrow}} (MFS_{\downarrow}(Xi) - MFS_{\downarrow})^2}{M_{\downarrow}} \quad (4.10)$$

4.3 Programa de Processamento de Imagens

O programa de análise de imagem desenvolvido para medir os segmentos livres médios (*MFS*) deve ser testado em condições controladas. Para isso, construímos, inicialmente uma imagem de teste com parâmetros conhecidos a fim de analisá-la e medir estes valores conhecidos e validar o sistema.

4.3.1 Imagem para Validação

Para validar o programa desenvolvido, construímos uma imagem de teste contendo segmentos pretos e brancos alternados conforme apresentado na Figura 4.4. Em seguida, adicionamos a esta imagem um ruído gaussiano a fim de aproximá-la a uma imagem real obtida em um microscópio de MFM. Nessa imagem, os tamanhos dos segmentos brancos e pretos na direção x é de 64 pixels e y é de 128.

4.3.2 Teste de Validação

O teste de validação do sistema de processamento de imagens foi elaborado para fornecer os valores dos *MFS* pretos e brancos, nas direções x e y da imagem teste. Dessa forma, esta imagem é submetida ao programa de processamento de imagens, onde é filtrada, segmentada, pós-processada e analisada, buscando os *MFS* de regiões

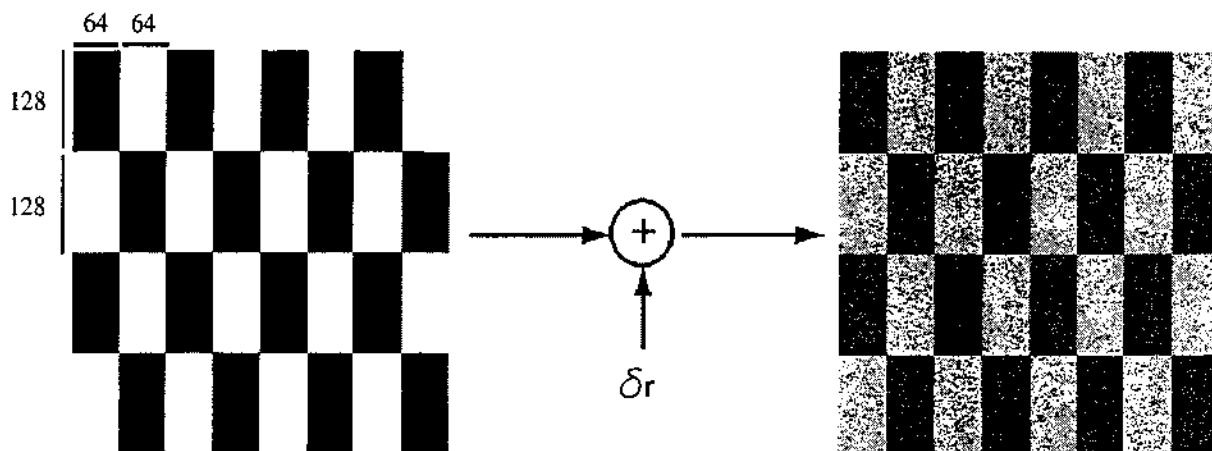


Figura 4.4: (a) Imagem teste desenvolvida para validar o programa de processamento de imagens e (b) Imagem teste acrescida de ruído gaussiano.

pretas e brancas nas duas direções. A segmentação realizada na imagem neste teste foi de $P = 50\%$, *i.e.*, o número de pixels brancos é igual ao número de pixels pretos. O ruído adicionado à imagem original é de $\sigma = 20$ pixels e a filtragem utilizada foi no domínio freqüencial.

Na Figura 4.5 apresentamos os resultados do programa desenvolvido para cada etapa do processamento com filtragem aplicada no domínio freqüencial. Em (a) apresentamos a imagem teste acrescida de ruído; em (b) a imagem filtrada no domínio da freqüência utilizando um filtro gaussiano, em (c) o histograma da imagem filtrada, indicando o *threshold* de separação, correspondendo a melhor segmentação, em (d) a imagem segmentada com $P(\%) = 50$, em (e) a imagem filtrada morfologicamente e em (f) uma curva relacionando o ponto de magnetização \times *threshold*, esta curva nos indica qual o melhor *threshold* em relação ao ponto de magnetização desejado.

Os valores dos segmentos obtidos pelo programa, para esta configuração, são: $MFS_{Preto_x} = 64.0(0.0)$, $MFS_{Branco_x} = 64.0(0.0)$, $MFS_{Preto_y} = 128.0(0.0)$, $MFS_{Branco_y} = 128.0(0.0)$.

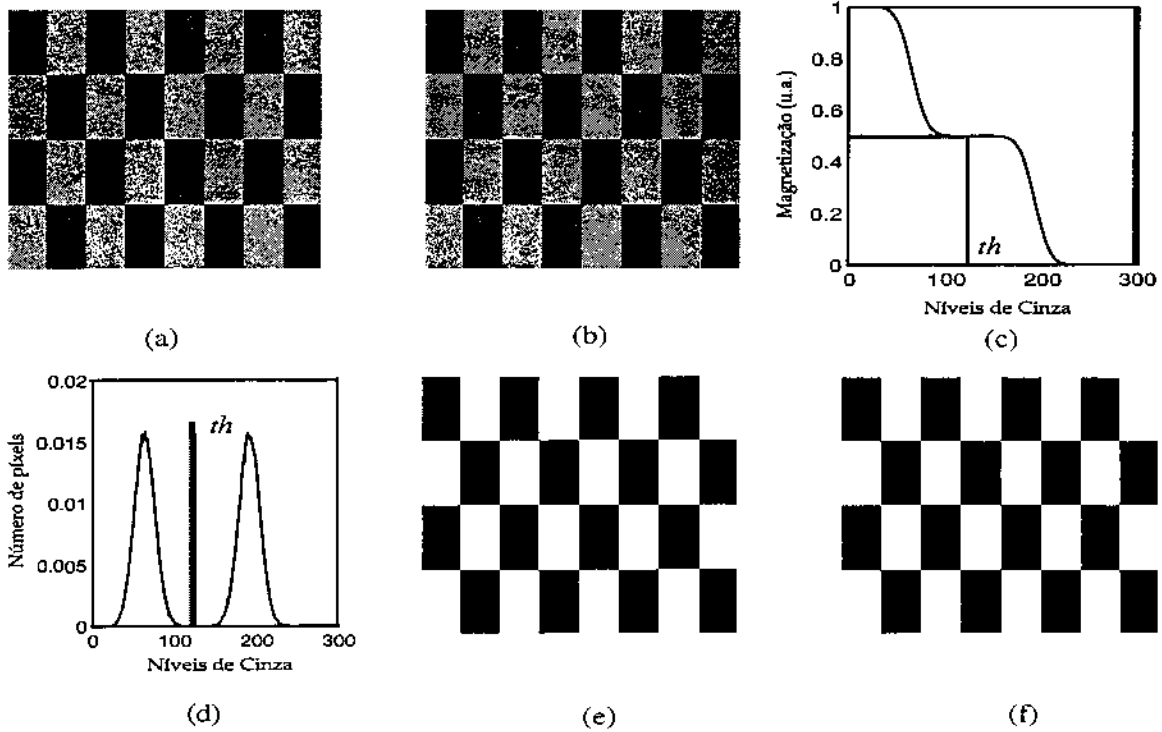


Figura 4.5: (a) Imagem teste acrescida de ruído gaussiano; (b) Imagem filtrada; (c) Histograma indicando o ponto de magnetização a 50%; (d) Imagem segmentada; (e) Imagem filtrada morfologicamente e (f) Curva do Ponto de magnetização em função do *threshold*.

4.3.3 Filtragem

Algumas considerações devem ser feitas devido a utilização de diferentes tipos de filtros. A filtragem no domínio freqüencial, apresenta melhores resultados pois altera menos a imagem teste (Figura 4.6). Por outro lado, quando utilizamos a filtragem por máscara de convolução no domínio espacial, a deformação nos segmentos é acentuada devido ao efeito de borda inerente ao cálculo computacional, provocando um aumento do desvio padrão da estimação dos *MFS* (Figura 4.7).

Na Figura 4.6 apresentamos a filtragem no domínio da freqüência. Em (a) apresen-

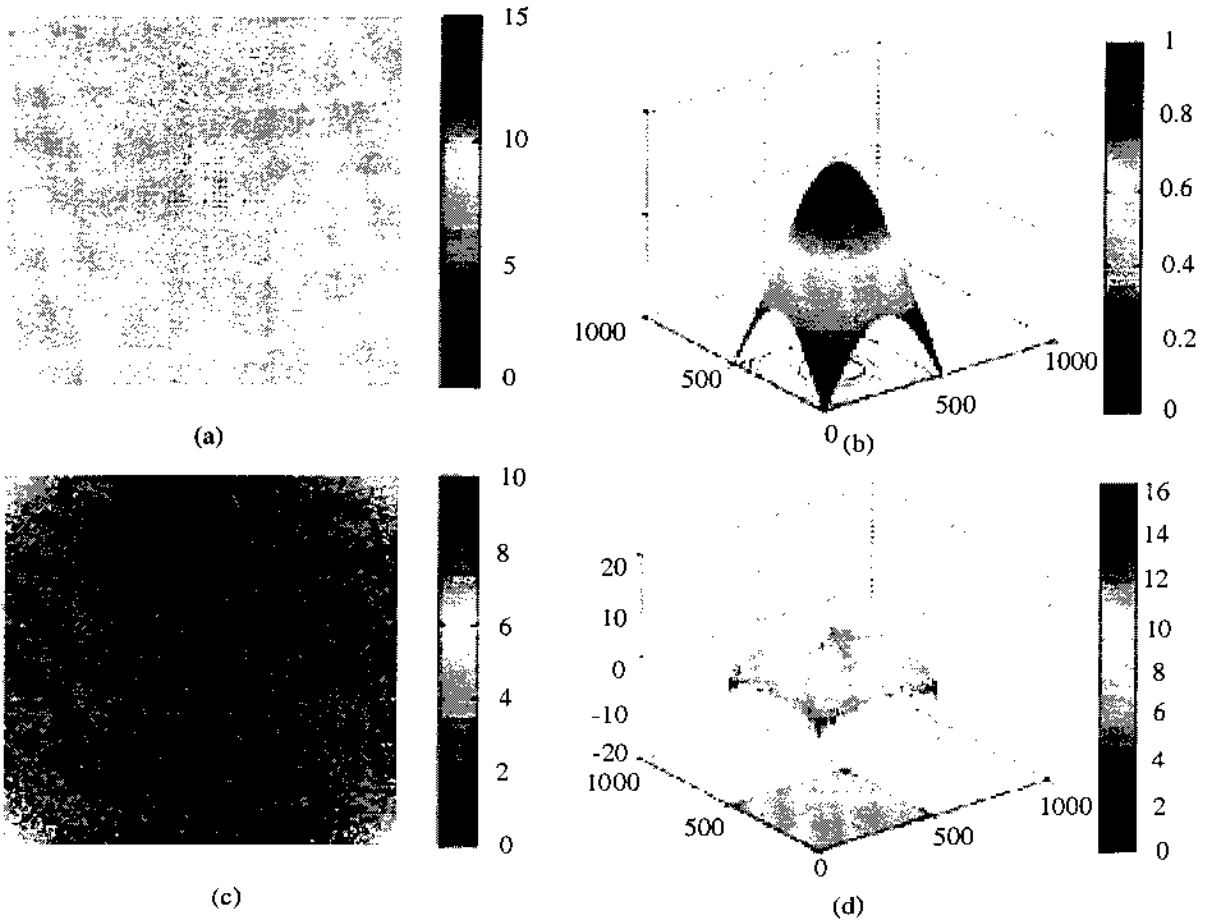


Figura 4.6: (a) Espectro da imagem teste acrescida de ruído gaussiano; (b) Espectro do filtro gaussiano; (c) Espectro da imagem filtrada no domínio da frequência e em (d) o espectro da imagem filtrada em 3D.

tamos a transformada de Fourier da imagem teste acrescida de ruído gaussiano, *i.e.*, o espectro da imagem teste acrescida de ruído gaussiano; em (b) o filtro gaussiano; (c) o espectro da imagem processada com este filtro e em (d) o espectro da imagem filtrada em 3D.

Após o término do processamento no domínio freqüencial, os valores obtidos pelo programa são: $MFS_{Pretos_X} = 63.17(6.53)$, $MFS_{Branco_X} = 63.20(6.63)$, $MFS_{Pretos_Y} = 124.24(19.87)$, $MFS_{Branco_Y} = 123.65(21.14)$.

Na Figura 4.7 apresentamos os resultados de cada etapa do processamento de imagens no domínio espacial por convolução. Em (a) apresentamos a imagem teste acrescida de ruído; em (b) a imagem filtrada utilizando um filtro gaussiano, em (c) o his-

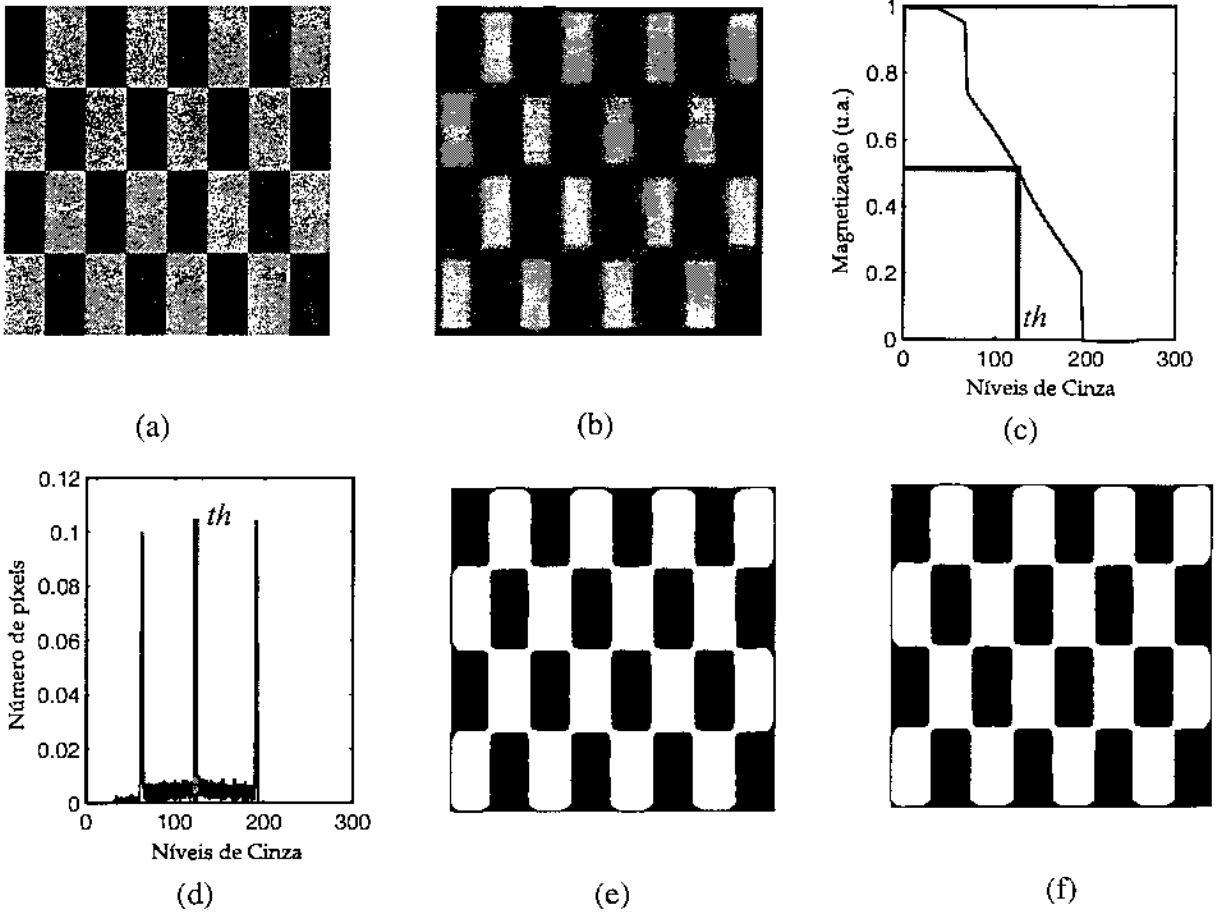


Figura 4.7: (a) Imagem teste acrescida de ruído gaussiano; (b) Imagem filtrada; (c) Histograma indicando o Ponto de magnetização a 0,5; (d) Imagem segmentada; (e) Imagem processada morfologicamente e (f) Curva do Ponto de magnetização em função do *threshold*.

tograma da imagem filtrada indicando o limiar de separação a qual se faz a melhor segmentação, em (d) a imagem segmentada em $P(\%) = 50$, em (e) a imagem processada morfologicamente e em (f) uma curva relacionando o Ponto de magnetização \times *threshold*, esta curva nos indica qual o melhor *threshold* em relação ao Ponto de magnetização desejada.

Após o término do processamento no domínio espacial, os valores obtidos pelo programa são: $MFS_{Preto_{x}} = 51.78(33.17)$, $MFS_{Branco_{x}} = 64.87(17.13)$, $MFS_{Preto_{y}} = 83.72(63.28)$, $MFS_{Branco_{y}} = 124.33(39.17)$.

Comparando os dois resultados concluímos que a utilização de filtros em frequência

é melhor, pois os valores obtidos são mais próximos do esperado

4.3.4 Pós Processamento

Nesta etapa aplicamos operações de filtragem morfológica de abertura (dilatação seguido de erosão) e testamos o sistema para alguns valores de aplicação repetida desta filtragem. Esta operação elimina pequenos buracos na imagem e aumenta o tamanho dos segmentos pretos ou brancos e conseqüentemente melhora a estimação do desvio padrão dos *MFS*.

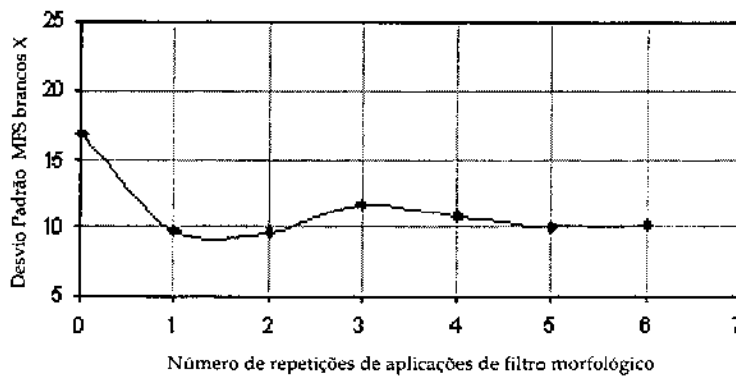


Figura 4.8: Curva de desvio padrão dos *MFS* brancos na direção x em função do número de repetições de aplicações do filtro morfológico.

Na Figura 4.8 apresentamos a curva do desvio padrão dos *MFS* brancos na direção x em função do número de aplicações do filtro morfológico. Através desta figura podemos observar que quanto maior o número de filtrações morfológicas o desvio padrão diminui e tende para um valor constante.

4.3.5 Análise em Função do Ruído

Neste estudo, analisamos a estimação dos *MFS* em função do ruído gaussiano presente na imagem teste. O programa foi testado para vários valores de ruído e seu comportamento está apresentado nos gráficos da Figura 4.9. Conforme esperado, estes gráficos nos mostram que a estimativa dos *MFS* degrada muito quando o ruído aumenta. Entretanto, cabe ressaltar que os procedimentos de filtragem permitem que as

estimativas dos *MFS* sejam boas na presença de ruídos significativos.

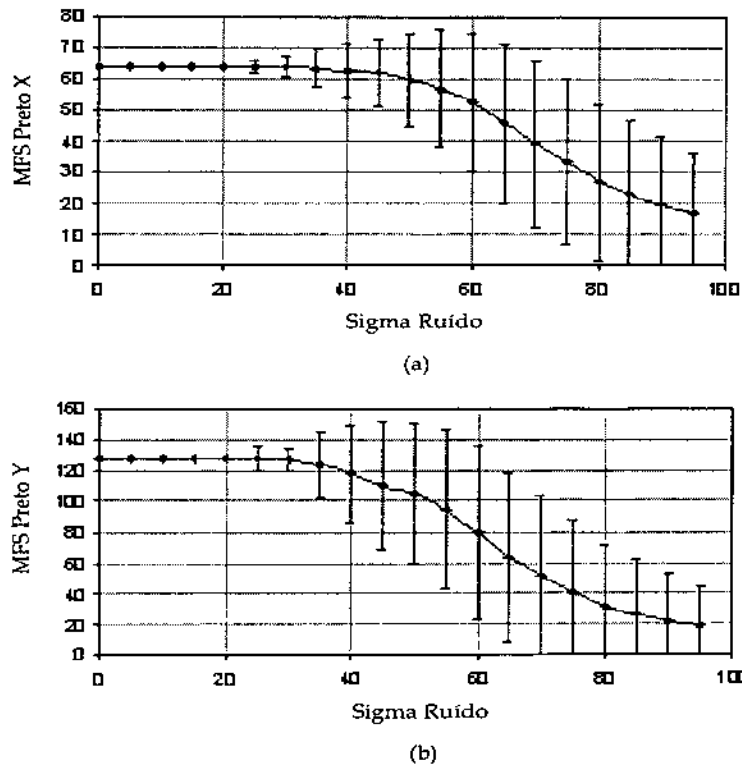


Figura 4.9: Curvas do *MFS* preto em função da largura σ do ruído gaussiano para: (a) a direção x; (b) a direção y.

