

**CBPF**

---

**Centro Brasileiro de  
Pesquisas Físicas**

**Pâmella Gonçalves Barreto**

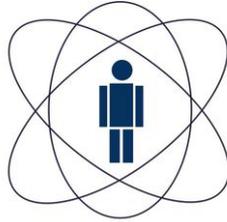
Orientadora: Profa. Dra. Elisa Baggio Saitovitch

Co-orientador: Prof. Dr. Fernando Pelegrini

Rio de Janeiro

21 - Fevereiro - 2014

Pâmella Gonçalves Barreto



**CBPF**

---

**Centro Brasileiro de  
Pesquisas Físicas**

# Estudo do Fenômeno de *Exchange bias* em Tricamadas NiFe/FeMn/Co.

Tese apresentada ao Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas como requisito parcial para obtenção do título de **Doutora em Física**, sob orientação da profa. Dra. Elisa Baggio Saitovitch e co-orientação do prof. Dr. Fernando Pelegrini.

Rio de Janeiro

21 - Fevereiro - 2014

# Dedicatória

*A minha mãe pelo apoio incondicional.*

# Agradecimentos

- À Deus, por ter iluminado e guiado o meu caminho dando-me forças para continuar em busca do conhecimento intelectual, pessoal e espiritual;
- À minha família que, com amor, carinho, paciência, presença e incansável apoio ao longo do período de elaboração deste trabalho, soube compreender minha ausência e superar minha falta de atenção;
- À Professora Dr. Elisa Baggio Saitovitch, por sua orientação, credibilidade e apoio. Possibilitando meu acesso aos melhores profissionais, centros de pesquisa e eventos de divulgação nacionais e internacionais;
- Ao Professor Dr. Fernando Pelegrini, pela oportunidade de realizar os experimentos de Ressonância Ferromagnética em Goiânia, pelas excelentes explicações sobre a técnica e discussões que ajudaram a concluir este trabalho;
- Ao Professor Dr. Fred Jochen Litterst, pelos ensinamentos e pelas valiosas sugestões que contribuíram para o meu crescimento científico e acadêmico;
- Ao Professor Dr. Andreas Eichler e à sua esposa, Chritina Eichler, por sua hospitalidade durante minha estada em Braunschweig, amizade e convivência diária;
- Ao Professor Dr. Willian Edgardo Alayo Rodriguez, pela orientação e sugestões iniciais com relação ao crescimento das amostras e às medidas de magnetização;
- Ao Professor Dr. Ivan Santos Oliveira, por sua compreensão e atenção nos momentos mais difíceis da minha vida acadêmica;

- Ao Dr. Marcos Antonio de Sousa pela paciência, dedicação e atenção despendidas a mim nos ensinamentos relacionados com a técnica de Ressonância Ferromagnética. Além disto, agradeço também pela amizade e pelos conselhos, os quais muito contribuíram para a finalização desta tese de doutorado;
- Aos meus amigos Justiniano Quispe Marcatoma e Juan Guillermo Duenas pela convivência e amizade que colaboraram para minha evolução intelectual e emocional;
- Ao Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas, pela oportunidade de realização do curso de doutorado;
- À CAPES, pela concessão da bolsa de doutorado na Alemanha e pelo apoio financeiro para a realização desta pesquisa.

# Resumo

Este trabalho relata o estudo do fenômeno de *exchange bias* em tricamadas NiFe/FeMn/Co usando as técnicas de magnetometria e de ressonância ferromagnética. As amostras estudadas foram produzidas por *magnetron sputtering* sobre substratos de Si monocristalino, na presença de um campo magnético de 400 Oe, usado para determinar o eixo de anisotropia unidirecional. As medidas de magnetização e de ressonância revelaram a presença de fases magnéticas distintas nas amostras correspondentes às camadas de Co e de NiFe. Os campos de *exchange bias* nas interfaces NiFe/FeMn e FeMn/Co e suas respectivas variações com as espessuras das camadas de NiFe, FeMn e Co, foram deduzidos dos experimentos. As variações angulares dos campos de ressonância no plano da amostra revelaram também a existência de acoplamento antiferromagnético entre as camadas de NiFe e Co, nas amostras com estrutura NiFe(5 nm)/FeMn(10 nm)/Co( $t_{Co}$ ), e de alinhamento não-colinear dos eixos de anisotropia, em amostras produzidas por um processo de produção em duas etapas, com sentidos opostos do campo aplicado. No ajuste teórico das variações angulares de campos de ressonância, além das contribuições de anisotropias uniaxial e unidirecional, foi considerada também a contribuição de uma anisotropia rodável.

# Abstract

This work reports the study of the exchange-bias phenomenon in NiFe/FeMn/Co trilayers using the techniques of magnetometry and ferromagnetic resonance. The samples studied were produced by magnetron sputtering onto monocrystalline Si substrates, in the presence of a magnetic field of 400 Oe used to set the unidirectional anisotropy. The magnetization and ferromagnetic resonance measurements revealed distinct magnetic phases in the samples related to the Co and NiFe layers. The exchange-bias fields at the NiFe/FeMn and FeMn/Co interfaces and their dependence on the thicknesses of the NiFe, FeMn and Co layers were deduced from the experiments. The angular variations of the in-plane resonance fields also revealed the existence of antiferromagnetic coupling between the Co and NiFe layers, in samples with the NiFe(5 nm)/FeMn(10 nm)/Co( $t_{Co}$ ) structure, and of a non-collinear alignment of the anisotropy axes in samples grown by a two stage deposition process, with opposite directions of the applied field. The theoretical fittings of the angular variations of in-plane resonance fields take into account of contributions from uniaxial, unidirectional and rotatable anisotropy fields.

# Sumário

Resumo . . . . .	vi
Abstract . . . . .	vii
Lista de figuras . . . . .	xi
Lista de tabelas . . . . .	xvii
<b>Introdução</b>	<b>1</b>
<b>1 Filmes Magnéticos</b>	<b>3</b>
1.1 Filmes finos magnéticos . . . . .	3
1.2 Tricamadas magnéticas . . . . .	4
1.2.1 Acoplamento em tricamadas magnéticas . . . . .	8
<b>2 <i>Exchange Bias</i></b>	<b>10</b>
2.1 O fenômeno . . . . .	10
2.2 Modelos teóricos . . . . .	12
2.2.1 Modelo intuitivo . . . . .	12
2.2.2 Modelo de Meiklejohn e Bean . . . . .	15
2.2.3 Modelo de Néel . . . . .	16
2.2.4 Modelo de Malozemoff . . . . .	17
2.2.5 Modelo de Mauri . . . . .	19
2.2.6 Modelo de Koon . . . . .	20
2.3 <i>Exchange bias</i> por magnetometria . . . . .	22
2.4 <i>Exchange bias</i> por FMR . . . . .	23
<b>3 Anisotropias Magnéticas</b>	<b>27</b>
3.1 Anisotropia magnetocristalina . . . . .	27

3.2	Anisotropia de forma . . . . .	31
3.3	Anisotropia induzida . . . . .	34
3.4	Anisotropia rodável . . . . .	35
<b>4</b>	<b>Técnicas Experimentais</b>	<b>37</b>
4.1	Pulverização catódica por magnetron . . . . .	37
4.1.1	Calibrações . . . . .	40
4.2	Difração de raios-X . . . . .	43
4.3	Magnetometria . . . . .	45
4.3.1	Magnetômetro de Amostra Vibrante (VSM) . . . . .	45
4.3.2	Dispositivo Supercondutor de Interferência Quântica (SQUID) . . . . .	47
4.4	Ressonância Ferromagnética (FMR) . . . . .	49
4.4.1	Teoria básica de FMR . . . . .	53
4.4.2	Condições de ressonância para um filme fino . . . . .	56
4.4.3	Aspectos experimentais . . . . .	59
<b>5</b>	<b>Resultados Experimentais: Tricamadas sem Acoplamento</b>	<b>61</b>
5.1	Ressonância Ferromagnética . . . . .	62
5.2	Magnetometria . . . . .	70
5.3	Conclusões . . . . .	76
<b>6</b>	<b>Resultados Experimentais: Tricamadas com Acoplamento</b>	<b>82</b>
6.1	Ressonância Ferromagnética . . . . .	83
6.2	Magnetometria . . . . .	91
6.3	Conclusões . . . . .	93
<b>7</b>	<b>Análise Teórica dos Resultados Experimentais</b>	<b>98</b>
7.1	Equações de movimento da magnetização e condições de ressonância . . . . .	98
7.2	Simulações . . . . .	102
7.2.1	Modelo teórico descrito por Geshev e colaboradores . . . . .	102
7.2.2	Modelo teórico descrito por Graët e colaboradores . . . . .	110
	<b>Conclusões, Recomendações e Perspectivas</b>	<b>115</b>
<b>A</b>	<b>Artigos Publicados</b>	<b>117</b>



# Lista de Figuras

1.1	Esquema da tricamada FM/AF/FM estudada indicada por uma nomenclatura baseada em Falicov [5]. . . . .	5
2.1	Curva de histerese de uma bicamada FeF <sub>2</sub> /Fe. Ciclo de histerese de uma bicamada FeF <sub>2</sub> /Fe após o procedimento de resfriamento a 10 K na presença de campo. O campo de exchange bias e o campo coercivo são representados na figura por $H_E$ e $H_C$ , respectivamente [4]. . . . .	11
2.2	Diagrama esquemático da configuração de spins correlacionado ao ciclo de histerese de uma bicamada FM/AF [4]. . . . .	13
2.3	Diagrama esquemático das configurações interfaciais colineares de spin compensadas e não-compensadas em bicamadas FM/AF [28]. . . . .	14
2.4	Diagrama esquemático apresentando dois exemplos de configurações não-colineares (ângulo de 90°) de spins em bicamadas FM/AF [28]. . . . .	15
2.5	Diagrama vetorial utilizado para calcular o campo de <i>exchange bias</i> [2]. . .	16
2.6	Esquema de possíveis configurações de spins na interface rugosa (simulada por degraus) de uma bicamada FM/AF com estruturas compensadas (a) e não compensadas (b). A linha azul marca o limite entre o material FM e AF. As interações magnéticas frustradas estão indicadas pela letra X [28]. .	18
2.7	Esquema do modelo de Mauri e colaboradores, que apresenta um filme FM ultrafino sobre um substrato AF, mostrando uma única subrede do AF. O AF possui anisotropia uniaxial ao longo do eixo $z$ , o campo magnético é aplicado na direção $-z$ e o acoplamento de troca, através da interface com espessura $\varepsilon$ , é positivo [33]. . . . .	19
2.8	Ilustração da configuração de spins nas camadas FM e AF; os spins interfaciais do AF apresentam <i>canting</i> [28]. . . . .	21

2.9	Curva de magnetização demonstrativa. O campo de <i>exchange bias</i> e o campo coercivo são representados na figura por $H_{eb}$ e $H_c$ , respectivamente.	22
2.10	Esquema representando os parâmetros utilizados na caracterização dos sistemas de <i>exchange bias</i> . As setas indicam o sentido crescente e/ou decrescente do campo magnético [37].	23
2.11	Orientação da amostra com o campo de <i>exchange bias</i> $\vec{H}_{eb}$ paralelo e anti-paralelo ao campo estático $\vec{H}$ .	24
2.12	Variação angular do campo de ressonância do modo do Co para a trica-mada NiFe (8 nm)/FeMn(10 nm)/Co(5 nm).	26
3.1	Curvas de magnetização para monocristais de ferro, níquel e cobalto hcp [41] e representação de suas respectivas redes cristalinas [39].	29
3.2	Campo magnético, $H$ , produzido pelos pólos de uma barra magnetizada [39].	31
3.3	Dipolos criados na superfície da esfera magnetizada [40].	32
3.4	Curva de magnetização mostrando o efeito do campo desmagnetizante [40].	32
3.5	Espectro de FMR do filme Fe/MgO nas configurações paralela e perpendicular do campo magnético aplicado [42].	33
3.6	Ilustração de um esferóide oblato. Figura adaptada da referência [40].	34
4.1	Desenho de uma magnetron em corte com destaque das partes internas e um esquema do processo de <i>sputtering</i> [47].	38
4.2	Esquema do <i>Magnetron Sputtering</i> do CBPF (parte superior) e esquema do processo de pulverização de um <i>magnetron</i> (parte inferior)[49].	40
4.3	Curva de reflectividade de raios-X do Ta depositado em substrato de Si (100).	41
4.4	Ajuste polinomial obtido através do espectro de reflectividade de raios-X do Ta depositado em substrato de Si(100) durante um período de 1.400 s.	43
4.5	Difração de raios-X da amostra NiFe(5 nm)/FeMn(9 nm)/Co(5 nm).	45
4.6	Diagrama simplificado do Magnetômetro de Amostra Vibrante.	47
4.7	Esquema representando as transições Zeeman em um sistema de spins 1/2 com $H \neq 0$ [55].	50
4.8	Espectro de RME, onde $\chi_2$ é a susceptibilidade magnética e $\frac{d\chi_2}{dH}$ é a derivada dela com relação ao campo externo aplicado [55].	52

4.9	Geometria usada para descrever a processão da magnetização $\vec{M}$ . A energia livre do sistema depende da orientação de $\vec{M}$ . A direção de equilíbrio é definida como uma orientação de torque zero. O fenômeno de ressonância refere-se a pequenas oscilações de $M$ em torno do campo efetivo $\vec{H}_{ef}$ . A frequência de ressonância é proporcional a $\vec{H}_{ef}$ . . . . .	55
4.10	Precessão do vetor magnetização em torno do campo estático $\vec{H}_0$ e do campo magnético de alta frequência $h(\vec{t})$ . . . . .	56
4.11	Sistema de coordenadas para um filme magnético com $H$ variando no plano x-y. . . . .	57
4.12	Cavidade de micro-ondas retangular com modo de operação $TE_{102}$ [60]. . .	59
4.13	Esquema do arranjo experimental para as medidas de FMR em banda X [49]. . . . .	60
5.1	Espectros de FMR no plano da trcamada NiFe(4 nm)/FeMn(10 nm)/Co(5 nm), obtido em banda Q. . . . .	62
5.2	Varição angular do campo de ressonância no plano da trcamada NiFe(4 nm)/FeMn(10 nm)/Co(5 nm), obtida em banda Q. Os pontos representam os valores experimentais e a linha contínua o ajuste teórico (obtidos através da Equação 7.19). Os parâmetros utilizados estão listados na Tabela 7.1. A barra de erro das medidas é menor que o tamanho do símbolo. . . . .	63
5.3	Espectros de FMR no plano da trcamada NiFe(7 nm)/FeMn(50 nm)/Co(5 nm), obtido em banda Q. . . . .	63
5.4	Varição angular do campo de ressonância no plano da trcamada NiFe(7 nm)/FeMn(50 nm)/Co(5 nm), obtida em banda Q. Os pontos representam os valores experimentais e a linha contínua o ajuste teórico (obtidos através da Equação 7.19). Os parâmetros utilizados estão listados na Tabela 7.2. A barra de erro das medidas é menor que o tamanho do símbolo. . . . .	64
5.5	Dependências dos campos de <i>exchange bias</i> com a espessura da camada ferromagnética de NiFe para os modos do NiFe e do Co, estimadas via VSM e FMR, para as tricamas da família A [NiFe( $t_{NiFe}$ )/FeMn(10 nm)/Co(5 nm)].	65
5.6	Dependências dos campos de <i>exchange bias</i> com a espessura da camada ferromagnética de NiFe para os modos do NiFe e do Co, estimadas via VSM e FMR, para as tricamas da família B [NiFe( $t_{NiFe}$ )/FeMn(50 nm)/Co(5 nm)].	66

5.7	Espectros de FMR no plano da tricamada NiFe(5 nm)/FeMn(1 nm)/Co(5 nm), obtido em banda Q. . . . .	67
5.8	Varição angular do campo de ressonância no plano da tricamada NiFe(5 nm)/FeMn(1 nm)/Co(5 nm), obtida em banda Q. Os pontos representam os valores experimentais e a linha contínua o ajuste teórico (obtidos através da Equação 7.19). Os parâmetros utilizados estão listados na Tabela 7.3. A barra de erro das medidas é menor que o tamanho do símbolo. . . . .	67
5.9	Espectros de FMR no plano da tricamada NiFe(5 nm)/FeMn(9 nm)/Co(5 nm), obtido em banda Q. A seta no espectro correspondente ao ângulo de 180° indica o modo de ressonância da fase do NiFe com anisotropia uniaxial. . . . .	68
5.10	Varição angular do campo de ressonância no plano da tricamada NiFe(5 nm)/FeMn(9 nm)/Co(5 nm), obtida em banda Q. Os pontos representam os valores experimentais e a linha contínua o ajuste teórico (obtidos através da Equação 7.19). Os parâmetros utilizados estão listados na Tabela 7.3. A barra de erro das medidas é menor que o tamanho do símbolo. . . . .	68
5.11	Dependências dos campos de <i>exchange bias</i> com a espessura da camada antiferromagnética de FeMn para os modos do NiFe e do Co, estimadas via VSM e FMR, para as tricamas da família C [NiFe(5 nm)/FeMn( $t_{FeMn}$ )/Co(5 nm)]. . . . .	70
5.12	Curva de histerese da tricamada NiFe(4 nm)/FeMn(10 nm)/Co(5 nm), medida à temperatura ambiente e com o campo magnético paralelo ao eixo de anisotropia unidirecional. . . . .	71
5.13	Curva de histerese da tricamada NiFe(7 nm)/FeMn(50 nm)/Co(5 nm), medida à temperatura ambiente e com o campo magnético paralelo ao eixo de anisotropia unidirecional. . . . .	71
5.14	Curva de histerese da tricamada NiFe(5 nm)/FeMn(1 nm)/Co(5 nm), medida à temperatura ambiente e com o campo magnético paralelo ao eixo de anisotropia unidirecional. . . . .	72
5.15	Curva de histerese da tricamada NiFe(5 nm)/FeMn(4 nm)/Co(5 nm), medida à temperatura ambiente e com o campo magnético paralelo ao eixo de anisotropia unidirecional. . . . .	72

5.16	Curva de histerese da tricamada NiFe(5 nm)/FeMn(9 nm)/Co(5 nm), medida à temperatura ambiente e com o campo magnético paralelo ao eixo de anisotropia unidirecional. . . . .	73
5.17	Curvas de histerese obtidas pela técnica de VSM da tricamada NiFe(4 nm)/FeMn(10 nm)/Co(5 nm), medidas em diferentes temperaturas. . . . .	74
5.18	Curvas de histerese obtidas pela técnica de SQUID da tricamada NiFe(4 nm)/FeMn(10 nm)/Co(5 nm), medidas em diferentes temperaturas. . . . .	74
5.19	Curvas de histerese obtidas pela técnica de VSM da tricamada NiFe(7 nm)/FeMn(50 nm)/Co(5 nm), medidas em diferentes temperaturas. . . . .	75
5.20	Curvas de histerese obtidas pela técnica de SQUID da tricamada NiFe(7 nm)/FeMn(50 nm)/Co(5 nm), medidas em diferentes temperaturas. . . . .	75
6.1	Espectros de FMR no plano da tricamada NiFe(5 nm)/FeMn(10 nm)/Co(3 nm), obtido em banda X. . . . .	84
6.2	Variação angular do campo de ressonância no plano da tricamada NiFe(5 nm)/FeMn(10 nm)/Co(3 nm), obtida em banda X. Os pontos representam os valores experimentais e a linha contínua o ajuste teórico (obtidos através da Equações 6.1) e 6.4 para os modos de NiFe e Co, respectivamente. Os parâmetros utilizados estão listados na Tabela 6.1. A barra de erro das medidas é menor que o tamanho do símbolo. . . . .	84
6.3	Espectros de FMR no plano da tricamada NiFe(5 nm)/FeMn(10 nm)/Co(5 nm), obtido em banda X. . . . .	85
6.4	Variação angular do campo de ressonância no plano da tricamada NiFe(5 nm)/FeMn(10 nm)/Co(5 nm), obtida em banda X. Os pontos representam os valores experimentais e a linha contínua o ajuste teórico (obtidos através da Equações 6.1 e 6.4) para os modos de NiFe e Co, respectivamente. Os parâmetros utilizados estão listados na Tabela 6.1. A barra de erro das medidas é menor que o tamanho do símbolo. . . . .	85
6.5	Espectros de FMR no plano da tricamada NiFe(5 nm)/FeMn(50 nm)/Co(5 nm), obtido em banda Q. . . . .	86

6.6	Varição angular do campo de ressonância no plano da tricamada NiFe(5 nm)/FeMn(50 nm)/Co(5 nm), obtida em banda Q. Os pontos representam os valores experimentais, a linha contínua o ajuste teórico (obtidos através da Equação 7.26) e a linha pontilhada o eixo uniaxial esperado do Co. Os parâmetros utilizados estão listados na Tabela 7.5. A barra de erro das medidas é menor que o tamanho do símbolo. . . . .	86
6.7	Espectros de FMR no plano da tricamada NiFe(10 nm)/FeMn(50 nm)/Co(10 nm), obtido em banda Q. . . . .	87
6.8	Varição angular do campo de ressonância no plano da tricamada NiFe(10 nm)/FeMn(50 nm)/Co(10 nm), obtida em banda Q. Os pontos representam os valores experimentais, a linha contínua o ajuste teórico (obtidos através da Equação 7.26) e a linha pontilhada o eixo uniaxial esperado do Co. Os parâmetros utilizados estão listados na Tabela 7.5. A barra de erro das medidas é menor que o tamanho do símbolo. . . . .	87
6.9	Varição angular do campo de ressonância no plano do modo do Co da tricamada NiFe(5 nm)/FeMn(10 nm)/Co(3 nm), obtidas na Banda X e Q, respectivamente. A barra de erro das medidas é menor que o tamanho do símbolo. . . . .	88
6.10	Curva de histerese da tricamada NiFe(5 nm)/FeMn(10 nm)/Co(3 nm), medida à temperatura ambiente e com o campo magnético paralelo ao eixo de anisotropia unidirecional. . . . .	91
6.11	Curva de histerese da tricamada NiFe(5 nm)/FeMn(10 nm)/Co(5 nm), medida à temperatura ambiente e com o campo magnético paralelo ao eixo de anisotropia unidirecional. . . . .	92
6.12	Curva de histerese da tricamada NiFe(5 nm)/FeMn(50 nm)/Co(5 nm), medida à temperatura ambiente e com o campo magnético paralelo ao eixo de anisotropia unidirecional. . . . .	92
6.13	Curva de histerese da tricamada NiFe(10 nm)/FeMn(50 nm)/Co(10 nm), medida à temperatura ambiente e com o campo magnético paralelo ao eixo de anisotropia unidirecional. . . . .	93

6.14	Dependências dos campos de <i>exchange bias</i> com a espessura da camada ferromagnética de Co para os modos do NiFe e do Co, estimadas via VSM e FMR, para as tricamas da Família D [NiFe(5 nm)/FeMn(10 nm)/Co( $t_{Co}$ )].	96
6.15	Dependências dos campos de <i>exchange bias</i> com a espessura das camadas ferromagnéticas de NiFe e Co para o modo do NiFe, estimadas via VSM e FMR, para as tricamas da Família E [NiFe( $t_{FM}$ )/FeMn(50 nm)/Co( $t_{FM}$ )].	97
7.1	Sistema de coordenadas esféricas com as componentes do vetor magnetização [77]. . . . .	99
7.2	Sistema de coordenadas utilizada para descrever a orientação de $\vec{M}$ , $\vec{H}$ e a direção de anisotropia com respeito ao filme [73]. $H_{de}$ é o campo aplicado durante o proceso de deposição da amostra. . . . .	111

# Lista de Tabelas

- 5.1 Valores dos campos de  $H_c$  e  $H_{eb}$  nas interfaces NiFe/FeMn e FeMn/Co obtidos através dos ajustes teóricos das curvas de histerese e variação angular do campo de ressonância no plano do filme das tricamadas NiFe( $t_{NiFe}$ )/FeMn(10 nm)/Co(5 nm). Os erros dos valores estimados dos campos pelas técnicas de VSM e FMR são de aproximadamente 2 e 5 Oe, respectivamente. . . . . 77
- 5.2 Valores dos campos de  $H_c$  e  $H_{eb}$  nas interfaces NiFe/FeMn e FeMn/Co obtidos através dos ajustes teóricos das curvas de histerese e variação angular do campo de ressonância no plano do filme das tricamadas NiFe( $t_{NiFe}$ )/FeMn(50 nm)/Co(5 nm). Os erros dos valores estimados dos campos pelas técnicas de VSM e FMR são de aproximadamente 2 e 5 Oe, respectivamente. . . . . 78
- 5.3 Valores dos campos de  $H_c$  e  $H_{eb}$  nas interfaces NiFe/FeMn e FeMn/Co obtidos através dos ajustes teóricos das curvas de histerese e variação angular do campo de ressonância no plano do filme das tricamadas NiFe(5 nm)/FeMn( $t_{FeMn}$ )/Co(5 nm). Os erros dos valores estimados dos campos pelas técnicas de VSM e FMR são de aproximadamente 2 e 5 Oe, respectivamente. . . . . 79
- 5.4 Valores dos campos de  $H_c$  e  $H_{eb}$  nas interfaces NiFe/FeMn e FeMn/Co obtidos através dos ajustes teóricos das curvas de histerese da tricamada NiFe(4 nm)/FeMn(10 nm)/Co(5 nm), obtidos pelas técnicas de VSM e SQUID, a uma temperatura de 100 K. Os erros dos valores estimados dos campos para ambas as técnicas de VSM e SQUID são de aproximadamente 2 Oe. . . . . 80

5.5	Valores dos campos de $H_c$ e $H_{eb}$ nas interfaces NiFe/FeMn e FeMn/Co obtidos através dos ajustes teóricos das curvas de histerese da tricamada NiFe(7 nm)/FeMn(50 nm)/Co(5 nm), obtidos pelas técnicas de VSM e SQUID, a uma temperatura de 100 K. Os erros dos valores estimados dos campos para ambas as técnicas de VSM e SQUID são de aproximadamente 2 Oe. . . . .	80
6.1	Valores dos campos de $H_c$ e $H_{eb}$ nas interfaces NiFe/FeMn e FeMn/Co obtidos através dos ajustes teóricos das curvas de histerese e variação angular do campo de ressonância no plano do filme das tricamadas NiFe(5 nm)/FeMn(10 nm)/Co( $t_{Co}$ ). Os erros dos valores estimados dos campos pelas técnicas de VSM e FMR são de aproximadamente 2 e 5 Oe, respectivamente. . . . .	94
6.2	Valores de $J_{ef} = (J_{bl} + 2J_{bq}) \times 10^{-3}$ e $H_U$ nas interfaces NiFe/FeMn e FeMn/Co obtidos através dos ajustes teóricos das curvas de variação angular do campo de ressonância no plano do filme das tricamadas NiFe(5 nm)/FeMn(10 nm)/Co( $t_{Co}$ ). Os erros dos valores estimados de $J_{ef}$ e $H_U$ pela técnica de FMR são de aproximadamente 5 e 4 Oe, respectivamente. . . . .	94
6.3	Valores dos campos de $H_c$ e $H_{eb}$ na interface NiFe/FeMn obtidos através dos ajustes teóricos das curvas de histerese e variação angular do campo de ressonância no plano do filme das tricamadas NiFe( $t_{FM}$ )/FeMn(50 nm)/Co( $t_{FM}$ ). Não há campo de $H_{eb}$ na interface FeMn/Co. Os erros dos valores estimados dos campos pelas técnicas de VSM e FMR são de aproximadamente 2 e 5 Oe, respectivamente. . . . .	95
7.1	Campo de anisotropia uniaxial ( $H_U$ ), campo de interação de troca interfacial ( $H_E$ ) e campo de anisotropia rodável ( $H_{RA} = 2K_{RA}/t_{FM}M_{FM}$ ) das tricamadas NiFe( $t_{NiFe}$ )/FeMn(10 nm)/Co(5 nm), obtidos do ajuste teórico da variação angular do campo de ressonância ( $H_{res}$ ) no plano do filme, usando $M_{FM} = 780$ e $1.400 \text{ emu/cm}^3$ para as camadas de NiFe e Co, respectivamente, e $\omega/\gamma = 11.600 \text{ Oe}$ . Os erros dos valores estimados de $H_E$ e $H_U$ são de 5% e 4%, respectivamente. . . . .	105

7.2 Campo de anisotropia uniaxial ( $H_U$ ), campo de interação de troca interfacial ( $H_E$ ) e campo de anisotropia rodável ( $H_{RA} = 2K_{RA}/t_{FM}M_{FM}$ ) das tricamadas NiFe( $t_{NiFe}$ )/FeMn(50 nm)/Co(5 nm), obtidos do ajuste teórico da variação angular do campo de ressonância ( $H_{res}$ ) no plano do filme, usando  $M_{FM} = 780$  e  $1.400 \text{ emu/cm}^3$  para as camadas de NiFe e Co, respectivamente, e  $\omega/\gamma = 11.600 \text{ Oe}$ . Os erros dos valores estimados de  $H_E$  e  $H_U$  são de 5% e 4%, respectivamente. . . . . 106

7.3 Campo de anisotropia uniaxial ( $H_U$ ), campo de interação de troca interfacial ( $H_E$ ) e campo de anisotropia rodável ( $H_{RA} = 2K_{RA}/t_{FM}M_{FM}$ ) das tricamadas NiFe(5 nm)/FeMn( $t_{FeMn}$ )/Co(5 nm), obtidos do ajuste teórico da variação angular do campo de ressonância ( $H_{res}$ ) no plano do filme, usando  $M_{FM} = 780$  e  $1.400 \text{ emu/cm}^3$  para as camadas de NiFe e Co, respectivamente, e  $\omega/\gamma = 11.600 \text{ Oe}$ . Os erros dos valores estimados de  $H_E$  e  $H_U$  são de 5% e 4%, respectivamente. . . . . 107

7.4 Campo de anisotropia uniaxial ( $H_U$ ), campo de interação de troca interfacial ( $H_E$ ) e campo de anisotropia rodável ( $H_{RA} = 2K_{RA}/t_{FM}M_{FM}$ ) das tricamadas NiFe(5 nm)/FeMn(10 nm)/Co( $t_{Co}$ ), obtidos do ajuste teórico da variação angular do campo de ressonância ( $H_{res}$ ) no plano do filme, usando  $M_{FM} = 780$  e  $1.400 \text{ emu/cm}^3$  para as camadas de NiFe e Co, respectivamente, e  $\omega/\gamma = 3.497 \text{ Oe}$ . Os erros dos valores estimados de  $H_E$  e  $H_U$  são de 5% e 4%, respectivamente. . . . . 108

7.5 Campo de anisotropia uniaxial ( $H_U$ ), campo de interação de troca interfacial ( $H_E$ ) e campo de anisotropia rodável ( $H_{RA} = 2K_{RA}/t_{FM}M_{FM}$ ) das tricamadas NiFe( $t_{FM}$ )/FeMn(50 nm)/Co( $t_{FM}$ ), obtidos do ajuste teórico da variação angular do campo de ressonância ( $H_{res}$ ) no plano do filme, usando  $M_{FM} = 780$  e  $1.400 \text{ emu/cm}^3$  para as camadas de NiFe e Co, respectivamente, e  $\omega/\gamma = 11.600 \text{ Oe}$ .  $H_E$  é nulo para a camada de Co. Os erros dos valores estimados de  $H_E$  e  $H_U$  são de 5% e 4%, respectivamente. 113

7.6 Valores do ângulo  $\eta$  com o eixo fácil da camada FM e do ângulo  $\beta$  entre o eixo fácil da camada FM e AF, determinados por um ajuste teórico da variação angular do campo de ressonância no plano do filme para as tricamadas NiFe( $t_{FM}$ )/FeMn(50 nm)/Co( $t_{FM}$ ). Com  $\eta = 0$  e  $\beta = 0$  para as interfaces NiFe/FeMn e FeMn/Co, respectivamente. . . . . 114

# Introdução

Nas últimas décadas, o fenômeno de *exchange bias* (EB) [1, 2] tornou-se um dos assuntos de estudos mais importantes do magnetismo moderno. Apesar da intensa pesquisa realizada sobre o assunto, infelizmente ainda não foi encontrada uma teoria, aceita por toda a comunidade científica, que explique todas as questões básicas quanto aos mecanismos responsáveis pela manifestação deste fenômeno. Mas mesmo que este conhecimento ainda esteja incompleto, sistemas com EB continuam a atrair significativa atenção devido à sua física fascinante e também devido a suas aplicações em mídias de gravações magnéticas e dispositivos magnetoeletrônicos, tais como: sensores, estabilizadores de domínios em cabeçotes de leitura, memórias magnetoresistivas, entre outros. Diversas são as manifestações do fenômeno de EB, sendo as mais bem conhecidas o deslocamento em campo do ciclo de histerese magnética e o aumento da coercividade [3]. Este efeito surge do acoplamento de troca magnético entre um material ferromagnético (FM) e spins interfaciais não-compensados de um material antiferromagnético (AF). As influências das configurações magnéticas, rugosidades ou presença de defeitos na interface FM/AF ainda estão longe de ser bem compreendidas [4].