4.3.6 Exemplos de Imagens Processadas

Aplicamos o processamento desenvolvido em algumas imagens de domínios magnéticos, adquiridas pela técnica de MFM, como exemplos ilustrativos segmentados com o ponto de remanência de 50%.

Na Figura 4.10 apresentamos, em (a), a imagem bruta de listas, adquirida por MFM e em (b) o resultado do processamento que fornece os valores descritos na tabela 4.1.

Na Figura 4.11 apresentamos em (a) a imagem bruta de bolhas, adquirida por MFM e em (b) o resultado do processamento que fornece os valores descritos na tabela 4.1.

Na Figura 4.12 apresentamos em (a) a imagem bruta de dendritos, adquirida por MFM e em (b) o resultado do processamento que fornece os valores descritos na tabela 4.1.

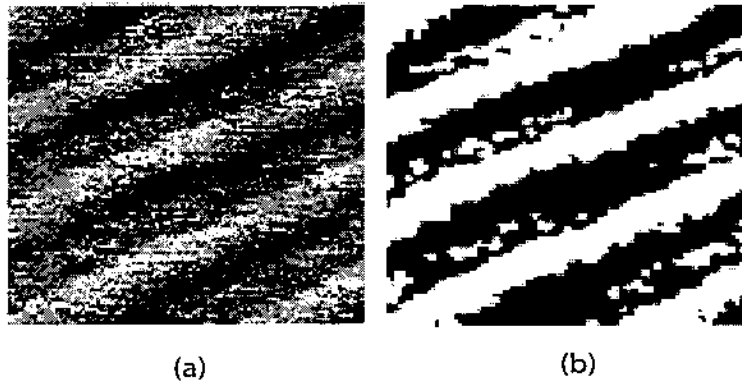


Figura 4.10: Imagem de domínio magnético em forma de linhas.

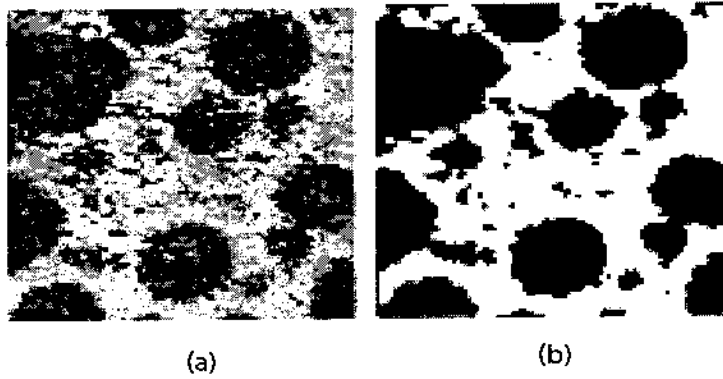


Figura 4.11: Imagem de domínio magnético em forma de bolhas.

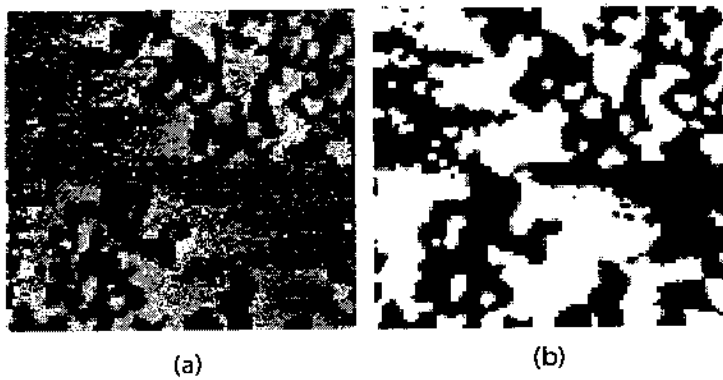


Figura 4.12: Imagem de domínio magnético em forma de dendritos

Na Figura A.4 apresentamos em (a) a imagem bruta da superfície magnética de um disco magnético de computador (HD), adquirida por MFM e em (b) o resultado do processamento que fornece os valores descritos na tabela4.1.

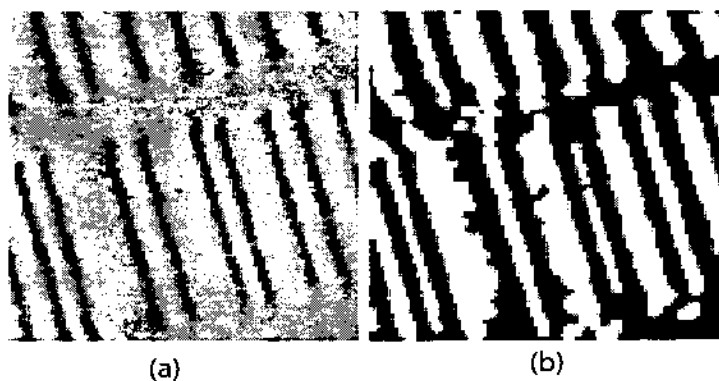


Figura 4.13: Imagem de domínio magnético de uma superfície de um disco magnético (HD).

Valores Médios dos Segmentos Livres (Pixels)				
IMAGEM	MFS(Pt)X	MFS(Pt)Y	MFS(Br)X	MFS(Br)Y
LISTAS	66.95	45.86	61.27	42.07
BOLHAS	58.28	55.81	67.51	57.81
DENDRITOS	45.56	47.82	44.43	46.00
HD	22.79	46.77	20.86	47.17

Tabela 4.1: Valores médios obtidos pela técnica de processamento desenvolvida em unidade de pixels.

Capítulo 5

Resultados -

Aplicações da Instrumentação

Neste capítulo serão abordadas algumas aplicações da instrumentação desenvolvida nesta tese. Estas estão divididas em duas partes, ambas para sistemas com *exchange bias* perpendicular. A primeira parte refere-se à investigação da formação dos padrões de domínios, durante o processo de inversão da magnetização e a segunda refere-se à investigação dos padrões de domínios em função da reorientação do eixo da anisotropia magnética.

Em cada parte, apresentamos os resultados das medidas realizadas pelo MEHE (medidas magnéticas), o processamento digital de imagens de domínios e a desmagnetização quando necessário.

5.1 Estudo do Processo Assimétrico da Inversão Magnetização

Como vimos no Capítulo 2, existem evidências, a partir de medidas indiretas, que sistemas magnéticos com *exchange bias* perpendicular apresentam uma assimetria no processo de inversão da magnetização. Nesse sentido torna-se interessante estudar diretamente as imagens de domínios magnéticos, de forma a possibilitar a extração de

informações inequívocas que permitam ajudar a confirmar e explicar esse efeito.

A instrumentação desenvolvida, o MEHE e as técnicas de desmagnetização e de processamento digital de imagens, viabilizam essa investigação, a qual consiste na análise quantitativa das imagens de domínios magnéticos obtidos em pontos simétricos de cada um dos ramos da curva de histerese. Este estudo permite obter informações da largura média dos domínios magnéticos, possibilitando compará-los e portanto estudar esse efeito.

Nesta seção apresentaremos os resultados preliminares, obtidos no caso de uma amostra que apresenta *exchange bias* perpendicular, com exemplo da utilidade da instrumentação desenvolvida. Por fim, apresentaremos uma sistemática de medidas para a realização completa deste estudo.

5.1.1 Medidas magnéticas

Apresentamos a caracterização magnética da amostra, $[\text{Pt}(20\text{\AA})/\text{Co}(4\text{\AA})]_4/\text{FeMn}(90\text{\AA})$, como a primeira etapa deste estudo. Basicamente esta caracterização é uma curva de histerese, que nos informa os valores do campo coercitivo (H_c), da magnetização remanente (M_r), do campo de nucleação (H_n), do campo de saturação (H_s) em cada ramo da curva, assim como o campo de *exchange bias* (H_e). Esta curva nos permite escolher o valor do campo magnético que corresponde ao valor da magnetização, no qual se deseja aprisionar as paredes de domínios para aquisição das imagens.

Na Figura 5.1 apresentamos um dos exemplos de medidas realizadas no MEHE, na qual foram aprisionadas as paredes de domínios à 25% do valor da magnetização de saturação. Em (a) apresentamos uma curva de histerese onde foram analisados os valores de campo de inversão da magnetização, de H_c , H_e e H_n ; tendo sido identificado estes parâmetros da curva de histerese, escolhemos realizar a análise de domínios em uma configuração, tal que 25% da magnetização de saturação em cada ramo da curva de histerese tenha sido invertida. Para a escolha deste ponto implica tomar cuidado no valor do passo de incremento de campo, que devem ser bem pequenos, da ordem de 0,5 Oe, por se tratar de curvas bastante “quadradas”. Na mesma figura apresentamos em

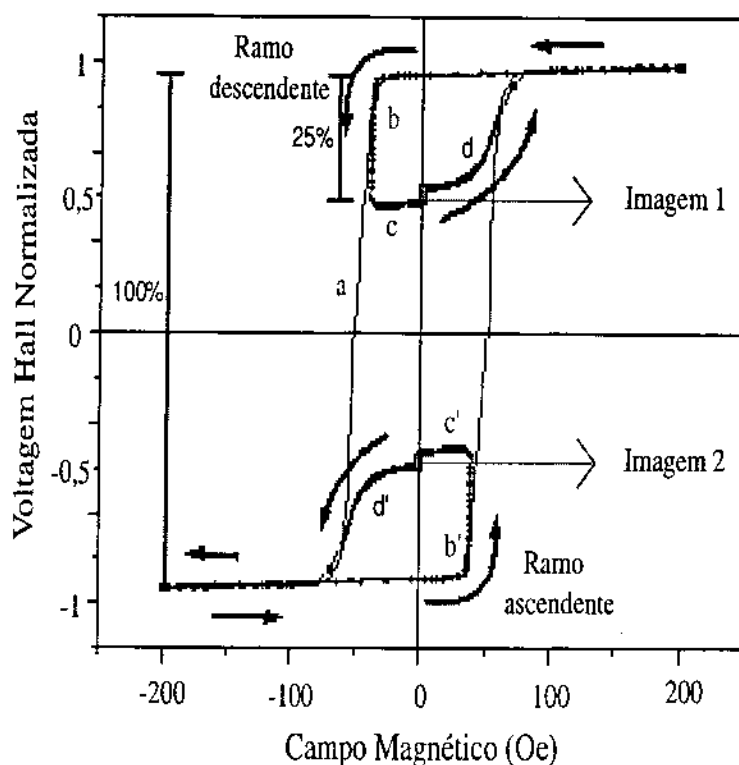


Figura 5.1: (a) Curva de histerese, (b) e (b') Curva de histerese incompleta, (c) e (c') curva a qual aprisiona os momentos magnéticos à 25% da magnetização de saturação e (d) e (d') Curva virgem. Todas estas curvas são da amostra $[Pt(20\text{\AA})/Co(4\text{\AA})]_4-/FeMn(90\text{\AA})$.

(b) e (b') uma curva de histerese incompleta, onde foram aprisionadas as paredes de domínios magnéticos em suas posições metaestáveis mais próximas (ver Seção 1.4). A idéia é que seja preservada ao máximo a configuração de domínios, que ocorre durante a inversão da magnetização para que esta possa ser analisada por intermédio de imagens de MFM. Esta metaestabilidade dos domínios pode ser acompanhada através da curva (c) e (c'), onde medimos o comportamento da magnetização ao retirarmos o campo aplicado. Com objetivo de garantir que o processo de aquisição das imagens não tenha afetado significativamente a estrutura de domínios, é realizada uma curva de histerese iniciada à campo nulo, logo após a obtenção das imagens. Em (d) e (d') são mostradas estas curvas. É importante notar que as curvas (b'), (c') e (d') são simétricas às curvas (b), (c) e (d) em cada ramo da curva de histerese, ascendente e descendente,

respectivamente.

Devemos ressaltar que a magnetização não foi significativamente alterada durante o processo de aquisição de imagens, pois a curva a partir de campo nulo inicia-se praticamente do ponto de aprisionamento das paredes de domínios.

Como este estudo trata do aprisionamento das paredes de domínios magnéticos a um dado valor proporcional da magnetização de saturação, não é necessário desmagnetizar as amostras antes de adquirir imagens.

5.1.2 Análise de Domínios

Nesta seção apresentaremos os resultados da análise dos domínios em função do processo de inversão da magnetização em uma amostra que apresenta *exchange bias* perpendicular. Nesse sentido, apresentaremos diretamente os resultados referentes ao processamento digital das imagens dos domínios, visto que a caracterização deste sistema é bem conhecida e foi discutida no Capítulo 2.

As imagens de domínios são da amostra, $[\text{Pt}(20\text{Å})/\text{Co}(4\text{Å})]_4/\text{FeMn}(90\text{Å})/\text{Pt}(20\text{Å})$, onde o sistema magnético é formado por quatro repetições de Co e Pt com 4 e 20 Å de espessura respectivamente e a camada antiferromagnética (AFM) é FeMn com 90 Å de espessura. Estas imagens foram adquiridas pela técnica de MFM trabalhando no modo não contato à temperatura ambiente, com o tamanho de $25 \times 25 \mu\text{m}/256 \times 256$ pixels.

A Figura 5.2 mostra análise de domínios magnéticos com 3% dos momentos magnéticos invertidos para o ramo ascendente da curva de magnetização. Em (a) apresentamos a imagem bruta; em (b) a imagem após a filtragem no domínio freqüencial com um filtro gaussiano ($\sigma = 0,3$); em (c) o histograma da imagem filtrada onde indicamos o ponto de *threshold* = 67; em (d) a imagem segmentada com o ponto de magnetização de 3% de domínios invertidos; em (e) a imagem após a filtragem morfológica com elemento estruturante de tamanho 1 processada 1 vez; em (f) uma curva de magnetização \times *threshold* informando o valor do *threshold* para cada valor de domínio invertido.

Na Figura 5.3 apresentamos a análise de domínios magnéticos com 3% dos momen-

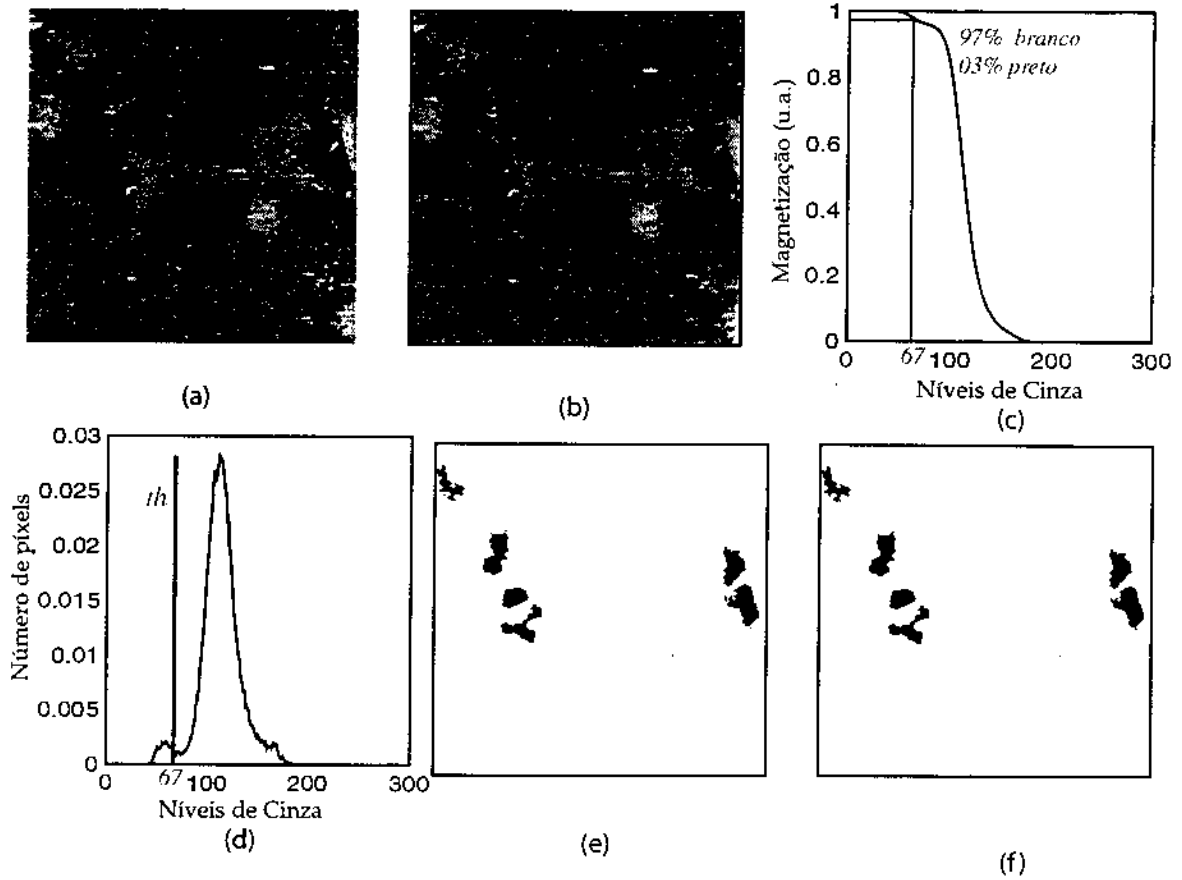


Figura 5.2: Resultado do processamento da imagem de domínios magnéticos com 3% dos momentos magnéticos invertidos do ramo ascendente da curva de histerese.

tos magnéticos invertidos para o ramo descendente da curva de magnetização. Em (a) apresentamos a imagem bruta; em (b) a imagem após a filtragem no domínio freqüencial com um filtro gaussiano ($\sigma = 0,4$); em (c) o histograma da imagem filtrada onde indicamos o ponto de *threshold* = 165; em (d) a imagem segmentada com o ponto de magnetização de 3% de domínios invertidos; em (e) a imagem após a filtragem morfológica com elemento estruturante de tamanho 1 processadas por 2 vezes; em (f) uma curva de magnetização \times *threshold* informando o valor do *threshold* para cada valor de domínio invertido.

Na Figura 5.4, apresentamos o mesmo processamento para domínios magnéticos com 25% dos momentos magnéticos invertidos para o ramo ascendente da curva de magnetização. Em (a) apresentamos a imagem bruta; em (b) a imagem após a fil-

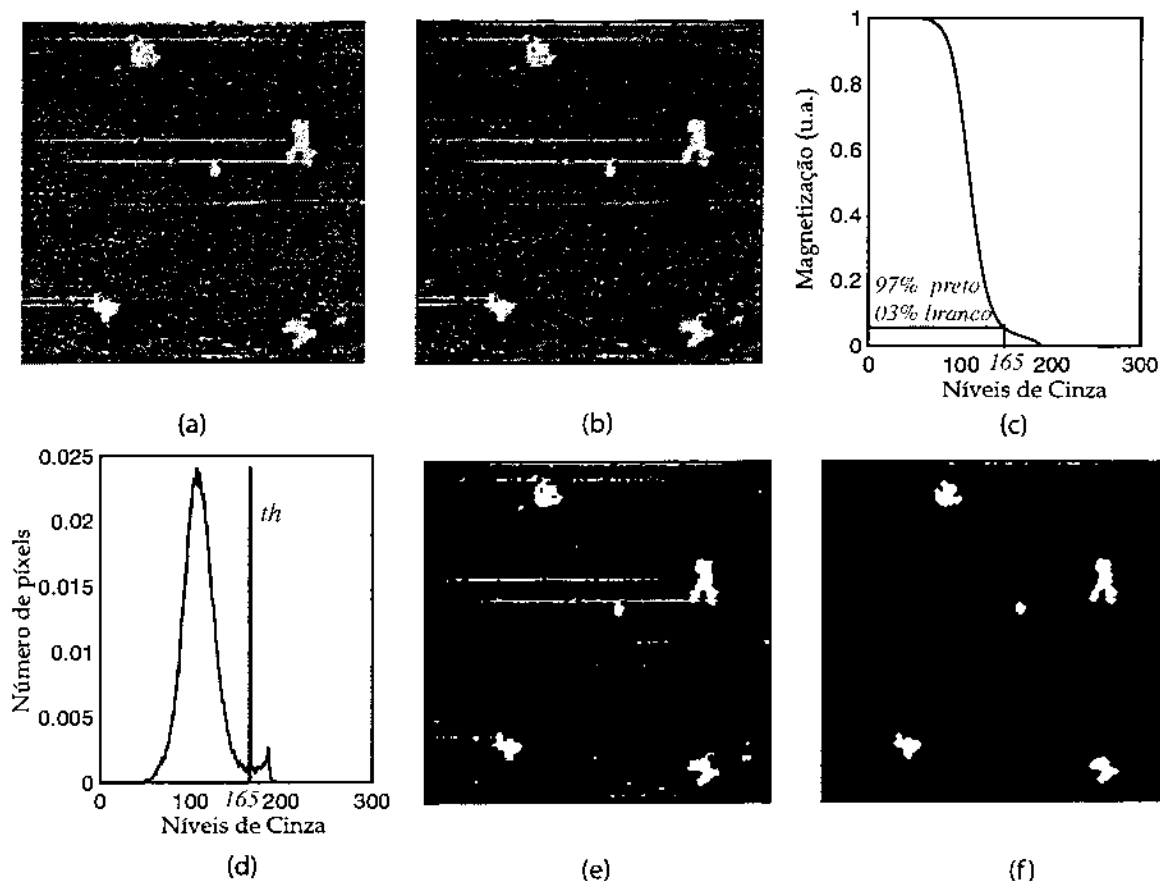


Figura 5.3: Resultado do processamento da imagem de domínios magnéticos com 3% dos momentos magnéticos invertidos do ramo descendente da curva de histerese.

tragem no domínio freqüencial com um filtro gaussiano ($\sigma = 0,1$); em (c) o histograma da imagem filtrada onde indicamos o ponto de *threshold* = 81; em (d) a imagem segmentada com o ponto de magnetização de 25% de domínios invertidos; em (e) a imagem após a filtragem morfológica com elemento estruturante de tamanho 2 processada 1 vez; em (f) uma curva de magnetização \times *threshold* informando o valor do *threshold* para cada valor de domínio invertido.