Com o objetivo de contribuir para um maior e melhor entendimento sobre o fenômeno de EB, este trabalho visa estudar a influência da espessura das camadas FM e AF sobre o campo de *exchange bias* nas interfaces FM/AF e AF/FM das tricamadas assimétricas NiFe/FeMn/Co. Visa também investigar a existência de acoplamento magnético entre as camadas magnéticas destas amostras.

Os filmes investigados foram preparados no Laboratório de Magnetron *Sputtering* do Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas (CBPF), onde foram crescidas amostras com diferentes espessuras das camadas ferromagnética e antiferromagnética. Estas amostras foram

separadas em cinco grupos distintos, denominados famílias A, B, C, D e E. As análises estruturais foram realizadas no Laboratório de Raios-X do CBPF e as magnéticas foram feitas utilizando as técnicas de: Magnetometria de Amostra Vibrante (VSM), também no CBPF; Dispositivo Supercondutor de Interferência Quântica (SQUID), no Instituto de Física de Matéria Condensada da Universidade de Braunschweig, na Alemanha, e Ressonância Ferromagnética (FMR) no Instituto de Física da Universidade Federal de Goiás (UFG). As medidas de magnetometria e FMR fornecem valores do campo de *exchange bias* nas interfaces FM/AF e AF/FM das amostras. As medidas de FMR também fornecem informações sobre a anisotropia e fases magnéticas presentes nas amostras.

Nos três primeiros capítulos serão feitas algumas considerações sobre filmes finos magnéticos, a importância de se estudar as tricamadas magnéticas e o porquê da escolha específica das tricamadas de NiFe/FeMn/Co. Será feita também uma revisão teórica do fenômeno de *exchange bias*, discutindo-se os mais relevantes tipos de anisotropia magnética e modelos teóricos propostos para sua explicação, relacionados ao entendimento dos resultados apresentados neste trabalho de doutorado.

No quarto capítulo serão abordados os aspectos experimentais deste trabalho, os equipamentos e técnicas utilizados, as medidas realizadas e os parâmetros magnéticos obtidos dos experimentos. Serão apresentadas também as descrições teóricas e experimentais tanto para a produção quanto para a caracterização estrutural e magnética dos filmes finos investigados.

O quinto e sexto capítulos serão apresentados os resultados experimentais e suas respectivas análises. Será discutida também a influência da camada antiferromagnética nos diferentes tipos de famílias de amostras investigadas.

No sétimo capítulo os resultados experimentais obtidos serão confrontados com os resultados teóricos obtidos através de simulações embasadas, fundamentadas e utilizadas na literatura.

Por último, apresentaremos as principais conclusões deste trabalho e as recomendações para novas e adicionais investigações sobre o fenômeno de *exchange bias* em tricamadas magnéticas.

# Capítulo 1

## Filmes Magnéticos

Este capítulo apresenta algumas considerações sobre as propriedades de filmes finos magnéticos, em particular sobre tricamadas magnéticas, justificando as razões para a realização deste trabalho.

### 1.1 Filmes finos magnéticos

Nas três últimas décadas, com o desenvolvimento dos sistemas de ultra-alto-vácuo (UAV) foi possível crescer e depositar materiais em substratos metálicos, amorfos, isolantes ou semicondutores, com espessuras da ordem de angstroms [5] em uma forma praticamente bidimensional, denominada de filme fino. A capacidade de sintetizar e controlar o crescimento de tais estruturas tem acompanhado os avanços em tecnologia de materiais e o desenvolvimento de várias técnicas sofisticadas de deposição e caracterização de filmes finos. As principais técnicas para deposição de filmes finos fazem uso de evaporação e *sputtering* em um ambiente de UAV, permitindo controlar o crescimento de camadas individuais de materiais em escala atômica. As interfaces entre as camadas podem ser ligeiramente planas ou rugosas na escala atômica. O controle da pressão residual da câmara de deposição é um dos principais problemas que ocorre durante o crescimento dos filmes finos; além disso, a razão superfície/volume destes filmes torna-os altamente suscetíveis a oxidação, contaminação e rugosidade ocasionados pela pressão residual da câmara. Estas variáveis afetam a qualidade e a estrutura cristalina dos filmes produzidos. Atualmente, são utilizadas atmosferas com pressões da ordem de  $10^{-11}$  Torr ( $1.33 \times 10^{-9}$  Pascal) nos

sistemas de produção que utilizam a evaporação térmica dos materiais em UAV, como no MBE (fluxo molecular epitaxial) e atmosferas rarefeitas (de 10 a  $3 \times 10^{-3}$  Torr) de gases inertes (Argônio), com pureza da ordem de 99,999%, nos sistemas de pulverização catódica ou *sputtering*. As multicamadas são, geralmente, depositadas lentamente sobre um simples substrato (de silício, por exemplo) e crescem a taxas típicas de 0,05 a 1 nm/s [6].

Os fenômenos relacionados ao magnetismo de filmes finos nanoestruturados em camadas (estrutura modulada) de materiais magnéticos separados por um material antiferromagnético são o principal fator gerador dos objetivos e desenvolvimentos deste trabalho; em vista disto, apenas alguns aspectos físicos mais relevantes para o entendimento destes objetivos serão abordados.

## 1.2 Tricamadas magnéticas

Em sintonia com os avanços técnicos na produção de estruturas nanométricas, os estudos sobre propriedades e aplicações de filmes finos e multicamadas magnéticas cresceram significativamente ao longo dos últimos 20-30 anos [6]. As multicamadas podem exibir propriedades físicas, eletrônicas e magnéticas bem diferentes daquelas que caracterizam o material na sua forma volumétrica (*bulk*). Neste contexto, a capacidade de sintetizar novas estruturas magnéticas, filmes finos e multicamadas, com dimensões nanométricas, tem levado ao descobrimento sucessivo de vários fenômenos em nanomagnetismo, tais como magnetorresistência gigante, *exchange bias* e ondas de *spin*, com amplas possibilidades de utilização na área de magneto-eletrônica [7].

Os sistemas de multicamadas magnéticas consistem, em geral, de uma estrutura de filmes empilhados segundo a Figura 1.1. Este sistema de multicamadas refere-se às tricamadas magnéticas de NiFe/FeMn/Co utilizadas neste trabalho de doutorado. O sistema indicado baseia-se na nomenclatura de Falicov [5], ou seja, um substrato de material S (com espessura  $s$ ) seguido por uma camada de um material B (com espessura  $b$ ), chamada camada amortecedora (*buffer layer*), quando esta isola ou separa o material do substrato do resto da tricamada, ou camada presa (*pinning layer*), quando se acopla magneticamente à próxima camada, prendendo a polarização dos seus spins. As próximas camadas subsequentes apresentam a estrutura de um "sanduíche" composto por um material anti-

ferromagnético Y (com espessura  $y$ ) e dois materiais ferromagnéticos X (com espessura  $x_1$  e  $x_2$ , respectivamente). A cobertura deste empilhamento é feita por uma camada C (com espessura  $c$ ) de um material que irá isolar a multicamada da oxidação pelo ar atmosférico ou, dependendo da necessidade irá servir para acentuar as propriedades desejadas das multicamadas situadas abaixo. Esta última camada é chamada de camada protetora (*cap layer*).

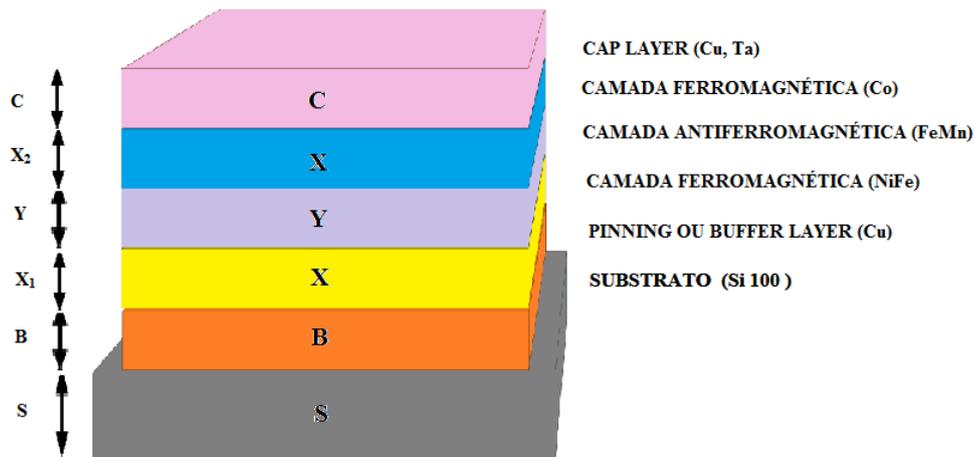


Figura 1.1: Esquema da tricamada FM/AF/FM estudada indicada por uma nomenclatura baseada em Falicov [5].

No intuito de comparar e agregar informações sobre os resultados já encontrados na literatura referentes à bicamadas de NiFe/FeMn e tricamadas NiFe/FeMn/NiFe, as tricamadas NiFe/FeMn/Co foram escolhidas. Entretanto, algumas questões básicas quanto aos mecanismos responsáveis pela manifestação do fenômeno de *exchange bias* ainda não estão suficientemente compreendidas, continuando a atrair significativa atenção devido à sua física fascinante e também devido a várias questões controversas na literatura referente aos acoplamentos entre materiais ferromagnéticos (FM) e antiferromagnéticos (AF). Entre estas controvérsias está o fato de que diferentes técnicas de medidas podem render valores distintos para o campo de *exchange bias* [8, 9].

Outra questão interessante e controversa refere-se ao comportamento do fenômeno *exchange bias* em tricamadas FM/AF/FM. Nestas estruturas, há evidência de que esta interação se propaga entre as duas interfaces FM/AF e AF/FM, sendo esta propagação mediada pelo ordenamento magnético do AF [10]. Entretanto, estudos recentes de trica-

camadas magnéticas com *exchange bias* apresentaram diferentes resultados que dependem de características do material e de processos de tratamento térmicos realizados. Yang e Chien [11] estudando tricamadas NiFe/FeMn/Co, observaram que as duas interfaces com *exchange bias* estão acopladas por uma estrutura espiral de spin através da camada de FeMn. Por outro lado, Leung e Blamire [12] sugeriram que tal estrutura de *spins* em espiral resulta do tratamento térmico, não sendo, portanto, uma característica universal do fenômeno. Blamire e colaboradores [13] reportaram que nenhuma propagação do ordenamento dos *spins*, no AF, foi observada entre as interfaces em estruturas Co/FeMn/CuNi, crescidas na presença de campo magnético de 200 Oe. J. Nogués e Ivan K. Shuller reportaram que o campo de *exchange bias* depende fortemente da estrutura de spins na interface e que sua orientação contribui para a magnitude deste campo [4].

Alguns resultados conhecidos na literatura também influenciaram na escolha das amostras, tais como:

- Em bicamadas AF/FM, o  $H_{eb}$  é causado pela interação de troca entre os momentos magnéticos atômicos FM e AF na interface, isto é significativo para revelar o comportamento físico do fenômeno. Devido a sua natureza interfacial, o  $H_{eb}$  é esperado ser proporcional ao inverso da espessura da camada FM ( $1/t_{FM}$ ) e  $H_c$  deve-se tornar menor para grandes espessuras da camada FM mantendo a espessura da camada AF fixa. Em contraste, o EB depende da espessura da camada AF de maneira mais complexa. Sendo o EB geralmente estabilizado a uma temperatura abaixo da temperatura de Néel da camada AF. Isto é fortemente relacionado ao grau de ordenamento dos spins da camada AF e da temperatura [4]. Como a energia de acoplamento de troca interfacial é fortemente dependente da estrutura de spins das camadas FM e AF na interface, sendo ela compensada ou não, o EB depende da orientação cristalina das camadas constituintes. Além disso, as bicamadas  $Ni_{81}Fe_{19}/Fe_{50}Mn_{50}$  apresentam valores elevados de campo de *exchange bias* ( $\vec{H}_{eb}$ ) e baixos de coercividade ( $\vec{H}_c$ ), podendo ser utilizadas como sensores magnéticos [14];
- A magnitude do  $\vec{H}_{eb}$ , no sistema de bicamadas NiFe/FeMn, depende de vários fatores, tais como: as espessuras da camada FM e da camada AF, a configuração interfacial dos spins, a rugosidade, a textura, o tamanho de grão, entre outros. Por exemplo, foi reportado na literatura que a camada semente (*buffer layer*) influencia o grau de cristalinidade dos filmes, e conseqüentemente modifica o valor de  $\vec{H}_{eb}$

[15, 16, 17]. Além disto, a influência destes fatores no valor do  $\vec{H}_{eb}$  pode depender fortemente dos métodos de preparação, como demonstrado por Liu e colaboradores [18] em um sistema do tipo NiFe/FeMn;

- Intensivos estudos tem sido dedicados a materiais magnetoresistivos para aplicações em sensores e cabeças de gravação magnética. Para esta proposta, tem sido utilizado materiais com baixa coercividade, magnetostricção próxima de zero e baixo ruído. A liga  $Ni_{81}Fe_{19}$ , também chamada permalloy, possuem estas características: alta permeabilidade magnética ( $10^5 \mu N/A^2$ ), baixa coercividade ( $\sim 1$  Oe), baixa anisotropia magnetocristalina (dependendo do método de preparação e pós-tratamentos térmicos), magnetostricção próxima de zero e uma magnetorresistência anisotrópica significativa (5%). É bem conhecido que as propriedades magnéticas destas ligas também são sensíveis aos métodos de deposição e afetadas quando em contato com outro material [19];
- A liga de  $Fe_{50}Mn_{50}$  é um dos materiais AF mais promissores. Apesar da sua pobre resistência a corrosão, ela possui grande  $H_{eb}$  quando essa liga está na forma de filme fino e baixo  $H_c$  da camada FM em contato com a liga. Entretanto, o acoplamento de troca ocorre quando a camada de FeMn é crescida numa determinada fase, a fase  $\gamma$ -cfc (cúbica de face centrada) em conformidade com a camada FM, por exemplo, a camada de NiFe [15, 16]. Muitos trabalhos tem se dedicado a estabilizar esta fase  $\gamma$  mudando a textura da camada FM ou utilizando uma camada *buffer* apropriada. Por outro lado, tem sido reportado que o  $H_c$  da camada FM está relacionada com a homogeneidade da orientação cristalográfica na interface FM/AF, sendo possível alterá-la também por feixe de íons;
- O Co tem configuração eletrônica e raio atômico similares ao Ni, Fe e Mn, podendo, assim, ser comparado com os resultados obtidos na literatura sobre tricamadas de NiFe/FeMn/NiFe. Por exemplo, Nascimento e colaboradores [20] estudando o  $H_{eb}$ , por experimentos de ressonância ferromagnética, nestas tricamadas observaram dois modos de ressonância, os quais foram atribuídos a não interação entre as camadas de NiFe. Quando há a substituição de uma das camadas de NiFe interessantes resultados também são encontrados. Leung e Blamire [21] estudaram o comportamento de  $H_{eb}$  em tricamadas NiFe/FeMn/Co depositadas na presença de campos

magnéticos com baixa intensidade e observaram que não foi induzido o  $H_{eb}$  na interface FeMn/Co, o que indica que o estado magnético randômico nesta interface é uma consequência de uma pequena intensidade do campo magnético aplicado durante o processo de deposição. Sendo assim, seria interessante estudar as mesmas tricamadas aplicando um campo magnético maior durante o processo de deposição e/ou aplicá-lo em diferentes orientações com respeito as camadas FM. Além de variar as espessuras das camadas FM e AF.

Um outro fator importante que motivou o estudo do fenômeno de *exchange bias* nas tricamadas assimétricas de NiFe/FeMn/Co se deve ao fato de existir poucos trabalhos utilizando a técnica de ressonância ferromagnética (apenas três), segundo a Web of Science no período entre março de 2005 e julho de 2013.

Para uma simplificação de notação, neste trabalho de tese, as ligas  $Ni_{81}Fe_{19}$  e  $Fe_{50}Mn_{50}$  são denominadas: NiFe e FeMn, respectivamente.

### 1.2.1 Acoplamento em tricamadas magnéticas

Nos filmes finos magnéticos, o comportamento das superfícies e interfaces que surgem das nanoestruturas moduladas desenvolve um forte papel nos novos fenômenos físicos e propriedades magnéticas que foram observados nas duas últimas décadas. Muitos destes trabalhos foram dedicados a investigação destas propriedades em bicamadas FM/AF como discutido anteriormente. Entretanto, vem crescendo o estudo do efeito de *exchange bias* em tricamadas FM/AF/FM. Vastos experimentos tem encontrado um acoplamento biquadrático entre as camadas FM. Contudo, o uso de sistemas epitaxiais em alguns estudos tem introduzido questões complexas devido ao surgimento de anisotropias magnetocristalinas. Mesmo em amostras policristalinas, não há uma variedade de trabalhos dedicados a preparação de amostras em diferentes condições de aplicações de campos magnéticos externos [12].

Apesar de inúmeros trabalhos com EB, há poucos deles utilizando tricamadas simétricas do tipo NiFe/FeMn/NiFe e, menos ainda, utilizando tricamadas assimétricas. Estas estruturas são importantes porque elas fornecem uma oportunidade única de estudar o efeito de *exchange bias* e suas dependências em relações as orientações cristalográficas e de spin em duas interfaces FM/AF e AF/FM simultaneamente. Sankaranarayanan e colaboradores

realizaram uma investigação sistemática do *exchange bias* em função das espessuras das três camadas magnéticas nesta estrutura. Estes autores observaram que o  $H_{eb}$  é maior na primeira interface (NiFe/FeMn) e que isto se deve a estrutura de spins interfaciais na camada AF induzida durante o processo de deposição da tricamada [22].

Neste contexto, Tafur e colaboradores, estudando as tricamadas NiFe/IrMn/Co, observaram através das medidas de magnetometria que o *exchange bias* nas interfaces NiFe/IrMn e IrMn/Co reduzem com o aumento da espessura do NiFe. Além disso, as medidas realizadas por ressonância ferromagnética, em duas frequências de excitações (banda X e Q), confirmaram esta redução. Segundo eles, este comportamento é devido ao acoplamento entre as camadas FM de NiFe e Co, sendo este acoplamento mediado por uma estrutura de spins espiralando na camada AF [23]. Pensando nisto, resolvemos estudar as tricamadas assimétricas NiFe/FeMn/Co. O estudo destas tricamadas assimétricas pode ajudar a desvendar algumas questões básicas que ainda permanecem obscuras, como, por exemplo, se há acoplamento nas interfaces AF/FM e/ou FM/AF e se ele é de curto ou longo alcance.

# Capítulo 2

## *Exchange Bias*

Este capítulo apresenta uma descrição do fenômeno de *exchange bias* e dos vários modelos teóricos propostos para sua explicação. Mostra também como o fenômeno de *exchange bias* pode ser investigado por medidas de magnetometria e ressonância ferromagnética.

### 2.1 O fenômeno

O fenômeno de *exchange bias* foi descoberto em 1956 por Meiklejohn e Bean [1] em partículas de Co revestidas acidentalmente por uma camada de CoO. O fenômeno também foi observado em sistemas contendo óxidos, tais como: Ni/NiO, Fe/FeO, outras camadas antiferromagnéticas FeMn, FeF<sub>2</sub>, MnFe e ferrimagnéticas FeNi/Td/Co, FeNi/DyCo, FeNi/TdFe, etc [4]. Sua manifestação mais conhecida consiste no deslocamento da curva de histerese ao longo do eixo do campo magnético (Figura 2.1) de um material FM quando em contato atômico com um material AF.

Devido ao acoplamento de troca entre os momentos magnéticos dos dois materiais, na interface FM/AF é induzida uma anisotropia unidirecional [4], também conhecido como *exchange bias*. Para filmes finos, a intensidade deste fenômeno pode estar vinculada à rugosidade da interface, às espessuras das camadas FM e AF [24], ao modo de deposição [25], à energia de anisotropia [26], ao tratamento térmico e a outros fatores como, por exemplo, à cristalinidade [4]. Além disso, o aumento de *exchange bias* tem sido correlacionado à influência da camada separadora nos momentos magnéticos da multicamada [27].

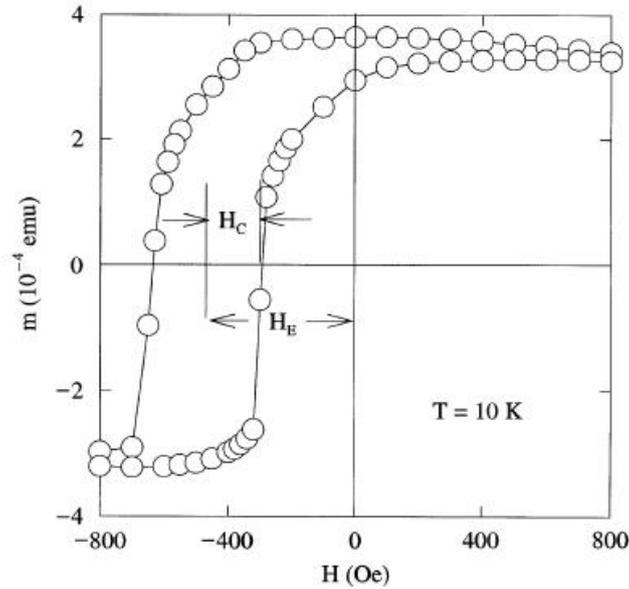


Figura 2.1: Curva de histerese de uma bicamada FeF<sub>2</sub>/Fe. Ciclo de histerese de uma bicamada FeF<sub>2</sub>/Fe após o procedimento de resfriamento a 10 K na presença de campo. O campo de exchange bias e o campo coercivo são representados na figura por  $H_E$  e  $H_C$ , respectivamente [4].

Apesar do fenômeno de *exchange bias* ter sido observado e estudado em vários sistemas e mesmo havendo enorme conhecimento sobre as propriedades dos materiais investigados, os mecanismos responsáveis pela sua origem ainda não estão suficientemente esclarecidos. Essa falta de compreensão gera muitas controvérsias na literatura, entre elas, a questão da influência da espessura da camada FM em tricamadas do tipo FM/AF/FM com *exchange bias*. Há evidência de que esta interação se propaga entre as duas interfaces FM/AF e AF/FM, sendo esta propagação mediada pelo ordenamento magnético do AF [10]. Entretanto, estudos recentes de tricamadas magnéticas com *exchange bias* apresentaram diferentes resultados que dependem de características do material e de processos de tratamento térmicos realizados [13].

## 2.2 Modelos teóricos

Vários modelos teóricos buscando uma maior compreensão do fenômeno de *exchange bias* foram desenvolvidos. O fenômeno ainda não é completamente compreendido [1, 28, 29], mas geralmente é considerado como um fenômeno de interface. Assim, praticamente todos os trabalhos teóricos, de alguma maneira, lidam com a estrutura de spins na interface FM/AF. Entretanto, não é fácil enfrentar este problema tanto de forma teórica quanto experimental, levando em conta que a configuração de spins AF na interface não é, necessariamente, idêntica ao ordenamento magnético do material bulk [30] por causa de defeitos, tais como: rugosidade, deslocamentos estruturais, tensão e não-homogeneidades químicas inerentes às interfaces. Portanto, na interface do material AF, os átomos podem relaxar ou reconstruir e, assim, domínios AF podem ser formados, ou os spins podem se reorientar para compensar as mudanças estruturais locais. Outro fator importante é a anisotropia do material AF [28]. A configuração de spins AF pode, também, ser afetada por tratamento térmico. Além disso, a estrutura de spins na interface pode mudar durante a realização de um experimento devido a flutuações térmicas [29, 31]. Finalmente, a dificuldade em determinar a real estrutura de spins na interface certamente dificulta também a compreensão do fenômeno de *exchange bias* [1, 28].

### 2.2.1 Modelo intuitivo

Este modelo simples descreve o fenômeno de *exchange bias* em termos de alinhamento paralelo dos spins. Assume-se inicialmente uma bicamada FM/AF obtida, por exemplo, via *Sputtering* sem a presença de um campo magnético direcional. A ser submetida à um campo magnético  $H$  após a deposição a uma temperatura menor que a temperatura de Curie <sup>1</sup> ( $T_C$ ) e acima da temperatura de Néel <sup>2</sup> ( $T_N$ ) [ $T_N < T < T_C$ ] do material, os spins da camada FM ficarão alinhados com o campo, enquanto que os spins da camada AF permanecerão de forma aleatória. Ao se resfriar a amostra, na presença de campo magnético, até  $T < T_N$ , os spins da camada AF ficarão alinhados. Os spins subsequentes abaixo irão se alinhar, obedecendo o ordenamento AF, em relação a primeira camada

---

<sup>1</sup>Temperatura acima da qual desaparece o ordenamento ferromagnético do material, passando o mesmo a se comportar como material paramagnético. O efeito é reversível com a redução da temperatura.

<sup>2</sup>Temperatura acima da qual desaparece o ordenamento antiferromagnético do material, passando o mesmo a se comportar como material paramagnético. É uma propriedade específica de cada material.

(Figura 2.2 (a)). A baixa  $T$ , quando o campo magnético aplicado for revertido, os spins começarão a rotacionar. Entretanto, se o material AF possuir uma anisotropia alta, esses spins preserverão suas estruturas, fazendo com que somente os spins do material FM invertam suas magnetizações (Figura 2.2 (b)).

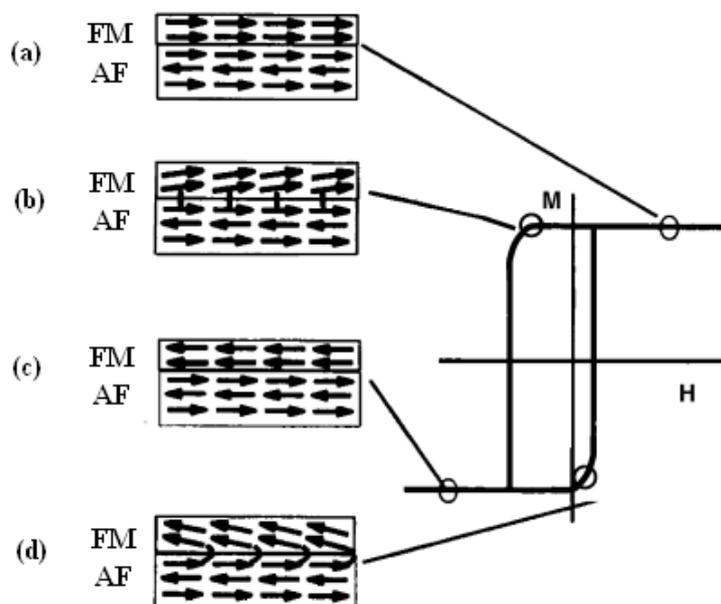


Figura 2.2: Diagrama esquemático da configuração de spins correlacionado ao ciclo de histerese de uma bicamada FM/AF [4].

Devido ao alinhamento das últimas camadas AF, os spins do material FM tenderão a alinhar-se com estas para uma configuração de mínima energia. Este fenômeno tem como resultado a criação de um torque sobre os spins FM e que confirma a existência de uma anisotropia unidirecional. Para superar o torque, um campo maior torna-se necessário para reverter a magnetização da camada FM em contato com a camada AF (Figura 2.2 (c)). Por outro lado, para reverter os spins da camada FM de volta ao alinhamento de sua orientação original será exigido um campo menor, pois a interação será favorável à inversão (Figura 2.2 (d)). Este comportamento supõe um campo adicional criado na amostra, o que resulta no deslocamento da sua curva de histerese ao longo do eixo do campo aplicado.

Este modelo intuitivo apresenta apenas uma descrição qualitativa do fenômeno de *exchange bias* e despreza vários aspectos importantes, tais como: a influência da espes-

sura da camada FM, a rugosidade interfacial, a distribuição dos tamanhos dos grãos magnéticos, configuração de spins na camada AF, entre outros.

Outro aspecto relevante é o conceito de interfaces compensadas e não-compensadas (Figura 2.3). Volumetricamente a camada AF na interface FM/AF é dita compensada quando ela possui uma estrutura de spins que gera uma magnetização total nula, sendo os efeitos de superfícies desprezados. No entanto, para uma estrutura interfacial colinear, com spins numa mesma interface, alinhados paralelamente, consideramos que a interface AF é não-compensada (Figura 2.3). Para os spins com alinhamentos antiparalelos numa mesma interface, consideramos que a interface AF é compensada (Figura 2.3). Conhecendo a energia de acoplamento entre as camadas magnéticas (Equação 2.1) podemos obter o tipo de acoplamento nas interfaces. Se o acoplamento através da interface for ferromagnético, a constante de interação de troca da Equação 2.2 a seguir é positiva  $J_{FM/AF} > 0$  e se o acoplamento através da interface for antiferromagnético, a constante de interação de troca é negativa  $J_{FM/AF} < 0$  [28].

$$E = -J \frac{\vec{M}_1 \cdot \vec{M}_2}{M_1 M_2} = -J \frac{M_1 M_2 \cos \theta}{M_1 M_2} = -J \cos \theta; \quad (2.1)$$

onde  $\theta$  é o ângulo entre as magnetizações  $\vec{M}_1$  e  $\vec{M}_2$  das camadas 1 e 2, respectivamente.

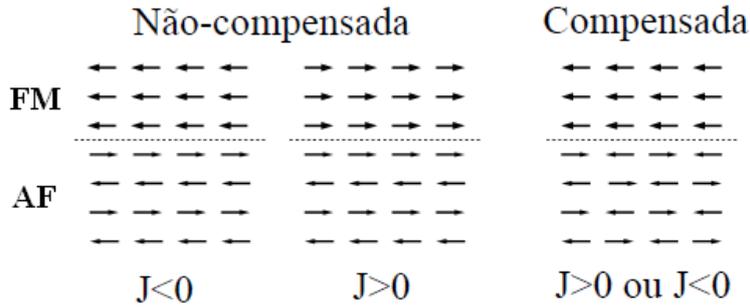


Figura 2.3: Diagrama esquemático das configurações interfaciais colineares de spin compensadas e não-compensadas em bicamadas FM/AF [28].

Outras configurações de spins FM e AF interfaciais são, evidentemente, possíveis, tais como, configurações não colineares de spins (Figura 2.4), formação de uma estrutura de spins em forma de espiral na camada AF, e formação de paredes de domínios,

entre outras. Assim, ao considerar outras possibilidades de configurações de spins interfaciais, arranjos de spins em camadas e outros importantes parâmetros envolvidos para uma compreensão clara do fenômeno de *exchange bias*, modelos mais sofisticados devem necessariamente ser desenvolvidos.

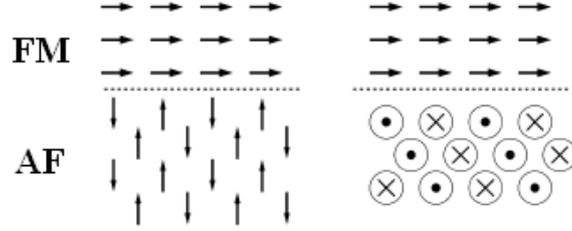


Figura 2.4: Diagrama esquemático apresentando dois exemplos de configurações não-colineares (ângulo de  $90^\circ$ ) de spins em bicamadas FM/AF [28].

## 2.2.2 Modelo de Meiklejohn e Bean

O primeiro modelo para descrever o fenômeno de *exchange bias* foi proposto por Meiklejohn e Bean (Figura 2.2) [1, 2]. Eles supuseram uma rotação coerente para as magnetizações das camadas FM e AF e definiram a energia por unidade de área interfacial ( $E$ ) como sendo:

$$E = -HM_{FM}t_{FM} \cos(\theta - \beta) + K_{FM}t_{FM} \sin^2(\beta) + K_{AF}t_{AF} \sin^2(\alpha) - J_{FM/AF} \cos(\beta - \alpha); \quad (2.2)$$

onde  $H$  é o campo magnético aplicado,  $M_{FM}$  é a magnetização de saturação do FM,  $t_{FM}$  e  $t_{AF}$  são as espessuras das camadas FM e a sub-camada não compensada AF, respectivamente,  $K_{FM}$  e  $K_{AF}$  são as anisotropias volumétricas do FM e do AF,  $J_{FM/AF}$  é a constante de troca interfacial,  $\alpha$  é o ângulo entre  $\vec{M}_{AF}$  e  $K_{AF}$ ,  $\beta$  é o ângulo entre  $\vec{M}_{FM}$  e  $K_{FM}$  e  $\theta$  é o ângulo entre  $\vec{H}$  e  $K_{FM}$ .

Considerando:

$$K_{FM}t_{FM} \ll K_{AF}t_{AF}; \quad (2.3)$$

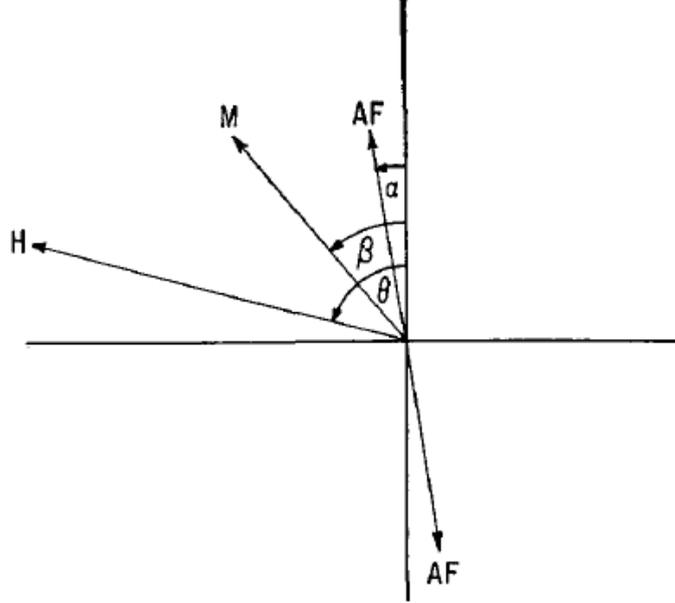


Figura 2.5: Diagrama vetorial utilizado para calcular o campo de *exchange bias* [2].

e minimizando a energia com respeito aos ângulos  $\alpha$  e  $\beta$ , o campo de *exchange bias* ( $H_{eb}$ ) pode ser escrito como:

$$H_{eb} = \frac{J_{FM/AF}}{a^2 M_{FM} t_{FM}}. \quad (2.4)$$

A condição 2.3 deve ser atendida para que ocorra o efeito do campo de *exchange bias* [1], caso contrário os spins do AF girariam junto com os do FM. Assumindo que:

$$J_{FM} \geq J_{FM/AF} \geq J_{AF}; \quad (2.5)$$

o valor obtido para  $H_{eb}$  é algumas ordens de grandeza maior do que dos resultados experimentais usualmente encontrados na literatura [24]. Devido a esta discrepância, diferentes formas da equação de energia são usadas para modelar os ciclos de histerese das estruturas com *exchange bias*. Alguns destes modelos serão brevemente discutidos a seguir.

### 2.2.3 Modelo de Néel

O modelo formulado por Néel [28], dez anos após a descoberta do fenômeno de *exchange bias*, considera um material AF com anisotropia fraca e com estrutura interfacial de spins

não compensados que se acopla ferromagneticamente com a camada interfacial do FM. Desta forma, a magnetização  $\vec{m}_i$  da camada  $i$ , do AF ou do FM, é uniforme dentro da camada e paralela à interface. Considerando o parâmetro de rede  $a = 1$  como unidade de comprimento, a condição para  $\vec{m}_i$  estar em equilíbrio é:

$$JS^2[\sin \frac{1}{2}(\theta_{i+1} - \theta_i) + \sin \frac{1}{2}(\theta_{i-1} - \theta_i)] - 2K \sin \theta_i = 0; \quad (2.6)$$

onde  $\theta_i$  é o ângulo entre  $\vec{m}_i$  e o eixo de fácil magnetização, e  $J$  e  $K$  são os mesmos parâmetros definidos na Equação 2.2.

Na aproximação contínua, temos:

$$JS^2 \frac{d^2\theta}{di^2} - 4K \sin \theta = 0. \quad (2.7)$$

Resolvendo a equação para valores específicos de  $J$  e  $K$ , Néel foi capaz de obter um perfil da magnetização para as diversas camadas do FM ou do AF. Entretanto, a aproximação contínua desta equação requer uma espessura mínima dos materiais FM e AF para ser válida. Por exemplo, a espessura mínima no caso do Fe é de 100 nm. Assim, apesar do modelo de Néel ser bem relevante, sua aplicação é limitada pelas espessuras das camadas FM e/ou AF e, portanto, não se aplica à maioria dos sistemas utilizados hoje em dia.

## 2.2.4 Modelo de Malozemoff

Em 1987, Malozemoff [26, 32] propôs um modelo baseado em interfaces FM/AF com uma dada rugosidade, de forma que estruturas interfaciais de spins compensadas e não compensadas pudessem ser formadas (Figura 2.6). A idéia é fundamentada em uma interface rugosa gerando um campo magnético aleatório que age nos spins interfaciais, produzindo a anisotropia unidirecional, responsável pelo fenômeno de *exchange bias*.

A camada AF é formada por uma estrutura de multidomínios (com paredes de domínio perpendiculares ao plano do filme) de tamanho determinado pela competição das anisotropias de troca e uniaxial. O tamanho dos domínios ajusta a escala para calcular a média do campo magnético aleatório. Assim, a expressão desenvolvida por Malozemoff para o campo de *exchange bias* é:

$$H_{eb} = \frac{2z}{\pi^2 M_{FM} t_{FM}} \sqrt{\frac{J_{AF} K_{AF}}{a}}; \quad (2.8)$$

onde  $a$  é o parâmetro de rede, considerando uma rede cúbica simples; e  $z$  é um número de ordem unitária. Os demais termos possuem a mesma notação da Equação 2.2.

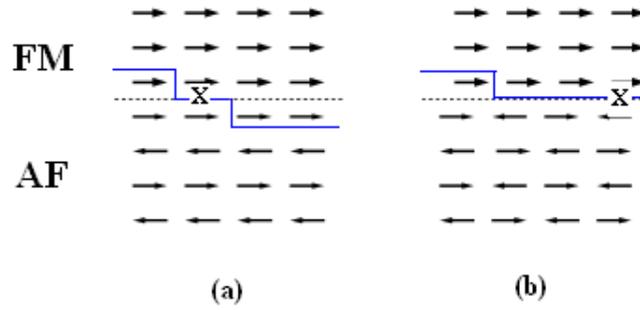


Figura 2.6: Esquema de possíveis configurações de spins na interface rugosa (simulada por degraus) de uma bicamada FM/AF com estruturas compensadas (a) e não compensadas (b). A linha azul marca o limite entre o material FM e AF. As interações magnéticas frustradas estão indicadas pela letra X [28].

Este modelo prevê um valor para  $H_{eb}$  compatível com resultados experimentais, mas depende fortemente de uma concentração de defeitos na interface, o que nem sempre é encontrado nos experimentos.

## 2.2.5 Modelo de Mauri

Logo após a proposta de Malozemoff, Mauri e colaboradores [33] sugeriram um modelo alternativo (Figura 2.7) que considerava: 1) um filme FM ultrafino sobre um substrato AF infinitamente espesso com anisotropia uniaxial na direção  $z$ ; 2) uma interface FM/AF de espessura  $\varepsilon$  perfeitamente lisa onde os spins do substrato AF e da camada FM se acoplam ferromagneticamente e 3) a espessura do FM, designada por  $t_{FM}$ , muito menor que a largura da parede de domínio da camada FM. Assim, pode-se assumir que os spins na camada FM estão todos na mesma direção, formando um ângulo  $\beta$  com o eixo  $z$ . Os spins interfaciais do substrato AF fazem um ângulo  $\alpha$  com o eixo  $z$ . Se  $\alpha \neq 0$ , uma parede de domínio se forma dentro do AF. De forma que, a energia total magnética desta interface é dada por [33]:

$$\delta = 2\sqrt{AK_{AF}}(1 - \cos \alpha) + \frac{A_{12}}{\varepsilon}[1 - \cos(\alpha - \beta)] + K_{FM}t_{FM} \cos^2 \beta + HM_{st_{FM}}(1 - \cos \beta); \quad (2.9)$$

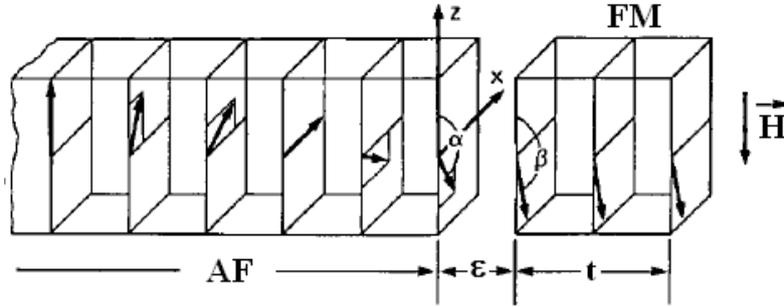


Figura 2.7: Esquema do modelo de Mauri e colaboradores, que apresenta um filme FM ultrafino sobre um substrato AF, mostrando uma única subrede do AF. O AF possui anisotropia uniaxial ao longo do eixo  $z$ , o campo magnético é aplicado na direção  $-z$  e o acoplamento de troca, através da interface com espessura  $\varepsilon$ , é positivo [33].

onde o primeiro termo é a energia de formação da parede de domínio dentro do AF,  $K_{AF}$  a constante de anisotropia magnetocristalina no AF e  $A = J_{AF}/a$ , onde  $a$  é o parâmetro de rede do AF e  $J_{AF}$  é a constante de troca dentro do AF. O segundo termo é a energia de troca, sendo  $A_{12}$  a constante de *stiffness* da interface. O terceiro termo é a energia anisotrópica no FM e o quarto termo é a energia magnetostática.

A energia em unidades de  $\sigma_W = 2\sqrt{AK_{AF}}$ , que é a energia por unidade de superfície de uma parede de domínios  $90^\circ$  no AF, quando o campo magnético é aplicado ao longo do eixo fácil, pode ser escrita a partir da equação 2.9 como:

$$\delta = -\cos\alpha - \lambda\cos(\alpha - \beta) + \mu\cos^2\beta - h\cos\beta. \quad (2.10)$$

Aqui, os termos constantes são desprezados. Sendo  $\lambda = J_E/\sigma_W$  e  $J_E = A_{12}/\varepsilon$  a constante de acoplamento interfacial normalizada,  $\mu = -(K_{FM}t_{FM})/\sigma_W$  com  $K_{FM}$  sendo a constante de anisotropia uniaxial positiva e  $h = (HM_{St_{FM}})/\sigma_W$  o campo magnético normalizado.

Minimizando a energia na Equação 2.10, Mauri e colaboradores encontraram uma expressão para o valor do  $H_{eb}$ :

$$H_{eb} = -\left(\frac{J_E}{M_{St_{FM}}}\right) \text{ para } \lambda \ll 1, \quad (2.11)$$

e

$$H_{eb} = -\left(\frac{\sigma_W}{M_{St_{FM}}}\right) \text{ para } \lambda \gg 1; \quad (2.12)$$

que fornece valores razoáveis de  $H_{eb}$ , já que um limite superior para a energia de troca é imposto pela formação da parede de domínio no AF. Uma das limitações deste modelo é que a energia anisotrópica  $K_{AF}$  deve ser bem pequena, caso contrário, torna-se energeticamente favorável à formação de paredes de domínios no FM.

## 2.2.6 Modelo de Koon

Este modelo surgiu para explicar o efeito de EB em filmes finos com interfaces FM/AF compensadas, utilizando um cálculo micromagnético [34]. O principal resultado está baseado no modelo de Heisenberg, no qual o estado fundamental é aquele que descreve um acoplamento perpendicular entre os momentos da camada FM e o eixo de fácil magnetização da camada AF (Figura 2.8). Além disto, Koon também mostrou que os momentos magnéticos na interface da camada AF exibem *canting* (rotação no plano), um efeito da

minimização de energia. Em outras palavras, pode-se dizer que os spins interfaciais da camada AF giram no plano, formando uma parede de domínio, de forma que os spins extra-interfaciais da camada AF se acoplam perpendicularmente ao campo aplicado durante o resfriamento com campo.

Apesar de descrever bem a estrutura micromagnética interfacial, este modelo não consegue explicar a ocorrência do fenômeno de *exchange bias*, já que a existência de uma interface AF rotacionada não é suficiente para gerar este campo, ou seja, produzir uma anisotropia unidirecional.

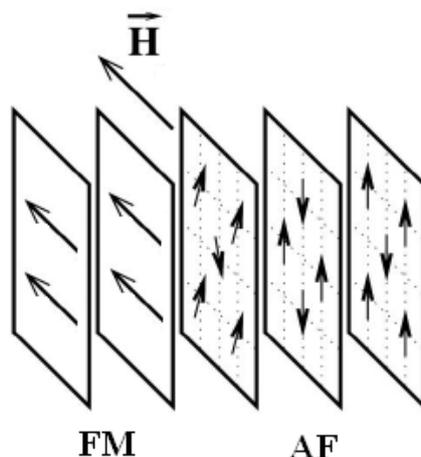


Figura 2.8: Ilustração da configuração de spins nas camadas FM e AF; os spins interfaciais do AF apresentam *canting* [28].

Durante os últimos anos, outros modelos foram desenvolvidos, no entanto, a maioria deles é um aperfeiçoamento ou uma combinação dos modelos aqui descritos [28].

Todos os modelos, aqui descritos, falham quanto à previsão exata dos dados experimentais e possuem limitações. Porém, o modelo que melhor descreve os resultados apresentados nesta tese é o modelo de Mauri e colaboradores [33], mesmo com a limitação de só se aplicar a estruturas com interfaces perfeitas e não-compensadas, e de não levar em consideração a influência de efeitos interfaciais, tais como a rugosidade e a presença de defeitos na rede cristalina.

## 2.3 *Exchange bias* por magnetometria

Como foi dito anteriormente, o fenômeno de *exchange bias* é um efeito de anisotropia unidirecional criada na interface FM/AF. Ele se manifesta através do deslocamento da curva de histerese em relação ao valor zero do eixo de campo magnético. Estas curvas podem ser obtidas por diversas técnicas, dentre elas por VSM <sup>3</sup> e SQUID <sup>4</sup>.

Estas duas técnicas, VSM e SQUID, foram às técnicas escolhidas para o desenvolvimento deste trabalho por muitos motivos, dentre eles a versatilidade, a facilidade de operação e a ótima sensibilidade (sinais com amplitude da ordem de  $10^{-5}$  emu).

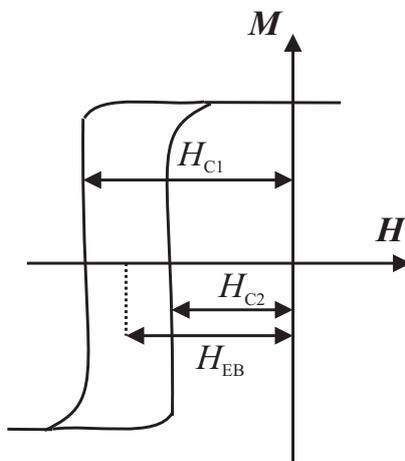


Figura 2.9: Curva de magnetização demonstrativa. O campo de *exchange bias* e o campo coercivo são representados na figura por  $H_{eb}$  e  $H_c$ , respectivamente.

Através das curvas de histerese obtidas nas medidas de magnetização pelas técnicas mencionadas acima é possível deduzir, para cada amostra, os valores do campo de *exchange bias*  $H_{eb}$  e do campo coercitivo  $H_c$  conforme equações abaixo:

$$H_{eb} = \frac{H_{c1} + H_{c2}}{2}; \quad (2.13)$$

$$H_c = \frac{|H_{c1} - H_{c2}|}{2}; \quad (2.14)$$

<sup>3</sup> *Vibrating Sample Magnetometer*

<sup>4</sup> *Superconducting Quantum Interference Device*

onde  $H_{c1}$  e  $H_{c2}$  são os campos coercitivos do lado esquerdo e do lado direito da curva de histerese, respectivamente, definidos na Figura 2.9. Entretanto, para curvas de histerese assimétricas em relação ao eixo de magnetização,  $H_{eb}$  e  $H_c$  devem ser determinados a partir de dois valores de campos, no qual a magnetização é nula. Uma forma geral para determiná-los leva em consideração os valores obtidos pelo campo de *switching* para ambos os lados, sendo este obtido a partir do procedimento de minimização de energia [35, 36].

$$H_{eb} = - \left( \frac{H_{Sw1} + H_{Sw2}}{2} \right); \quad (2.15)$$

$$H_c = \frac{H_{Sw1} - H_{Sw2}}{2}; \quad (2.16)$$

onde  $H_{Sw1}$  e  $H_{Sw2}$  são os campos de *switching*, definidos pelos pontos de inflexão descendente e ascendente da curva de histerese respectivamente (Figura 2.10).

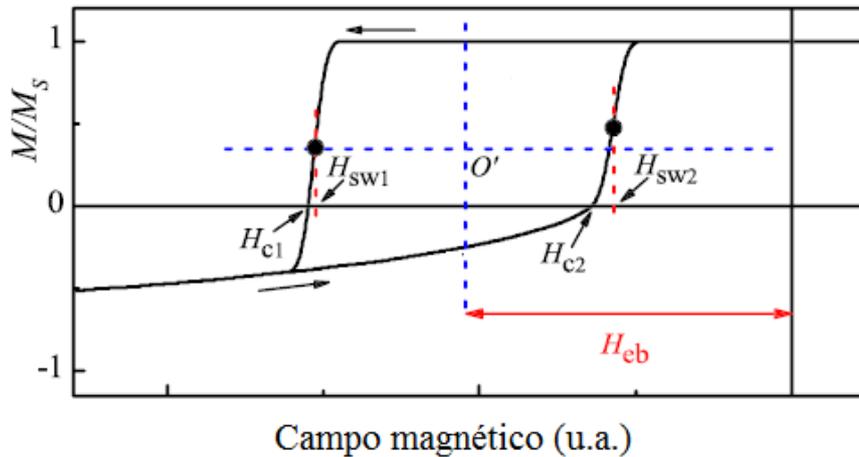


Figura 2.10: Esquema representando os parâmetros utilizados na caracterização dos sistemas de *exchange bias*. As setas indicam o sentido crescente e/ou decrescente do campo magnético [37].

## 2.4 *Exchange bias* por FMR

Em experimentos de FMR de tricamadas magnéticas com *exchange bias*, com o campo magnético estático aplicado no plano da amostra, paralelo, portanto, à interface FM/AF,

o campo magnético de ressonância efetivo atuando sobre os spins da camada FM pode ser representado por:

$$H_{res}(\phi) = H_U - H_{eb} \cos \phi; \quad (2.17)$$

sendo  $\phi$  o ângulo entre o campo magnético estático aplicado e o eixo de anisotropia unidirecional e  $H_U$  (Equação 2.18) o campo de absorção do modo uniforme de ressonância [38];

$$H_U = [(\omega/\gamma)^2 + (2\pi M_S)^2]^{1/2} - (2\pi M_S). \quad (2.18)$$

onde  $\omega$  é a frequência angular,  $\gamma$  é o fator giromagnético e  $M_S$  é a magnetização de saturação.

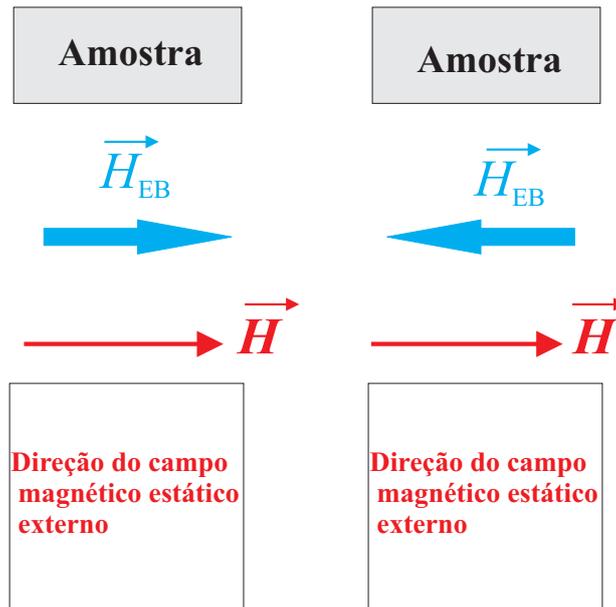


Figura 2.11: Orientação da amostra com o campo de *exchange bias*  $\vec{H}_{eb}$  paralelo e anti-paralelo ao campo estático  $\vec{H}$ .

Nos experimentos de variação angular do campo de ressonância no plano de amostras com *exchange bias*, a orientação da amostra em relação ao campo aplicado varia da configuração com o campo de *exchange bias* paralela e anti-paralela ao campo estático

aplicado (Figura 2.11). O campo efetivo atuando sobre o sistema de spins é dado, então, por:

$$H_{ef} = H_{res}(0) + H_{eb}; \quad (2.19)$$

para a configuração paralela, e por:

$$H_{ef} = H_{res}(\pi) - H_{eb}; \quad (2.20)$$

para a configuração anti-paralela. O campo efetivo que satisfaz a condição de ressonância determinada pela frequência (constante) de micro-ondas é sempre constante, qualquer que seja a orientação da amostra em relação ao campo aplicado.

Portanto,

$$H_{res}(0) + H_{eb} = H_{res}(\pi) - H_{eb}. \quad (2.21)$$

Desta forma, obtém-se o campo de *exchange bias*:

$$H_{eb} = \frac{H_{res}(\pi) - H_{res}(0)}{2}. \quad (2.22)$$

Assim, em experimentos de FMR, o estudo da variação angular do campo de ressonância paralelo ao plano da amostra fornece uma medida simples e direta do campo de *exchange bias*, como podemos ver na Figura 2.12. De acordo com esta variação angular do campo de ressonância, o campo de *exchange bias* na interface FeMn/Co é de 72 Oe. Entretanto, outras formas de anisotropia podem estar também presentes na estrutura FM/AF, implicando em contribuições adicionais para o campo magnético efetivo atuando sobre os spins da camada FM. Isto, evidentemente, complica a análise fenomenológica dos experimentos, mas pode contribuir para uma maior compreensão do fenômeno de *exchange bias*.

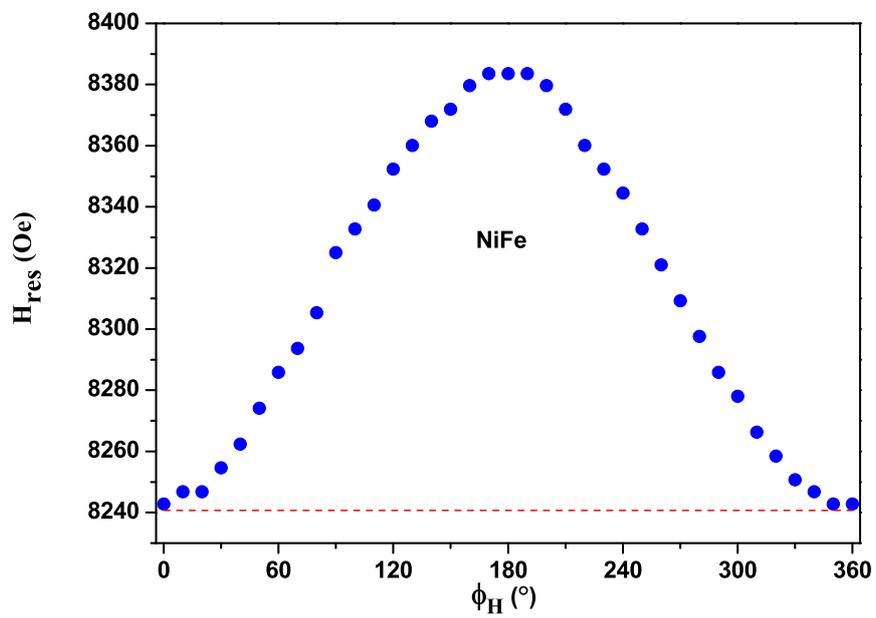


Figura 2.12: Variação angular do campo de ressonância do modo do Co para a tricamada NiFe (8 nm)/FeMn(10 nm)/Co(5 nm).

# Capítulo 3

## Anisotropias Magnéticas

Este capítulo apresenta o conhecimento básico sobre anisotropia magnética e sobre as formas de anisotropia que ocorrem nas tricamadas magnéticas investigadas.

Anisotropia magnética é o fenômeno que implica em orientação preferencial da magnetização espontânea ao longo de certas direções características de cada material ferromagnético. A existência de direções preferenciais faz com que a energia interna varie quando a magnetização, que é a soma dos momentos magnéticos por unidade de volume, aponta em direções diferentes. Ou seja, na ausência de campo externo a magnetização se orienta na direção do eixo fácil, minimizando a energia do sistema; isto implica que as propriedades magnéticas destes materiais dependem da direção em que são medidas. A anisotropia magnética pode estar relacionada com os eixos cristalográficos da amostra (anisotropia magnetocristalina), com a sua forma geométrica (anisotropia de forma), com tensões ou outros fatores que alteram propriedades da amostra (anisotropia magnetoelástica), ou ainda, por exemplo, induzida pela aplicação de um campo magnético durante a deposição do material [39, 40, 41].

No presente trabalho, serão discutidos brevemente somente os tipos de anisotropias mais relevantes para o entendimento dos resultados experimentais.

### 3.1 Anisotropia magnetocristalina

Em um material cristalino, os momentos magnéticos orbitais estão fortemente ligados à rede, de maneira que suas orientações estão bem definidas. Assim, quando um campo

magnético é aplicado ao longo de alguma orientação arbitrária no cristal, o forte acoplamento órbita-rede frequentemente impede as órbitas e os seus momentos magnéticos associados de rotacionarem em relação ao campo magnético aplicado. Enquanto que os spins eletrônicos estão livres para girarem com ele. Contudo, os momentos magnéticos orbitais atuam como se não sentissem o efeito deste campo (efeito *quenching*) [39]. Este acoplamento, em geral, distorce os orbitais dos átomos da rede, e estes assumem sua simetria. Existe, entretanto, um acoplamento entre momentos orbitais e de spin, e é esta interação que dá origem à anisotropia magnetocristalina. Na ausência de um campo magnético aplicado, esta interação manterá os spins orientados ao longo de uma determinada direção, minimizando a energia de acoplamento entre eles e os momentos magnéticos orbitais. Se aplicarmos o campo nesta mesma direção não será difícil orientar os spins, e rapidamente a magnetização de saturação será alcançada. Esta direção é conhecida como de fácil magnetização. Agora, se tentarmos aplicar o campo magnético em uma direção que não seja a fácil, a interação spin-órbita atuará contra a reorientação dos spins, e a saturação será alcançada apenas com a aplicação de campo bem mais intenso. Em determinado eixo esta oposição é máxima, o que resulta em uma direção difícil, ou dura, de magnetização.