Na Figura 5.4 apresentamos o processamento digital de uma imagem de domínios magnéticos com 25% dos momentos magnéticos invertidos para o ramo descendente da curva de magnetização. Em (a) apresentamos a imagem bruta; em (b) a imagem após a filtragem no domínio freqüencial com um filtro gaussiano ($\sigma = 0,4$); em (c) o histograma da imagem filtrada onde indicamos o ponto de *threshold* = 153; em (d) a

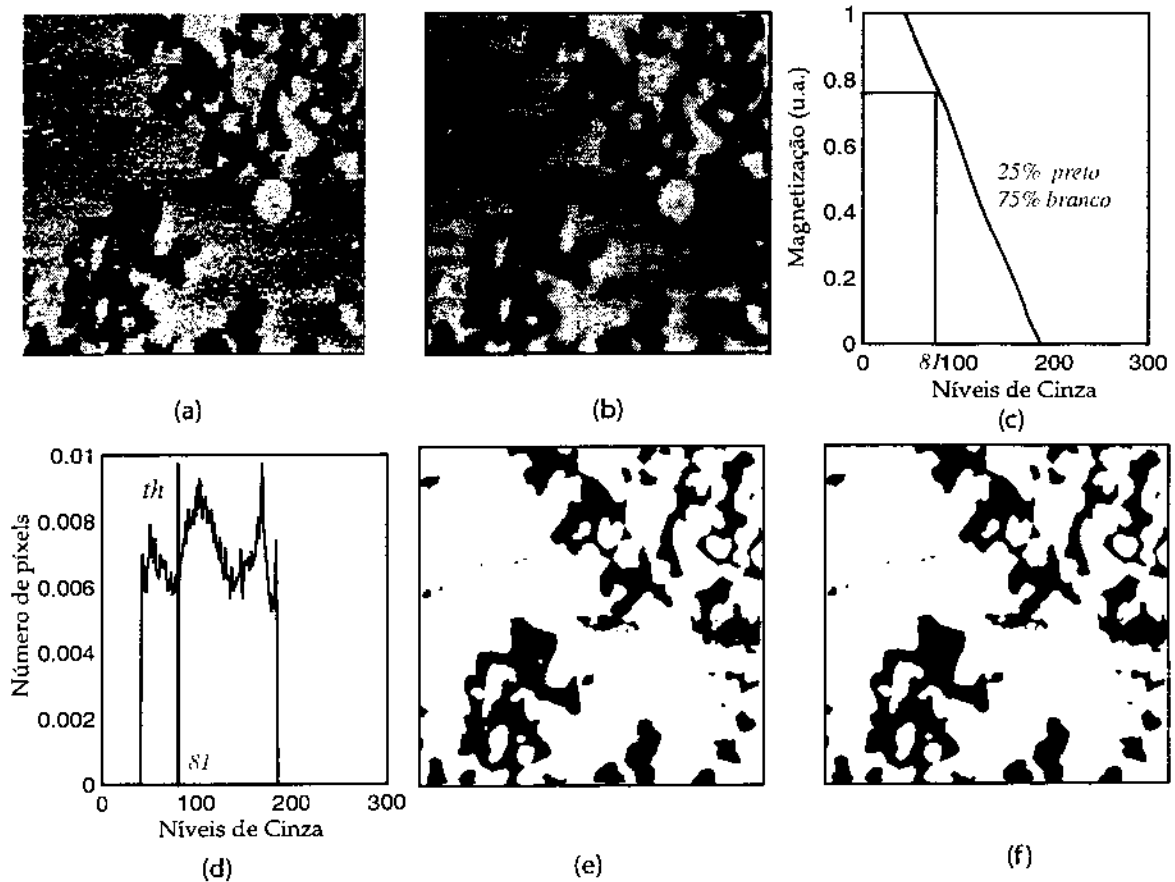


Figura 5.4: Resultado do processamento da imagem de domínios magnéticos com 25% dos momentos magnéticos invertidos do ramo ascendente da curva de histerese.

imagem segmentada com o ponto de magnetização de 25% de domínios invertidos; em (e) a imagem após a filtragem morfológica com elemento estruturante de tamanho 1 processada 1 vez; em (f) uma curva de magnetização \times *threshold* informando o valor do *threshold* para cada valor de domínio invertido.

Na tabela 5.1 apresentamos os valores estimados por Garcia *et al* [19] os quais foram realizados de forma indireta e os valores estimados de forma direta pela instrumentação desenvolvida, apresentando a razão entre os domínios minoritários dos ramos descendentes pelos ascendentes para cada uma imagem, essa razão nos indica a porcentagem do tamanho dos domínios entre os ramos, que para essas imagens se mostrou constante e com os domínios dos ramos descendentes aproximadamente 30% maiores que os domínios dos ramos ascendentes.

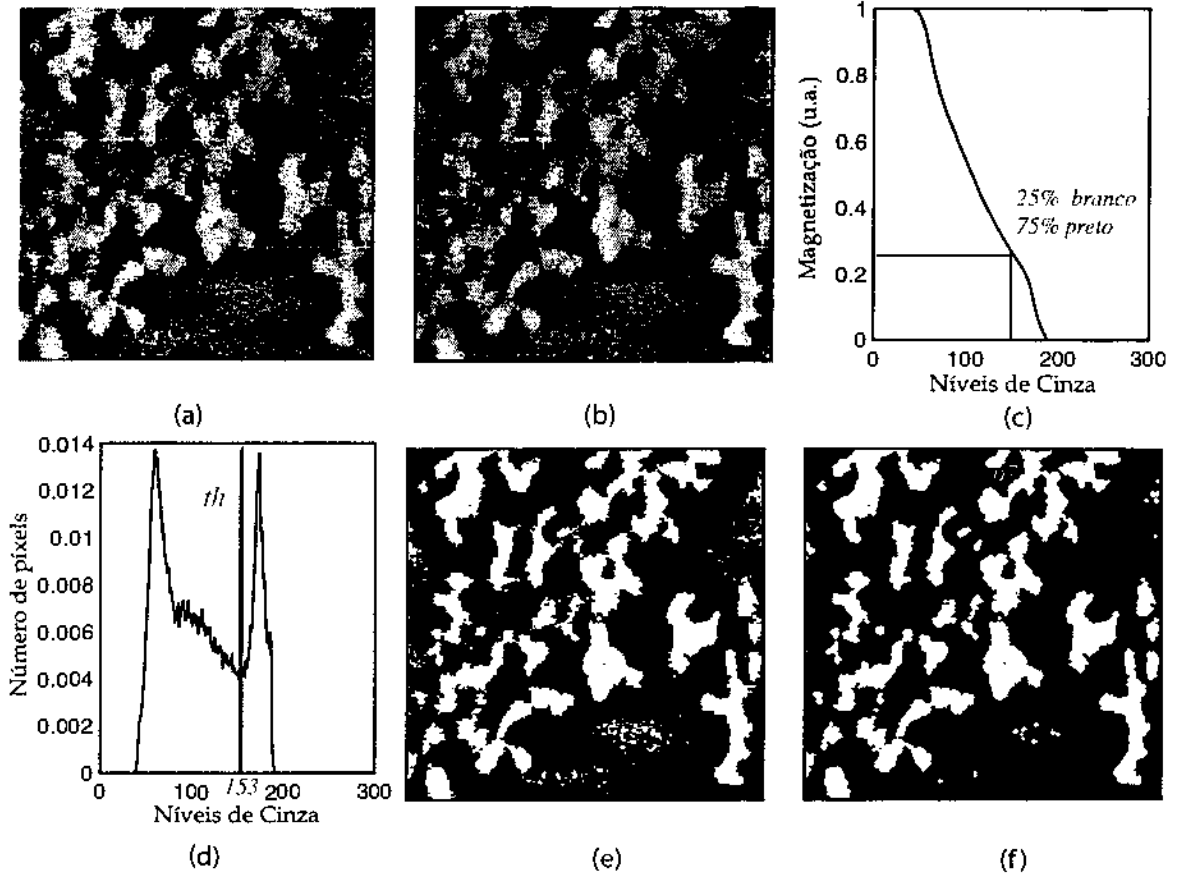


Figura 5.5: Resultado do processamento da imagem de domínios magnéticos com 25% dos momentos magnéticos invertidos do ramo ascendente da curva de histerese.

A análise é feita nas direções x e y da imagem para certificar da isotropia nas imagens. Observamos que para valores pequenos de aprisionamento das paredes de domínios, como 3%, a amostra está no início das nucleações e qualquer irregularidade na forma do domínio nucleado resultará em grande contribuição para a razão entre os ramos, enquanto que para valores maiores, como no caso de 25%, essas irregularidades tendem a ser desprezíveis, fazendo com que fique com um valor da razão mais próximo ou até mesmo fixo, constante.

Através dos valores observados na Tabela 5.1 podemos observar uma assimetria no processo de inversão da magnetização. Os domínios formados no ramos ascendente são em média 30% maiores que os domínios formados no ramos descentendes, confirmando que essa assimetria acontece em sistemas magnéticos com *exchange bias* perpendicular.

Valores Médios de Domínios Magnéticos			
Ramos	Medida Direta		Medida Indireta
	X	Y	
3%Asc.	992 nm	1.063 nm	2.300 nm
3%Des.	797 nm	723 nm	1.700 nm
Razão Dom. Des/Asc. 3%	0,80	0,68	0,74
25%Asc.	878 nm	969 nm	1.100 nm
25%Des.	678 nm	779 nm	850 nm
Razão Dom. Des/Asc. 25%	0,77	0,80	0,77

Tabela 5.1: Comparação entre os valores médios de domínios magnéticos, estimados de forma direta e indireta com suas relações, apresentando a razão entre os domínios minoritários dos ramos descendentes pelos ascendentes para cada uma imagem, essa razão nos indica a porcentagem do tamanho dos domínios entre os ramos.

5.1.3 Conclusão

Foi desenvolvida uma instrumentação capaz de realizar um estudo da formação dos padrões de domínios em função do processo de inversão da magnetização.

Através desta, foi realizado um estudo de uma amostra magnética com *exchange bias* perpendicular. Esse estudo foi totalmente caracterizado pelo MEHE e pela técnica de PDI desenvolvida para esse fim. Através deste processamento podemos observar que os tamanhos de domínios são diferentes para cada ramo da curva de histerese.

Isso implica que no lado ascendente da curva de histerese os domínios são em média 30% maiores que do lado descendente.

Outra informação que obtemos é que a razão se manteve constante durante os dois pontos simétricos selecionados, que são de 3 e 25 %, implicando que a diferença entre o tamanho dos domínios nos dois ramos da curva de histerese se manteve constante, o que indica que o processo de inversão neste caso basicamente se deu por meio de propagação de paredes, pois se tivesse ocorrido expressivas nucleações, a razão entre esses domínios não seriam invariantes.

Os resultados obtidos estão de acordo com Garcia *et al*[19] onde foram realizadas medidas de forma indireta. A instrumentação desenvolvida permite que obtivéssemos esses resultados de forma direta.

Podemos observar que a instrumentação desenvolvida atende as expectativas para essa linha de estudo com alta qualidade, como dito anteriormente.

5.1.4 Utilização do MEHE no Estudo da Inversão da Magnetização

Nesta seção apresentaremos a metodologia para a utilização da instrumentação desenvolvida, voltada para o estudo da assimetria de formação de domínios durante o processo de inversão da magnetização.

Apresentamos as etapas para este tipo de medidas, considerando que o magnetômetro já tenha sido preparado, conforme descrito na Seção 3.1.6.

Nesse sentido a primeira etapa é caracterizar a amostra magneticamente, resultando em uma curva de histerese. Através deste resultado, podemos determinar os valores de campo coercitivo, magnetização remanente da amostra, campo de inversão da magnetização e o ponto de magnetização que se deseja aprisionar os domínios magnéticos. Com isso, devemos tomar cuidado ao selecionar os valores de incremento do campo durante a inversão da magnetização, visto que a curva de histerese pode ser bastante “quadrada”.

Em seguida devemos escolher o valor que pretende-se inverter das paredes de domínios, em relação à magnetização de saturação.

Escolhido esse ponto, devemos construir o procedimento de medidas a ser executado pelo computador, realizando então uma histerese incompleta, onde serão aprisionadas as paredes de domínios magnéticos.

Após esta medida, devemos retirar a amostra do porta amostras e levá-la para que sejam adquiridas as imagens no MFM, sem ter que passar pelo processo de desmagnetização, pois os domínios estão aprisionados à um determinado valor de magnetização.

Adquiridas as imagens, devemos retornar a amostra ao MEHE para certificarmos-nos

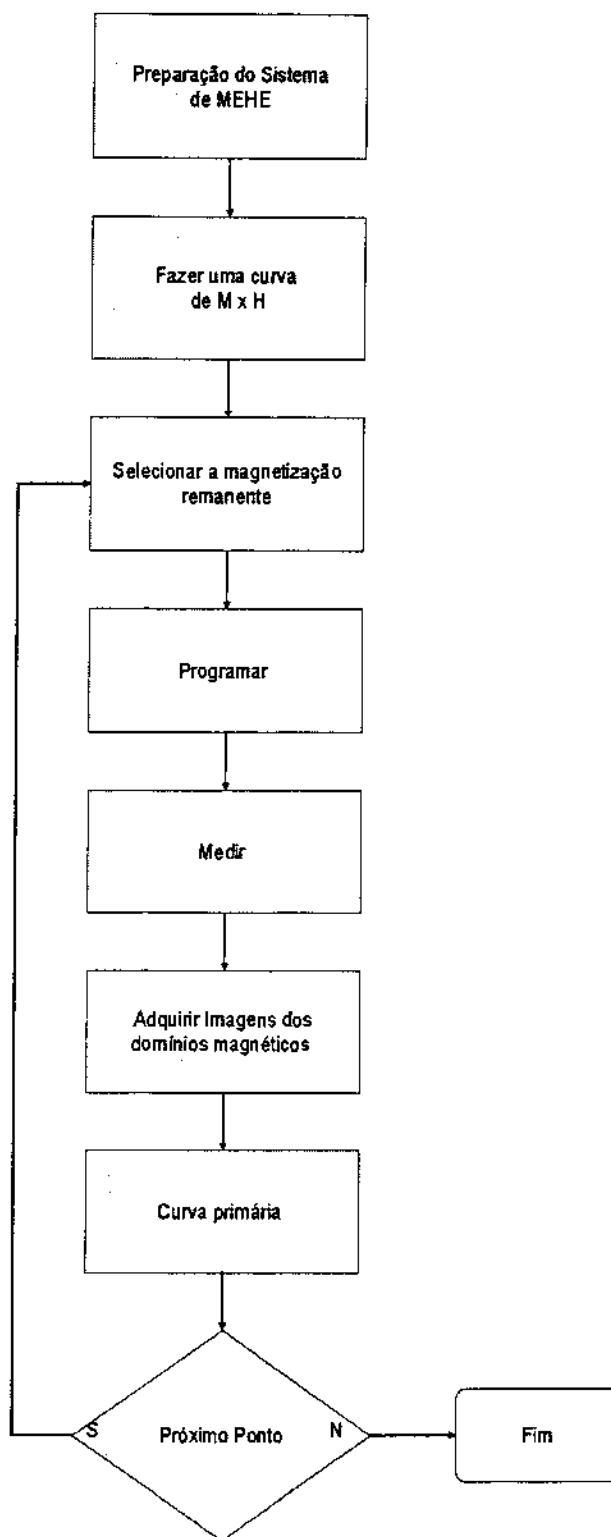


Figura 5.6: Fluxograma com as etapas realizar investigação dos padrões de domínios magnéticos em função do processo de inversão da magnetização.

de que não houve alteração da magnetização durante sua aquisição, para isso, devemos fazer uma curva virgem de magnetização, partindo do campo zero, levando ao campo de saturação, no caso onde não houve alteração da magnetização da amostra. O resultado esperado desta medida é uma curva que parte do exato ponto de magnetização em que parou antes para a aquisição das imagens. Para melhor estatística, devemos adquirir imagens em pontos distintos da amostra. Toda a rotina deve ser repetida em várias pontos da inversão da magnetização.

Na Figura 5.6 apresentamos um fluxograma para realizar medidas em função do processo de inversão da magnetização.

5.2 Estudo da Reorientação do Eixo de Anisotropia

Como vimos no Capítulo 2, em multicamadas magnéticas vários parâmetros podem interferir na direção do eixo de anisotropia, fazendo com que este se encontre em uma direção planar, perpendicular ou intermediária, entre 0 e $\pi/2$.

A instrumentação desenvolvida, o MEHE e as técnicas de desmagnetização e de processamento digital de imagens, possibilitam a investigação da reorientação do eixo da anisotropia magnética. Esta consiste de uma análise quantitativa de imagens de domínios magnéticos de uma série de amostras com diferentes eixos de anisotropia, com objetivo de estudar ou justificar o comportamento da formação de padrões de domínios em função da direção do eixo da anisotropia magnética.

Para uma investigação nesse sentido, é necessário identificar a direção de orientação do eixo da anisotropia. Portanto devem ser feitas várias curvas de histerese com o campo aplicado em diferentes ângulos, a fim de se encontrar a direção do eixo da anisotropia magnética.

Identificada a direção do eixo da anisotropia, devemos desmagnetizar a amostra para que fique no estado de menor energia, possibilitando a aquisição de imagens de domínios.

É interessante adquirir imagens de uma série de amostras com diferentes direções do eixo de anisotropia, desde planar à perpendicular, para que sejam analisadas quan-

titativamente os domínios formados.

Para isso vamos descrever este estudo de forma seqüencial, começando pela caracterização magnética, desmagnetização da amostra como preparação para aquisição de imagens e processamento digital das imagens adquiridas.

5.2.1 Caracterizações Magnéticas

Apresentaremos as medidas magnéticas realizadas em três sistemas magnéticos, os quais pretende-se estudar. Começaremos apresentando as medidas magnéticas de uma multicamada e por fim dois sistemas magnéticos com *exchange bias* perpendicular.

Multicamadas Magnéticas

Esse sistema apresenta uma anisotropia magnética perpendicular devido à grande contribuição interfacial positiva entre o Co e Pt, como apresentado na Seção 1.2.

Para esse fim, utilizamos multicamadas magnéticas de Co e Pt, $\text{Pt}(40\text{\AA})[\text{Pt}(20\text{\AA})/\text{Co}(3.75\text{\AA})]_n/\text{Pt}(20\text{\AA})$, com a camada de *buffer* e cobertura compostas de Pt com 60Å.

Na Figura 5.7 apresentamos as curvas de histerese deste sistema magnético obtidas no MEHE com o campo magnético aplicado perpendicular a superfície das amostras.

Com o aumento de n , para $n \geq 6$, observamos que há uma clara modificação na curva de histerese, deixando de apresentar uma forma quadrada. A justificativa para essa mudança da forma da curva é devido ao aumento de n , que com esse, as irregularidades de cada camada se somam e contribuem para a formação de centros de nucleação, com isso a inversão da magnetização que, para n pequeno, se dá majoritariamente por propagação das paredes, passa a ter a partir de um certo n uma grande parcela de nucleação de domínios. De acordo com a teoria descrita no Capítulo 2.

Na Figura 5.8 apresentamos uma curva de campo coercitivo em função do número de repetições, a qual confirma que para esse sistema há um aumento direto do H_c em função de n , até um valor crítico ($n = 5$). Devido ao efeito das múltiplas nucleações que passam a ocorrer é significativamente alteradas esta linearidade.