Ao observarmos curvas de histerese,  $\vec{M} \times \vec{H}$ , de um material ferromagnético podemos notar que, para algumas amostras, o formato das curvas depende da direção em que elas são medidas, como podemos ver na Figura 3.1. Para o ferro, cuja estrutura é cúbica de corpo centrado, temos eixos fáceis ao longo das arestas do cubo, [100], e eixo difícil ao longo de sua diagonal, [111].

O níquel também apresenta estrutura cúbica, porém de face centrada. Ao contrário do ferro, as arestas do cubo são eixos duros e o eixo fácil se encontra na diagonal [111].

Ao submetermos um cristal à ação de um campo magnético, o campo terá que exercer trabalho para reorientar os spins, e retirá-los de sua posição de equilíbrio. Desta forma, o cristal armazena uma certa quantidade de energia, chamada de energia de anisotropia. Para o caso de um cristal cúbico, como Fe e Ni, podemos escrever esta energia, denotada por  $E_{cub}$ , em função da orientação da magnetização de saturação  $M_s$ , em relação a cada um dos eixos do cubo conforme a Equação 3.1:

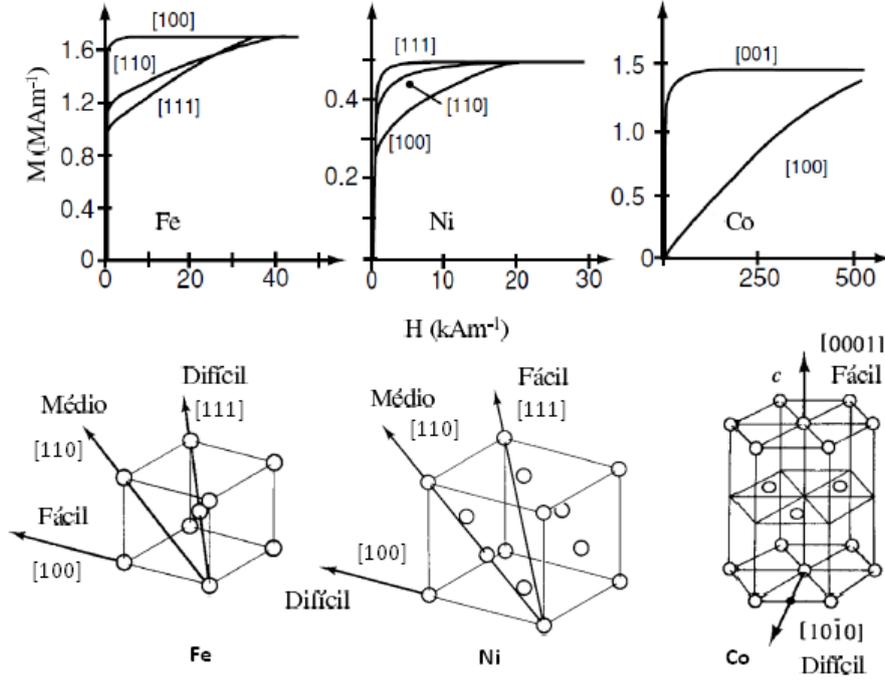


Figura 3.1: Curvas de magnetização para monocristais de ferro, níquel e cobalto hcp [41] e representação de suas respectivas redes cristalinas [39].

$$E_{cub} = K_0 + K_1(\alpha_1^2\alpha_2^2 + \alpha_2^2\alpha_3^2 + \alpha_3^2\alpha_1^2) + K_2(\alpha_1^2\alpha_2^2\alpha_3^2) + \dots; \quad (3.1)$$

onde  $K_0$ ,  $K_1$  e  $K_2$  são constantes de anisotropia cúbica particulares de cada material, com dimensão de energia por unidade de volume. Os termos  $\alpha_i$  são os cossenos diretores do vetor magnetização  $M_s$  com relação a cada um dos três eixos cristalográficos do cubo sendo  $\alpha_1 = \sin\theta \cos\phi$ ,  $\alpha_2 = \sin\theta \sin\phi$ ,  $\alpha_3 = \cos\theta$ , onde  $\theta$  e  $\phi$  são os ângulos polar e azimutal, respectivamente. Potências mais altas dos termos  $\alpha_i$  geralmente não são necessárias, e eventualmente  $K_2$  é tão pequeno que o seu termo pode ser ignorado porque  $\alpha_1^2\alpha_2^2 + \alpha_2^2\alpha_3^2 + \alpha_3^2\alpha_1^2 > \alpha_1^2\alpha_2^2\alpha_3^2$ .

A determinação das direções de fácil e de difícil magnetização depende da relação entre os valores das constantes  $K_1$  e  $K_2$ . A constante  $K_0$  é geralmente ignorada pois aparece sozinha, em um termo que não depende de ângulo, e em geral estamos preocupados com a variação de  $E_{cub}$ .

A temperatura ambiente, para o Fe [40], as constantes têm o seguinte valor  $K_1 = 4.8$

$\times 10^5 \text{erg/cm}^3$  e  $K_2 = 5.0 \times 10^{-4} \text{erg/cm}^3$ . Quando  $K_1 > 0$ , o primeiro termo da expressão acima tem seu valor mínimo nas direções [100], ao passo que, quando  $K_1 < 0$ , o mínimo está nas direções [111].

No caso do cobalto, em sua forma massiça, temos uma estrutura cristalina hexagonal, como mostra a Figura 3.1. A energia de anisotropia associada com esta estrutura,  $E_{hex}$ , só depende do ângulo  $\theta$  entre a magnetização  $M_s$  e o eixo  $c$ ,

$$E_{hex} = K'_0 + K'_1 \sin^2 \theta + K'_2 \sin^4 \theta + \dots; \quad (3.2)$$

Na Equação 3.2,  $K'_1 > 0$ . As constantes  $K'_1$  e  $K'_2$  dependem do material e, mais uma vez, a relação entre elas determinará quais são os eixos fáceis. Para o cobalto  $K'_1 > 0$  e  $K'_2 > -K'_1$ , o mínimo de energia ocorre para  $\theta = 0$ . Apenas o eixo hexagonal é de fácil magnetização, e qualquer direção no plano basal é igualmente de difícil magnetização. Um cristal que apresenta apenas um eixo de fácil magnetização, como o cobalto, tem, portanto, uma anisotropia uniaxial. Para o Co hcp, à temperatura ambiente [40],  $K'_1 = 4.1 \times 10^6 \text{erg/cm}^3$  e  $K'_2 = 1.0 \times 10^6 \text{erg/cm}^3$ . Quando em forma de filme fino, entretanto, o Co pode apresentar uma estrutura cúbica, fcc.

Para um cristal hexagonal a energia magnetocristalina pode ser escrita da seguinte forma [39]:

$$E_{hex} = K'_1 \sin^2 \theta; \quad (3.3)$$

sendo  $\theta$  o ângulo entre as direções da magnetização e do eixo de fácil magnetização (eixo hexagonal) e  $K'_1$  a constante de anisotropia de primeira ordem.

A anisotropia magnetocristalina pode ser também representada como um torque atuando na magnetização que é dada pela taxa de variação da energia em relação ao ângulo  $\theta$ . Assim, para pequenos valores de  $\theta$ , ou seja,  $\sin \theta \approx \theta$ , o torque é dado pela seguinte relação [39]:

$$T = 2K'_1 \theta; \quad (3.4)$$

sendo  $K'_1$  a constante de anisotropia. Entretanto, assumindo que há um campo de anisotropia efetivo  $\vec{H}_k$  que produz o mesmo efeito da anisotropia magnetocristalina, isto é, que

causa o mesmo torque na magnetização  $T = |\vec{H}_k \times \vec{M}_S| = H_K M_S \theta = 2K\theta$  no qual são considerados pequenos valores de ângulos, o campo de anisotropia é dado, portanto, por:

$$H_{K'_1} = 2K'_1/M_S; \quad (3.5)$$

sendo  $M_S$  a magnetização de saturação do material ferromagnético [39].

## 3.2 Anisotropia de forma

Ao magnetizarmos uma amostra, observamos o surgimento de pólos magnéticos. Estes pólos são capazes de produzir um campo magnético,  $\vec{H}$ , cujas linhas sempre partem do pólo norte e chegam no pólo sul. Isto vale tanto para o exterior quanto para o interior da amostra, como mostra a Figura 3.2. Em amostras finitas, a formação de dipolos (momentos magnéticos) não compensados, induzidos na superfície do material magnético, provoca o aparecimento de um campo interno resultante e este tende a se orientar no sentido oposto ao da magnetização que o cria, sendo chamado de campo desmagnetizante,  $\vec{H}_d$  conforme sugere a Figura 3.3.

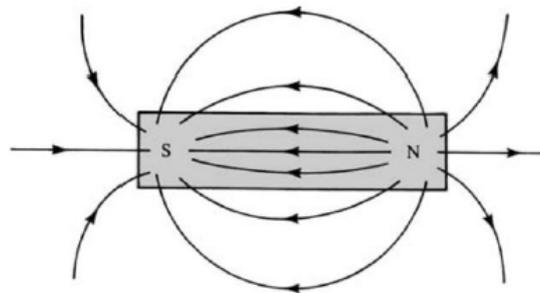


Figura 3.2: Campo magnético,  $H$ , produzido pelos pólos de uma barra magnetizada [39].

Quando a magnetização for uniforme, o campo efetivo  $H_{ef}$  que atua no interior do material magnético poderá ser descrito como 3.6:

$$H_{ef} = H + H_d; \quad (3.6)$$

onde  $H$  é o campo magnético aplicado. Na Figura 3.4 podemos observar um exemplo do efeito da anisotropia de forma, onde a curva com a linha tracejada representa a medida experimental da magnetização e a curva com linha cheia representa a variação da magnetização obtida após a subtração do campo desmagnetizante.

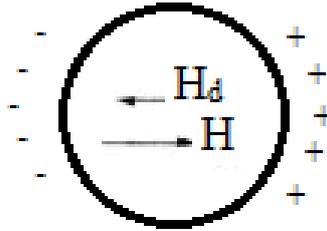


Figura 3.3: Dipolos criados na superfície da esfera magnetizada [40].

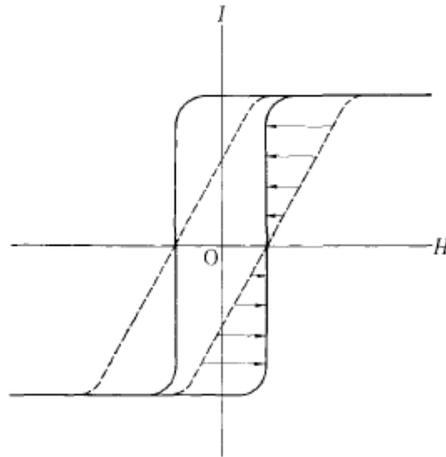


Figura 3.4: Curva de magnetização mostrando o efeito do campo desmagnetizante [40].

O campo  $\vec{H}_d$  é extremamente dependente do formato da amostra, e sua intensidade é proporcional à magnetização que o cria,  $\vec{H}_d = N_d \vec{M}_S$ . Se tomarmos uma amostra esférica, que não apresenta anisotropia cristalina, e medirmos sua magnetização em diferentes direções, não notaremos diferença (anisotropia de forma nula). Repetindo o mesmo procedimento para uma amostra em formato de elipsóide, por exemplo, observaremos o surgimento de uma anisotropia. Trata-se da anisotropia de forma, que se deve ao campo desmagnetizante da amostra. O espectro de um filme de Fe depositado sobre um substrato monocristalino de MgO, apresentado na Figura 3.5, revela claramente o efeito de

anisotropia de forma, apresentando uma variação de campo de ressonância de quase 14 kOe; isto não ocorre com o espectro do substrato de MgO por se tratar de um material paramagnético, ou seja, a anisotropia de forma é nula ( $\vec{H}_d = 0$ ). Portanto, os modos de absorção nas configurações paralela e perpendicular não mudam de posição ao longo do eixo do campo magnético aplicado.

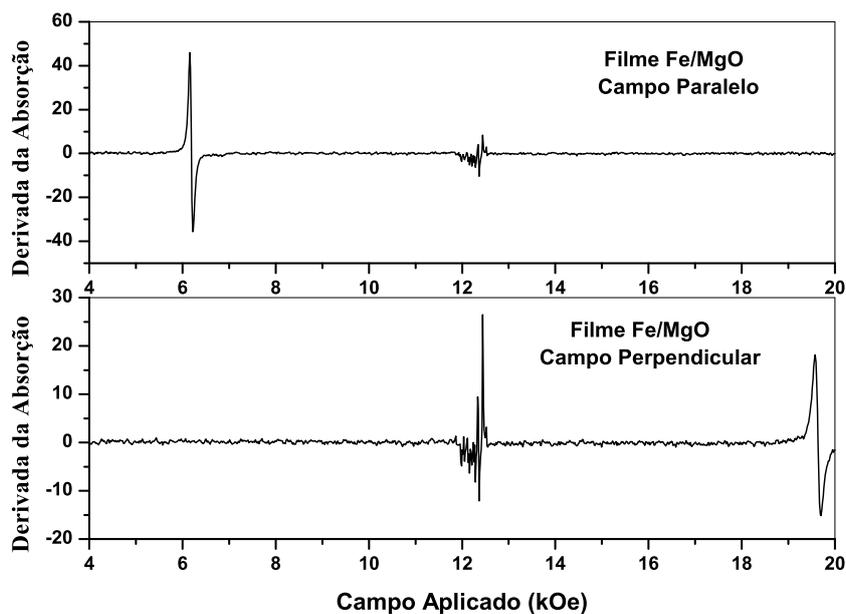


Figura 3.5: Espectro de FMR do filme Fe/MgO nas configurações paralela e perpendicular do campo magnético aplicado [42].

A energia dipolar associada ao campo desmagnetizante de uma amostra pode ser escrita da seguinte forma:

$$E_d = -\frac{1}{2}\vec{H}_d \cdot \vec{M}_S; \quad (3.7)$$

onde  $H_d = N_d M_S$  é o campo de desmagnetização e  $N_d$  é o coeficiente de desmagnetização na direção de  $\vec{M}_S$ . Para uma amostra em forma de um elipsóide com semieixo maior  $a$  e semi-eixo menor  $b$ , onde  $b = c$  (Figura 3.6), a Equação 3.7 pode ser reescrita como:

$$E_d = \frac{1}{2}M_S^2 N_a + \frac{1}{2}(N_b - N_a)M_S^2 \sin^2 \theta; \quad (3.8)$$

onde  $N_a$  e  $N_b$  são os fatores desmagnetizantes, que dependem da geometria da amostra e  $\theta$  é o ângulo entre a magnetização e o eixo fácil [39].

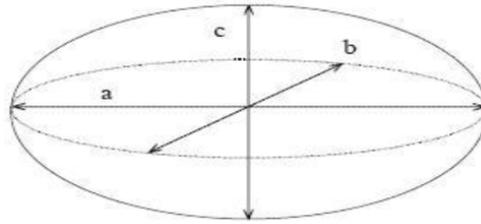


Figura 3.6: Ilustração de um esferóide oblato. Figura adaptada da referência [40].

A anisotropia de forma é mais intensa para os eixos mais curtos do material, favorecendo a orientação de sua magnetização nas dimensões mais alongadas. No caso de filmes finos magnéticos, onde uma dimensão é muito menor que as outras duas, a anisotropia de forma sempre estará presente e tende a manter a magnetização presa ao plano do filme. Considerando um filme fino como um esferóide oblato achatado, verifica-se que  $N_a \rightarrow 4\pi$  e  $N_b \rightarrow 0$ . Assim, pode-se reescrever a Equação 3.8, desconsiderando o termo que não depende do ângulo  $\theta$  (termo constante) da seguinte forma:

$$E_d = -2\pi M_S \sin^2 \theta. \quad (3.9)$$

Esta equação de energia de forma pode ser comparada com a equação da energia magnetocristalina, levando em conta que o eixo curto tem o mesmo papel do eixo de difícil magnetização do cristal e que o eixo longo representa do eixo de fácil magnetização.

### 3.3 Anisotropia induzida

A anisotropia pode estar relacionada com os eixos do cristal, com a forma geométrica, com a superfície, com as tensões mecânicas ou ainda com outros fatores, como por exemplo por indução, por tratamento térmico (*annealing*) na presença de campo magnético, deformação elástica ou ainda irradiação com partículas de alta energia com campo magnético aplicado.

Nos filmes finos magnéticos, qualquer que seja o processo de deposição, a anisotropia de forma sempre estará presente. Dependendo do processo de deposição e da estrutura

do filme (monocristalinos, policristalinos, amorfos), pode ocorrer também a presença de anisotropia magnetocristalina, de anisotropia induzida, e mesmo de anisotropia magnetoelástica [39].

Aplicando-se um campo magnético ao longo de uma direção no plano do filme durante o processo de deposição é possível induzir anisotropia magnética, desde que este campo seja suficientemente intenso para gerá-la. A anisotropia assim induzida quase sempre tem uma característica unidirecional e pode ser chamada como *exchange bias* quando depositadas em estruturas do tipo FM/AF. Devido a este método de indução a anisotropia unidirecional de estruturas como MnPd/Co pode alcançar valores da ordem de 3000 Oe [43].

Com o objetivo de produzir a anisotropia de troca, os filmes estudados neste trabalho foram depositados com um campo magnético externo aplicado no plano do substrato.

### 3.4 Anisotropia rodável

Além das formas de anisotropias consideradas nas seções anteriores, existem ainda outros tipos de anisotropias magnéticas, sendo uma delas a anisotropia rodável. Esta forma de anisotropia é caracterizada por permitir que seu eixo de fácil de magnetização seja girado pela aplicação de um campo magnético intenso. Este efeito pode ser induzido em filmes finos magnéticos na presença de campo magnético.

Várias hipóteses sobre a presença desta anisotropia em filmes finos têm sido apresentadas e também alguns modelos teóricos foram propostos para explicar sua origem, tal como modelos em bicamadas FM/AF que consideram uma distribuição de grãos AF na interface FM/AF [31].

Os efeitos da anisotropia rodável em experimentos de FMR são, geralmente, observados a partir do deslocamento do campo magnético de ressonância  $H_{res}$ , com a variação angular do campo magnético estático aplicado no plano do filme.

Geshev e colaboradores [44], visando explicar o aumento da coercividade em sistemas FM/AF, assim como as suas dependências com a temperatura, propuseram um modelo baseado numa distribuição de eixos fáceis dos grãos da camada AF, supondo interfaces não compensadas onde os grãos localizados nessa interface podem inverter sua magnetização irreversivelmente, produzindo anisotropia rodável. A energia de anisotropia rodável  $E_{ra}$ ,

pode ser escrita como:

$$E_{ra} = -K_{ra} \left( \frac{\vec{M}_{FM} \cdot \hat{h}}{M_{FM}} \right)^2; \quad (3.10)$$

onde  $K_{ra}$  é a constante de anisotropia rodável e  $\hat{h}$  é o vetor unitário na direção do campo aplicado.

A análise teórica dos resultados experimentais apresentada no capítulo 7 considera a presença de anisotropias uniaxial, unidirecional e rodável nas tricamadas NiFe/FeMn/Co investigadas neste trabalho. Além disto, o ajuste da teoria com os resultados experimentais inclui a contribuição de um campo de anisotropia de parede de domínio magnético da camada antiferromagnética.

# Capítulo 4

## Técnicas Experimentais

Neste capítulo descrevemos as técnicas experimentais usadas para a produção e caracterização das tricamadas NiFe/FeMn/Co, em particular, para o estudo do fenômeno de *exchange bias*.

### 4.1 Pulverização catódica por magnetron

A técnica de Pulverização Catódica consiste em ionizar um gás inerte entre dois eletrodos, gerando um plasma. O alvo é ligado à fonte de potencial negativo, e o suporte com o substrato é aterrado ou mantido em potencial flutuante [45]. Os íons positivos produzidos pelo campo elétrico no gás rarefeito são acelerados em direção ao alvo negativo, arrancando átomos e moléculas (neutras) por transferência de energia. As partículas ejetadas do alvo vagam através do gás e se depositam sobre o substrato para a produção do filme. Para alvos de boa condutividade elétrica, o campo elétrico aplicado entre os eletrodos pode ser de corrente contínua (DC); no entanto, para materiais isolantes e de baixa condutividade, o campo elétrico entre os eletrodos deve ser de corrente alternada, com frequência da ordem de MHz; para isto se aplica um sinal de radiofrequência (RF).

A ionização dos átomos do gás inerte no plasma se processa pelas colisões com os elétrons. Para aumentar a eficiência desta ionização pode-se confinar os elétrons perto da superfície do alvo mediante a aplicação de um campo magnético. Neste caso, a técnica denomina-se Pulverização Catódica por Magnetron (*Magnetron Sputtering*). O alvo, além de estar ligado à fonte de potencial, agora encontra-se instalado sobre uma fonte mag-

netron, a qual possui um arranjo de ímãs permanentes dispostos de modo tal que numa região ao redor da superfície do alvo, um campo magnético é formado (Figura 4.1).

Na presença de campo magnético, os elétrons estão sujeitos à força de Lorentz:

$$\vec{F} = (m d\vec{v}/dt) = -q(\vec{\varepsilon} + \vec{v} \times \vec{B}); \quad (4.1)$$

onde  $q$ ,  $m$  e  $\vec{v}$  são a carga, a massa e a velocidade do elétron, respectivamente.

Devido à força de Lorentz os elétrons, produzidos no catodo pelo campo elétrico ( $\vec{\varepsilon}$ ) DC, são acelerados contra o anodo fazendo um movimento helicoidal em torno das linhas do campo magnético ( $\vec{B}$ ) e contribuindo para a ionização do gás. Desta forma, a densidade de ionização é amplificada nesta região permitindo obter altas taxas de deposição [46].

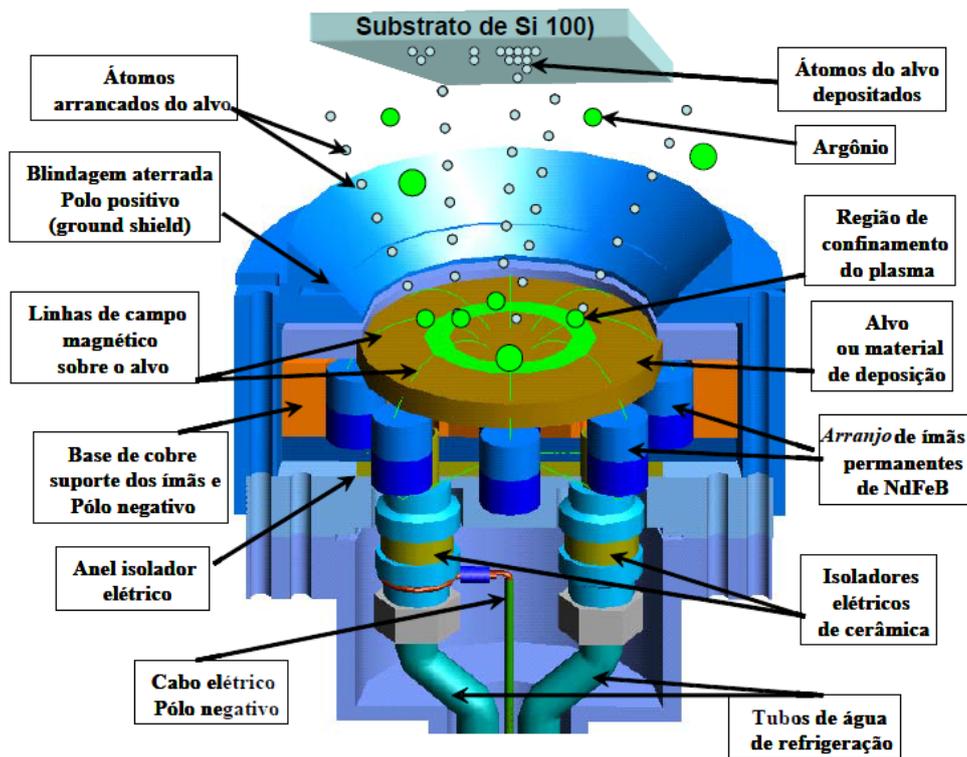


Figura 4.1: Desenho de uma magnetron em corte com destaque das partes internas e um esquema do processo de *sputtering* [47].

As tricamadas NiFe/FeMn/Co analisadas neste trabalho foram preparadas através

da técnica de Pulverização Catódica por Magnetron no Laboratório de Filmes Finos do Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas (CBPF). Este sistema, modelo ATC-2400 da AJA International, possui duas câmaras cilíndricas: uma principal de 750 mm de diâmetro por 350 mm de altura, onde estão instaladas cinco fontes *Magnetron*, dispostas circularmente na base da câmara, sendo três para alvos de 50 mm de diâmetro e duas para alvos da ordem de 40 mm de diâmetro. Os alvos, com espessuras fornecidas pelos fabricantes, são instalados sobre as *Magnetrons*, as quais são ligadas às fontes de potencial DC ou RF, segundo o tipo de material do alvo. O sistema possui três fontes DC e duas fontes RF e permite colocar até cinco porta-substratos dentro da câmara principal sobre uma base giratória. Nesta base, encontra-se também uma caixa suporte, dentro da qual coloca-se o porta-substrato sobre o qual ocorrerá a deposição. Esta caixa possui um sistema de resfriamento e aquecimento para variar a temperatura do substrato entre 5 °C e 1000 °C. Uma célula de *Knudsen* encontra-se também instalada entre as *Magnetrons* para crescimento de filmes através de evaporação térmica de metais enriquecidos com isótopos de interesse.

A outra câmara (antecâmara), de 100 mm de diâmetro, está acoplada à câmara principal por uma válvula manual de ultra alto vácuo, permitindo colocar e retirar os porta-substratos da câmara principal sem quebrar o vácuo nesta última. As câmaras têm sistemas de bombeamento independentes; o vácuo final da câmara principal é da ordem de  $2 \times 10^{-8} Torr$  (pressão de base) e da antecâmara de  $2 \times 10^{-7} Torr$ . O *sputtering* é feito numa atmosfera de argônio de alta pureza com uma pressão (pressão de trabalho) que é controlada de acordo com a taxa de deposição desejada; esta taxa também depende do material do alvo. O controle do posicionamento dos porta-substratos, a sequência das deposições, o tempo de deposição e o acionamento da abertura e fechamento dos obturadores das fontes *magnetron* são feitos por computador. No entanto, o controle da pressão de trabalho e o acionamento do plasma é manual. O esquema do sistema de deposição está mostrado na Figura 4.2 e os detalhes completos de sua estrutura e funcionamento podem ser encontradas nas referências [47, 48].

Antes do crescimento das amostras é preciso determinar as taxas de deposição desejadas para cada material. Para se determinar uma taxa, é depositada uma camada única de cada alvo utilizando as mesmas condições de pressão de base, pressão de trabalho, temperatura do substrato, potência DC ou RF e distância alvo - substrato, que serão

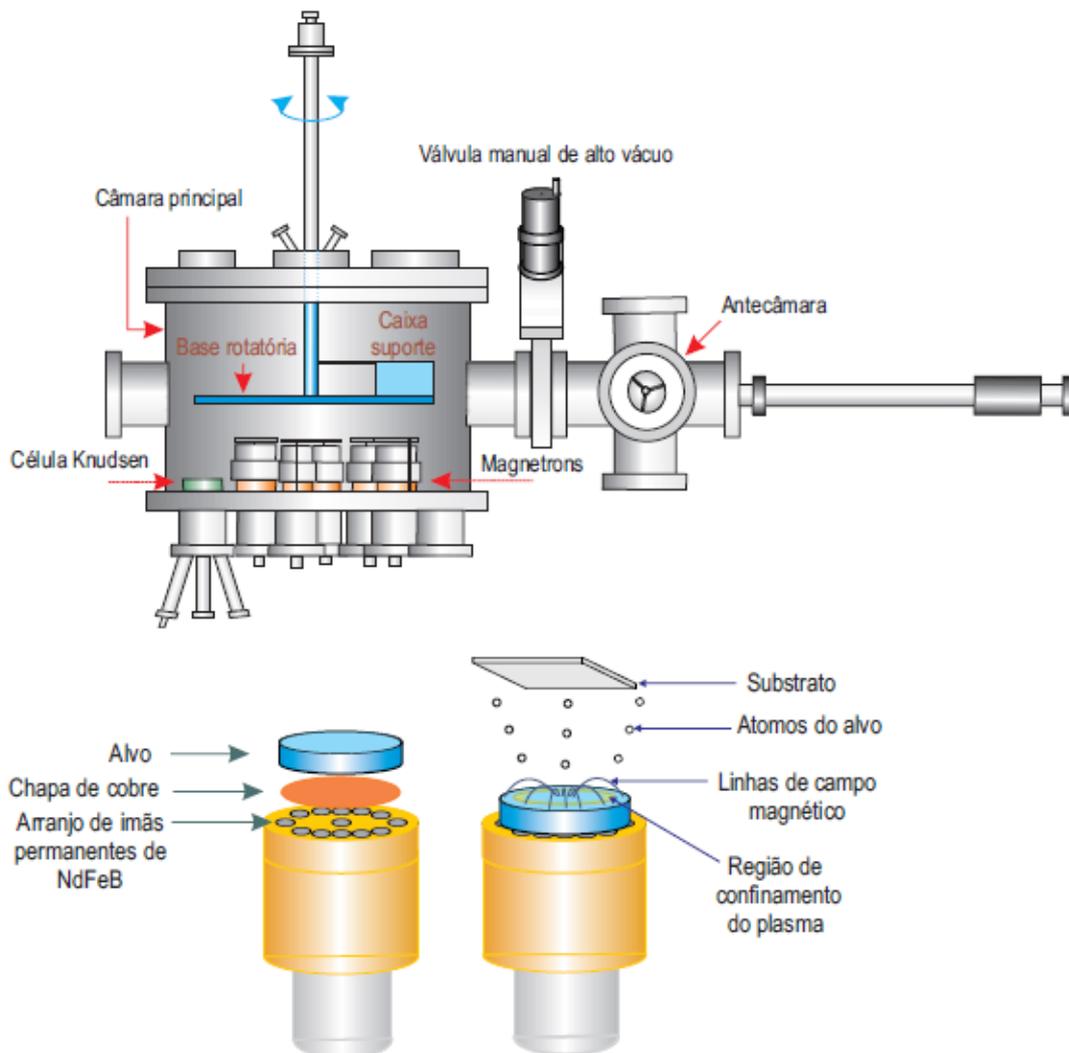


Figura 4.2: Esquema do *Magnetron Sputtering* do CBPF (parte superior) e esquema do processo de pulverização de um *magnetron* (parte inferior)[49].

utilizadas na preparação das multicamadas. Depois é determinada a espessura de cada filme padrão através do ajuste das respectivas curvas de refletividade, como será explicado na subseção seguinte.

#### 4.1.1 Calibrações

A difratometria de raios-X em ângulo rasante (de  $0,9$  a  $8^\circ$ ), também chamada reflectividade, foi utilizada, sistematicamente, para determinar a espessura depositada em filmes

de monocamadas e, com isto, calibrar as taxas de deposição usadas durante o *sputtering*.

Quando um filme de densidade uniforme é depositado sobre um substrato, a refletividade normal de Fresnel do substrato sem o filme torna-se modulada por oscilações, devido as interferências das ondas refletidas na superfície da interface ar/filme e as ondas refletidas na interface filme/substrato. Estas oscilações são chamadas de franjas de Kiessig [50] e foram descobertas na década de 1930. O período das franjas é inversamente proporcional a espessura da camada depositada: quanto mais espesso for o filme, menor será o período de oscilação.

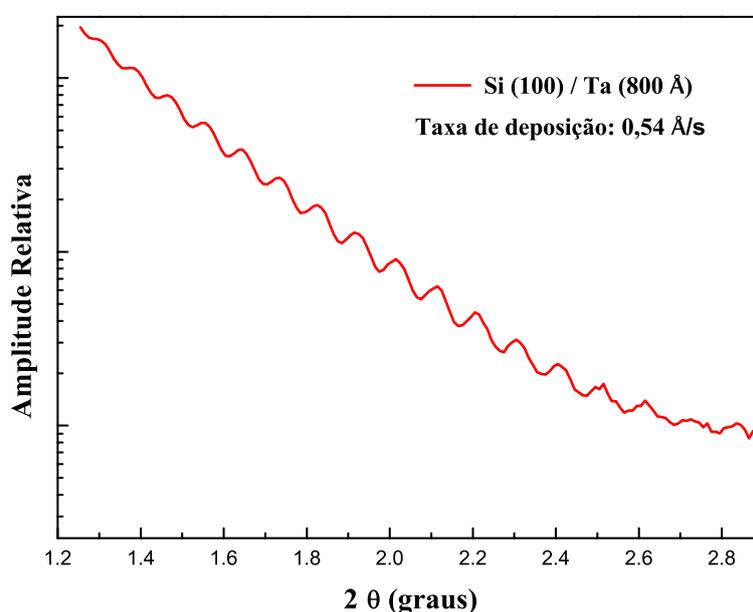


Figura 4.3: Curva de reflectividade de raios-X do Ta depositado em substrato de Si (100).

Para a determinação das espessuras das camadas depositadas foram analisados os espaçamentos das franjas de Kiessig das curvas de reflectividade de raios-X, para a radiação  $K_{\alpha}$  do cobre ( $\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$ ), em filmes com aproximadamente  $800 \text{ \AA}$  ( $80 \text{ nm}$ ). A Figura 4.3 mostra as franjas obtidas para o tântalo (Ta) utilizado como camada protetora na maioria das amostras produzidas neste trabalho. Da análise dos espaçamentos destas franjas foi obtida a espessura da camada depositada e determinada a taxa de deposição do tântalo.

A separação entre as franjas ( $\Delta\theta$ ) permite determinar a espessura total ( $t$ ) das monocamadas segundo a Equação 4.2, derivada da expressão de Bragg, onde  $\lambda$  é dado

pelo  $K_\alpha$  do cobre, gerador de raios-X.

A lei de Bragg modificada pode assim ser escrita como [51]:

$$k\lambda = 2t \sin 2\theta_c; \quad (4.2)$$

onde  $k$  é a ordem de reflexão e  $t$  é a espessura do filme. Considerando só a parte real do índice de refração do filme, tem-se:

$$\sin^2 \theta = \left( \frac{\lambda n}{2t} \right)^2 + 2\delta. \quad (4.3)$$

A partir da construção de um gráfico de  $\sin^2(\theta)$ , ajusta-se uma parábola pela Equação 4.4 conforme podemos ver na Figura 4.4:

$$y = \sin^2(\theta) = ax^2 + bx + c. \quad (4.4)$$

Assim, temos que:

$$a = \left( \frac{\lambda}{2t} \right)^2. \quad (4.5)$$

Finalmente obtém-se o valor da espessura da monocamada  $t$  pela equação:

$$t = \frac{\lambda}{2\sqrt{a}}. \quad (4.6)$$

Sabendo que para a radiação  $K_\alpha$  do cobre  $\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$  (Figura 4.4), temos que  $a = 9.30039 \times 10^{-7}$  e  $2\sqrt{a} = 0.001929$ , logo a espessura obtida é  $t = 799,27 \pm 1,56 \text{ \AA}$ . O valor da espessura obtida é muito próximo do valor desejado, ou seja,  $t = 800 \text{ \AA}$ .

Como o tempo de deposição é conhecido, a taxa de deposição de cada alvo é calculada dividindo-se a espessura total do filme pelo tempo de deposição. No caso do Ta,  $\text{tempo} = 1.400 \text{ s}$  e  $\text{espessura} = 799,27 \text{ \AA}$ . De acordo com a equação:

$$T_X = \frac{\text{espessura}}{\text{tempo}}. \quad (4.7)$$

A taxa de deposição do Ta equivale ( $T_X$ ) a  $0,54 \text{ \AA/s}$ .

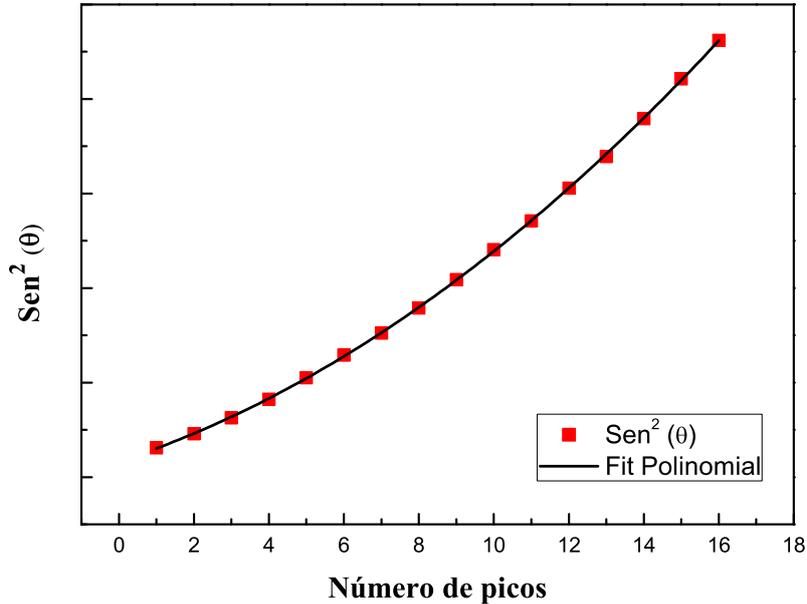


Figura 4.4: Ajuste polinomial obtido através do espectro de reflectividade de raios-X do Ta depositado em substrato de Si(100) durante um período de 1.400 s.

Este mesmo procedimento foi realizado para todas as outras monocamadas utilizadas neste trabalho, tais como: NiFe ( $T_X = 0,35 \text{ \AA/s}$ ), FeMn ( $T_X = 0,82 \text{ \AA/s}$ ), Co ( $T_X = 0,37 \text{ \AA/s}$ ) e Cu ( $T_X = 0,60 \text{ \AA/s}$ ). A calibração das amostras utilizadas no *Magnetron Sputtering* é de extrema importância para a determinação da taxa de deposição do material e, conseqüentemente, de sua espessura. Sendo assim, é possível produzir filmes finos com a espessura que se deseja através do conhecimento do tempo de deposição necessário para atingí-la.

## 4.2 Difração de raios-X

A difração de raios-X é uma técnica não destrutiva que fornece informação estrutural em escala atômica. O difratograma de raios-X é dividido em duas regiões: ângulos rasantes ( $2\theta < 15^\circ$ ), abaixo da primeira reflexão de Bragg, e altos ângulos ( $2\theta > 15^\circ$ ) que serve para determinar a estrutura cristalina dos filmes. A difração de raios-X para um sólido pode ser descrita como a reflexão especular da radiação incidente numa família de planos da rede cristalina. A radiação refletida em um plano e nos planos adjacentes, difere por

um fator de fase que depende da diferença de caminho percorrido. A diferença de caminho percorrido pelos feixes refletidos pelos planos adjacentes é  $2d \sin \theta$ , onde  $d$  é a distância interplanar e  $\theta$  é o ângulo de incidência. Para interferência construtiva, esta diferença de caminhos obedece a lei de Bragg [39]:

$$2d \sin \theta = n\lambda; \quad (4.8)$$

onde  $\lambda$  é o comprimento de onda dos raios-X e  $n$  representa um índice inteiro, conhecido como a ordem da reflexão.

Dada a posição angular de um pico de difração de Bragg, pode-se calcular o vetor da rede recíproca  $\vec{G}$  e a distância interplanar  $d$  referentes à família de planos associados ao pico de difração. O módulo de  $\vec{G}$  está relacionado à distância  $d$  através da expressão:

$$d = \frac{2\pi}{|\vec{G}|}. \quad (4.9)$$

Com estes dados, os parâmetros de rede da estrutura cristalina do material estudado podem ser calculados. Como exemplo, é usado o caso da estrutura cúbica de face centrada, sendo representada no espaço real com uma célula primitiva de lado  $a$ , que tem como representação no espaço recíproco uma rede cúbica de corpo centrado com uma célula primitiva de lado  $4\pi/a$ , de forma que os vetores da base da rede recíproca podem ser escritos como [51]:

$$\vec{b}_1 = \frac{4\pi}{a} \frac{1}{2}(\hat{y} + \hat{z} - \hat{x}), \quad \vec{b}_2 = \frac{4\pi}{a} \frac{1}{2}(\hat{z} + \hat{x} - \hat{y}), \quad \vec{b}_3 = \frac{4\pi}{a} \frac{1}{2}(\hat{x} + \hat{y} - \hat{z}). \quad (4.10)$$

O vetor da rede recíproca é dado, então, por:

$$\vec{G} = \frac{4\pi}{a}(\nu_1 \hat{x} + \nu_2 \hat{y} + \nu_3 \hat{z}); \quad (4.11)$$

onde os índices  $\nu_i$  em função dos índices de Miller são:

$$\nu_1 = \frac{1}{2}(-h + k + l), \quad \nu_2 = \frac{1}{2}(h + k - l), \quad \nu_3 = \frac{1}{2}(h + k - l). \quad (4.12)$$

Substituindo o módulo de  $\vec{G}$  na Equação 4.9 , tem-se:

$$a = 2d(\nu_1^2 + \nu_2^2 + \nu_3^2)^{1/2}. \quad (4.13)$$

A Equação 4.13 relaciona o parâmetro de rede  $a$ , a distância interplanar  $d$  e os índices de Miller  $hkl$  referentes a um pico de difração de Bragg do cristal.

Medidas de difração de raios-X foram realizadas somente para uma amostra com a finalidade de caracterizar estruturalmente os filmes crescidos pela técnica de *sputtering*. De acordo com a figura 4.5 pôde-se notar que as camadas desejadas foram criadas e identificadas, levando em consideração que o *sputtering* dificilmente possibilitaria o crescimento de filmes não policristalinos.

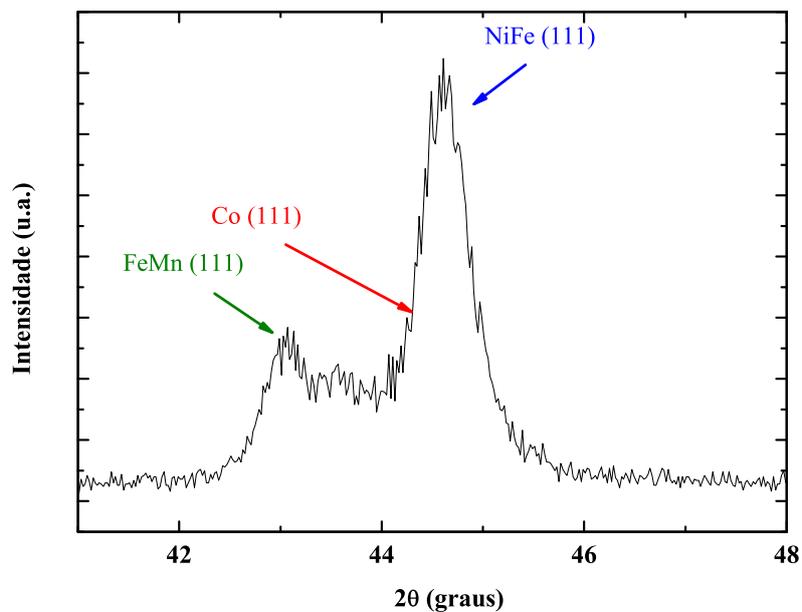


Figura 4.5: Difração de raios-X da amostra NiFe(5 nm)/FeMn(9 nm)/Co(5 nm).

## 4.3 Magnetometria

### 4.3.1 Magnetômetro de Amostra Vibrante (VSM)

O Magnetômetro de Amostra Vibrante foi desenvolvido por Simon Foner, em 1959 [52], e é baseado na variação do fluxo magnético em uma bobina de detecção quando em sua

proximidade faz-se vibrar uma amostra que está sujeita a ação de um campo magnético uniforme [39]. Essa técnica permite realizar medidas em função do campo magnético, da temperatura e da orientação cristalográfica da amostra, sendo assim aplicada para diferentes tipos de materiais magnéticos, além de poder ser utilizada no estudo de propriedades magnéticas, tais como histerese, saturação e campo coercivo.

O princípio de funcionamento do VSM requer a amostra fixa na extremidade de uma haste longa, não magnética e rígida, com a outra extremidade da haste fixada à membrana de um alto-falante ou a algum outro tipo de sistema de vibração. A haste é posicionada entre os polos de um eletroímã, no qual as bobinas de detecção com o seu devido arranjo são montadas (Figura 4.6). Normalmente, o gradiente de campo é obtido por um gradiômetro construído com dois pares de bobinas detetoras que captam a força eletromotriz induzida pela amostra. Cada uma das bobinas de um par está enrolada em sentido oposto ao outro par, para que entre elas apareça um gradiente de campo magnético onde será colocada a amostra.

O movimento oscilatório da amostra magnetizada induz uma tensão alternada nas bobinas de detecção cuja intensidade é proporcional ao momento magnético da amostra. A tensão induzida pode ser variada a partir da mudança do campo magnético estático produzido pelo eletroímã. A tensão alternada (intensidade pequena) é amplificada por um amplificador *lock-in*, o qual é sensível apenas aos sinais na frequência de vibração. O amplificador *lock-in* deve ser calibrado com um sinal de referência na frequência de vibração. A calibração é feita, geralmente, com uma amostra de momento magnético conhecido [39]. Além disso, o porta amostras deve ser feito com material não magnético de usinagem fácil, com bom acabamento superficial e de baixa densidade, para não induzir fortes sinais. Materiais da família do acrílico, como o polimetil-metacrilato, e da família do cloreto de polivinila(PVC), costumam ser usados.

As medidas obtidas neste trabalho através do magnetômetro de amostra vibrante (VSM) foram realizadas no laboratório de Filmes Finos do Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas (CBPF), com um equipamento da Quantum Design que permite realizar medidas de magnetização em função da temperatura na faixa de 50 a 400 K, e em função do campo magnético aplicado de até 3 T. É um sistema totalmente cryofree, quer dizer, que não utiliza líquidos criogênicos (nitrogênio e hélio líquidos) para as medidas em baixas temperaturas. Possui um programa de controle e medida de fácil utilização pelos usuários

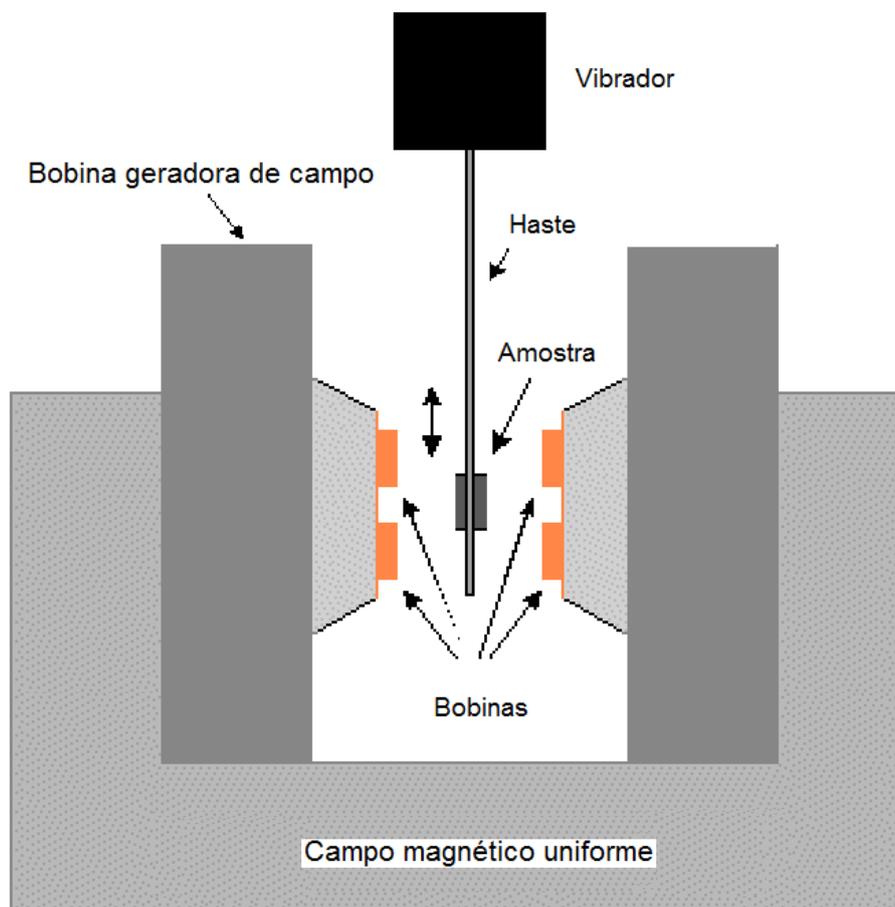


Figura 4.6: Diagrama simplificado do Magnetômetro de Amostra Vibrante.

e tem alta sensibilidade na medida da magnetização.

### 4.3.2 Dispositivo Supercondutor de Interferência Quântica (SQUID)

Para a realização de medidas de magnetometria foi utilizado também um magnetômetro SQUID MPMS<sup>1</sup>-5S da Quantum Design localizado no Instituto de Física de Matéria Condensada da Universidade Técnica de Braunschweig<sup>2</sup>, na Alemanha, capaz de operar desde a temperatura de 1.8 K até 400 K e com campos de até 5 T. Medidas de magnetização em função do campo magnético e da temperatura podem ser extraídas neste equipamento. Curvas de susceptibilidade magnética também podem ser adquiridas. O SQUID possui

<sup>1</sup>*Magnetic Property Measurement Systems*

<sup>2</sup>*Technische Universität Braunschweig: Institut für Physik der Kondensierten Materie*

uma ótica sensibilidade, de forma que mesmo pequenos fragmentos dos filmes finos podem ser medidos. Neste trabalho, realizou-se medidas de magnetização em função do campo magnético, a baixas temperaturas.

O porta-amostras é uma haste sem sinal diamagnético expressivo. Para o caso de filmes, em medidas paralelas ao plano do filme, costuma-se fixar a amostra com uma fita de Kapton (diamagnético) que cobre quase todo o canudo. Assim, é garantida a orientação da amostra e o Kapton não influenciará na medida, pois estará presente em toda a varredura. Em nossas amostras, a direção do campo magnético externo ( $H_0$ ) aplicado durante a deposição foi alinhada com a direção do campo magnético produzido pelo SQUID. Através do sinal da magnetização espontânea ( $H = 0$ ), que pôde ser identificada pela curva virgem do ciclo de histerese, o sentido positivo do  $H_0$  (em relação ao  $H$  do SQUID) aplicado durante a deposição foi identificado. Como a bobina supercondutora do SQUID opera na temperatura de He líquido, antes de inserir o canudo com a haste de medidas dentro do SQUID, faz-se necessário evacuar uma câmara auxiliar intermediária entre o meio atmosférico e o interior do SQUID. A troca das amostras só pode ser realizada à temperatura ambiente.

O próximo passo é realizar o procedimento de centrar a amostra em relação ao sistema detector. Após a amostra ser centrada, basta definir os parâmetros no programa e realizar a medida.

A sensibilidade do magnetômetro SQUID é de aproximadamente  $10^{-7}emu$ , enquanto que a do VSM pode chegar a  $10^{-5}emu$  [39]. Por outro lado, o SQUID possui um alto custo de operação devido à uma maior necessidade de utilização do hélio líquido necessário para atingir uma temperatura de aproximadamente 2 K, além de um tempo médio de medida da ordem de 5 horas para cada amostra. O uso do VSM para filmes finos também possui algumas vantagens, tais como: porta amostras mais versátil, possibilidade de realizar medidas em função do ângulo de aplicação do campo magnético (com a rotação da amostra nos dois eixos), aquisição de dados mais versátil, facilidade de operação e baixo custo. Entretanto, algumas medidas de SQUID foram realizadas nesta tese com o intuito de comparar os parâmetros obtidos pelas medidas obtidas por VSM.

## 4.4 Ressonância Ferromagnética (FMR)

As técnicas de Ressonância Magnética resultaram do grande desenvolvimento dos sistemas de micro-ondas ocorrido durante a Segunda Guerra Mundial. Elas podem ser divididas em duas áreas distintas, a Ressonância Magnética Eletrônica, relacionada com momentos magnéticos de elétrons, e a Ressonância Magnética Nuclear, relacionada com momentos magnéticos nucleares. Os princípios básicos das duas técnicas são os mesmos, mas como existem diferenças nas magnitudes e sinais das interações magnéticas envolvidas, os aspectos experimentais são bem diferentes. Nos experimentos de RMN, o sistema de spins (prótons) é excitado por radiação eletromagnética na faixa de MHz, enquanto que nos experimentos de RME o sistema de spins (elétrons) é excitado por radiação na faixa de GHz.

A área de Ressonância Magnética Eletrônica engloba a Ressonância Paramagnética Eletrônica (EPR), relacionada com sistemas de spins desordenados ou isolados, e a Ressonância Ferromagnética (FMR), relacionada com sistemas de spins ferromagneticamente ordenados. As primeiras experiências de EPR em sólidos foram realizadas por E. Zavoisky, na Rússia, em 1945, e por R. L. Cumberow e D. Halliday, nos Estados Unidos, em 1946. Ao mesmo tempo, na Inglaterra, B. Bleaney e R. P. Penrose, e W. E. Good, desenvolveram estudos detalhados sobre a absorção de micro-ondas pela molécula de amônia, e J. H. E. Griffiths observou o fenômeno de FMR [53].

Os resultados experimentais de Griffiths foram publicados pela revista Nature em 1946, mas sem uma interpretação correta do fenômeno observado. A explicação correta, usando um tratamento clássico foi apresentada poucos meses depois por C. Kittel. O tratamento clássico completo desenvolvido por C. Kittel foi publicado em 1948. Um tratamento quântico, desenvolvido por J. H. van Vleck foi publicado em 1950 [53]. A extensa teoria já desenvolvida a partir desses trabalhos originais e a vasta aplicação ao estudo das propriedades de filmes finos magnéticos e partículas magnéticas, seguramente comprovam a atualidade e versatilidade da técnica de Ressonância Ferromagnética.

### Condição de ressonância

A técnica de Ressonância Magnética Eletrônica pode ser aplicada a todos os sistemas que apresentam momento de dipolo magnético, produzido por elétrons desemparelhados.

Na maioria dos casos, mais de 99% do momento de dipolo magnético é devido ao momento angular de spin. Nos experimentos, a amostra em estudo é colocada no centro de uma cavidade ressonante e exposta a um fluxo contínuo de radiação eletromagnética na faixa de micro-ondas, na presença de um campo magnético intenso e estático, gerado por um eletromagneto, e um campo fraco de modulação. Na presença do campo magnético estático, o sistema de spins da amostra (elétrons desemparelhados) se desdobra em dois ou mais estados de energia; o campo magnético oscilante de micro-ondas provoca transições entre esses estados, o que implica em absorção de energia pela amostra (Figura 4.7). Para que as transições ocorram, é necessário que o campo oscilante de micro-ondas seja perpendicular ao campo magnético estático [54]. Durante os experimentos, por razões técnicas, a frequência de micro-ondas é mantida constante. Faz-se, então, uma varredura do campo magnético aplicado sobre a amostra, monitorando-se a absorção de micro-ondas. Esta absorção ocorre quando a diferença entre os estados de energia do sistema de spins ( $g\beta H_{ef}$ ) for igual à energia da radiação de micro-ondas ( $h\nu$ ) incidente sobre a amostra, ou seja, a condição de ressonância:

$$h\nu = g\beta H_{ef}; \quad (4.14)$$

onde  $h$  é a constante de Planck,  $\nu$  é a frequência de micro-ondas,  $g$  é o fator de espalhamento espectroscópico (parâmetro característico da amostra),  $\beta$  é o magneton de Bohr, e  $H_{ef}$  é o campo magnético efetivo atuando sobre o sistema de spins. Para sistemas de spins em estado  $s$  (elétrons livres,  $g = 2,00232$ ) e frequência de micro-ondas  $\nu = 9,5$   $GHz$ , o campo efetivo é igual a  $3500$   $G$ . Valores do fator- $g$  diferentes de  $2,00232$  resultam de contribuições de momento angular orbital para o momento magnético.

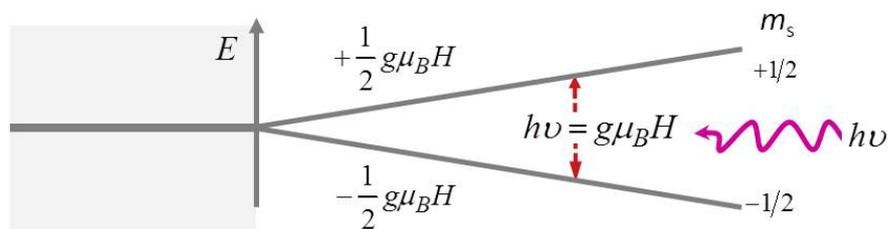


Figura 4.7: Esquema representando as transições Zeeman em um sistema de spins  $1/2$  com  $H \neq 0$  [55].

## Espectro de ressonância

O campo magnético efetivo que atua sobre o sistema de spins resulta da soma do campo externo aplicado com os campos intrínsecos característicos da amostra. O monitoramento da absorção de micro-ondas, enquanto se faz a varredura do campo externo aplicado, gera assim um diagrama que representa a absorção de micro-ondas em função da intensidade do campo magnético aplicado; o campo de modulação afeta a intensidade de absorção, gerando um sinal alternado que implica na derivada primeira da curva de absorção, que é o espectro de ressonância magnética (Figura 4.8). Os parâmetros fornecidos pelo espectro de ressonância são, portanto, o campo de ressonância, isto é, o campo que corresponde ao máximo de absorção de micro-ondas, a largura de linha, que reflete a homogeneidade da amostra, e a intensidade de absorção, que depende da concentração de spins na amostra. Para cada frequência de micro-ondas usada nos experimentos, esses parâmetros podem ser investigados em função da orientação do campo magnético estático em relação aos eixos de simetria da amostra, ou em função da temperatura, ou ainda em função de tratamentos específicos que possam modificar propriedades da amostra. As limitações da técnica, dependendo da amostra, decorrem da exigência de campo magnético estático bem elevado para observação da ressonância. Não homogeneidades do campo magnético efetivo interno levam também a alargamentos não homogêneos da linha de ressonância. Isto reduz a sensibilidade da técnica, mas por outro lado fornece informação detalhada sobre a qualidade magnética e estrutural da amostra com uma resolução não alcançada por outras técnicas.

## Aplicações da ressonância magnética eletrônica

A técnica de EPR pode ser aplicada ao estudo de: radicais livres nos estados sólido, líquido, ou gasoso; defeitos pontuais em sólidos, como impurezas paramagnéticas e centros de cor em minerais; sistemas com dois ou mais elétrons desemparelhados; íons de metais de transição; íons de terras raras e actínídeos; substâncias irradiadas. Nesses materiais, *interações finas* (campo cristalino) e *hiperfinas* (*spin nuclear*) podem contribuir para o campo efetivo atuando sobre o sistema de spins. No caso de materiais ferromagnéticos, nos experimentos de FMR, além da ação do campo magnético aplicado sobre a amostra, os elétrons sofrem também a ação de campos magnéticos intrínsecos do próprio material. A condição geral de ressonância, além de depender da magnetização de saturação do ma-

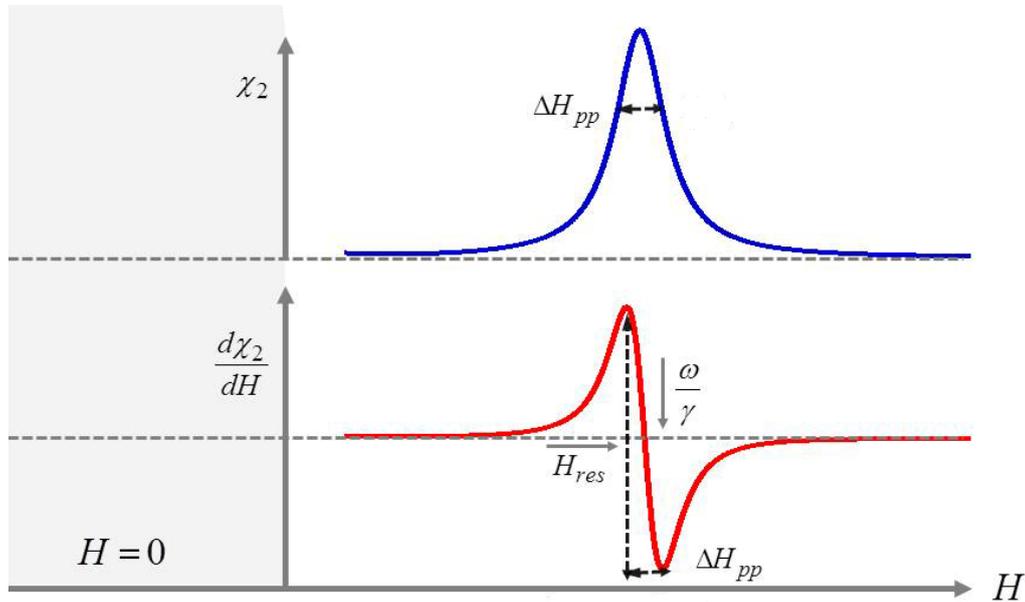


Figura 4.8: Espectro de RME, onde  $\chi_2$  é a susceptibilidade magnética e  $\frac{d\chi_2}{dH}$  é a derivada dela com relação ao campo externo aplicado [55].

terial e da condição de equilíbrio desta magnetização, pode depender também de várias contribuições de anisotropia magnética e de fatores de desmagnetização associados à geometria (forma) da amostra. A natureza das contribuições intrínsecas da amostra para o campo efetivo que atua sobre os elétrons determina, portanto, a diferença entre EPR e FMR. Os espectros de um filme de Fe depositado sobre um substrato monocristalino de MgO, apresentados na Figura 3.5, revelam claramente esta diferença.