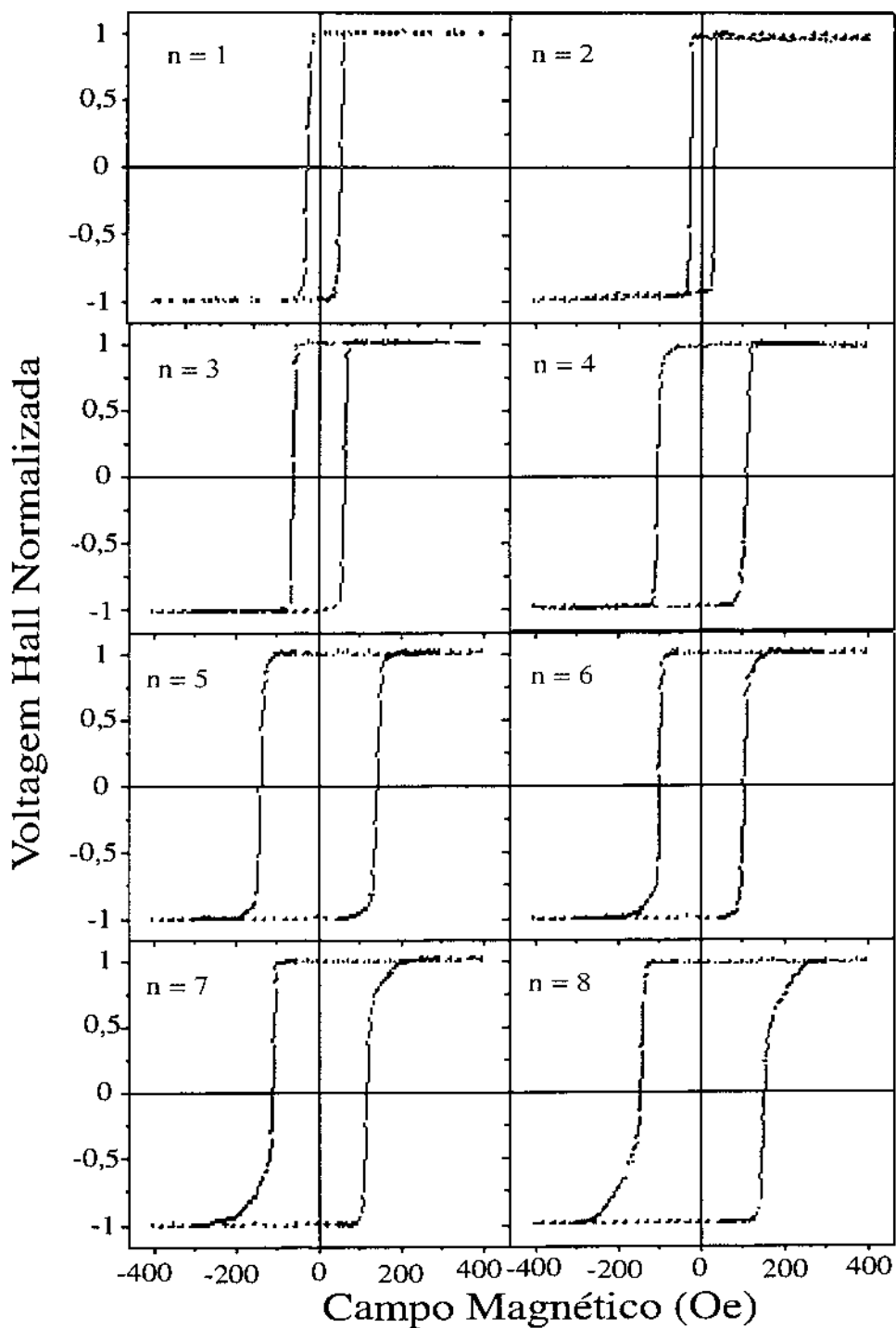


Figura 5.7: Curvas de histerese da série $\text{Pt}(40\text{\AA})[\text{Pt}(20\text{\AA})/\text{Co}(3.75\text{\AA})]_n/\text{Pt}(20\text{\AA})$ com n variando de 1 e 8, realizadas no MEHE com o campo magnético aplicado perpendicularmente à superfície das amostras.

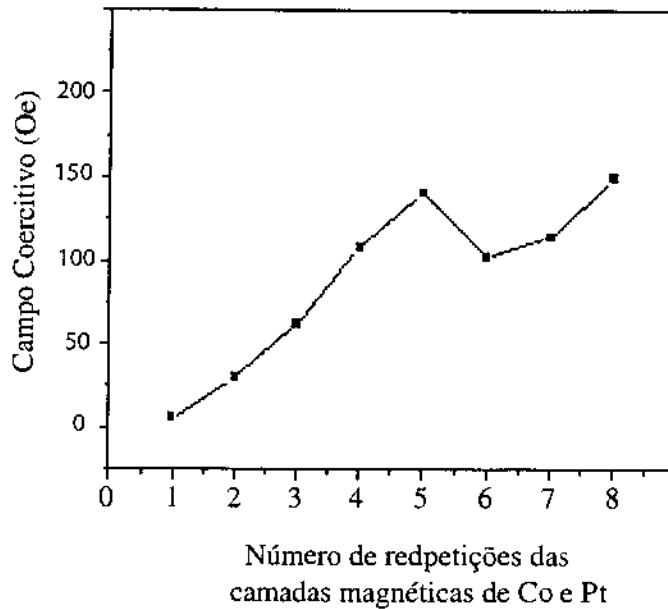


Figura 5.8: Curva do campo coercitivo em função do número de repetições das camadas magnéticas para a amostra $\text{Pt}(40\text{\AA})[\text{Pt}(20\text{\AA})/\text{Co}(3.75\text{\AA})]_n/\text{Pt}(20\text{\AA})$.

Sistemas com *exchange bias* perpendicular

Multicamadas magnéticas Pt/Co apresentam anisotropia magnética perpendicular ao plano do filme, mas adicionando uma camada de um material AFM diretamente sobre a última camada magnética, é observado uma modificação da direção do eixo de anisotropia, deixando de ser perpendicular e passando a ser planar. Isto ocorre para um número pequeno de repetições das camadas magnéticas. Esse efeito está detalhadamente descrito no Capítulo 2.

Nesta seção apresentaremos a caracterização de dois sistemas que apresentam *exchange bias* perpendicular, primeiro com 5 repetições das camadas FM e o outro com 3 repetições destas.

Sistema: $[\text{Pt}(20\text{\AA})/\text{Co}(3.75\text{\AA})]_5/\text{Pt}(t)/\text{IrMn}(70\text{\AA})/\text{Pt}(20\text{\AA})$

Apresentaremos aqui o sistema com *exchange bias* perpendicular, $[\text{Pt}(20\text{\AA})/\text{Co}(3.75\text{\AA})]_5/\text{Pt}(t)/\text{IrMn}(70\text{\AA})/\text{Pt}(20\text{\AA})$. Esse sistema é composto por cinco camadas magnéticas de Co e Pt com espessura de 3.75 e 20Å, respectivamente; a camada AFM neste caso

é o IrMn com espessura de 70Å, cabe ressaltar que esse sistema apresenta uma camada espaçadora de Pt, t_{Pt} , com espessura variando entre 0 e 12,5Å, com o intuito de realizarmos um estudo análogo ao apresentado na Seção 2.4.

Na Figura 5.9 apresentamos curvas de histerese dessa série de amostras realizadas no MEHE, com o campo magnético aplicado perpendicularmente a superfície da amostra. Como pode ser verificado esse sistema apresenta *exchange bias* perpendicular.

Para esse sistema, a anisotropia está bem definida perpendicular ao plano, devido à forte contribuição interfacial positiva entre o Co e Pt, cuja média supera em módulo a contribuição planar interfacial FM/AFM. Conforme apresentada na Seção 1.2 isso se deve ao fato deste sistema apresentar um número elevado de interfaces Co/Pt. Também foi observado um aumento de H_c em função de n e um pequeno deslocamento da curva de histerese.

Na Figura 5.10 apresentamos: em (a) a curva do campo coercitivo e em (b) curva do campo de *exchange bias*, ambas em função da espessura do espaçador de t_{Pt} entre as camadas FM e AFM. Destas curvas podemos observar que há um aumento de aproximadamente duas vezes para os valores de H_c e H_e , para o caso de espessuras pequenas do espaçador. Observamos também que o valor do espaçador não foi suficiente para desacoplar totalmente a camada do material AFM.

Sistema: [Pt(20Å)/Co(3.75Å)]₃/Pt(t_{Pt})IrMn(50Å)/Pt(20Å)

O sistema, [Pt(20Å)/Co(3.75Å)]₃/Pt(t_{Pt})/IrMn(50Å)/Pt(20Å), é composto de três repetições das camadas de Co e Pt com 3.75 e 20 Å de espessura, respectivamente; a camada do material AFM é IrMn com uma espessura de 50 Å. Assim como no caso anterior, foi depositado um espaçador não magnético entre as camadas FM e AFM de Pt, o qual teve sua espessura variada (t_{Pt}) entre 0 e 20 Å.

Na figura 5.11 apresentamos curvas de histerese deste sistema feitas no MEHE com o campo magnético aplicado perpendicularmente à superfície da amostra. Nesse sistema podemos observar além do pronunciado aumento do campo de *exchange bias* e do campo coercitivo, há uma nítida mudança do eixo de anisotropia magnética em

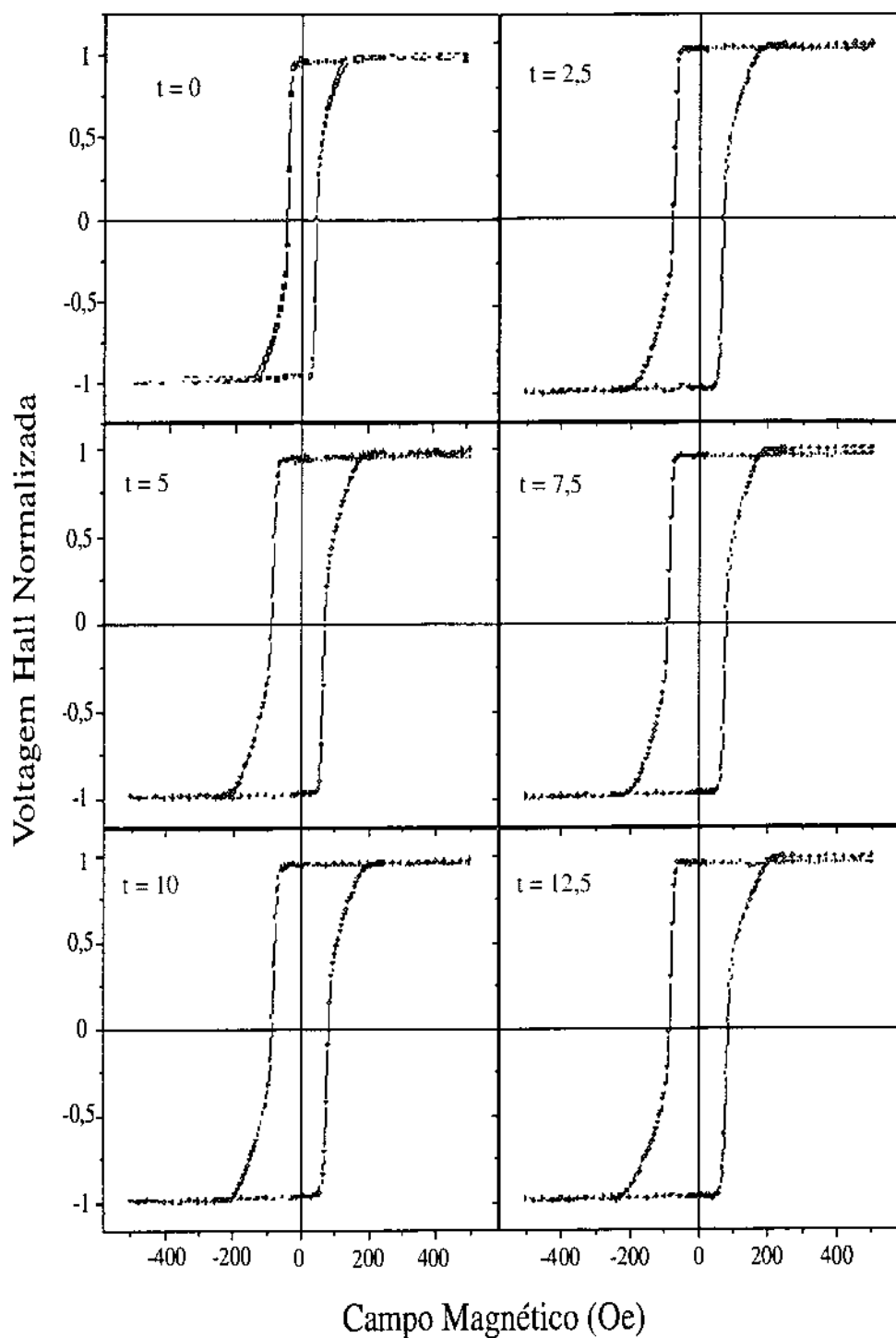


Figura 5.9: Curvas de histerese de um sistema magnético $[\text{Pt}(20\text{\AA})/\text{Co}(3.75\text{\AA})]_5$ - $/\text{Pt}(t\text{\AA})\text{IrMn}(70\text{\AA})/\text{Pt}(20\text{\AA})$, realizadas no MEHE com o campo magnético aplicado perpendicularmente à superfície das amostras.

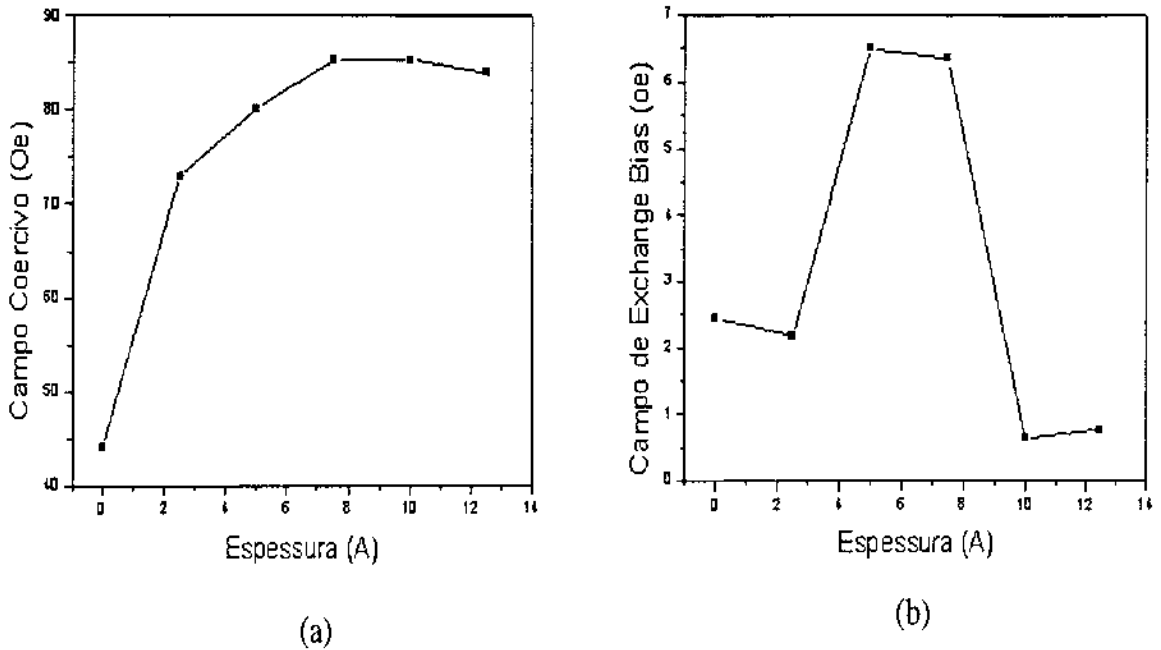


Figura 5.10: Curvas de (a) campo coercivo e (b) campo de *exchange bias* do sistema magnético $[\text{Pt}(20\text{\AA})/\text{Co}(3.75\text{\AA})]_5/\text{Pt}(t\text{\AA})/\text{IrMn}(70\text{\AA})/\text{Pt}(20\text{\AA})$.

função de t_{Pt} .

No caso de $t_{Pt} = 0$, a última camada de Co está em contato direto com o material AFM, fazendo com que o termo $e^{-t_{Co}}$ na Equação 2.7 seja máximo. Por outro lado a direção do eixo de anisotropia magnética da multicamada está em uma direção intermediária, *i.e.*, apresenta componente planar e perpendicular, devido ao pequeno número de interfaces Co/Pt (Seção 2.4). Podemos inferir que a contribuição superficial do Co/IrMn tem um valor próximo em módulo da contribuição interfacial média do Co/Pt, porém com sinal oposto, e portanto a anisotropia perpendicular é pequena ($K_{ef}^{\perp} \approx 0$).

Com o aumento de t_{Pt} podemos perceber que há um aumento de H_c e H_e superior a 4 vezes, até um certo valor crítico de t_{Pt} , a partir do qual, esses campos passam a decair de uma forma aproximadamente exponencial, conforme apresentamos na Figura 5.12. Este decaimento observado nos campos H_c e H_e indica que, com o aumento de t_{Pt} , a interação entre as camadas FM e AFM diminui, até que o espaçador desacople

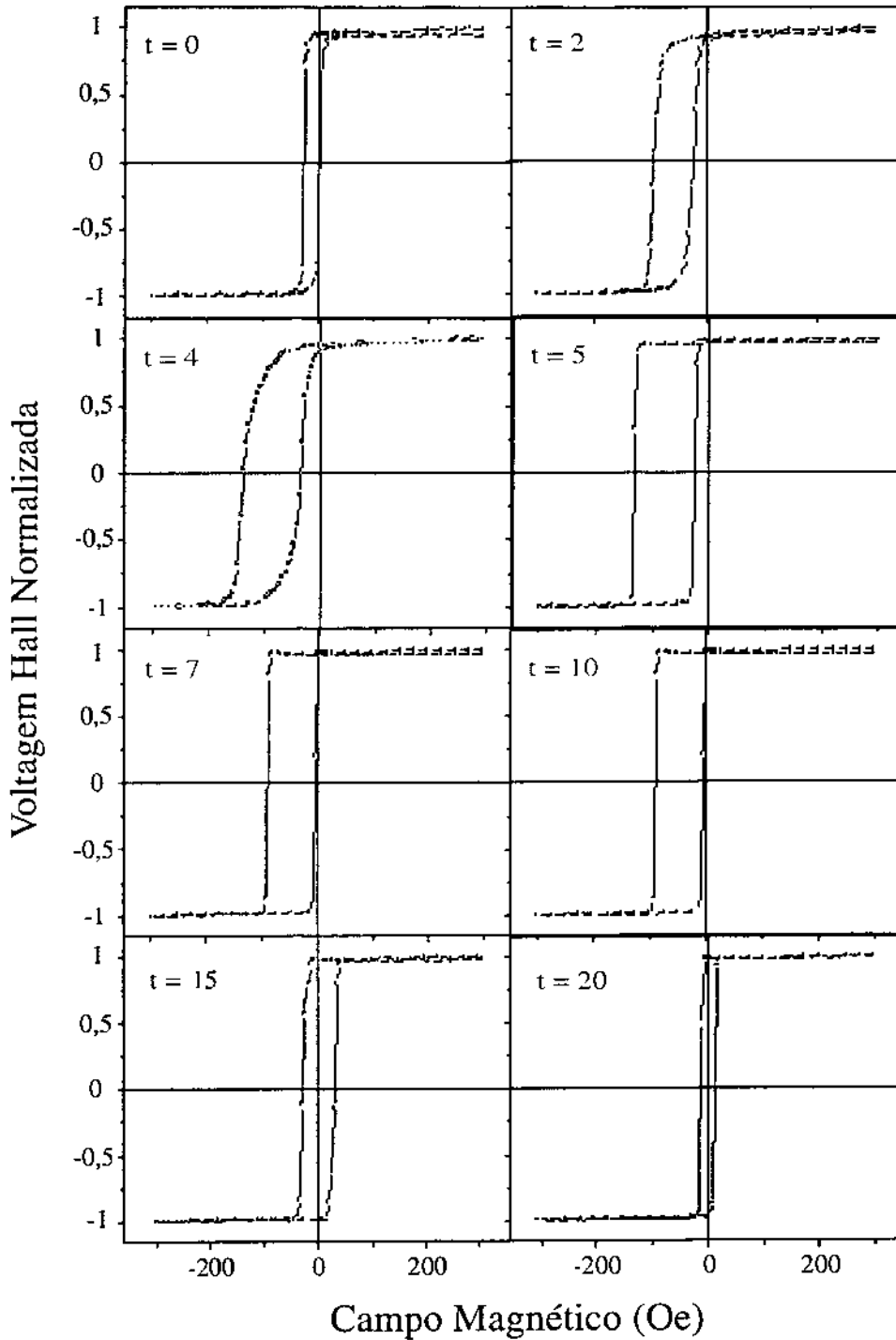


Figura 5.11: Curvas de histerese do sistema $[\text{Pt}(20\text{\AA})/\text{Co}(3.75\text{\AA})]_3/\text{Pt}(t)/\text{IrMn}(50\text{\AA})/\text{Pt}(20\text{\AA})$, com $n = 3$ e t_{Pt} entre 0 e 20 \AA , realizadas no MEHE com o campo magnético aplicado perpendicularmente à superfície das amostras.

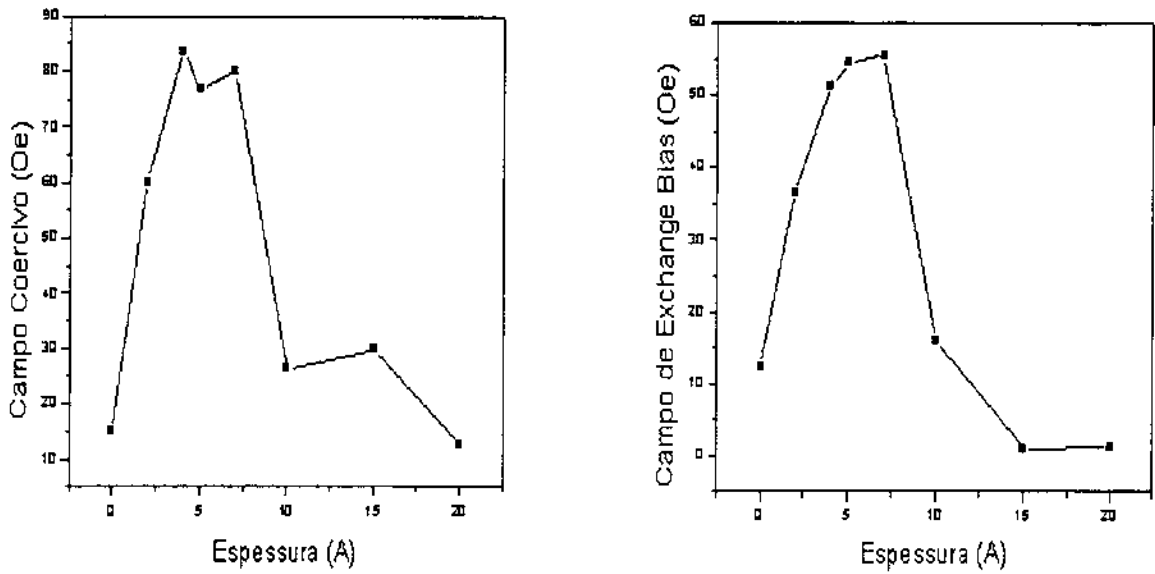


Figura 5.12: Campo coercitivo e de exchange bias em função da espessura do espaçador.

completamente estas camadas. O sistema, a partir deste ponto, passa a se comportar como um sistema de multicamadas magnéticas de Co e Pt simples, *i.e.*, sem o AFM.

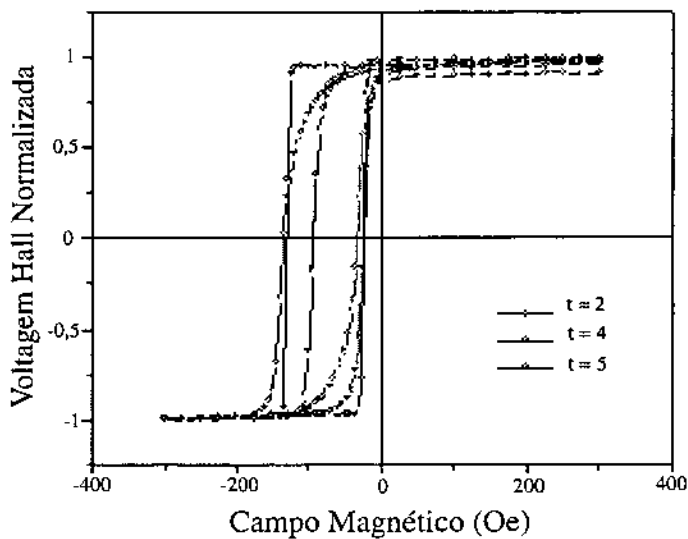


Figura 5.13: Curvas de magnetização da amostra $[\text{Pt}(20\text{\AA})/\text{Co}(3.75\text{\AA})]_3/\text{Pt}(t)/\text{IrMn}(50\text{\AA})/\text{Pt}(20\text{\AA})$ com diferentes valores do espaçador.

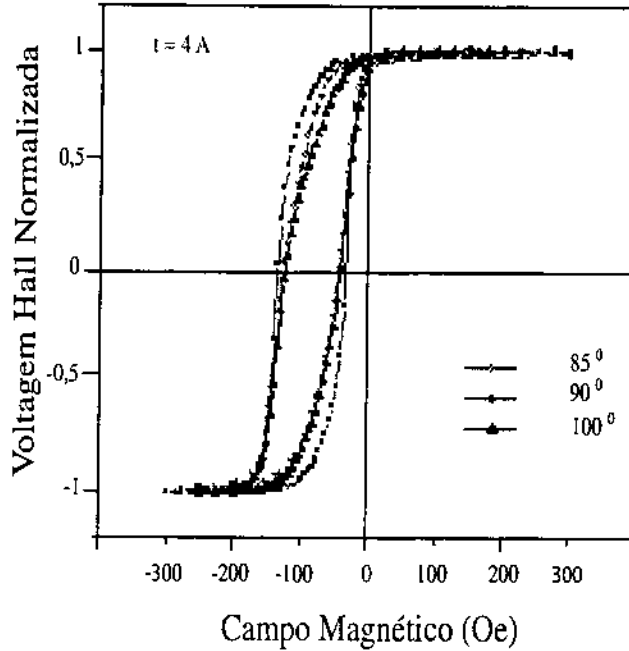


Figura 5.14: Curvas de histerese da amostra $[Pt(20\text{\AA})/Co(3.75\text{\AA})]_3/Pt(4\text{\AA})/IrMn(50\text{\AA})/Pt(20\text{\AA})$ em diferentes ângulos.

Podemos observar que este sistema com um t_{Pt} pequeno, *i.e.*, menor que 5\AA , o eixo de anisotropia magnética não é totalmente perpendicular, passando a ser totalmente perpendicular a partir em que $t_{Pt} > 5\text{\AA}$. Na figura 5.13 apresentamos três curvas de histerese com diferentes valores de t_{Pt} , onde observamos de forma clara a modificação no eixo da anisotropia magnética.

Na Figura 5.14 apresentamos três curvas de histerese da amostra, $[Pt(20\text{\AA})/Co(3.75\text{\AA})]_3/Pt(4\text{\AA})/IrMn(50\text{\AA})/Pt(20\text{\AA})$ para diferentes direções de campo magnético aplicado. Esta amostra foi escolhida por apresentar a direção do eixo de anisotropia entre 0 e $\pi/2$. Podemos observar que por mais que as curvas não estejam totalmente quadradas, o ângulo da anisotropia magnética está na direção perpendicular a superfície da amostra (90°).

5.2.2 Desmagnetização e Análise de Domínios

Nesta seção descreveremos os resultados da desmagnetização como método de preparação das amostras para aquisição de imagens e seu processamento.

Desmagnetização

Como descrevemos no Capítulo 3, se faz necessário desmagnetizar amostras com objetivo de reduzir a energia magnética para aquisição de imagens de domínios magnéticos, sendo que esse procedimento pode ser realizado por vários métodos distintos.

Com essa finalidade, necessitamos de uma técnica versátil, simples, rápida e prática, pois, muitas vezes é necessário que seja repetida por várias vezes e que, ao final não altere as propriedades estruturais do filme e que se aproxime ao máximo da configuração de domínios menos energética. O objetivo desta seção é validar novas técnicas de desmagnetização.

Com essa finalidade, além da desmagnetização realizável no MEHE (ciclos menores), foi desenvolvido um sistema de rotação, onde a amostra gira na presença de um campo magnético decrescente (rotação).

Com objetivo de estudar as técnicas de desmagnetização, aplicamos a técnica de rotação em duas amostras, Pt(40Å)[Pt(20Å)/Co(3.75Å)]₇/Pt(20Å) e [Pt(20Å)/Co(3.75Å)]₅-Pt(12,5Å)/IrMn(70Å)/Pt(20Å) e a técnica de ciclos menores a uma amostra, Pt(40Å)-[Pt(20Å)/Co(3.75Å)]₇/Pt(20Å).

Desmagnetização por Rotação

As amostras foram submetidas a esta técnica de desmagnetização utilizando um campo magnético externo de 10 kOe à 0 Oe a um passo de decremento de 20 Oe/s. O motor que gira a amostra nesse campo foi ligado a um gerador de funções à 5 V, correspondendo a 3.600 RPM.

Após a desmagnetização, as amostras foram levadas ao MFM para aquisição de imagens de domínios magnéticos. Terminada a aquisição da imagem foi realizado outra medida de magnetização de cada uma das amostras, começando a medir do campo zero

resultando em uma curva virgem, para certificar qual o valor da magnetização após a aquisição da imagem.

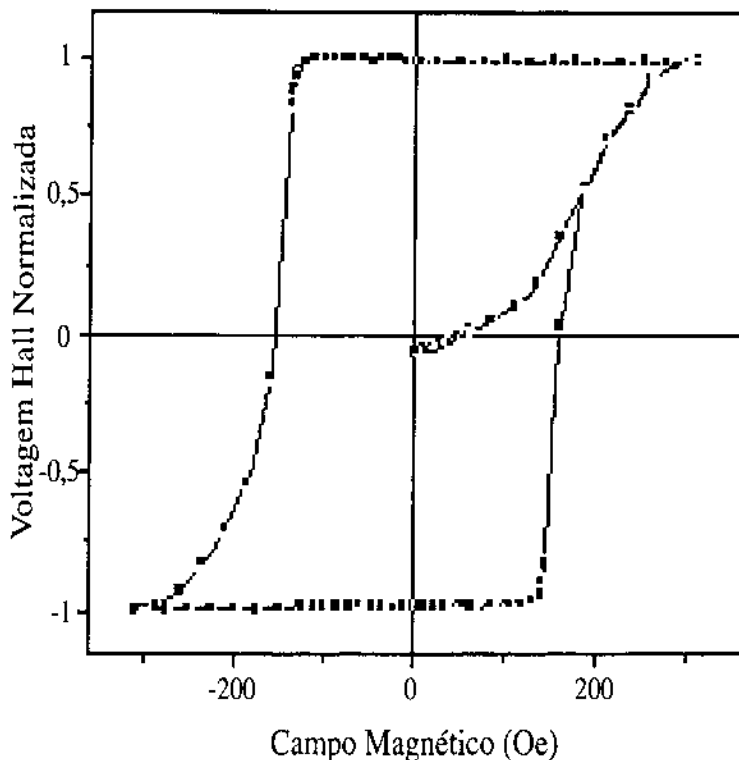


Figura 5.15: Curva virgem da amostra $\text{Pt}(40\text{\AA})[\text{Pt}(20\text{\AA})/\text{Co}(3.75\text{\AA})]_7/\text{Pt}(20\text{\AA})$ após desmagnetização por rotação.

Na Figura 5.15 apresentamos a curva virgem da amostra, $\text{Pt}(40\text{\AA})[\text{Pt}(20\text{\AA})/\text{Co}(3.75\text{\AA})]_7/\text{Pt}(20\text{\AA})$, após ter sido desmagnetizada por rotação. Esta curva é fundamental para o processamento digital de imagens, pois é a remanência que nos informa o valor do *threshold* no processo de segmentação da imagem. As duas amostras desmagnetizadas por rotação apresentaram a mesma magnetização remanente de 6%.

Essa técnica de desmagnetização não se mostrou, para estas amostras, ser uma técnica viável visto que o campo aplicado durante o processo de desmagnetização interferiu nos resultados, formando domínios paralelos e orientados na direção deste campo, conforme apresentamos na Figura 5.16.

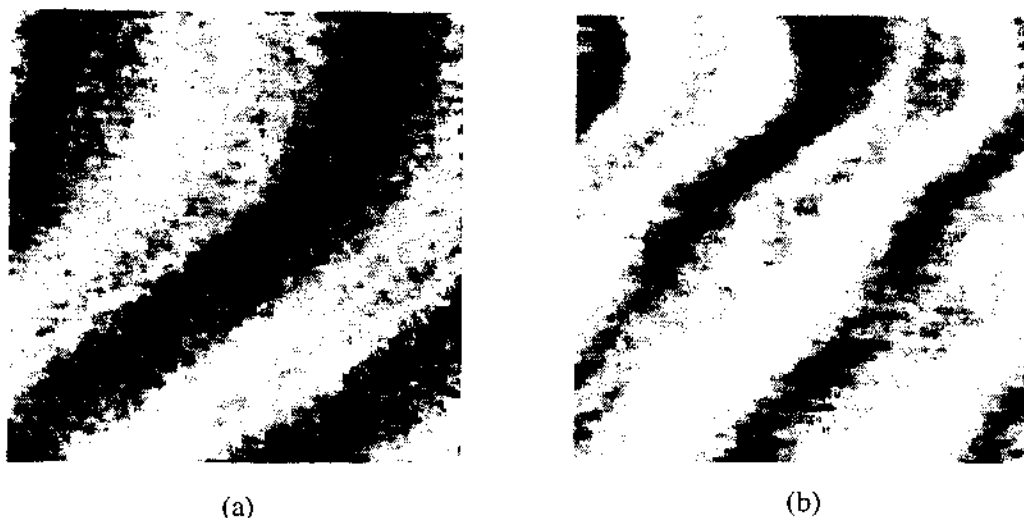


Figura 5.16: Imagem de domínios magnéticos adquiridas pela técnica MFM. Em (a) da amostra $\text{Pt}(40\text{\AA})[\text{Pt}(20\text{\AA})/\text{Co}(3.75\text{\AA})]_7/\text{Pt}(20\text{\AA})$ e em (b) da amostra $[\text{Pt}(20\text{\AA})/\text{Co}(3.75\text{\AA})]_5/\text{Pt}(12,5\text{\AA})/\text{IrMn}(70\text{\AA})/\text{Pt}(20\text{\AA})$.

Desmagnetização por Ciclos Menores

Além da desmagnetização por rotação, foi desmagnetizado um sistema magnético com *exchange bias* perpendicular $\text{Pt}(40\text{\AA})[\text{Pt}(20\text{\AA})/\text{Co}(3.75\text{\AA})]_7/\text{Pt}(20\text{\AA})$ pela técnica de desmagnetização de ciclos menores no MEHE. Esta técnica consiste na aplicação de campo magnético alternado, com amplitude decrescente em função do tempo.

A Figura 5.17 apresentamos em (a) curva de magnetização no processo de desmagnetização ciclos menores e em (b) curva virgem da mesma amostra após a desmagnetização. Como podemos perceber neste processo de desmagnetização, a magnetização do filme não alcançou uma remanência igual a zero, apresentado uma magnetização remanente de 3%, no entanto acreditamos ser perfeitamente possível atingir a total desmagnetização fazendo variar a amplitude do campo mais lentamente.

Não foram adquiridas imagens da amostra desmagnetizada pela técnica de ciclos menores devido à complexidade na aquisição destas imagens e outros fatores tais como indisponibilidade de material (pontas de MFM) e tempo para sua realização. Contudo, visto ser o objetivo desta tese a construção e validação de uma instrumentação voltada ao estudo fundamental de sistemas magnéticos com *exchange bias* perpendicular, a não

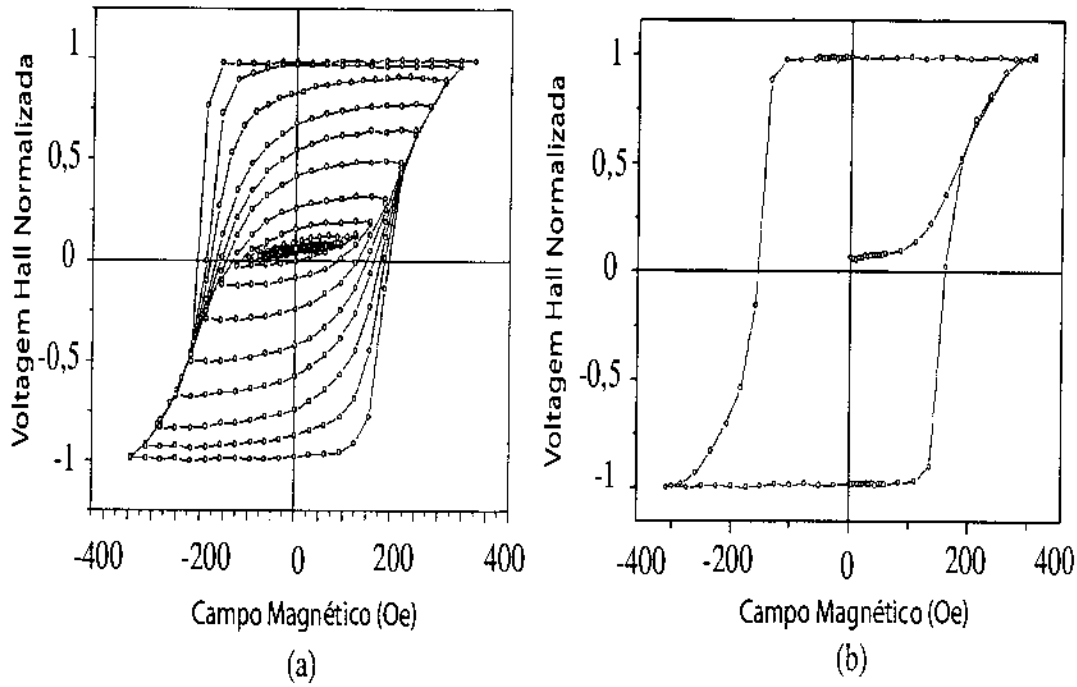


Figura 5.17: (a) Curvas de desmagnetização por ciclos e (b) curva virgem da amostra $\text{Pt}(40\text{\AA})[\text{Pt}(20\text{\AA})/\text{Co}(3.75\text{\AA})]_7/\text{Pt}(20\text{\AA})$.

realização destas imagens não se torna de fundamental importância.

O tratamento térmico é uma técnica bem conhecida na literatura. Embora essa técnica de desmagnetização seja bem eficiente, pode alterar as propriedades estruturais do filme, alterando de forma permanente após sua utilização.

Processamento Digital de Imagens

Apresentaremos o processamento digital de duas imagens de domínios magnéticos, a primeira refere-se à amostra que é uma multicamada simples, $\text{Pt}(40\text{\AA})[\text{Pt}(20\text{\AA})/\text{Co}(3.75\text{\AA})]_7/\text{Pt}(20\text{\AA})$ e a segunda amostra com *exchange bias* perpendicular, $[\text{Pt}(20\text{\AA})/\text{Co}(3.75\text{\AA})]_5/\text{Pt}(12,5\text{\AA})/\text{IrMn}(70\text{\AA})/\text{Pt}(20\text{\AA})$. Estas imagens foram adquiridas por MFM e desmagnetizadas pela técnica de rotação.

Na Figura 5.18 apresentamos uma imagem de domínios magnéticos de uma área de varredura de $80 \times 80 \mu\text{m}/256 \times 256$ pixels, referente a amostra $\text{Pt}(40\text{\AA})[\text{Pt}(20\text{\AA})/\text{Co}(3.75\text{\AA})]_7/\text{Pt}(20\text{\AA})$, onde apresentamos em (a) a imagem bruta adquirida pela técnica

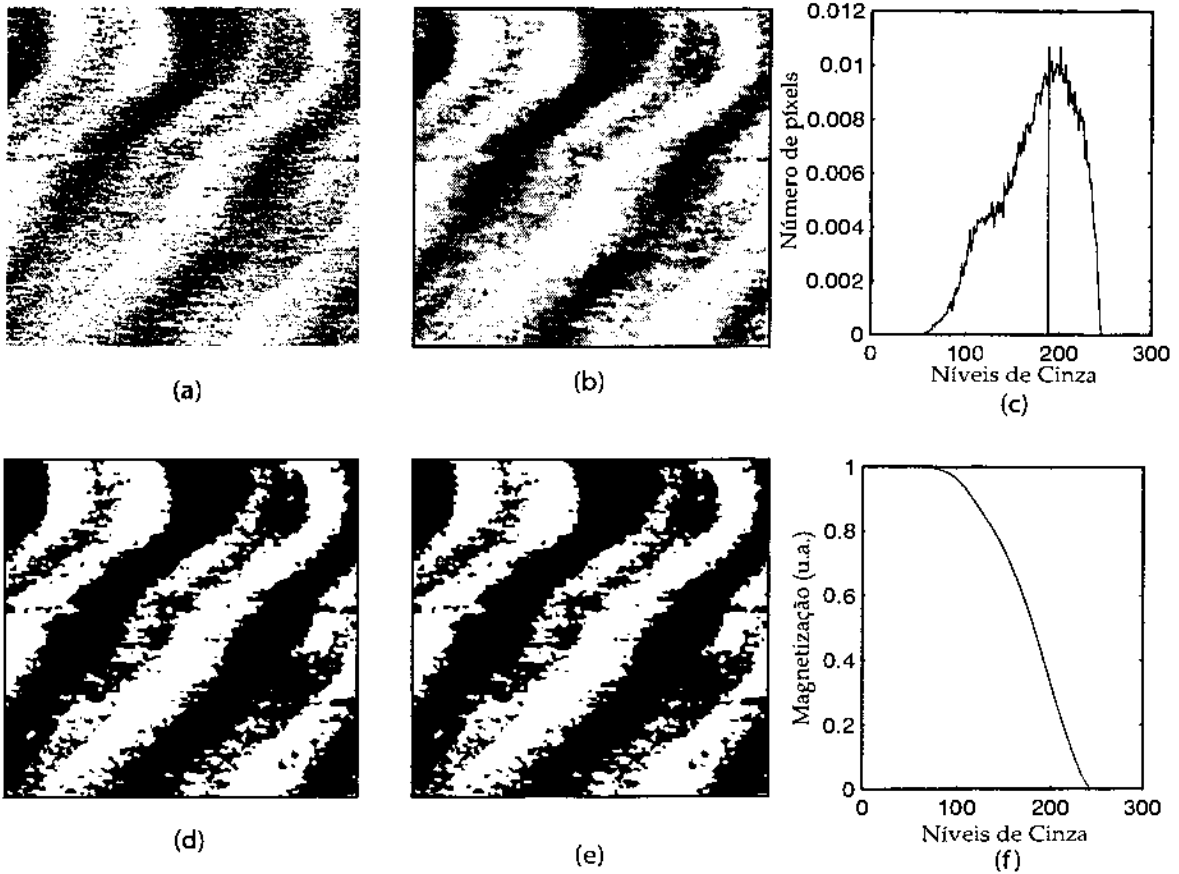


Figura 5.18: Resultado do processamento da imagem de domínios magnéticos da multicamada (MC) $\text{Pt}(40\text{Å})[\text{Pt}(20\text{Å})/\text{Co}(3.75\text{Å})]_7/\text{Pt}(20\text{Å})$.