### Vantagens da técnica de FMR

No estudo das propriedades de filmes finos magnéticos, a FMR possibilita a avaliação de todos os parâmetros essenciais que descrevem essas propriedades, tais como anisotropia magnética, magnetização efetiva (momento magnético), temperatura de Curie, coeficientes de acoplamento magneto-elástico, mecanismos de relaxação da magnetização, e fator-g. Possibilita também o estudo da anisotropia magnética de superfície, da anisotropia de troca em bicamadas FM/AF, e do acoplamento intercadas, em multicamadas magnéticas. Permite ainda, no caso da observação de modos de Ressonância de Ondas de Spin, o estudo da constante de troca, da anisotropia de superfície e da variação espacial

da magnetização nas proximidades da camada superficial da amostra.

Algumas das vantagens específicas da técnica de FMR são as seguintes [56, 57]:

- **alta sensibilidade:** obter o sinal da ressonância de  $10^{10}$  -  $10^{14}$  momentos magnéticos ferromagneticamente ordenados pode ser medido em poucos minutos; isto corresponde a uma cobertura de 1 a  $10^4$  monocamadas de material magnético em um substrato típico com área de  $1 \text{ cm}^2$ ;
- **alta resolução:** variações do campo de ressonância da ordem de poucos oersted são facilmente detectáveis; na determinação da anisotropia magnética, isto corresponde a uma resolução em energia da ordem de  $0,1 \text{ } \mu\text{eV}$ , permitindo a determinação de coeficientes de anisotropia de até sexta ordem;
- **medidas de propriedades no estado fundamental:** somente as ondas de spin no menor estado de energia são excitados;
- **variações relativas da magnetização** podem ser medidas em função da temperatura ou da espessura do filme; e
- **tempos de relaxação** da magnetização da ordem de  $10^{-7}$  -  $10^{-10}$  s também podem ser medidos.

#### 4.4.1 Teoria básica de FMR

A magnetização de um material ferromagnético resulta de aproximadamente  $10^{22}$  quanta de momento angular. Considerando que sua magnitude seja constante, na presença de campo magnético seu movimento pode ser descrito como o de um giroscópio. A equação de movimento da magnetização na ausência de amortecimento estabelece que a taxa de variação do momento angular é igual ao torque, isto é:

$$\frac{d\vec{J}}{dt} = \vec{M} \times \vec{H}_{ef}; \quad (4.15)$$

sendo  $J$  o momento angular total por unidade de volume do material, relacionado com a magnetização  $M$  pela razão  $\vec{M} = \gamma\vec{J}$ , o que implica em:

$$\frac{d\vec{M}}{dt} = \gamma \vec{M} \times \vec{H}_{ef}; \quad (4.16)$$

cuja solução [53] estabelece a condição de ressonância:

$$\omega_r = \gamma H_{ef}; \quad (4.17)$$

sendo  $\omega_r$  a frequência (angular) de ressonância e  $\gamma = \frac{ge}{2m}$  (e: carga, m: massa do elétron) a razão giromagnética. Como a separação entre os níveis de energia dos estados de spin é  $\Delta E = \gamma \hbar H_{ef}$  e  $\beta = \frac{e\hbar}{2m}$ , esta condição implica em  $h\nu = g\beta H_{ef}$ .

No experimento usual de FMR, o campo magnético oscilante de micro-ondas, perpendicular ao campo magnético estático (produzido pelo eletroímã), excita o modo uniforme de precessão, no qual a magnetização mantém sua magnitude,  $M$ , constante, mas a componente do momento angular de spin ao longo de um eixo selecionado pode mudar. Os níveis de energia ao longo do campo efetivo são dados pela Mecânica Quântica e são separados por um quantum de momento angular.

### Relação de dispersão

O campo efetivo que atua sobre os spins tem várias origens físicas diferentes e faz com que a energia livre do sistema dependa da orientação da magnetização. Esta energia livre dependente da orientação da magnetização e pode ser descrita por  $E(\theta, \phi)$  em termos do ângulo polar  $\theta$  e do ângulo azimutal  $\phi$ . A magnetização está em equilíbrio em uma posição definida pelas condições:

$$E_\theta \equiv \left. \frac{\partial E}{\partial \theta} \right|_\phi = 0 \quad (4.18)$$

e

$$E_\phi \equiv \left. \frac{\partial E}{\partial \phi} \right|_\theta = 0. \quad (4.19)$$

Considerando pequenos desvios da magnetização em torno da posição de equilíbrio (Figura 4.9), Suhl [58] e Smit e Beljers [59] mostraram que a condição geral de ressonância, em termos da energia livre por unidade de volume, é dada por:

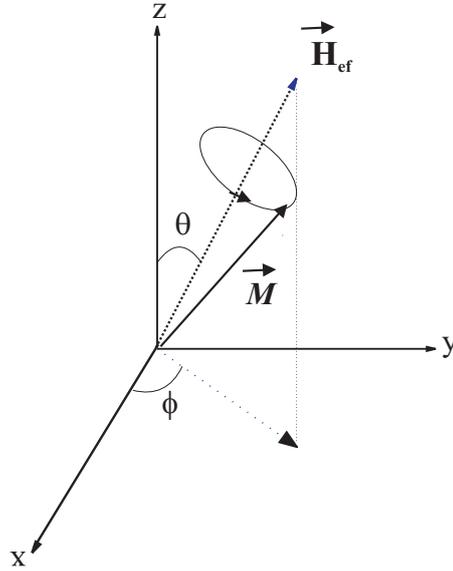


Figura 4.9: Geometria usada para descrever a precessão da magnetização  $\vec{M}$ . A energia livre do sistema depende da orientação de  $\vec{M}$ . A direção de equilíbrio é definida como uma orientação de torque zero. O fenômeno de ressonância refere-se a pequenas oscilações de  $M$  em torno do campo efetivo  $\vec{H}_{ef}$ . A frequência de ressonância é proporcional a  $\vec{H}_{ef}$ .

$$H_{ef} = \frac{\omega_{res}}{\gamma} = \frac{1}{M \sin \theta} (E_{\theta\theta} E_{\phi\phi} - E_{\theta\phi}^2)^{1/2}. \quad (4.20)$$

Portanto, obtida uma expressão fenomenológica para a energia livre, a condição de ressonância para o sistema em estudo pode ser deduzida a partir da relação de dispersão acima. Este é o procedimento que adotamos neste trabalho.

A largura de linha em função da frequência  $\Delta\omega$ , representante do amortecimento da precessão da magnetização, é dada por [55]:

$$\Delta\omega = \frac{\gamma\alpha}{M} \left( E_{\theta\theta} + \frac{E_{\phi\phi}}{\sin^2 \theta} \right); \quad (4.21)$$

onde  $E$  representa a densidade de energia livre (energia livre por unidade de volume) e os subíndices de  $E$  indicam as derivadas parciais desta energia com respeito aos ângulos  $\theta$  e  $\phi$ . Conhecendo  $\Delta\omega$ , podemos encontrar a largura de linha em função do campo magnético (figura 4.8) :

$$\Delta H = \frac{\Delta\omega}{\gamma}. \quad (4.22)$$

A amplitude máxima do movimento de precessão da magnetização está associada experimentalmente com a potência de micro-ondas absorvida pela amostra e pode ser definida por:

$$P(\omega) = \frac{1}{2}\omega\chi''_{xx}h(t)^2; \quad (4.23)$$

onde  $\omega$  é a frequência angular do campo oscilante de micro-ondas,  $\chi''_{xx}$  é a parte imaginária do tensor susceptibilidade magnética e  $h^2(t)$  é o campo de micro-ondas na direção  $x$ , perpendicular ao campo estático aplicado (Figura 4.10).

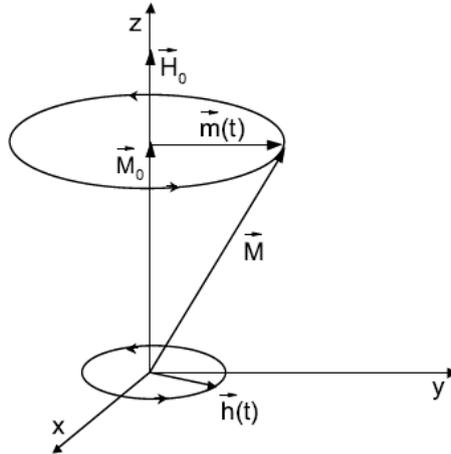


Figura 4.10: Precessão do vetor magnetização em torno do campo estático  $\vec{H}_0$  e do campo magnético de alta frequência  $\vec{h}(t)$ .

#### 4.4.2 Condições de ressonância para um filme fino

Os experimentos de FMR de filmes finos consistem, basicamente, em obter os espectros de FMR, em função da orientação do campo magnético aplicado no plano do filme, ou em função da orientação do campo em relação à normal ao plano do filme.

A condição de ressonância para um filme fino ferromagnético policristalino que possui apenas anisotropia de forma pode ser considerada através de duas situações particulares em relação a direção de aplicação do campo magnético estático: perpendicular e

paralelo ao plano do filme. Em ambos os casos, a condição de ressonância é calculada substituindo a energia livre na fórmula geral dada pela Equação 4.20.

A energia deste sistema por unidade de volume pode ser escrita da seguinte forma:

$$E = 2\pi M_S^2 \sin^2 \theta \sin^2 \phi - M_S H [\sin \theta_H \sin \theta \cos(\phi_H - \phi) + \cos \theta_H \cos \theta]; \quad (4.24)$$

onde o primeiro termo é a energia de forma e o segundo é a energia Zeeman. Os ângulos  $\theta$  e  $\phi$  são os ângulos diretores da magnetização e,  $\theta_H$  e  $\phi_H$  são os ângulos diretores do campo aplicado em relação ao sistema de coordenadas (Figura 4.11). O filme está no plano x-y, sendo o eixo z normal ao plano do filme.

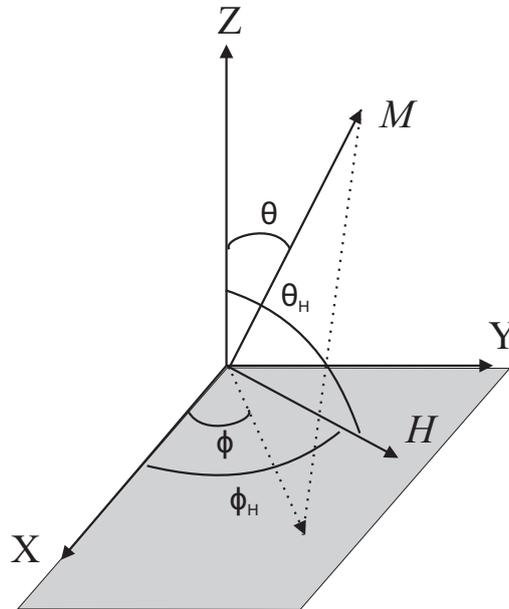


Figura 4.11: Sistema de coordenadas para um filme magnético com  $H$  variando no plano x-y.

A condição de equilíbrio da magnetização é então encontrada derivando a Equação 4.24 com respeito aos ângulos  $\theta$  e  $\phi$  e os igualando a zero, obtendo os seguintes resultados:

$$\theta = \frac{\pi}{2} \quad (4.25)$$

e

$$H \sin(\phi_H - \phi) = 4\pi M_S \sin \phi \cos \phi. \quad (4.26)$$

Conhecendo a condição de equilíbrio da magnetização, a condição de ressonância é obtida efetuando-se as derivadas de segunda ordem da Equação 4.24 em relação aos ângulos, usando as Equações 4.18 e 4.19, e substituindo na Equação 4.20. Assim, obtêm-se a seguinte equação:

$$\frac{\omega^2}{\gamma^2} = [H \cos(\phi_H - \phi) - 4\pi M_S \sin^2 \phi][H \cos(\phi_H - \phi) + 4\pi M_S \cos 2\phi]. \quad (4.27)$$

A partir desta, considerando que absorção de energia ocorre em um estado de completa saturação da amostra, ou seja, a magnetização tem a mesma orientação do campo aplicado  $\phi = \phi_H$ , as condições de ressonância para as duas situações particulares são escritas nas seguintes formas:

$$\frac{\omega}{\gamma} = H_{\perp} - 4\pi M_S; \quad (4.28)$$

$$\left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^2 = H_{\parallel}(H_{\parallel} + 4\pi M_S); \quad (4.29)$$

sendo que estas equações são as condições de ressonância para ângulos específicos  $\phi = \pi/2$  e  $\phi = 0$ , das geometrias de campo estático aplicado perpendicular e paralela ao plano do filme, respectivamente. Os campos  $H_{\perp}$  e  $H_{\parallel}$  são os campos de ressonância perpendicular e paralela ao plano do filme, respectivamente. As Equações 4.28 e 4.29 implicam que:

$$H_{K_{ef}} = 2\frac{K_{ef}}{M_S} = (H_{\perp} + H_{\parallel}/2) - \left[ H_{\parallel} \left( H_{\perp} + \frac{5}{4}H_{\parallel} \right) \right]^{1/2}; \quad (4.30)$$

sendo  $K_{ef}$  a anisotropia efetiva da amostra.

Portanto, a magnetização de saturação do filme pode ser deduzida a partir dos valores de campo de ressonância paralelo e perpendicular.

### 4.4.3 Aspectos experimentais

Um espectrômetro de FMR é composto, basicamente, por um sistema que permite a produção e o controle do campo magnético estático (eletromagneto, com ponta Hall, fonte de potência e sistema de refrigeração), um sistema que permite a produção e o controle da potência da radiação de micro-ondas (ponte de micro-ondas, com frequencímetro, guias de ondas e cavidades ressonantes especiais), um sistema de modulação e ampliação sensível à fase para detecção do sinal de ressonância (amplificador e acessórios), e um sistema para registro e gravação do espectro de ressonância e seus parâmetros (computador, impressora e acessórios).

Os experimentos de FMR desta tese foram realizados à temperatura ambiente no laboratório de Ressonância Magnética Eletrônica da Universidade Federal de Goiás. O equipamento usado para as medidas foi um espectrômetro, de marca Bruker e modelo ESP-300, capaz de fornecer um campo magnético estático de 20 kOe e controle de temperatura da amostra na faixa de 5 a 800 K. Neste equipamento, a frequência de micro-ondas aplicada é fixa e a varredura do campo magnético aplicado é feita de maneira a gerar o sinal ressonante conforme explicado nas seções anteriores. Sendo assim, este espectrômetro permite a realização de medidas em diferentes bandas, tais como: X, K e Q. Cada banda possui uma faixa de frequência de micro-ondas específica que requer o uso de cavidades ressonantes específicas e distintas. No caso das amostras estudadas neste trabalho, foram utilizadas somente as bandas X (9,79 GHz) e Q (33,90 GHz) e cavidades ressonantes retangular (Figura 4.12) e cilíndrica, respectivamente. Neste espectrômetro, o campo de modulação é gerado por bobinas de Helmholtz acopladas à cavidade ressonante. Usualmente, emprega-se o campo de modulação de 10 Oe que oscila com frequência de 100 kHz.

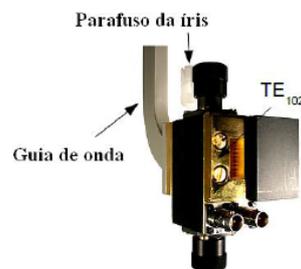


Figura 4.12: Cavidade de micro-ondas retangular com modo de operação  $TE_{102}$  [60].

Para as medidas em banda X, os filmes foram fixados em um goniômetro que permite fazer a variação angular do campo magnético aplicado em relação a um eixo horizontal ou eixo vertical. Assim, é possível orientar o filme em relação a algum ângulo descrito pelo campo magnético externo e o eixo perpendicular ao plano do filme ou em relação a algum ângulo, no plano do filme, conforme Figura 4.11. Para as medidas em banda Q, os filmes foram fixados na base da própria cavidade ressonante e a variação angular do campo magnético externo foi realizada girando o eletroímã. Para aquisição e tratamento de dados foi utilizado o programa WINEPR do próprio fabricante do espectrômetro Bruker.

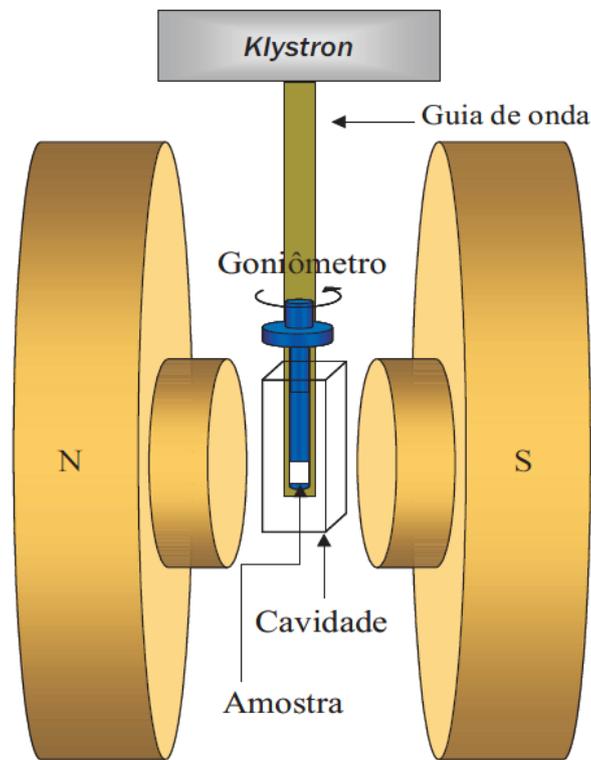


Figura 4.13: Esquema do arranjo experimental para as medidas de FMR em banda X [49].

Todos os valores de  $H_{res}$  foram obtidos diretamente dos espectros. Todos os espectros foram obtidos com 1024 pontos, com uma varredura de 1200 Oe em banda X e 3500 Oe em banda Q. Isto implica em uma incerteza da ordem de, no máximo, 5 Oe nas medidas do  $H_{res}$  para ambas as bandas.

# Capítulo 5

## Resultados Experimentais: Tricamadas sem Acoplamento

Este capítulo apresenta o estudo do fenômeno de *exchange bias* em tricamadas NiFe/FeMn/Co pelas técnicas de VSM, SQUID e FMR. Estas amostras foram crescidas por Magnetron Sputtering DC sobre o substrato de silício monocristalino (100) à temperatura ambiente, sob pressão de trabalho constante de  $3 \times 10^{-3}$  Torr do gás de argônio, na presença de um campo magnético estático de 400 Oe.

Os conjuntos de amostras estudadas neste capítulo foram crescidas utilizando a camada buffer de Cu(20 nm) e a camada protetora de Ta(5 nm). Com o intuito de estudar o comportamento do campo de *exchange bias* em função das espessuras das camadas FM e AF, elas foram divididas em três famílias:

- Família A: NiFe( $t_{NiFe}$ )/FeMn(10 nm)/Co(5 nm), com  $t_{NiFe} = 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9$  e 10 nm; e
- Família B: NiFe( $t_{NiFe}$ )/FeMn(50 nm)/Co(5 nm), com  $t_{NiFe} = 3, 4, 5, 6, 7, 8$  e 9 nm;
- Família C: NiFe(5 nm)/FeMn( $t_{FeMn}$ )/Co(5 nm), com  $t_{FeMn} = 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 20, 30, 40$  e 50 nm;

## 5.1 Ressonância Ferromagnética

As medidas de FMR foram feitas com o espectrômetro de ressonância magnética eletrônica operando na banda Q (33,9 GHz) para todas as amostras.

Os espectros de FMR no plano do filme para todas as amostras da Família A e B mostraram dois modos de ressonância uniformes, atribuídos às camadas de Co e NiFe com magnetizações efetivas muito distintas (Figuras 5.1 e 5.3).

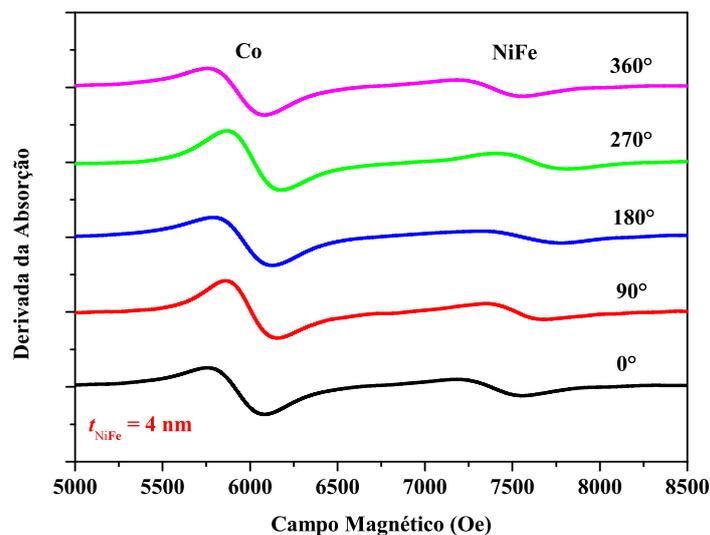


Figura 5.1: Espectros de FMR no plano da tricamada NiFe(4 nm)/FeMn(10 nm)/Co(5 nm), obtido em banda Q.

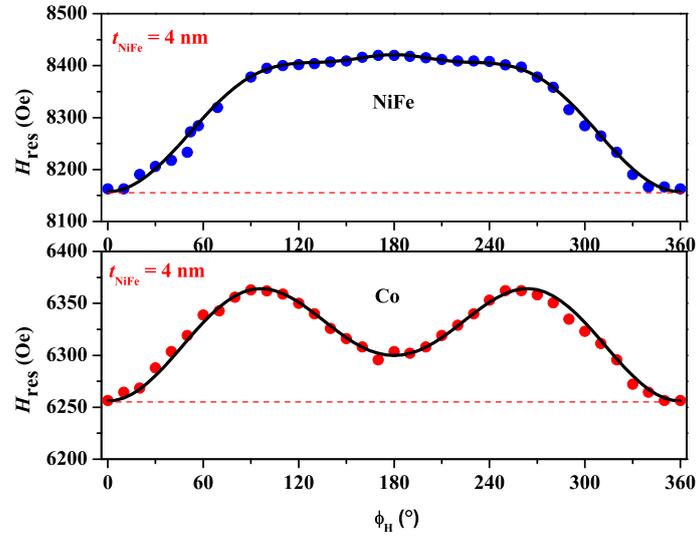


Figura 5.2: Variação angular do campo de ressonância no plano da tricamada NiFe(4 nm)/FeMn(10 nm)/Co(5 nm), obtida em banda Q. Os pontos representam os valores experimentais e a linha contínua o ajuste teórico (obtidos através da Equação 7.19). Os parâmetros utilizados estão listados na Tabela 7.1. A barra de erro das medidas é menor que o tamanho do símbolo.

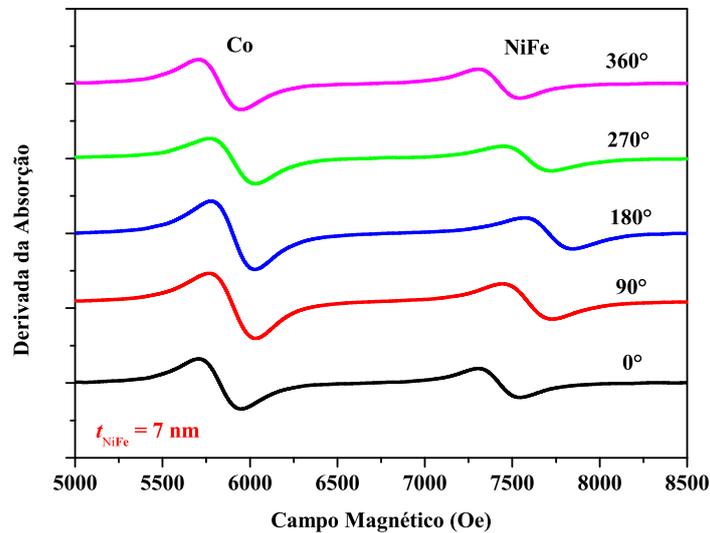


Figura 5.3: Espectros de FMR no plano da tricamada NiFe(7 nm)/FeMn(50 nm)/Co(5 nm), obtido em banda Q.

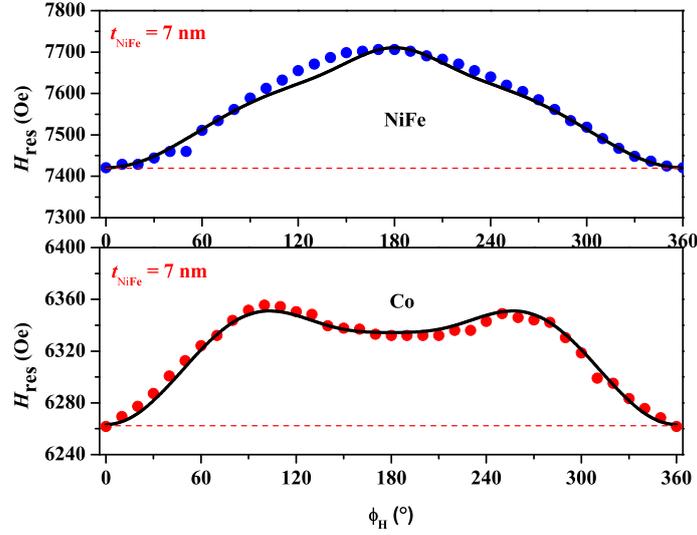


Figura 5.4: Variação angular do campo de ressonância no plano da tricamada NiFe(7 nm)/FeMn(50 nm)/Co(5 nm), obtida em banda Q. Os pontos representam os valores experimentais e a linha contínua o ajuste teórico (obtidos através da Equação 7.19). Os parâmetros utilizados estão listados na Tabela 7.2. A barra de erro das medidas é menor que o tamanho do símbolo.

As curvas de variação angular de campo de ressonância (Figuras 5.2 e 5.4) mostraram que o modo do Co possui predominantemente anisotropia uniaxial e que o modo do NiFe possui predominantemente anisotropia unidirecional para todas as diferentes espessuras de NiFe, o qual apresenta uma dependência inversa do campo de ressonância quando comparada com a dependência do modo do Co, conforme podemos ver nas Figuras 5.5 e 5.6.

Para a camada de NiFe observamos o comportamento geralmente reportado na literatura. Entretanto, para camada de Co ocorre um inesperado aumento da intensidade do campo de *exchange bias* com a espessura da camada de NiFe. Isto é muito interessante, pois a espessura da camada de Co é fixa. Nam e colaboradores [10] propuseram que o campo de *exchange bias* pode se propagar de uma interface a outra através da camada de FeMn. Portanto, o *exchange bias* de uma interface afeta a outra. J. Nogués e I. K. Schuller [4] afirmaram que se a camada ferromagnética é muito fina, a dependência com inverso da espessura da camada ferromagnética não é mais válida. Provavelmente, porque a camada ferromagnética se torna descontínua ou não homogênea magneticamente. Além

disto, M. Tafur e colaboradores [61] observaram que o campo de *exchange bias* oscila na interface IrMn/Co, demonstrando um comportamento não linear com a espessura da camada FM. O interessante deste trabalho é que eles também variaram a espessura da camada de NiFe (NiFe/IrMn/Co) e mantiveram a espessura da camada de Co fixa. Nossos resultados sugerem uma combinação destes três efeitos.

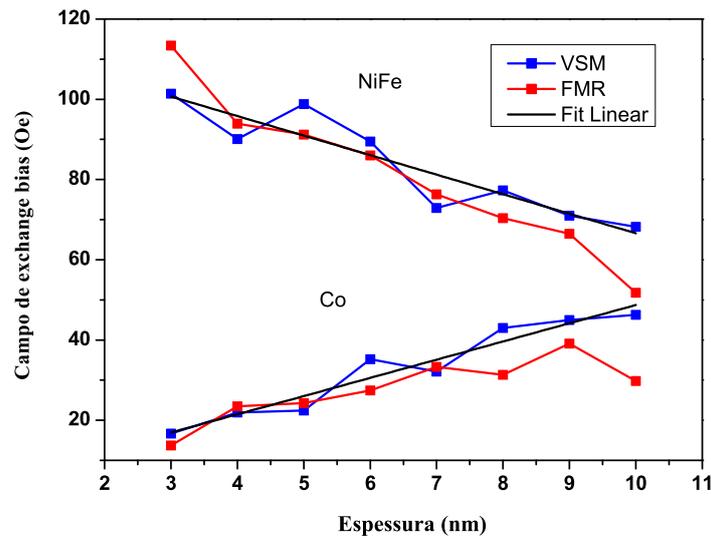


Figura 5.5: Dependências dos campos de *exchange bias* com a espessura da camada ferromagnética de NiFe para os modos do NiFe e do Co, estimadas via VSM e FMR, para as tricamas da família A  $[\text{NiFe}(t_{\text{NiFe}})/\text{FeMn}(10 \text{ nm})/\text{Co}(5 \text{ nm})]$ .

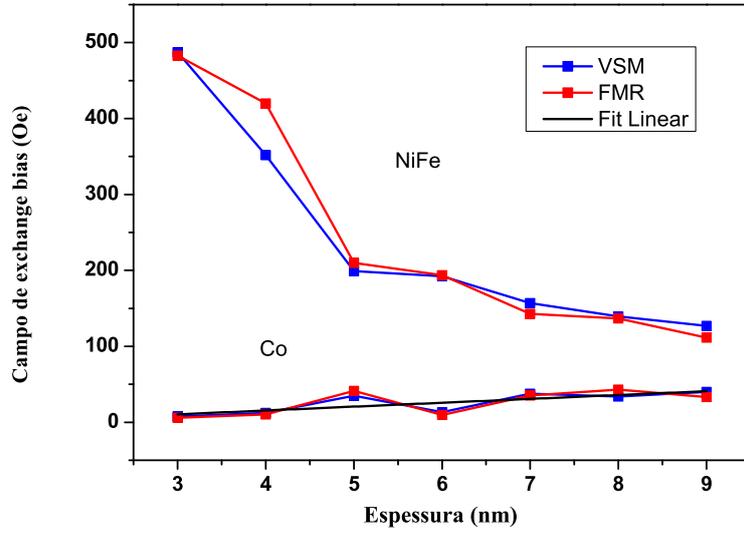


Figura 5.6: Dependências dos campos de *exchange bias* com a espessura da camada ferromagnética de NiFe para os modos do NiFe e do Co, estimadas via VSM e FMR, para as tricamas da família B [NiFe( $t_{NiFe}$ )/FeMn(50 nm)/Co(5 nm)].