MFM em tons de cinza; em (b) a imagem filtrada com filtro gaussiano ($\sigma = 0,1$) no domínio da frequência; em (c) o histograma da imagem onde podemos observar o valor do *threshold* de 188; em (d) a imagem segmentada a 44 % dos domínios invertidos; em (e) a imagem filtrada morfologicamente com o mesmo elemento estruturante de tamanho 1 processada 1 vez; em (f) a curva de magnetização \times *threshold* informando o valor do *threshold* para cada valor de domínio invertido.

Neste sistema foram observados domínios na forma de linhas, com orientação no sentido do campo aplicado durante a desmagnetização.

Na Figura 5.19 apresentamos uma imagem de domínios magnéticos de uma área de varredura de $50 \times 50 \mu\text{m}$ e 256×256 pixels, referente a amostra $[\text{Pt}(20\text{Å})/\text{Co}(3.75\text{Å})]_5/\text{Pt}(12,5\text{Å})/\text{IrMn}(70\text{Å})/\text{Pt}(20\text{Å})$ que apresenta *exchange bias* perpendicular, onde ap-

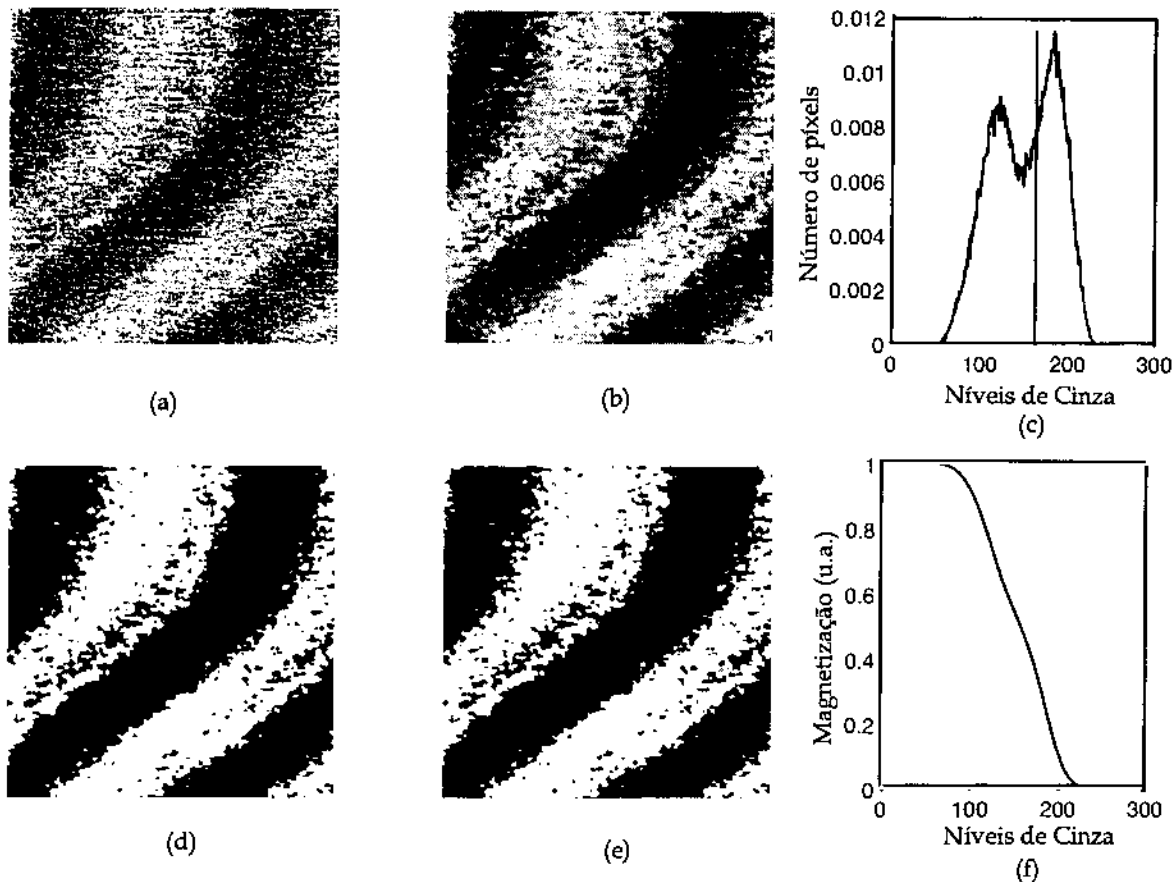


Figura 5.19: Imagens de domínios magnéticos adquiridas por MFM, para a amostra com *exchange bias* perpendicular (EBP)[Pt(20Å)/Co(3.75Å)]₅/Pt(12,5Å)/IrMn(70Å)-/Pt(20Å).

resentamos em (a) a imagem bruta adquirida pela técnica MFM em tons de cinza; em (b) a imagem filtrada com filtro gaussiano ($\sigma = 0,1$) no domínio da freqüência; em (c) o histograma da imagem onde podemos observar o valor de *threshold* de 164; em (d) a imagem segmentada a 44 % dos domínios invertidos; em (e) a imagem filtrada morfologicamente com o mesmo elemento estruturante de tamanho 3 processada 1 vez; em (f) a curva de magnetização \times *threshold* informando o valor do *threshold* para cada valor de domínio invertido.

Nesta amostra foram observados domínios na forma de linhas, com a direção destas coincidentes com o campo utilizado durante a desmagnetização.

A Tabela 5.2 mostra os valores médios

Valores Médios de Domínios Magnéticos		
Amostra/direção	X	Y
MC_{up}	11,07 μm	10,53 μm
MC_{down}	8,9 μm	8,77 μm
EBP_{up}	7,93 μm	7,26 μm
EBP_{down}	6,37 μm	5,93 μm

Tabela 5.2: Valores médios obtidos de multicamadas (MC), Pt(40Å)[Pt(20Å)/Co(3.75Å)]₇/Pt(20Å) e um sistema que apresenta *exchange bias* perpendicular (EBP), [Pt(20Å)/Co(3.75Å)]₅/Pt(12,5Å)/IrMn(70Å)/Pt(20Å).

5.2.3 Conclusão

Foi desenvolvida uma instrumentação capaz de realizar uma investigação dos padrões de domínios em função da reorientação do eixo da anisotropia magnética em sistemas com *exchange bias* perpendicular.

Utilizando essa instrumentação foi mostrado ser possível realizar as etapas necessárias para esse estudo, começando pela caracterização magnética dos filmes finos através de um goniômetro acoplado na base do porta amostras, permitindo a realização de medidas magnéticas em função do ângulo entre o campo magnético e o eixo de anisotropia, para identificar a orientação deste eixo; a desmagnetização destes sistemas magnéticos para aquisição de imagens de domínios magnéticos e, por fim, um processamento digital das imagens resultando em uma análise quantitativa das imagens.

Para o estudo de sistemas de multicamadas observamos que houve um aumento de H_c em função do número de repetições das camadas magnéticas n . A forma da curva modificou, deixando de ser totalmente quadrada, para valores de n grandes, devido à propagação das irregularidades e defeitos, que aumentam de uma camada à outra, atuando no sentido de degradar a estrutura cristalográfica aumentando os centros de nucleações, passando de um regime de propagação de paredes ao de propagação com nucleação.

Foram caracterizados dois sistemas com *exchange bias* perpendicular, compostos de multicamadas magnéticas acoplados a uma camada de um material AFM e uma camada espaçadora de Pt entre estas camadas. Para esses sistemas foram observadas modificações nas curvas de histerese, que apresentaram um deslocamento no eixo do campo, devido à interação entre as camadas FM e AFM. Além desse deslocamento, pudemos observar que houve também um aumento pronunciado do H_c . Estes efeitos podem ser alterados em função da espessura da camada espaçadora.

Para o primeiro sistema apresentado, não observamos uma modificação na direção do eixo de anisotropia, isso pode se dar pelo fato de serem 5 repetições das camadas magnéticas, definindo fortemente a direção da anisotropia como perpendicular. Observamos também que o H_c e H_e aumentaram aproximadamente duas vezes para pequenos valores de espessura, e que a camada espaçadora não foi suficiente para desacoplar as camadas FM e AFM.

Para o segundo sistema, observamos que há uma modificação da direção do eixo da anisotropia magnética, passando a se orientar entre os ângulos 0 e $\pi/2$, essa modificação pode ser observada para filmes com a camada espaçadora com espessura inferior a 5 \AA , que a partir deste valor a anisotropia se direciona perpendicularmente ao plano do filme. Observamos um aumento de H_c e H_e superior a 4 vezes para pequenos valores da camada de Pt, que desacopla as camadas FM e AFM a partir de um valor crítico.

Para essas amostras observamos que a técnica de desmagnetização por rotação não é viável devido à interferência do campo aplicado durante o processo de desmagnetização, como a formação dos domínios na direção do campo aplicado durante este processo, mas demonstrou ser o mais rápido. Esta técnica poderá ser testada para outras amostras ou para outros objetivos, quando se tratar de induzir domínios a um determinado sentido.

A técnica de desmagnetização ciclos menores, desenvolvida no MEHE necessita de um tempo de aproximadamente 8 horas, dependendo do valor do campo de saturação da amostra. Para essas amostras, esta técnica se mostrou melhor para desmagnetizar, apresentando uma remanência menor do que o processo de desmagnetização por rotação.

Através do processamento de imagens, pudemos estimar o valor médio da largura dos domínios magnéticos de forma rápida e direta.

5.2.4 Metodologia para Estudo da Reorientação do Eixo da Anisotropia Magnética

Apresentamos as etapas para este tipo de medida, considerando que o magnetômetro já tenha sido preparado, conforme descrito na Seção 3.1.6. Nesta seção apresentaremos uma metodologia da investigação de padrões de domínios em função da direção do eixo da anisotropia magnética, *i.e.*, direção do eixo de fácil magnetização.

Nessa medida, começaremos selecionando o ângulo desejado. Essa seleção poderá ser feita através do goniômetro acoplado à base do MEHE, que permite girar a amostra entre 0 e π em relação ao campo magnético. Com isso poderemos medir uma curva de histerese à um determinado ângulo. Quando o eixo da anisotropia estiver paralelo ao campo aplicado, resultará em uma curva de histerese quadrada, *i.e.*, $M_r = M_s$.

Encontrada a direção do eixo da anisotropia magnética, o próximo passo é desmagnetizar a amostra, como preparação para aquisição de imagens de domínios magnéticos, utilizando a técnica que se mostrar mais adequada ao sistema. Após esta etapa, a amostra estará preparada para aquisição das imagens de domínios magnéticos.

Adquirida estas imagens, devemos fazer uma curva de histerese que comece a campo zero (curva virgem), a qual nos informará qual a magnetização remanente da amostra quando adquirida a imagem. Esta etapa é fundamental para o processamento digital posterior. A partir desta etapa, podemos iniciar o processamento digital das imagens, que dará como resultado a largura média dos domínios magnéticos em função da direção do eixo da anisotropia magnética.

Na Figura 5.20 apresentamos um fluxograma para a realização desta investigação.

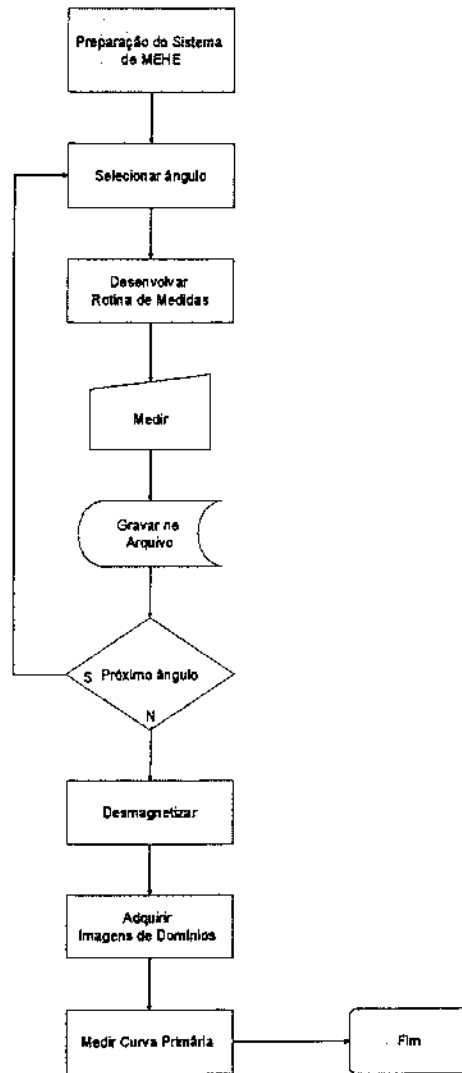


Figura 5.20: Fluxograma com as etapas realizar investigação dos padrões de domínios magnéticos em função da mudança da direção do eixo da anisotropia magnética.

Conclusão

Neste trabalho foi desenvolvido uma instrumentação específica voltada para a investigação das propriedades magnéticas de uma nova classe de materiais, filmes finos com *exchange bias* perpendicular. Nesse sentido foi necessário a construção de um magnetômetro com alta sensibilidade à componente perpendicular da magnetização, técnicas de desmagnetização e de processamento digital de imagens.

Foi desenvolvido um magnetômetro fundamentado no efeito Hall extraordinário, que além caracterizar amostras magneticamente, possibilita a desmagnetização das amostras quando necessário.

Como resultado do processo de caracterização magnética, o MEHE fornece uma curva de resistividade em função do campo magnético, *i.e.*, proporcional a curva de histerese em filmes finos com anisotropia magnética perpendicular.

No processo de desmagnetização, o MEHE pode realizar um método, aqui chamado de ciclos menores, onde é aplicado um campo magnético externo alternado e decrescente em função do tempo. Além da desmagnetização utilizando o MEHE, foi desenvolvido uma outra técnica, que permite desmagnetizar amostras através da rotação de um campo decrescente.

Destes dois métodos desenvolvidos para desmagnetizar filmes finos magnéticos foi possível adquirir imagens de um deles, pelo método de rotação, onde observamos que este método interfere na formação nos padrões de domínios, *i.e.*, os domínios formados seguem a orientação do campo aplicado durante o processo de desmagnetização, enquanto que, outras técnicas de desmagnetização conhecidas na literatura são mais eficazes como: tratamento térmico, ou até mesmo ciclos menores desenvolvido no MEHE.

Além da caracterização magnética e desmagnetização, foi acoplado no MEHE um goniômetro onde possibilita uma investigação da direção do eixo da anisotropia magnética. Esse goniômetro foi fixado na base do porta amostra, na qual permite girar a amostra por um ângulo de 0 a 180 graus.

Para as imagens adquiridas pela técnica MFM, foi elaborado uma técnica de processamento digital de imagens a fim de uma análise quantitativa, onde estima os valores médios da largura dos domínios magnéticos.

Esta tese teve como objetivo a elaboração de técnicas modernas de instrumentação científica que fornecem dados relevantes para uma pesquisa e análise das propriedades atípicas das configurações dos padrões de domínios de filmes finos com *exchange bias* perpendicular, possibilitando um estudo do comportamento de tais sistemas por meio de técnicas versáteis, fácil manuseio, baixo custo, alta sensibilidade, rápida e de grande precisão em relação a outros magnetômetros como o SQUID. Enquanto o SQUID necessita de um tempo de aproximadamente 5 horas para adquirir uma curva de magnetização, no MEHE pode ser feito em 30 minutos, além de seu baixo custo pelo fato de dispensar o uso de Hélio líquido ou vácuo.

Um limitante desta instrumentação é o fato do magnetômetro se resumir na caracterização de filmes finos com anisotropia magnética perpendicular.

Além do desenvolvimento da instrumentação, esta tese deixa um ferramental para um estudo no sentido de análise quantitativa de domínios magnéticos durante a mudança da direção do eixo da anisotropia magnética e/ou em função de uma investigação do processo de inversão assimétrico da magnetização.

Como perspectivas futuras, esta tese deixa uma proposta de investigação da formação dos padrões de domínios durante o processo de inversão da magnetização, implementando o sistema a um microscópio, possibilitando um acompanhamento da evolução dos padrões de domínios durante toda a inversão da magnetização, com a possibilidade de estimar dentre outros parâmetros, o volume de Barkhausen.

Apêndice A

Processamento Digital de Imagens

Imagens são produzidas por uma variedade de dispositivos físicos, tais como câmeras, equipamentos de radiografia, microscópios eletrônicos, magnéticos e de força atômica, radares, equipamento de ultra-som, entre vários outros. A produção e utilização de imagens podem ter diversos objetivos, que vão do puro entretenimento até aplicações militares, médicas ou tecnológicas. O objetivo da análise de imagens, seja por um observador humano ou por uma máquina, é extrair informações úteis e relevantes para cada aplicação desejada.

Atualmente a análise quantitativa de imagens é uma ferramenta importante para diferentes áreas, dentre elas podemos citar: ciência dos materiais (metalurgia, microscopia, nanoscopia, magnetismo), ciências biológicas (biologia, genética, botânica), ciências da terra (geologia), geografia (meteorologia, fotografias aéreas e de satélites), astronomia, robótica, etc. O que faz a análise de imagens uma disciplina comum a estas diferentes áreas é que imagens são na realidade um suporte físico para troca e transporte de informações. Esta informação pode estar associada a uma medida (neste caso falamos de um sinal em associação a um fenômeno físico), ou pode estar associada a um nível cognitivo (neste caso falamos de conhecimento). Uma imagem contém uma quantidade imensa de informações que um observador humano interpreta normalmente de um modo global e quantitativo. Processar uma imagem consiste em transformá-la sucessivamente com o objetivo de extrair a informação nela presente. Estas transformações vão desde o sinal numérico até tratamentos de mais alto nível,

que correspondem ao sentido cognitivo da imagem.

Este capítulo tem como objetivo apresentar alguns conceitos fundamentais da técnica de processamento digital de imagens.

A.1 Processamento Digital de Imagens

Imagens são na realidade, um suporte físico que carrega no seu interior determinadas informações, processar imagens consiste em suas sucessivas transformações com o objetivo de extrair essas informações com maior eficiência.

O Processamento Digital de Imagens (PDI) é uma área da eletrônica/teoria de sinais em que imagens são convertidas em matrizes de números, onde cada elemento desta matriz é chamada de *pixel* (uma abreviação de *picture element*).

A partir desta matriz de pixels que representa a imagem, diversos tipos de processamentos podem ser implementados por algoritmos computacionais, facilitando a extração dos atributos e informações desejadas.

A.1.1 Representação da Imagem Digital

Uma imagem monocromática é uma função bidimensional $f(x, y)$ da intensidade luminosa, onde x e y representam as coordenadas espaciais, que por convenção: $x = [1, 2, \dots, M]$ e $y = [1, 2, \dots, N]$. O valor de f no ponto (x, y) é proporcional ao brilho (ou nível de cinza) da imagem neste ponto. Na Figura A.1, apresentamos uma região em destaque em que se pode observar os pixels e os níveis de cinza ou níveis de luminância de cada um deles.