Além dos dois modos uniformes observados nas famílias anteriores, um outro modo do NiFe foi observado na Família C. Ele não aparece em todas as amostras e nem para todas orientações do campo magnético aplicado devido a superposição com o modo uniforme do NiFe. Podemos visualizá-lo no espectro da Figura 5.9 para o ângulo de  $180^\circ$ .

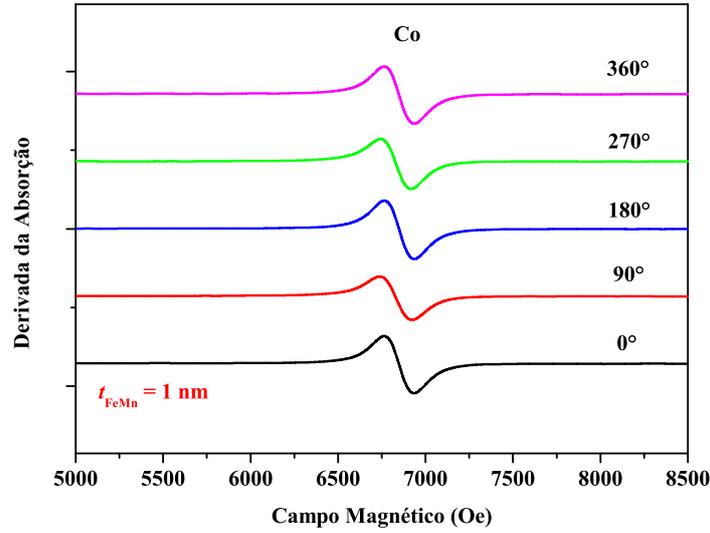


Figura 5.7: Espectros de FMR no plano da tricamada NiFe(5 nm)/FeMn(1 nm)/Co(5 nm), obtido em banda Q.

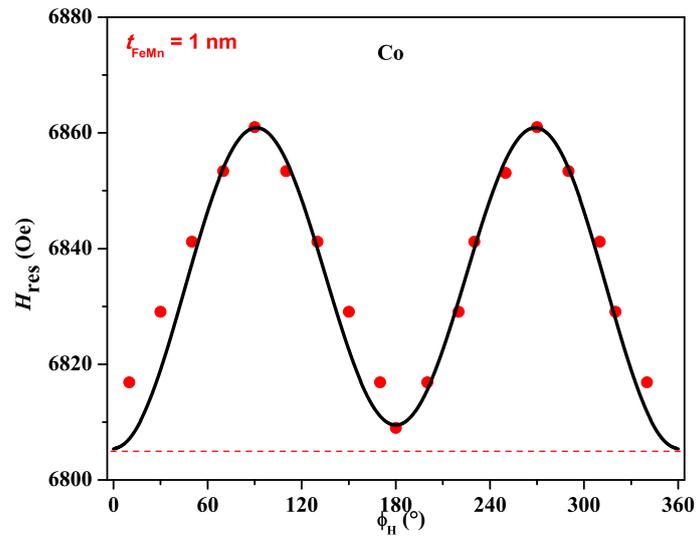


Figura 5.8: Variação angular do campo de ressonância no plano da tricamada NiFe(5 nm)/FeMn(1 nm)/Co(5 nm), obtida em banda Q. Os pontos representam os valores experimentais e a linha contínua o ajuste teórico (obtidos através da Equação 7.19). Os parâmetros utilizados estão listados na Tabela 7.3. A barra de erro das medidas é menor que o tamanho do símbolo.

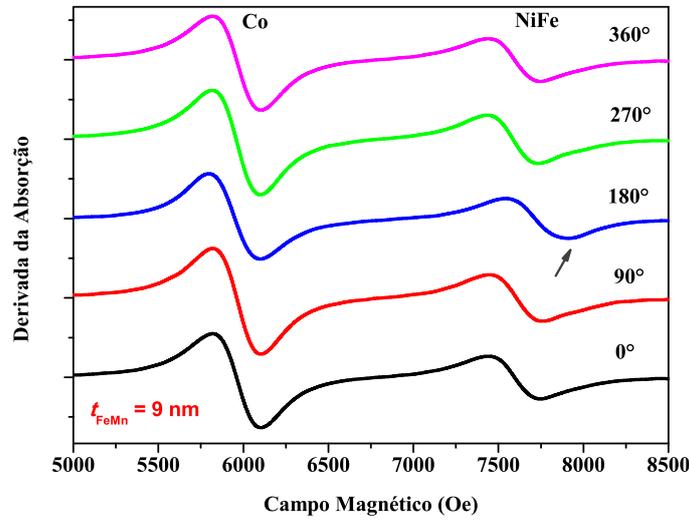


Figura 5.9: Espectros de FMR no plano da tricamada NiFe(5 nm)/FeMn(9 nm)/Co(5 nm), obtido em banda Q. A seta no espectro correspondente ao ângulo de 180° indica o modo de ressonância da fase do NiFe com anisotropia uniaxial.

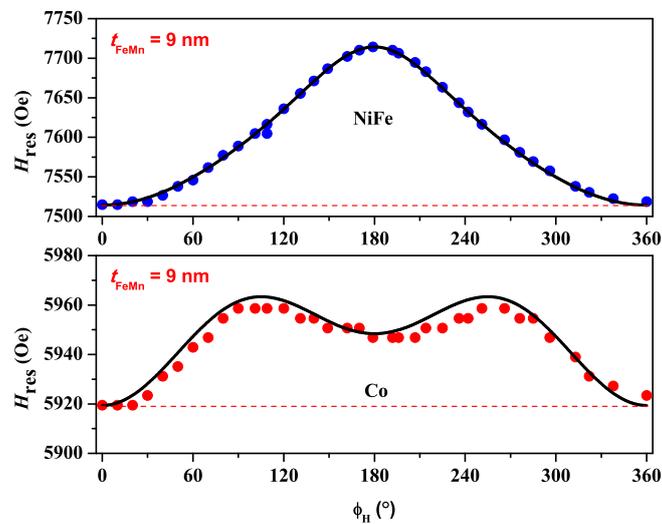


Figura 5.10: Variação angular do campo de ressonância no plano da tricamada NiFe(5 nm)/FeMn(9 nm)/Co(5 nm), obtida em banda Q. Os pontos representam os valores experimentais e a linha contínua o ajuste teórico (obtidos através da Equação 7.19). Os parâmetros utilizados estão listados na Tabela 7.3. A barra de erro das medidas é menor que o tamanho do símbolo.

A análise dos espectros de FMR e da variação angular dos campos de ressonância das amostras da Família C mostrou que:

- O modo do Co possui alta anisotropia uniaxial para amostras com baixa espessura da camada antiferromagnética (Figura 5.8); entretanto, uma pequena anisotropia unidirecional também está presente. Conforme a espessura da camada de FeMn aumenta, a anisotropia unidirecional cresce em relação a anisotropia uniaxial, e passa a ser predominante (Figura 5.10). Neste caso, a amostra apresenta alto campo de *exchange bias* e grande espessura da camada antiferromagnética;
- O modo do NiFe não aparece para a amostra com espessura de  $t_{FeMn} = 1 \text{ nm}$ . Para as outras amostras ele possui anisotropia uniaxial e unidirecional. Sendo esta última predominante, à medida que a espessura do FeMn aumenta (Figura 5.10);
- Amostras com espessuras baixas da camada de FeMn não estabilizam a fase AF, o que não permite a formação de EB.

O modo de ressonância do NiFe com anisotropia uniaxial é atribuído a uma fase magnética com menor magnetização efetiva, devido aos efeitos de interface da camada de NiFe com a camada buffer (Cu).

Os resultados obtidos por FMR mostraram também que a intensidade do campo de anisotropia unidirecional depende, a partir de uma determinada espessura, da espessura da camada antiferromagnética. Esta dependência pode ser vista na Figura 5.11. Nota-se a presença de uma espessura crítica, a partir da qual, aparentemente, o campo de *exchange bias* passa a ser constante, ou seja, a anisotropia unidirecional pára de crescer linearmente com a espessura da camada antiferromagnética. Os resultados sugerem que o valor desta espessura, para esta família de amostras, é de  $t_{FeMn} = 40 \text{ nm}$ .

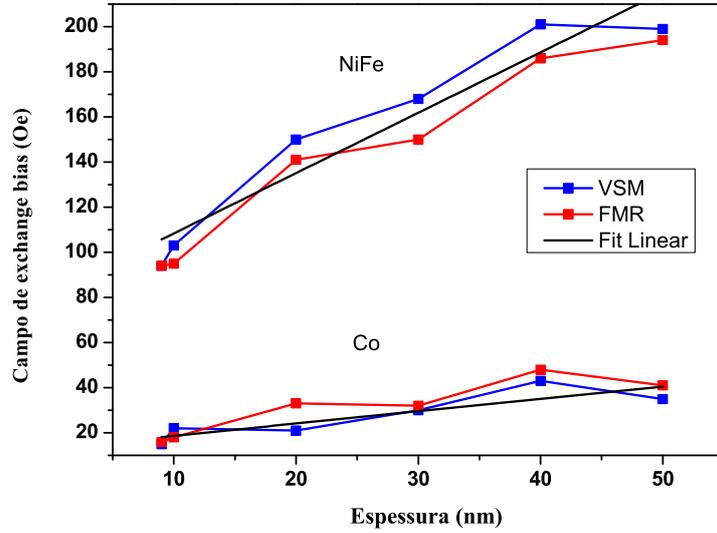


Figura 5.11: Dependências dos campos de *exchange bias* com a espessura da camada antiferromagnética de FeMn para os modos do NiFe e do Co, estimadas via VSM e FMR, para as tricamas da família C [NiFe(5 nm)/FeMn( $t_{FeMn}$ )/Co(5 nm)].

## 5.2 Magnetometria

Para as amostras das famílias A e B, as curvas de magnetização apresentam dois laços correspondentes aos modos do Co e do NiFe, respectivamente. Nas figuras 5.12 e 5.13 podemos verificar que o campo de *exchange bias* do Co aumenta ligeiramente com o aumento da espessura da camada ferromagnética de NiFe enquanto que o campo de *exchange bias* do NiFe decresce.

Para as amostras da família C, as curvas de magnetização também apresentam dois laços correspondentes aos modos do Co e do NiFe (Figura 5.16), com exceção da amostra com  $t_{FeMn} = 1 \text{ nm}$  (Figura 5.14).

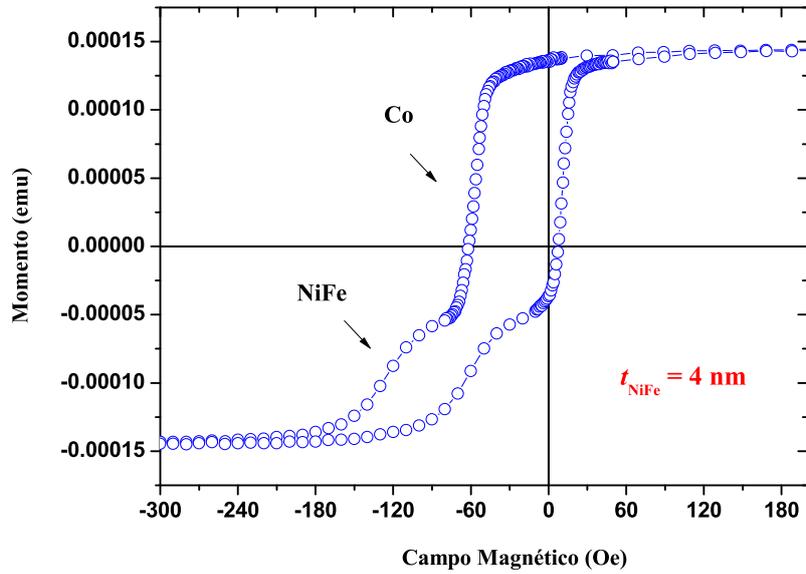


Figura 5.12: Curva de histerese da tricamada NiFe(4 nm)/FeMn(10 nm)/Co(5 nm), medida à temperatura ambiente e com o campo magnético paralelo ao eixo de anisotropia unidirecional.

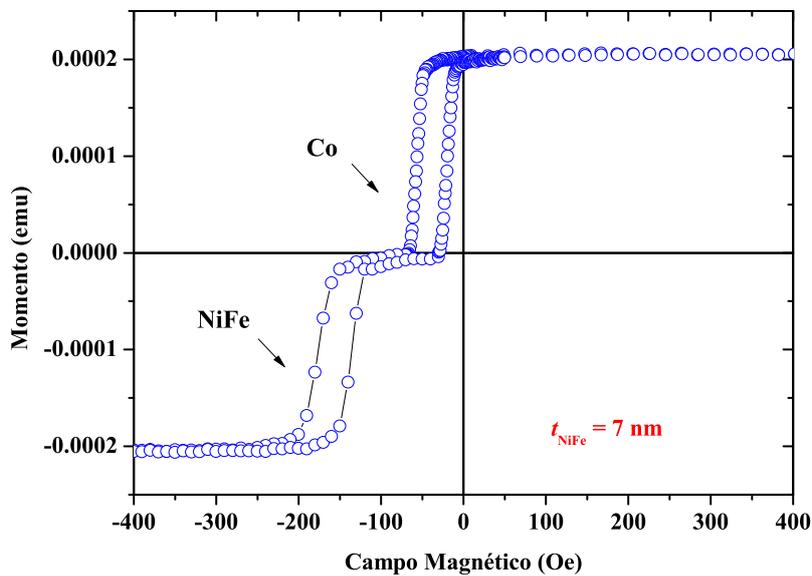


Figura 5.13: Curva de histerese da tricamada NiFe(7 nm)/FeMn(50 nm)/Co(5 nm), medida à temperatura ambiente e com o campo magnético paralelo ao eixo de anisotropia unidirecional.

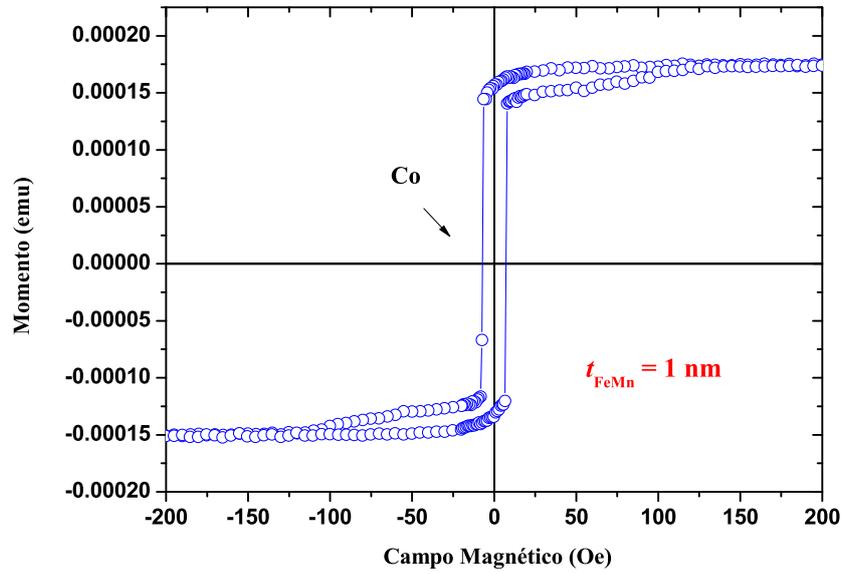


Figura 5.14: Curva de histerese da tricamada NiFe(5 nm)/FeMn(1 nm)/Co(5 nm), medida à temperatura ambiente e com o campo magnético paralelo ao eixo de anisotropia unidirecional.

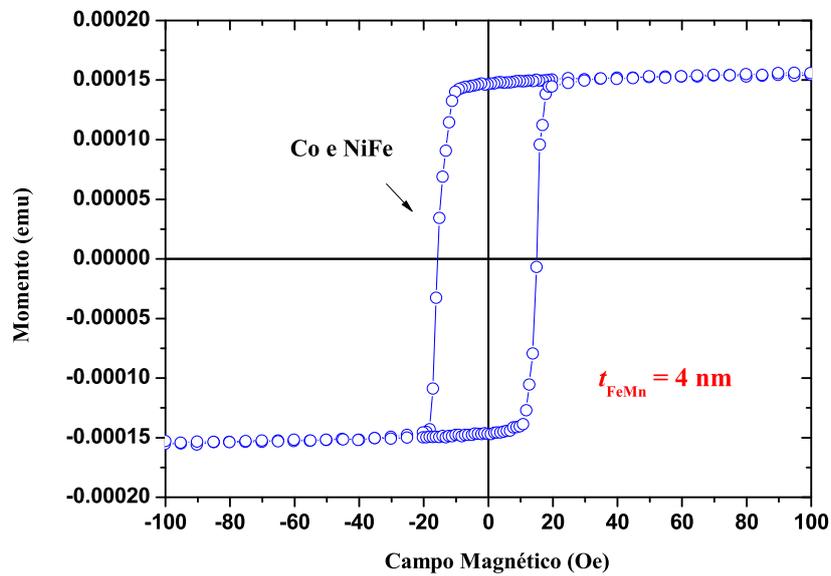


Figura 5.15: Curva de histerese da tricamada NiFe(5 nm)/FeMn(4 nm)/Co(5 nm), medida à temperatura ambiente e com o campo magnético paralelo ao eixo de anisotropia unidirecional.

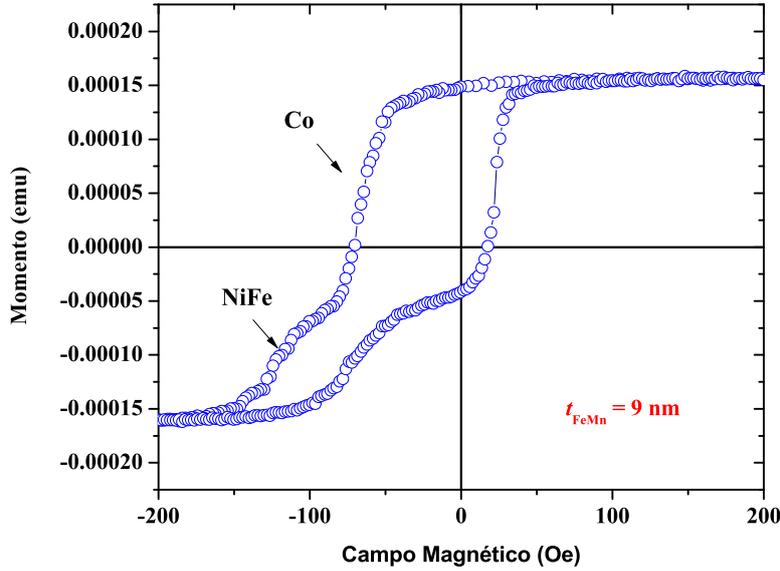


Figura 5.16: Curva de histerese da tricamada NiFe(5 nm)/FeMn(9 nm)/Co(5 nm), medida à temperatura ambiente e com o campo magnético paralelo ao eixo de anisotropia unidirecional.

Outro resultado importante observado nos experimentos de magnetização por VSM a ser explorado é a realização de medidas a baixas temperaturas. Um estudo preliminar foi feito para mostrar as possibilidades de diferentes estudos e aplicações com o mesmo tipo de material escolhido para o desenvolvimento desta tese.

Podemos verificar nas Figuras 5.17 e 5.19 que o campo de *exchange bias* aumenta significativamente quando a temperatura decresce, possivelmente por haver maior ordenamento dos momentos magnéticos não-compensados da camada AF nas interfaces de NiFe e Co [62]. Além disto, a interação de troca ( $J_{FM/AF}$ ) entre os spins das camadas magnéticas contribuem para o aumento do campo de *exchange bias*. Isto também pode ser visto nas medidas de magnetização feitas por outra técnica denominada SQUID (Figura 5.18 e 5.20).

Os cálculos referentes ao campo de *exchange bias* obtidos podem ser vistos nas tabelas 5.4 e 5.5. Trabalhos futuros poderão ainda ser feitos para uma investigação mais quantitativa e qualitativa.

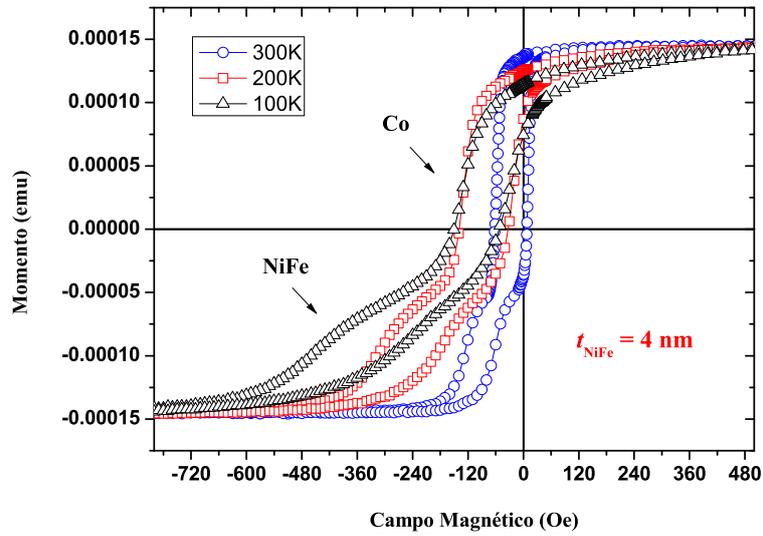


Figura 5.17: Curvas de histerese obtidas pela técnica de VSM da tricamada NiFe(4 nm)/FeMn(10 nm)/Co(5 nm), medidas em diferentes temperaturas.

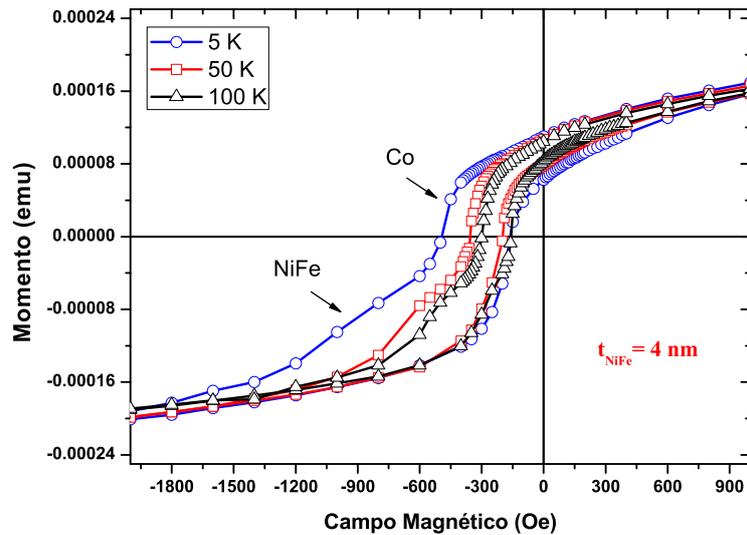


Figura 5.18: Curvas de histerese obtidas pela técnica de SQUID da tricamada NiFe(4 nm)/FeMn(10 nm)/Co(5 nm), medidas em diferentes temperaturas.

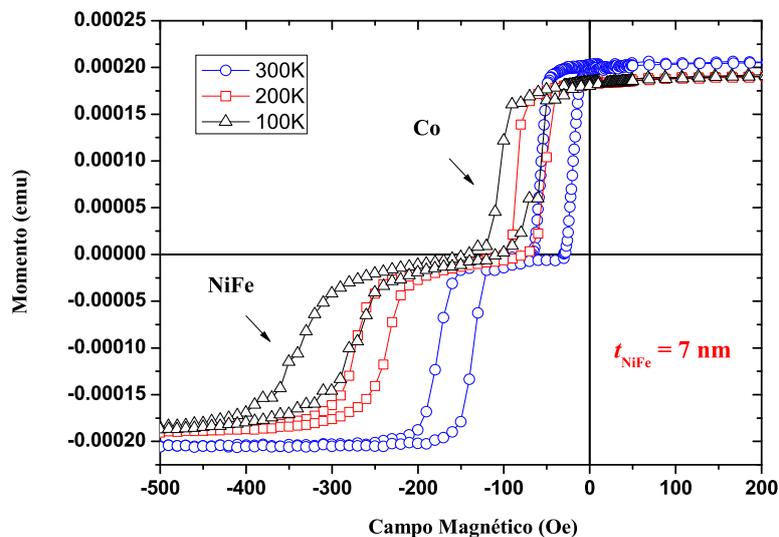


Figura 5.19: Curvas de histerese obtidas pela técnica de VSM da tricamada NiFe(7 nm)/FeMn(50 nm)/Co(5 nm), medidas em diferentes temperaturas.

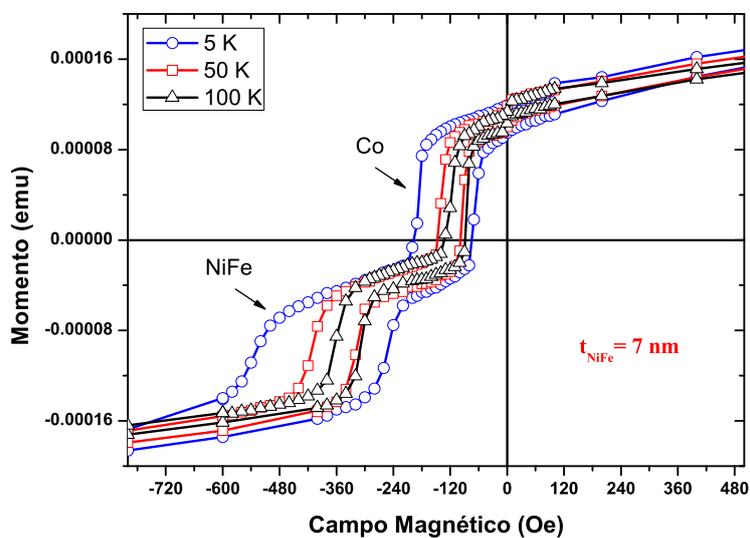


Figura 5.20: Curvas de histerese obtidas pela técnica de SQUID da tricamada NiFe(7 nm)/FeMn(50 nm)/Co(5 nm), medidas em diferentes temperaturas.

### 5.3 Conclusões

As famílias A e B foram crescidas com o intuito de se observar o comportamento do campo de *exchange bias* com relação a diferentes espessuras da camada ferromagnética. Além de compará-los entre si e com outros sistemas no que se refere ao comportamento deste campo com a dependência da espessura da camada antiferromagnética, como observado em outros trabalhos [10, 11, 13]. Além disso, as Figuras 5.5 e 5.6, mostraram uma dependência do campo de *exchange bias* com a espessura da camada ferromagnética. Estes resultados concordam com os resultados encontrados na literatura no que se refere a diminuição do campo de *exchange bias* com o aumento da espessura da camada ferromagnética ( $H_{eb} \propto 1/t_{FM}$ ) para o modo do NiFe [4, 63], mas diferem no que se refere ao aumento do campo de *exchange bias* com o aumento da espessura da camada ferromagnética ( $H_{eb} \propto t_{FM}$ ) para o modo do Co, à temperatura ambiente [4, 64, 65].

O estudo por Ressonância Ferromagnética revelou, para ambos os modos uniformes do Co e do NiFe, que o campo de anisotropia de *exchange bias* depende da espessura da camada antiferromagnética e também evidenciou uma segunda fase do NiFe não encontrada nas medidas de magnetização por VSM. Além de mostrar que para tricamadas, com espessuras finas da camada de FeMn, a variação angular do campo de ressonância do modo uniforme do Co apresenta predominantemente o efeito de anisotropia uniaxial.

A Figura 5.11 mostrou uma dependência do campo de *exchange bias* com a espessura da camada antiferromagnética. Este resultado, quando comparado com outros trabalhos na literatura, tais como os expostos nas referências [4, 64, 65] mostram similaridades no que se refere ao aumento do campo de *exchange bias* com o aumento da espessura da camada antiferromagnética ( $H_{eb} \propto t_{AF}$ ) para ambos os modos de Co e NiFe, próximo da temperatura ambiente. Porém a dependência do campo de *exchange bias* com a espessura  $t_{AF}$  para o modo do NiFe é muito mais acentuado do que para o modo do Co. Isto se deve ao fato da camada de Co ter sido depositada sobre a camada compensada e rígida (tipo *bulk*) de FeMn, o que acarreta uma fraca influência dos spins da camada AF na camada de Co, originando um valor menor da intensidade do campo de *exchange bias* [22].

As curvas de magnetização para as amostras da Família C, apesar de terem sido obtidas por uma técnica com grande sensibilidade (da ordem de  $10^{-5}emu$  [39]) como o VSM, não apresentaram a segunda fase do NiFe mostrada nos espectros de FMR (Figura 5.9). Além disso, as curvas de histerese para baixas espessuras da camada AF revelaram

apenas uma fase (Figura 5.15), impossibilitando, assim, a distinção dos laços de Co e NiFe. Porém, como a camada AF é muito fina e provavelmente não estabiliza, o que não gera EB nas interfaces NiFe/FeMn e FeMn/Co, mas influencia (afeta) a camada de NiFe, que apresenta uma pequena anisotropia uniaxial, pois, para o caso normal, o NiFe possui anisotropia unidirecional e o Co anisotropia uniaxial. Isto significa que, para este caso, a magnetização do Co predomina.

Comparando as Tabelas 5.1, 5.2 e 5.3, podemos verificar que a intensidade do campo de *exchange bias* depende da espessura das camadas magnéticas. Além disto, os valores são maiores para a família de amostras com maior espessura da camada antiferromagnética.

Em geral, as medidas de VSM concordaram com os resultados encontrados pela técnica de FMR referentes ao valor do campo de *exchange bias* nas interfaces NiFe/FeMn e FeMn/Co para amostras com diferentes espessuras da camada ferromagnética e antiferromagnética (Tabelas 5.1, 5.2 e 5.3), o que confirma a complementariedade das técnicas e valida os métodos experimentais utilizados neste trabalho.

Tabela 5.1: Valores dos campos de  $H_c$  e  $H_{eb}$  nas interfaces NiFe/FeMn e FeMn/Co obtidos através dos ajustes teóricos das curvas de histerese e variação angular do campo de ressonância no plano do filme das tricamadas NiFe( $t_{NiFe}$ )/FeMn(10 nm)/Co(5 nm). Os erros dos valores estimados dos campos pelas técnicas de VSM e FMR são de aproximadamente 2 e 5 Oe, respectivamente.