Um pixel é o elemento básico em uma imagem. A forma mais comum para o pixel é a forma retangular ou quadrada. O pixel é também um elemento de dimensões finitas na representação de uma imagem digital. Frequentemente, a organização de uma imagem sob a forma de uma matriz de pixels é feita em uma simetria quadrada. Isto se deve a facilidade de implementação eletrônica, seja dos sistemas de aquisição seja dos sistemas de visualização de imagens. Este tipo de organização provoca o apareci-

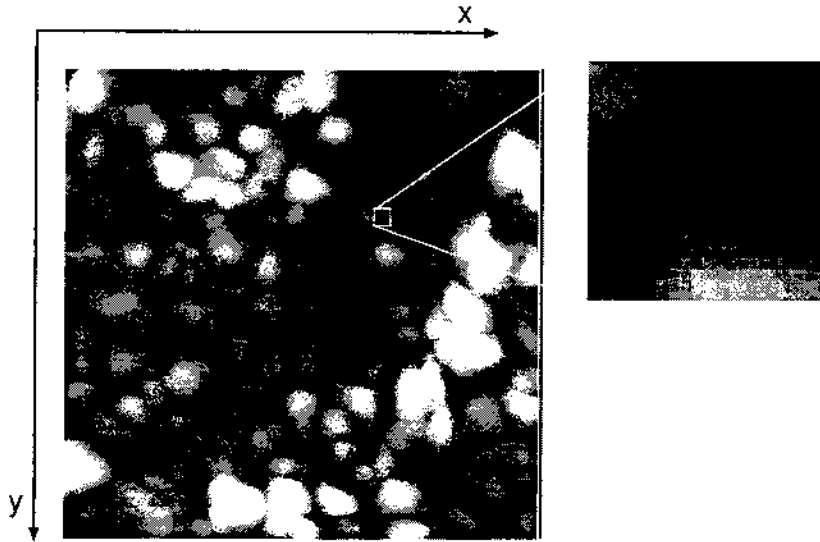


Figura A.1: Imagem monocromática com destaque na região de 20×20 pixels

mento de dois problemas importantes nas técnicas de processamento: (i) um pixel não apresenta as mesmas propriedades em todas as direções, isto é, ele é anisotrópico. Esta propriedade faz com que um pixel tenha quatro vizinhos de borda e quatro vizinhos de diagonal, ilustrado na Figura A.2. Esta propriedade obriga que seja definido o tipo de conectividade que será utilizada, ou B4 (considerando apenas os vizinhos de borda) ou B8 (considerando os vizinhos de borda e os de diagonal). (ii) é a consequência direta do primeiro, ou seja, as distâncias entre um ponto e seus vizinhos não é a mesma para qualquer tipo de vizinho. Será igual a 1 para vizinhos de borda e $\sqrt{2}$ para aqueles na diagonal.

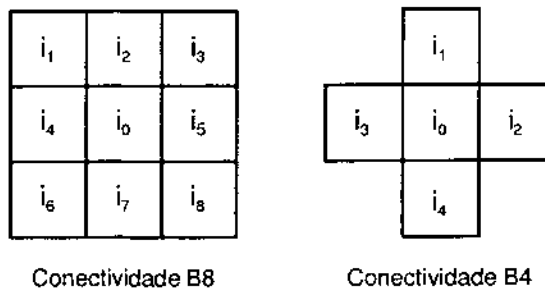


Figura A.2: Ilustração dos tipos de conectividade

Na Figura A.2 os distintos tipos de conectividade dos pixels vizinhos ao pixel central

i_0 são apresentados. A conectividade B8 apresenta 8 vizinhos, sendo 4 de bordas e 4 diagonais, enquanto que a conectividade B4 apresenta apenas os pixels de borda.

A.1.2 Etapas do Processamento de Imagens

Um sistema de processamento de imagens é constituído de diversas etapas, tais como: formação e aquisição da imagem, digitalização, pré-processamento, segmentação, pós-processamento, extração de atributos, classificação e reconhecimento, como ilustra a Figura A.3. Nesta seção apresentaremos breves descrições de cada uma destas etapas.

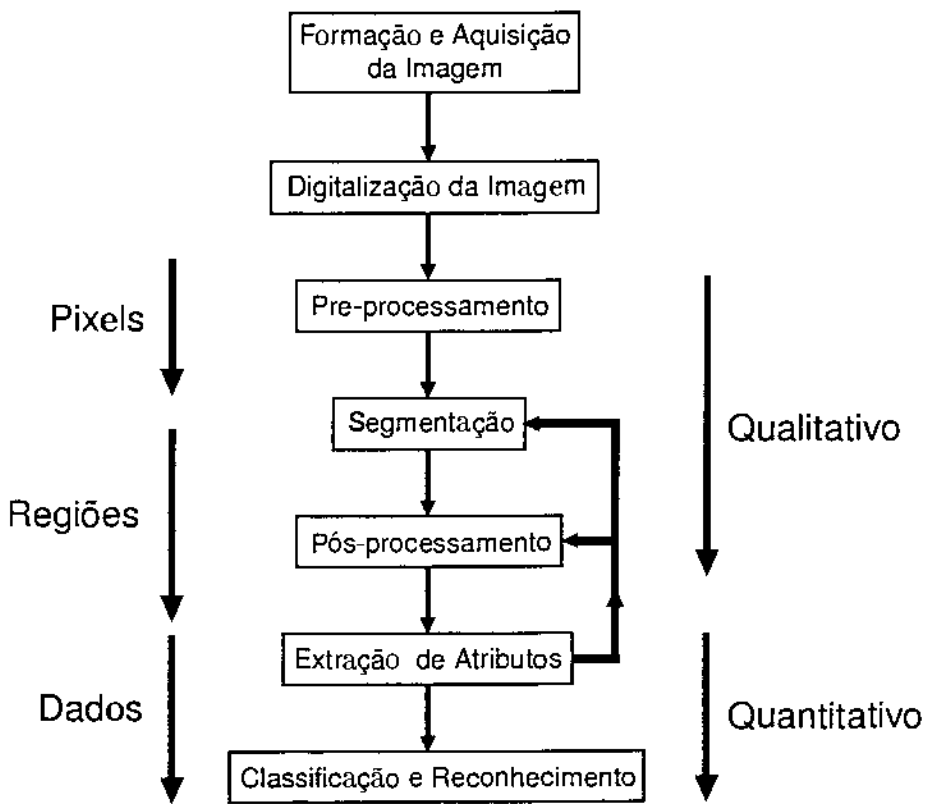


Figura A.3: Etapas de um sistema de PDI.

A.1.3 Aquisição de Imagens Digitais

Dois elementos são necessários para a aquisição digital de imagens. O primeiro é um dispositivo físico que deve ser sensível ao espectro de energia eletromagnético, como por exemplo ao espectro de raios-x, luz ultravioleta, visível, ou infravermelha. Este

dispositivo transdutor deve produzir em sua saída um sinal elétrico proporcional ao nível de energia percebido. O segundo, chamado digitalizador, é um dispositivo que converte o sinal elétrico analógico produzido na saída do sensor em um sinal digital.

A.1.4 Técnicas de Pré-processamento

Técnicas de pré-processamento tem a finalidade de otimizar as qualidades de uma imagem. Estas técnicas envolvem duas categorias principais: (i) métodos que operam no domínio espacial e (ii) métodos que operam no domínio da frequência.

Técnicas de processamento no domínio espacial baseiam-se em filtros que manipulam o plano da imagem, enquanto que as técnicas de processamento no domínio da frequência se baseiam em filtros que agem sobre o espectro da imagem. É comum para realçar determinadas características de uma imagem, combinar vários métodos que estejam baseados nestas duas categorias. A Figura A.4 apresenta o pré-processamento simples: (A) Imagem original corrompida com ruído gaussiano, (B) Imagem após a aplicação de um filtro mediana para redução do ruído.

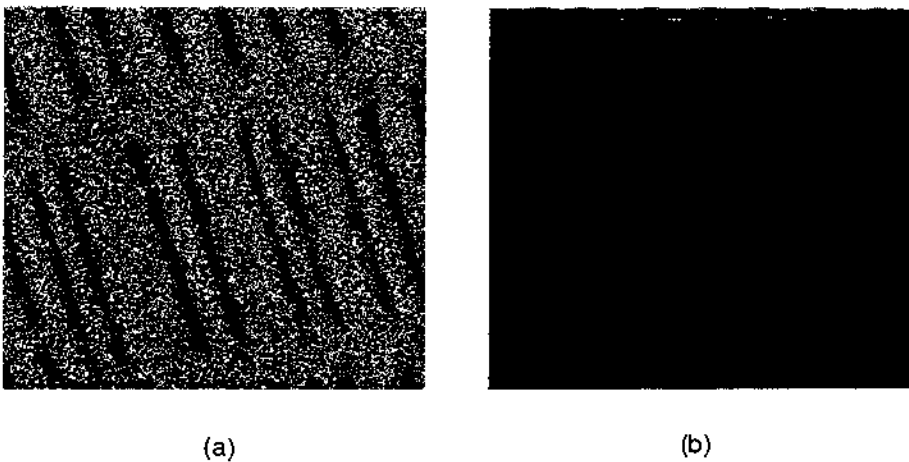


Figura A.4: Exemplo de um pré-processamento simples

O Histograma de Luminância

Resumidamente podemos afirmar que o histograma de luminância de uma imagem representa a contagem dos níveis de cinza da imagem, podendo informar a distribuição

dos pixels dentro dos k níveis possíveis. O histograma pode ser considerado como uma função distribuição de probabilidades, obedecendo aos axiomas e teoremas da teoria de probabilidades, *i.e.* que $\sum_k p(k) = 1$.

O histograma de uma imagem digital com k níveis de cinza é definido por uma função discreta:

$$p(k) = \frac{n_k}{n} \quad (\text{A.1})$$

em que o argumento k representa os níveis de luminância discretos, n_k representa o número de pixels na imagem com intensidade k e n é o número total de pixels da imagem, ou seja, $n = M \times N$.

O histograma de uma imagem digital é uma ferramenta bastante útil na etapa de pré-processamento, pois, fornece uma visão estatística sobre a distribuição dos pixels, sobre o contraste da imagem e os níveis de iluminação. Além disso, o histograma é bastante utilizado na etapa de segmentação, principalmente em técnicas que se utilizam da similaridade entre os pixels.

Na Figura A.5 são apresentadas duas imagens e seus histogramas, sendo que a imagem (A) é uma imagem de baixo contraste e (B) é uma imagem de alto contraste.

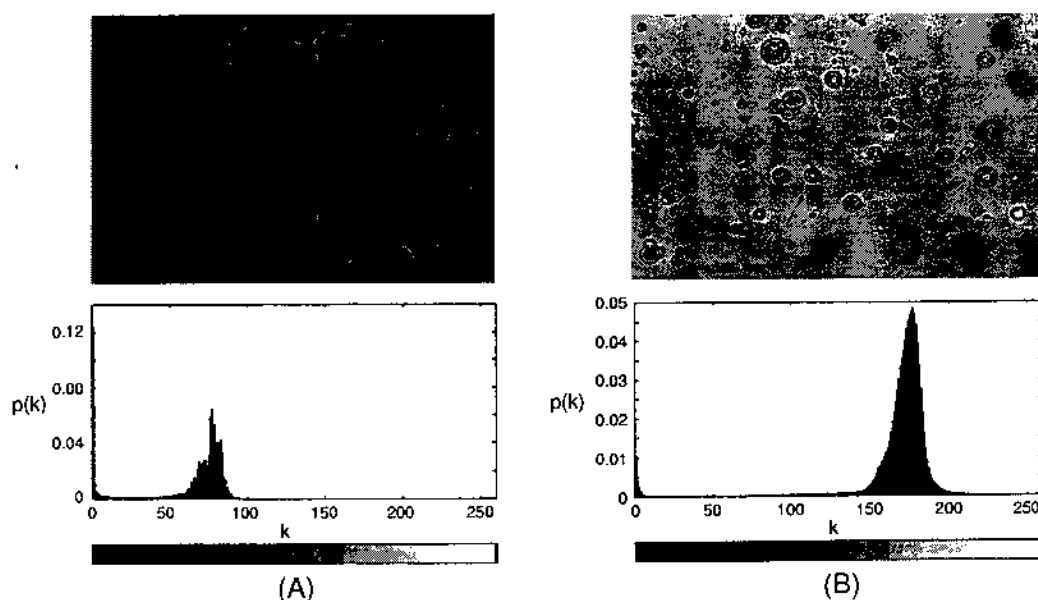


Figura A.5: Exemplo de imagens com histogramas diferenciados.

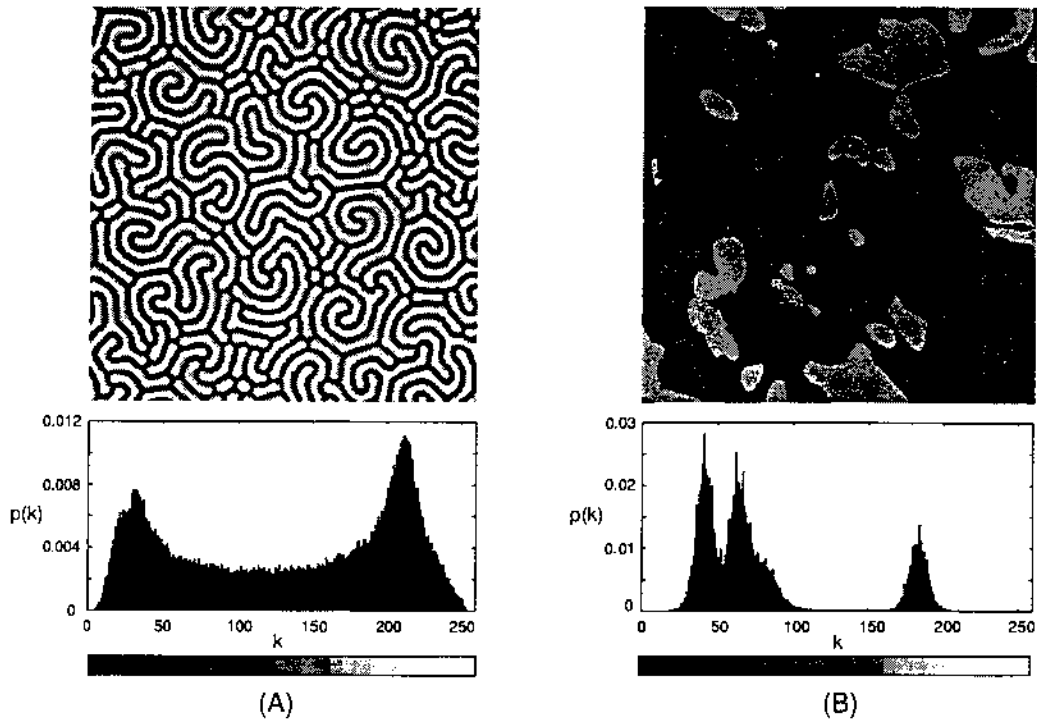


Figura A.6: Exemplo de imagens com histogramas bimodal e multimodal.

A Figura A.6 apresenta outras duas imagens com histogramas de tipos bimodal e multimodal na qual a imagem (A) possui um histograma bimodal típico, com a presença de dois picos bem definidos, ou duas regiões de luminância com maior incidência de pixels da imagem. Este é o caso típico de imagens que apresentam objetos e fundo de maneira bem definida. A imagem (B) possui um histograma do tipo multimodal, apresentando mais de duas regiões de concentração dos pixels da imagem.

A.1.5 Segmentação

Segmentar uma imagem significa, de modo simplificado, separar a imagem como um todo nas partes que a constituem e que se diferenciam entre si. É usual denominar “objetos” da imagem os grupos de pixels de interesse, ou que fornecem alguma informação para o PDI. Da mesma forma, a denominação “fundo” da imagem é utilizada para o grupo de pixels que podem ser desprezados ou que não têm utilidade no PDI. Essas denominações “objeto” e “fundo” possuem uma conotação bastante subjetiva,

podendo se referir a grupos de pixels que formam determinadas regiões na imagem sem que representem um objeto, de modo literal, presente na imagem processada.

A segmentação é considerada, dentre todas as etapas do processamento de imagens, a etapa mais crítica do tratamento da informação. É nesta etapa que são definidas as regiões de interesse para processamento e análise posteriores. Como consequência deste fato, quaisquer erros ou distorções presentes nesta etapa se refletem nas demais etapas, de forma a produzir ao final do processo resultados não desejados que podem contribuir de forma negativa para a eficiência de todo o processamento.

É usual denominar “objetos” da imagem, os grupos de pixels de interesse ou que fornecem alguma informação para o PDI. Da mesma forma, a denominação “fundo” da imagem é utilizada para o grupo de pixels que podem ser desprezados ou que não têm utilidade no PDI. Essas denominações possuem uma conotação bastante subjetiva, podendo se referir a grupos de pixels que formam determinadas regiões na imagem sem que representem um objeto, de modo literal, presente na imagem processada.

Deve ser ressaltado que não existe um modelo formal para a segmentação de imagens. A segmentação é um processo empírico e adaptativo, procurando sempre se adequar às características particulares de cada tipo de imagem e aos objetivos que se pretende alcançar. Apesar de existir uma grande diversidade de técnicas de segmentação de imagens, ainda assim existe atualmente, um grande interesse no estudo e desenvolvimento de novas técnicas.

De um modo geral, as técnicas de segmentação utilizam duas abordagens principais: a similaridade entre os pixels e a descontinuidade entre eles.

A técnica baseada em similaridade mais utilizada é a chamada *binarização*. A binarização de imagens ou *image thresholding* é uma técnica eficiente e simples do ponto de vista computacional, sendo portanto largamente utilizada em sistemas de visão computacional. Este tipo de segmentação é utilizado quando as amplitudes dos níveis de cinza são suficientes para caracterizar os “objetos” presentes na imagem. Na binarização, um nível de cinza é considerado como um limiar de separação entre os pixels que compõem os objetos e o fundo. Nesta técnica, se obtém como saída do

sistema uma imagem binária, i.e., uma imagem com apenas dois níveis de luminância: preto e branco. A determinação deste limiar de modo otimizado para segmentação da imagem é o objetivo principal dos diversos métodos de binarização existentes.

As técnicas baseadas em descontinuidade entre os pixels procuram determinar variações abruptas do nível de luminância entre pixels vizinhos. Estas variações, em geral, permitem detectar o grupo de pixels que delimitam os contornos ou bordas dos objetos na imagem. A técnica de segmentação baseada em descontinuidade mais utilizada é a chamada detecção de bordas.

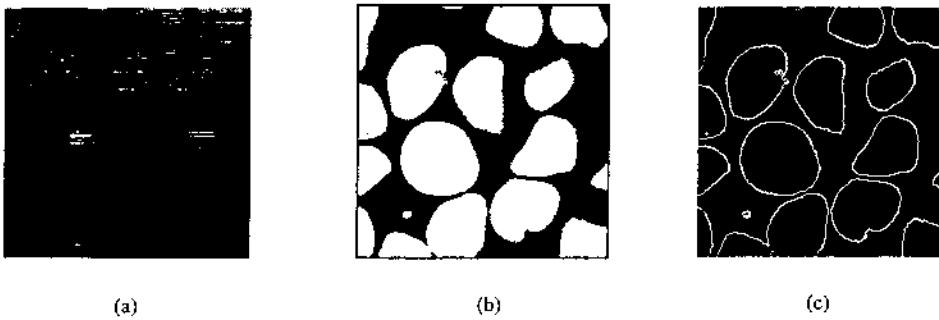


Figura A.7: Duas abordagens para segmentação.

A Figura A.7 apresenta dois exemplos de segmentação, uma binarização e uma detecção de bordas. A imagem (A) é a imagem original em níveis de cinza, a imagem (B) foi segmentada por binarização e a imagem (C) foi segmentada por detecção de bordas.

A.1.6 Pós-processamento

O pós-processamento geralmente é a etapa posterior à segmentação, nesta etapa os principais defeitos ou imperfeições da segmentação são devidamente corrigidos. Normalmente, estes defeitos da segmentação são corrigidos através de técnicas de Morfologia Matemática, com a aplicação em seqüência de filtros morfológicos que realizam uma análise quantitativa dos pixels da imagem.

Operações Morfológicas Básicas

A Morfologia Matemática (MM) é uma das grandes áreas do Processamento Digital de Imagens. Todos os métodos descritos pela MM são fundamentalmente baseados em duas linhas: os operadores booleanos de conjuntos (união, interseção, complemento etc.) e a noção de forma básica, chamado de “elemento estruturante”. As operações são realizadas sempre entre a imagem e o elemento estruturante. A forma do elemento estruturante está relacionada com o tratamento desejado e do tipo de conectividade adotada (B4 ou B8).

Dois operadores básicos são utilizados na maior parte das técnicas de MM: a erosão e a dilatação. A Figura A.8 apresenta (A) uma imagem primária; em (B) uma imagem com efeitos da dilatação e em (C) uma imagem com efeitos da erosão.

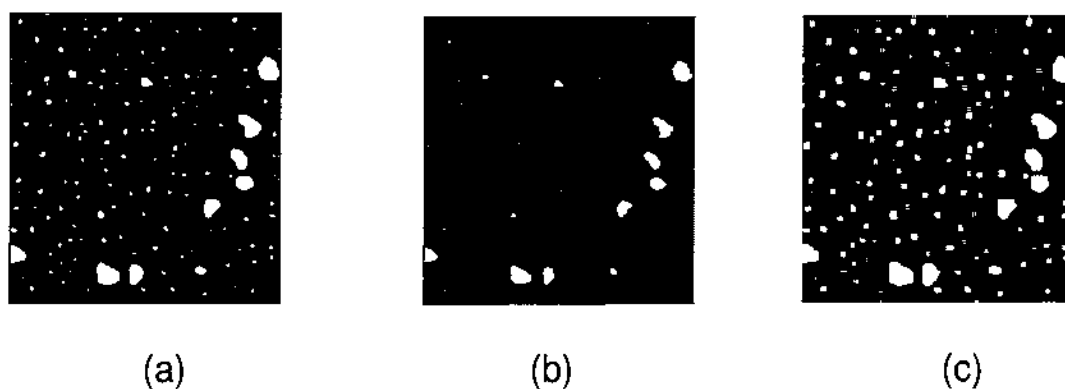


Figura A.8: Imagens processadas com operadores básicos

A operação de erosão permite separar objetos que se tocam. Ao contrario, a operação de dilatação permite preencher furos no interior de um objeto ou mesmo ligá-los. Este resultado dependerá da forma do elemento estruturante. Como as duas operações são iterativas é possível realizar uma seqüência de N operações de erosão e dilatação sucessivas ou mesmo alternadas. A operação de abertura, uma erosão seguida de uma dilatação, permite eliminar pequenas partículas na imagem (partículas do tamanho do elemento estruturante) e suavizar o contorno dos objetos. Inversamente, a operação de fechamento, uma dilatação seguida de uma erosão, permite fechar canais estreitos que separam objetos, ou suprimir os pequenos furos no seu interior.

A.1.7 Extração de Atributos

A etapa final de um sistema de processamento de imagens é aquela em que se extrai as informações úteis da imagem processada. Quando o objetivo do processamento é obter informações numéricas, realiza-se a extração de atributos da imagem.

Atributos da Imagem

Existem basicamente duas classes de medidas: (i) os atributos da imagem como um todo (*field features*), por exemplo número de objetos, área total de objetos, etc. e (ii) os atributos de região (*region features*) que se referem aos objetos independentemente, por exemplo área, perímetro, forma, etc. Os atributos de região podem ser muito sofisticados, permitindo uma nova separação dos objetos em classes de similaridades, em função dos parâmetros medidos. A Figura A.9 apresenta os principais atributos de região que podem ser extraídos de uma imagem, após as etapas de segmentação e pós-processamento.

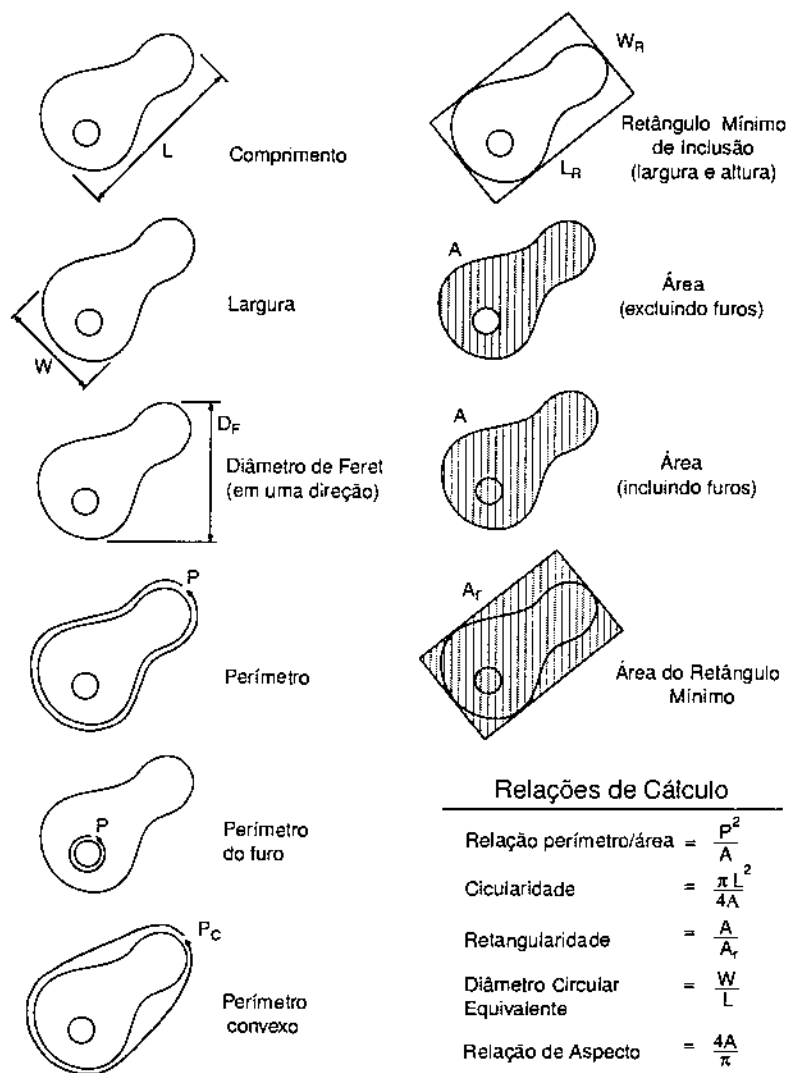


Figura A.9: Principais atributos de região, ou seja, dos objetos independentes presentes na imagem.

Referências Bibliográficas

- [1] Z. Fang, N. Nagaosa, K. S. Takahashi, A. Asamitsu, R. Mathieu, T. Ogasawara, H. Yamada, M. Kawasaki, Y. Tokura, and K. Terakura. *Science*, **302**:p.92–95, (2003).
- [2] P. Weiss. *J. Phys.*, **6**:p.661–690, (1907).
- [3] A. P. Guimarães and I. O. Santos. *Magnetism and Magnetic Resonance in Solids*. John Wiley Sons, inc., New York, (1998).
- [4] S. Rezende. *A Física de Materiais e Dispositivos Eletrônicos*. UFPE, (1996).
- [5] A. M. de P. Silva. Instrumentação para produção e caracterização de filmes finos nanoestruturados, (2002).
- [6] M. T. Johson, P.J.H. Bloemen, F.J.A.Den Broeder, and J. J. De Vries. *Rep. Prog. Phys.*, vol.**59**:p.1409–1458, July (1996).
- [7] L. G. C. Melo. Estudo do movimento das paredes de domínios nas condições de magneto impedância, (1998).
- [8] H. Barkhausen. *Physik.*, **20**:p.401, (1919).
- [9] S. Bitter. *Phys. Rev.*, **38**:p.1903, (1931).
- [10] F. Bloch. *Phys.*, **74**:p.295, (1932).
- [11] L. Landau and E. Lifshitz. *Physik.*, **8**:p.153–169, (1935).
- [12] C. Néel. *Phys.*, **13**:p.1, (1943).

- [13] A. Aharoni. *Introduction to the theory of ferromagnetism*. Oxford Science Publications, (1998).
- [14] J. Williams, W. Shockley, and C. Kittel. *Phys. Rev.*, **80**:p.1090, (1950).
- [15] W. H. Meiklejohn and C. P. Bean. *Phys. Rev.*, **102**:p. 1413–, (1956).
- [16] W. H. Meiklejohn and C. P. Bean. *Phys. Rev.*, **105**:p. 904–913, (1957).
- [17] J. Nogués and I. K. Shuller. *J. of Mag. and Mag. Mat.*, **192**:p.203–232, (1998).
- [18] R. Jungblut. *J. Appl. Phys.*, **75**:p. 6659, (1994).
- [19] F. Garcia, J. Moritz, F. Ernult, S. Auffret, B. Rodmacq, B. Dieny, J. Camarero, Y. Pennec, S. Pizzini, and J. Vogel. *I.E.E.E. Trans. on Mag.*, **38**:p.2730, (2002).
- [20] N. J. Gökemeijer, T. Ambrose, and C. L. Chien. *Phys. Rev. Letters*, **79**:p.4270–4273, (1997).
- [21] P.F. Garcia, D. Coulman, R. S. McLean, and M. Reilly. *J. of Mag. and Mag. Mat.*, **164**:p.411–419, (1996).
- [22] S. Maat, K. Takano, S. S. P. Parkin, and E. E. Fullerton. *Phys. Rev. Letters*, **87**:p.87202, (2001).
- [23] F. Garcia, F. Fettar, S. Auffret, B. Rodmacq, and B. Dieny. *Appl. Phys. Lett.*, **93**:p.8397–8399, (2003).
- [24] F. Garcia, G. Casali, S. Auffret, B. Rodmacq, and B. Dieny. *J. Appl. Phys.*, **91**:p.6905–6907, (2002).
- [25] F. Garcia, J. Sort, B. Rodmacq, S. Auffret, and B. Dieny. *Appl. Phys. Lett.*, **83**:p.01–04, (2003).
- [26] A. E. Berkowitz and K. Takano. *J. Magn. Magn. Mat.*, **200**:p.552–570, (1999).
- [27] M. Kiwi. *J. Magn. Magn. Mat.*, **234**:p.584–595, (2001).

- [28] B. Dieny. *Phys. Rev. B*, **43**:p.1297, (1991).
- [29] B. Diney. *J. Magn. Magn. Mat.*, **136**:p.335, (1994).
- [30] B. Dieny, V. S. Speriosu, S. S. Parkin, B. A. Gurney, D. R. Wilhoit, and D. Mauri. *Phys. Rev. B*, **43**:p.1297–1300, (1991).
- [31] Y. Nakamura. *J. Magn. Magn. Mat.*, **200**:p.634–648, (1999).
- [32] G. Binasch, P. Grünberg, F. Saurenbach, and W. Zinn. *Phys. Rev. B*, **39**:p.4828–4830, (1989).
- [33] M.N. Baibich, J. M. Broto, A. Fert, F. N. Van Dau, and F. Petroff. *Phys. Rev. Lett.*, **61**:p.2472–2475, (1988).
- [34] N. Nishimura, T. Hirai, A. Koganei, T. Ikeda, and K. Okano. *J. Appl. Phys.*, **91**:p.5246–5249, (2002).
- [35] A. Gerber, A. Milner, J. Tuaille-Combes, M. Négrier, O. Boisron, P. Mélinon, and A. Perez. *J. Magn. Magn. Mat.*, **241**:p.340–344, (2002).
- [36] A. L. Brandl, J. C. Dernadin, M. Knobel, M. E. R. Dotto, and M. U. Kleinke. *Phys. Rev. B*, **320**:p. 213–216, (2002).
- [37] M. Knobel, J. C. Denardin, A. L. Brandl, J. C. Cezar, and P. Panissod. *III Esc. Mag. Jorge A. Swieca.*, page p.23, (2001).
- [38] J. P. Attané, Y. Samson, A. Marty, D. Halley, and C. Beigné. *Phys. Rev. Lett.*, **79**:p. 794–796, (2001).
- [39] O. Hellwing, S. Maat, J. B. Kortright, and E. E. Fullerton. *Phys. Rev. B*, **65**:p.1444181–4, (2002).
- [40] V. I. Nikitenko, V. S. Gornakov, A. J. Shapiro, R. D. Shull, K. Liu, S. M. Zhou, and C. L. Chien. *Phys. Rev. Lett.*, **84**:p.765–768, (2000).
- [41] H. Sato, Y. Kobayashi, Y. Aoki, Y. Saito, and K. Inomata. *J. Magn. Magn. Mat.*, **156**:p. 247–249, (1996).

- [42] H. Sato. *Mat. Sci. and Eng. B*, **31**:p.101–109, (1995).
- [43] S. N. Song, C. Sellers, and J. B. Ketterson. *Appl. Phys. Lett.*, **59**:p. 479–481, (1991).
- [44] A. Gerber. *J. Magn. Magn. Mat.*, **242**:p.90, (2002).
- [45] C. L. Chiem. *Mat. Sci. and Eng. B*, **31**:p.127–131, (1995).
- [46] H. Munekata. *Mat. Sci. and Eng. B*, **31**:p.151–156, (1995).
- [47] B. Boulet. Course: 304-304a signals and systems ii. <http://www.cim.mcgill.ca/boulet/304-304A/304-304A.htm>, Dezembro (2000).
- [48] G. Adorni, F. Bergenti, S. Cagnoni, and M. Mordonini. License-plate recognition for restricted-access area control systems. In *Multimedia Video-Based Surveillance Systems: Requirements, Issues and Solutions*, (2000).
- [49] B. Jahne and B. Jahne. *Digital Image Processing : Concepts, Algorithms, and Scientific Applications*. Springer Verlag, (1997).
- [50] J. Facon. *Morfologia Matemática: Teoria e Exemplos*. Jacques Facon, (1996).
- [51] J. Serra. *Image Analysis And Mathematical Morphology, V. 2: Theoretical*. Academic Press, (1992).
- [52] M. Goossens and Mittelback. *The Latex Companion*. Addison-Wesley, (1994).
- [53] C. Kittel. *Introduction to Solid State Physics*. John Wiley Sons, inc., New York, (1986).
- [54] N. W. Ashcroft and N. D. Mermin. *Solid State Physics*. Holt, Rinehart and Winston, New York, (1976).
- [55] A. P. Tipler. *Física para Cientistas e Engenheiros - 3*. LTC, (1995).
- [56] M. P. Albuquerque. *Mesure Optimisée de Densités d'Aimantation*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Grenoble - INPG, (1999).

- [57] M. Viret, Y. Samson, P. Warin, A. Marty, F. Ott, E. Sondergard, O. Klein, and C. Fermon. *Phys. Rev. Lett.*, **85**:p. 3962–3965, (2000).
- [58] B. Heinrich, J. F. Cochran, M. Kowalewsky, J. Kirschner, Z. Celinsky, A. S. Arrott, and K. Myrtle. *Phys. Rev. B*, **44**:p. 9348–9361, (1991).
- [59] R. C. O’Handley. *Modern Magnetic Materials*. John Wiley Sons, inc., New York, (2000).
- [60] R. Hoffmann, Y. Samson, A. Marty, V. Gehanno, B. Gilles, and J. E. Mazille. *J. of Mag. and Mag. Mat.*, **192**:p.409–418, (1999).
- [61] Z. Y. Liu and S. Adenwalla. *J. of Appl. Phys.*, **93**:p.2091–2094, (2003).
- [62] G. H. O. Daalderop, P. J. Kelly, and M. F. H. Shuurmans. *Phys. Rev. B*, **42**:p. 7270–7273, (1990).
- [63] G. H. O. Daalderop, P. J. Kelly, and M. F. H. Shuurmans. *Phys. Rev. B*, **44**:p. 12054–12057, (1991).
- [64] G. H. O. Daalderop, P. J. Kelly, and M. F. H. Shuurmans. *Phys. Rev. B*, **50**:p. 9989–10003, (1994).
- [65] Sug-Bong Choe and Sung chul Shin. *Phys. Rev. Lett.*, **86**:p. 532–535, (2001).
- [66] O. Klein, Y. Samson, A. Marty, S. Guillous, M. Viret, C. Fermon, and H. Alloul. *J. of Appl. Phys.*, **89**:p. 6781–6783, (2001).
- [67] A. S. Antonov, N. A. Buznikov, and A. L. Rakhmanov. *J. of Mag. and Mag. Mat.*, **258**:p.192–194, (2003).
- [68] D. Spenato, S. P. Pogossian, and H. L. Gall. *J. Mag and Mag. Mat.*, **262**:p.294–301, (2003).
- [69] A. E. Berkowitz, J. R. Mitchell, M. J. Carey, A. P. Young, S. Zhang, F. E. Spada, F. T. Parker, A. Hutten, and G. Thomas. *Phys. Rev. Lett.*, **68**:p.3745–3748, (1992).

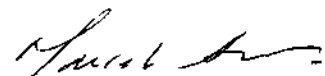
- [70] T. Tybell, P. Paruch, T. Giamarchi, and J. M. Triscone. *Phys. Rev. Lett.*, **89**:p.97601, (2002).
- [71] P. Castrucci, R. Gunnella, R. Bernardini, P. Flacioni, and M. De Crescenzi. *Phys. Rev. B.*, **65**:p. 135435, (2002).
- [72] M. K. Hunsain, A. O. Adeyeye, C. C. Wang, V. Ng, and T. S. Low. *J. Magn. Magn. Mat.*, (2003).
- [73] A. B. Granovsky, A. V. Vedyayev, and F. Brouers. *J. Magn. Magn. Mat.*, **136**:p.229–232, (1994).
- [74] A. B. Granovsky, A. Kalitsov, A. Khanikaev, H. Sato, and Y. Aoki. *J. Magn. Magn. Mat.*, **257**:p.306–312, (2003).
- [75] J. Caulet, C. Train, V. Mathet, R. Laval, B. Bartenlian, P. Veillet, V Le Dang, and C. Chappert. *J. Magn. Magn. Mat.*, **198**:p.318–320, (1999).
- [76] A. Marty, Y. Samson, B. Gilles, and M. Belakhovsky. *J. Appl. Phys.*, **87**:p.5472–5474, (2000).
- [77] X. N. Jing, N. Wang, A. B. Pakhomov, K. K. Fung, and X. Yan. *Phys. Rev. B*, **53**:p.14032–14035, (1996).
- [78] J. C. Dernadin, A. B. Pakhomov, A. L. Brandl, L. M. Socolovsky, M. Knobel, and X. X. Zhang. *Appl. Phys. Lett.*, **82**:p.763–765, (2003).
- [79] P. Xiong, G. Xiao, J. Q. Wang, J. Q. Xiao, J. S. Jiang, and C. L. Chien. *Phys. Rev. Lett.*, **69**:p.3220–3223, (1992).
- [80] E. M. Pugh. *Phys. Rev.*, **32**:p.824–828, (1928).
- [81] E. M. Pugh. *Phys. Rev.*, **36**:p.1503–1511, (1930).
- [82] A. B. Granovsky, A. V. Kalitsov, A. B. Khanikaev, and Y. Kioussis. *J. Magn. Magn. Mat.*, **258**:p.87–89, (2003).

- [83] Y. Kobayashi, H. Sato, Y. Aoki, R. Loloee, and W. P. Pratt Jr. *J. Magn. Magn. Mat.*, **238**:p.84–90, (2002).
- [84] S. Zhang. *Phys. Rev. Lett.*, **85**:p.393–396, (2000).
- [85] S. Zhang. *Phys. Rev. B.*, **51**:p.3632–3636, (1995).
- [86] J. P. Sinnecker. *Rev. Bras. de Ens. de Física*, **22**:p.396–405, (2000).
- [87] Noesis. Visilog - software de processamento de imagens. <http://www.noesisvision.com>, Abril (2001).
- [88] Scion Corporation. Scion image 4.02 - software de processamento de imagens com distribuição gratuita. <http://www.scioncorp.com>, Agosto (2002).
- [89] L. Seligman. Eletrodeposição de multicamadas metálicas em silício, (2002).
- [90] J. C. Dernadin. Propriedades de magneto-transporte gigante em sistemas granulares, (2002).
- [91] N. Ryzhanova, A. Vedyayev, A. Crépieux, and C. Lacroix. *Phys. Rev. B.*, **57**:p.2943–2949, (1998).
- [92] A. W. Smith and R. W. Sears. *Phys. Rev.*, **34**:p.1446, (1929).
- [93] A. Geber. Effect of surface scattering on the ehe coefficient in ferromagnetic films. *Phys. Rev. Lett.*, **65**:p.54426, (2002).
- [94] A. Moser, K. Takano, D. T. Margulies, M. Albrecht, Y. Sonobe, Y. Ikeda, S. Sun, and E. E. Fullerton. *J. Phys. D.*, **35**:p.157–167, (2002).
- [95] Oiwa A., A. Endo, S. Katsumoto, and Y. Iye. *Phys. Rev. B.*, **59**:p.5826–5831, (1999).
- [96] W. F. Brown Jr. *J. Appl. Phys.*, **49**:p.1937–1942, (1978).
- [97] R. M. Eisberg. *Fundamentos da Física Moderna*. Guanabara Dois, (1979).

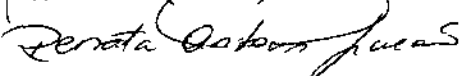
“Instrumentação para Caracterização de Filmes Finos Magnéticos com *Exchange Bias* Perpendicular”

Luiz Carlos de Lima


Tese de Mestrado Profissionalizante Instrumentação Científica apresentada no Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas do Ministério da Ciência e Tecnologia fazendo parte da banca examinadora os seguintes professores:


Marcelo Portes de Albuquerque (CBPF)
Presidente/Orientador


Flávio Garcia (CBPF) - Co-orientador


Renata Anton Simão (COPPE/UFRJ)


Alberto Passos Guimarães (CBPF)


Márcio Portes de Albuquerque (CBPF)
Membro Especial


Armando Yoshihaki Takeuchi (CBPF) -
Suplente

Rio de Janeiro, 12 de março de 2004.