<b>Família A</b>						
<b>NiFe/FeMn</b>				<b>FeMn/Co</b>		
$t_{NiFe}$ (nm)	$H_c$ [VSM] (Oe)	$H_{eb}$ [VSM] (Oe)	$H_{eb}$ [FMR] (Oe)	$H_c$ [VSM] (Oe)	$H_{eb}$ [VSM] (Oe)	$H_{eb}$ [FMR] (Oe)
3	34	101	113	38	17	14
4	30	90	94	34	22	23
5	25	99	91	39	22	24
6	18	89	86	35	35	27
7	16	73	76	34	32	33
8	20	76	72	42	41	34
9	19	71	67	34	45	39
10	18	68	52	32	46	30

Tabela 5.2: Valores dos campos de  $H_c$  e  $H_{eb}$  nas interfaces NiFe/FeMn e FeMn/Co obtidos através dos ajustes teóricos das curvas de histerese e variação angular do campo de ressonância no plano do filme das tricamadas NiFe( $t_{NiFe}$ )/FeMn(50 nm)/Co(5 nm). Os erros dos valores estimados dos campos pelas técnicas de VSM e FMR são de aproximadamente 2 e 5 Oe, respectivamente.

<b>Família B</b>						
	<b>NiFe/FeMn</b>			<b>FeMn/Co</b>		
$t_{NiFe}$ (nm)	$H_c$ [VSM] (Oe)	$H_{eb}$ [VSM] (Oe)	$H_{eb}$ [FMR] (Oe)	$H_c$ [VSM] (Oe)	$H_{eb}$ [VSM] (Oe)	$H_{eb}$ [FMR] (Oe)
3	34	487	483	12	8	6
4	22	352	420	13	12	10
5	26	195	184	21	37	40
6	18	193	194	15	13	10
7	20	158	144	18	38	35
8	20	139	137	20	34	43
9	24	127	111	17	40	33

Tabela 5.3: Valores dos campos de  $H_c$  e  $H_{eb}$  nas interfaces NiFe/FeMn e FeMn/Co obtidos através dos ajustes teóricos das curvas de histerese e variação angular do campo de ressonância no plano do filme das tricamadas NiFe(5 nm)/FeMn( $t_{FeMn}$ )/Co(5 nm). Os erros dos valores estimados dos campos pelas técnicas de VSM e FMR são de aproximadamente 2 e 5 Oe, respectivamente.

<b>Família C</b>						
	<b>NiFe/FeMn</b>			<b>FeMn/Co</b>		
$t_{NiFe}$ (nm)	$H_c$ [VSM] (Oe)	$H_{eb}$ [VSM] (Oe)	$H_{eb}$ [FMR] (Oe)	$H_c$ [VSM] (Oe)	$H_{eb}$ [VSM] (Oe)	$H_{eb}$ [FMR] (Oe)
1	8	0	—	8	0	2
2	4	0	0	4	0	6
3	15	0	8	15	0	4
4	15	0	0	15	0	2
5	31	0	2	31	0	4
6	37	3	6	37	3	2
7	39	10	9	39	10	4
8	28	43	43	39	13	7
9	22	95	99	43	19	14
10	25	103	85	39	22	18
20	29	150	141	36	21	33
30	25	168	150	26	30	32
40	23	201	184	34	43	48
50	26	199	184	21	35	41

Para o caso a baixas temperaturas pode-se concluir que o campo de *exchange bias* aumenta para temperatura inferiores que a temperatura ambiente, caso este muito similar ao trabalho realizado por M. G. Blamire e colaboradores [13].

Note que os valores de campos de *exchange bias* fornecidos pelas diferentes técnicas, nem sempre concordam. Esta discrepância foi investigada teoricamente por Haiwen Xi e Robert M. White [66], considerando o modelo de Mauri e colaboradores. Eles concluíram que diferentes técnicas devem fornecer diferentes valores. Porém, Geshev [67] derivou expressões analíticas para obter os campos de *exchange bias*, coercividade e de anisotropia

efetiva considerando o mesmo modelo, e concluiu que estas discrepâncias se devem aos diferentes processos de magnetização envolvidos nos processos de medidas. Além disso, os resultados obtidos nesta tese de doutorado, sugerem que estas diferenças podem estar relacionadas com a sensibilidade da técnica.

Tabela 5.4: Valores dos campos de  $H_c$  e  $H_{cb}$  nas interfaces NiFe/FeMn e FeMn/Co obtidos através dos ajustes teóricos das curvas de histerese da tricamada NiFe(4 nm)/FeMn(10 nm)/Co(5 nm), obtidos pelas técnicas de VSM e SQUID, a uma temperatura de 100 K. Os erros dos valores estimados dos campos para ambas as técnicas de VSM e SQUID são de aproximadamente 2 Oe.

<b>Família A</b>				
<b>Medidas de magnetometria</b>				
Modo	$H_c$ [VSM]	$H_{cb}$ [VSM]	$H_c$ [SQUID]	$H_{cb}$ [SQUID]
	(Oe)	(Oe)	(Oe)	(Oe)
<i>NiFe/FeMn</i>	92	380	143	417
<i>FeMn/Co</i>	52	120	77	226

Tabela 5.5: Valores dos campos de  $H_c$  e  $H_{cb}$  nas interfaces NiFe/FeMn e FeMn/Co obtidos através dos ajustes teóricos das curvas de histerese da tricamada NiFe(7 nm)/FeMn(50 nm)/Co(5 nm), obtidos pelas técnicas de VSM e SQUID, a uma temperatura de 100 K. Os erros dos valores estimados dos campos para ambas as técnicas de VSM e SQUID são de aproximadamente 2 Oe.

<b>Família B</b>				
<b>Medidas de magnetometria</b>				
Modo	$H_c$ [VSM]	$H_{cb}$ [VSM]	$H_c$ [SQUID]	$H_{cb}$ [SQUID]
	(Oe)	(Oe)	(Oe)	(Oe)
<i>NiFe/FeMn</i>	30	330	28	340
<i>FeMn/Co</i>	21	108	19	112

O campo coercivo ( $H_c$ ) observado nas Tabelas 5.1, 5.2, 5.4 e 5.5 é proporcional ao inverso da espessura da camada FM ( $H_c \propto \frac{1}{(t_{FM})^n}$ ) como esperado por Leighton e colaboradores [68]. Além disso, algumas discrepâncias em relação ao expoente  $n$  são previstas [69]. Isto poderia explicar alguns valores que distoam deste comportamento, que pode ser justificado pelo fato do  $H_c$  ser fortemente afetado pela anisotropia de troca e pela estrutura da camada FM [4]. Com relação a Tabela 5.3, o  $H_c$  aumenta até um determinado valor e, em seguida, decresce em função da espessura da camada AF, ou seja, ocorre um pico. Ali e colaboradores [65] atribuem este pico a formação da microestrutura de domínios AF, a qual é reversível mesmo quando a anisotropia é suficiente para estabilizá-la.

As Famílias A, B e C de amostras não apresentaram dependências angulares assimétricas de campo de ressonância, o que é uma evidência de ausência de acoplamento entre as camadas ferromagnéticas.

# Capítulo 6

## Resultados Experimentais: Tricamadas com Acoplamento

Este capítulo apresenta o estudo do fenômeno de *exchange bias* nas Famílias D e E de tricamadas NiFe/FeMn/Co pelas técnicas de VSM e FMR. As condições de deposição para o conjunto de amostras da família D foram as mesmas de todas as amostras anteriores. Na Família E, apesar das amostras terem sido preparadas também sob uma pressão de trabalho constante de  $3 \times 10^{-3}$  Torr e crescida na presença de um campo magnético de 400 Oe, após a deposição da camada de NiFe e de uma primeira camada de FeMn(25 nm), ela foi re-orientada na câmara de deposição na direção contrária ao campo magnético estático aplicado, sendo depositadas a seguir as camadas de FeMn(25 nm), Co( $t$ ) e Ta(5 nm). Esta última família de amostras foi criada com o intuito de investigar o comportamento do campo de *exchange bias* com relação a diferentes espessuras das camadas ferromagnéticas e o acoplamento entre elas através da camada antiferromagnética [10].

Os conjuntos de amostras D e E estudados neste capítulo foram crescidos utilizando a camada buffer de Cu(20 nm) e camadas protetoras de Cu(5 nm) e Ta(5 nm), respectivamente. Sendo,

- Família D: NiFe(5 nm)/FeMn(10 nm)/Co( $t_{Co}$ ), com  $t_{Co} = 3, 4, 5$  e 10 nm; e
- Família E: NiFe( $t_{FM}$ )/FeMn(50 nm)/Co( $t_{FM}$ ), com  $t_{FM} = 3, 4, 5, 8$  e 10 nm.

## 6.1 Ressonância Ferromagnética

As medidas de FMR foram feitas com o espectrômetro de ressonância magnética eletrônica operando em bandas X e Q para todas as amostras referentes às Famílias D e E, respectivamente. A única exceção foi a amostra NiFe(5 nm)/FeMn(10 nm)/Co( $t_{Co} = 3 \text{ nm}$ ), medida em ambas as bandas de frequência.

Os espectros de FMR no plano dos filmes para todas as amostras mostraram dois modos de ressonância uniformes, atribuídos às camadas de Co e NiFe com magnetizações efetivas muito distintas, conforme ilustrado nas Figuras 6.1, 6.3, 6.5 e 6.7.

As curvas de variação angular do campo de ressonância, obtidas através das medidas de FMR, podem ser vistas nas Figuras 6.2, 6.4, 6.6 e 6.8. Para o caso da família D, as curvas referente a camada de Co exibem uma forma de sino e as curvas da camada de NiFe exibem uma assimetria atribuída a uma pequena contribuição de anisotropia uniaxial originado pela interação antiferromagnética entre as camadas ferromagnéticas. Para o caso das amostras da família E, as curvas da camada de NiFe exibem a bem conhecida forma de sino, a qual representa a variação angular de uma bicamada FM/AF com *exchange bias*. Por outro lado, a variação angular do  $H_{res}$  do modo do Co não revela o efeito da anisotropia unidirecional, isto é, não revela o efeito de campo de *exchange bias*. Além disto, as Figuras 6.6 e 6.8 revelam que os eixos fáceis de magnetização das camadas de NiFe e Co não são colineares. Nestas figuras, as curvas sólidas foram geradas usando o modelo de parede de domínios [44]; os pontos são os valores experimentais. De acordo com F. Y. Yang and C. L. Chien [11], devido a elevada anisotropia da camada de Co, seu eixo de anisotropia uniaxial deve coincidir com o eixo do campo magnético de deposição. Entretanto, os resultados experimentais implicam que há um ângulo de aproximadamente  $25^\circ$  e  $15^\circ$  entre o eixo do campo magnético aplicado durante o processo de deposição e o eixo de anisotropia uniaxial do Co, para amostras com espessuras  $t = 5$  e  $10 \text{ nm}$ , respectivamente.

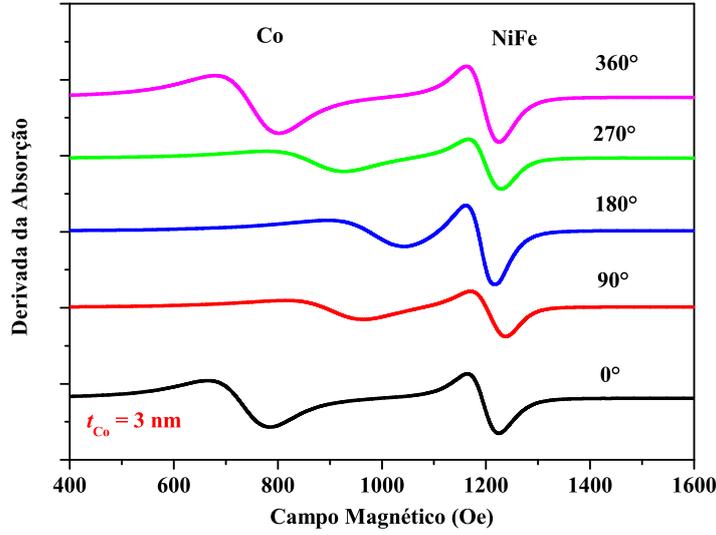


Figura 6.1: Espectros de FMR no plano da tricamada NiFe(5 nm)/FeMn(10 nm)/Co(3 nm), obtido em banda X.

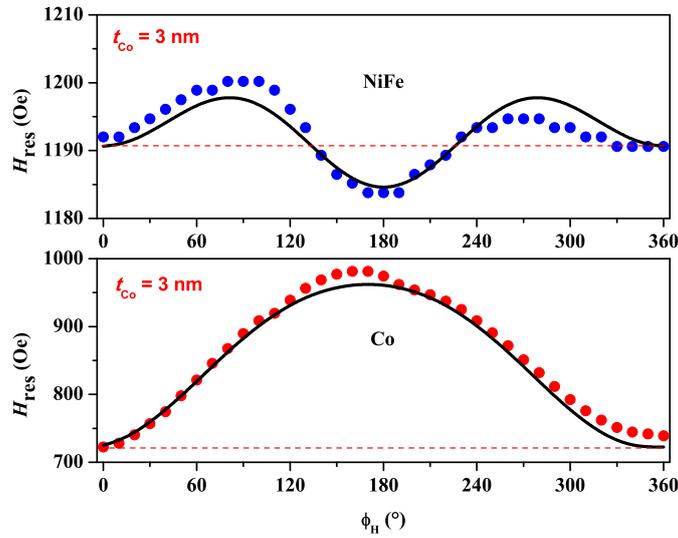


Figura 6.2: Variação angular do campo de ressonância no plano da tricamada NiFe(5 nm)/FeMn(10 nm)/Co(3 nm), obtida em banda X. Os pontos representam os valores experimentais e a linha contínua o ajuste teórico (obtidos através da Equações 6.1) e 6.4 para os modos de NiFe e Co, respectivamente. Os parâmetros utilizados estão listados na Tabela 6.1. A barra de erro das medidas é menor que o tamanho do símbolo.

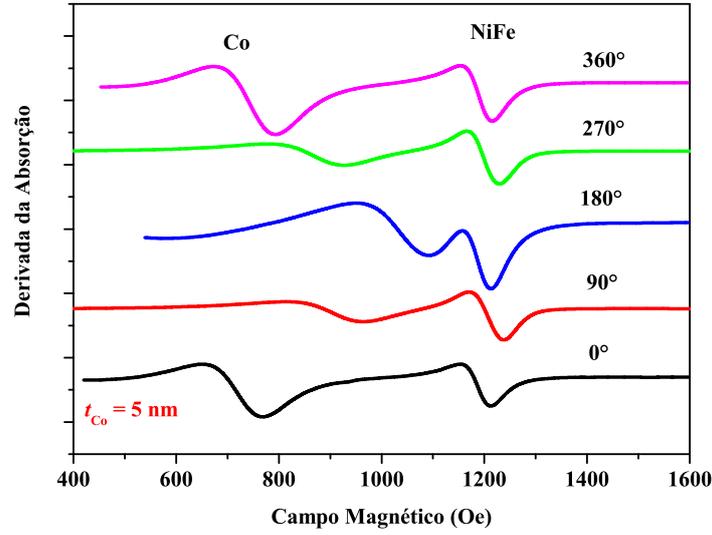


Figura 6.3: Espectros de FMR no plano da tricamada NiFe(5 nm)/FeMn(10 nm)/Co(5 nm), obtido em banda X.

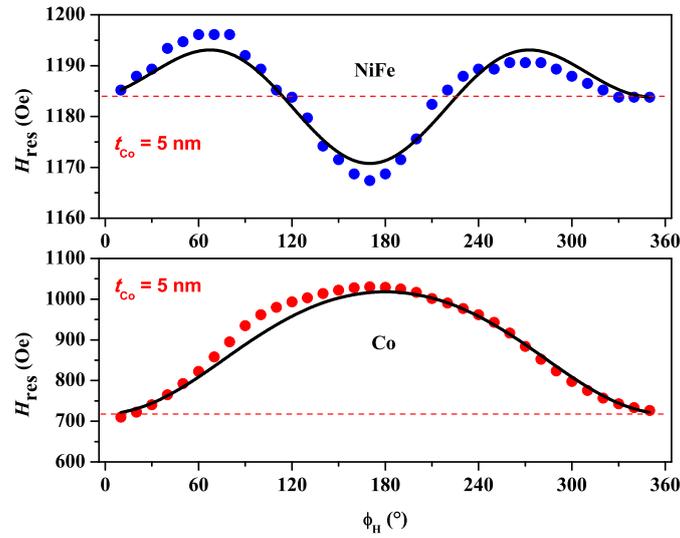


Figura 6.4: Variação angular do campo de ressonância no plano da tricamada NiFe(5 nm)/FeMn(10 nm)/Co(5 nm), obtida em banda X. Os pontos representam os valores experimentais e a linha contínua o ajuste teórico (obtidos através da Equações 6.1 e 6.4) para os modos de NiFe e Co, respectivamente. Os parâmetros utilizados estão listados na Tabela 6.1. A barra de erro das medidas é menor que o tamanho do símbolo.

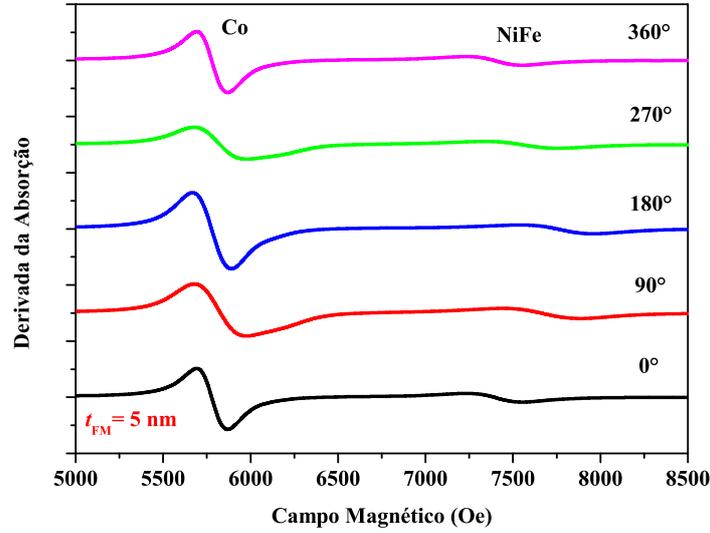


Figura 6.5: Espectros de FMR no plano da tricamada NiFe(5 nm)/FeMn(50 nm)/Co(5 nm), obtido em banda Q.

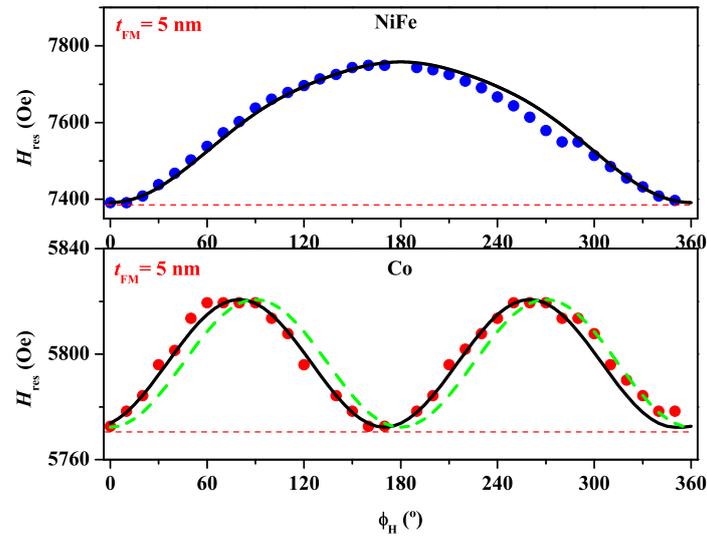


Figura 6.6: Variação angular do campo de ressonância no plano da tricamada NiFe(5 nm)/FeMn(50 nm)/Co(5 nm), obtida em banda Q. Os pontos representam os valores experimentais, a linha contínua o ajuste teórico (obtidos através da Equação 7.26) e a linha pontilhada o eixo uniaxial esperado do Co. Os parâmetros utilizados estão listados na Tabela 7.5. A barra de erro das medidas é menor que o tamanho do símbolo.

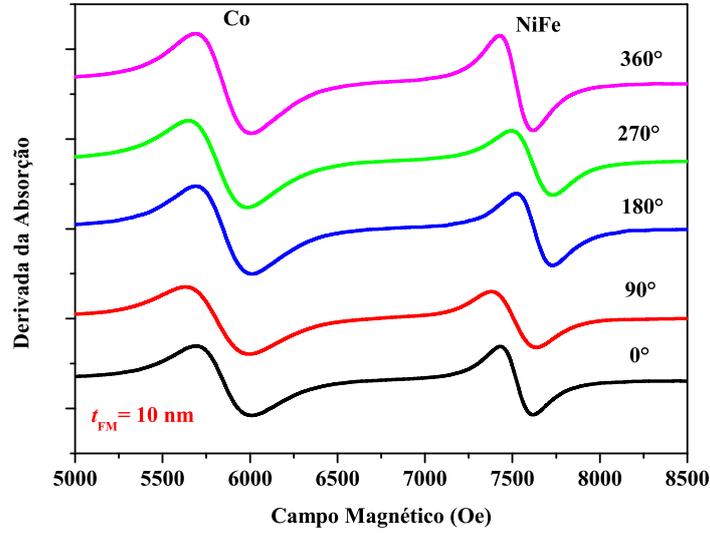


Figura 6.7: Espectros de FMR no plano da tricamada NiFe(10 nm)/FeMn(50 nm)/Co(10 nm), obtido em banda Q.

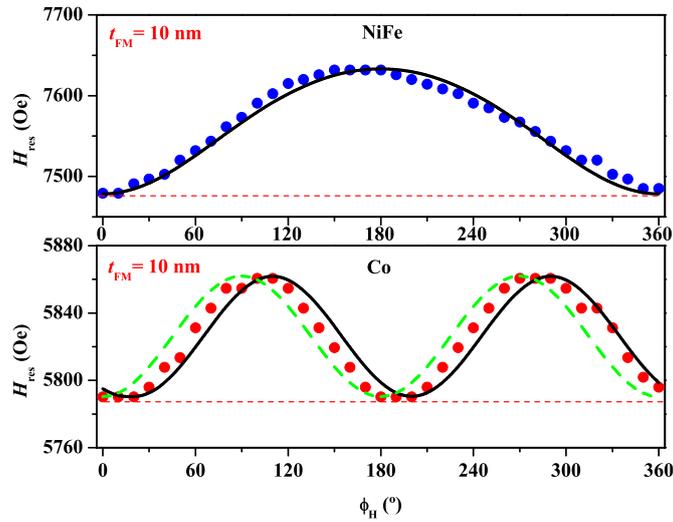


Figura 6.8: Variação angular do campo de ressonância no plano da tricamada NiFe(10 nm)/FeMn(50 nm)/Co(10 nm), obtida em banda Q. Os pontos representam os valores experimentais, a linha contínua o ajuste teórico (obtidos através da Equação 7.26) e a linha pontilhada o eixo uniaxial esperado do Co. Os parâmetros utilizados estão listados na Tabela 7.5. A barra de erro das medidas é menor que o tamanho do símbolo.

Nas Figuras 6.6 e 6.8 o ângulo do campo magnético aplicado para o qual o campo de ressonância do modo do Co alcança maior valor não é de  $90^\circ$  em relação ao eixo de anisotropia unidirecional do NiFe. Isto se deve ao fato da camada de Co ter sido depositada sobre uma camada ferromagnética já com as interfaces orientadas, o que origina um fraco acoplamento na interface FeMn/Co [22]. Além disso, para todas as amostras desta família, o campo de deposição induziu a anisotropia unidirecional apenas na interface NiFe/FeMn. Isto pode ser uma evidência de que a estrutura espiral de spins dentro da camada AF não ocorre através de toda sua extensão.

Foram realizadas algumas medidas de ressonância no plano da amostra com  $t_{Co} = 3$  nm na banda Q, de frequência de micro-ondas de 33,90 GHz, com o intuito de confirmar os resultados obtidos na banda X. Como podemos ver na figura 6.9, estas medidas mostraram o mesmo efeito da anisotropia unidirecional, isto é, do campo de *exchange bias*, sobre a variação angular do campo de ressonância.

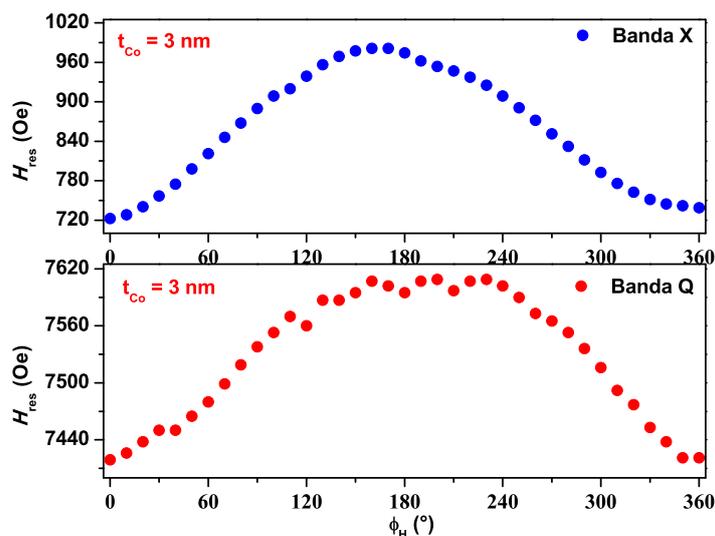


Figura 6.9: Variação angular do campo de ressonância no plano do modo do Co da tri-camada NiFe(5 nm)/FeMn(10 nm)/Co(3 nm), obtidas na Banda X e Q, respectivamente. A barra de erro das medidas é menor que o tamanho do símbolo.

Preliminarmente, foi feito uma aproximação simples capaz de descrever os resultados qualitativamente para os modos do Co e do NiFe, para o caso da família D. A variação angular do campo de ressonância do Co e do NiFe é dada pela relação:

$$H_{NiFe} = H_{Co} = H_{res} - H_{eb} \cos \phi - H_U \cos 2\phi; \quad (6.1)$$

sendo o  $H_{eb}$  um campo de anisotropia unidirecional,  $H_U$  um campo efetivo de anisotropia uniaxial,  $\phi$  o ângulo entre o campo magnético estático com respeito ao eixo de anisotropia unidirecional e  $H_{res}$  dado pela seguinte relação:

$$H_{res} = H_{un} - H_{eb} \cos \phi - H_U \cos 2\phi, \quad (6.2)$$

sendo

$$H_{un} = [(\omega/\gamma)^2 + (2\pi M_S)^2]^{1/2} - (2\pi M_S). \quad (6.3)$$

onde  $H_{un}$  é o campo de absorção do modo uniforme do Co e do NiFe na ausência dos campos de anisotropia unidirecional e uniaxial;  $M_S$  e  $\gamma$  para cada modo (Co e NiFe), são a magnetização de saturação e a razão giromagnética, respectivamente; e  $\omega$  é a frequência angular da micro-ondas.

A presença de uma anisotropia uniaxial para o modo do NiFe, implicando em uma variação angular assimétrica do campo de ressonância (6.2 e 6.4), decorre da existência de acoplamento entre as camadas magnéticas. Sendo assim, a equação capaz de fornecer o ajuste teórico mais preciso dos resultados experimentais é dada por [70]:

$$H_{NiFe} = H_{res} - H_{eb} \cos \phi - H_U \cos 2\phi + H_A \quad (6.4)$$

sendo

$$H_A = \left( \frac{J_{bl} + 2J_{bq}}{t_{NiFe} M_{NiFe}} \right) \quad (6.5)$$

onde  $H_A$  é o campo de acoplamento,  $t$  a espessura da camada ferromagnética e  $J_{bl}$  e  $J_{bq}$  as constantes de acoplamento de troca bilinear e biquadrática, respectivamente.

A assimetria encontrada na parte final (próximo de  $270^\circ$ ) das curvas de derivação angular da camada de NiFe tem sido observado para uma bicamada NiFe/ $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> como

sendo um efeito de *training* devido a mudanças sucessivas das magnetizações antiferromagnéticas interfacias não compensadas [71].

As curvas em forma de sino exibidas nas Figuras 6.2 e 6.4, representando a variação angular do campo de absorção do modo do Co, revelam que o efeito de anisotropia unidirecional é muito maior do que uma anisotropia uniaxial efetiva. Os campos de *exchange bias* nas interfaces do FeMn/Co e do NiFe/FeMn podem ser deduzidas da Equação 6.1 como:

$$H_{Co}(\pi) - H_{Co}(0) = 2H_{eb}; \quad (6.6)$$

e

$$H_{NiFe}(\pi) - H_{NiFe}(0) = 2H_{eb}; \quad (6.7)$$

Por outro lado, os campos de anisotropia uniaxial nas interfaces podem ser escritos como:

$$H_{Co}(\pi/2) - H_{Co}(0) = H_{eb} + 2H_U; \quad (6.8)$$

e

$$H_{NiFe}(\pi/2) - H_{NiFe}(0) = H_{eb} + 2H_U. \quad (6.9)$$

Devido ao deslocamento ascendente da variação angular do campo de ressonância do modo do NiFe, nós argumentamos aqui que esta anisotropia uniaxial resulta de um fraco acoplamento antiferromagnético entre as camadas do NiFe e do Co [72].

Um estudo mais detalhado, para esta família de amostras, foi realizado utilizando o modelo teórico descrito por Geshev e colaboradores, o qual leva em consideração o campo de parede de domínio e a anisotropia rodável. Os valores obtidos serão discutidos no próximo capítulo.

Para o caso das amostras da Família E, os valores das medidas de magnetização das camadas de Co e de NiFe foram obtidas utilizando o modelo teórico de Graët e colaboradores [73], o qual também será discutido no próximo capítulo.

## 6.2 Magnetometria

As curvas de histerese foram medidas em temperatura ambiente usando um magnetômetro de amostra vibrante (VSM) e podem ser observadas nas Figuras 6.10, 6.11, 6.12 e 6.13. Elas exibem um deslocamento ao longo do eixo do campo magnético. Os laços de histerese sugerem a presença de uma terceira fase nos filmes da família D (Figuras 6.10 e 6.11). Resultados similares são observados nas curvas de histerese de um filme fino de ferro em silício (111) [74]. No caso da família E, as Figuras 6.12 e 6.13 mostram que o campo de *exchange bias* da camada de Co é nulo e da camada de NiFe reduz com o aumento da espessura das camadas FM de NiFe e Co.

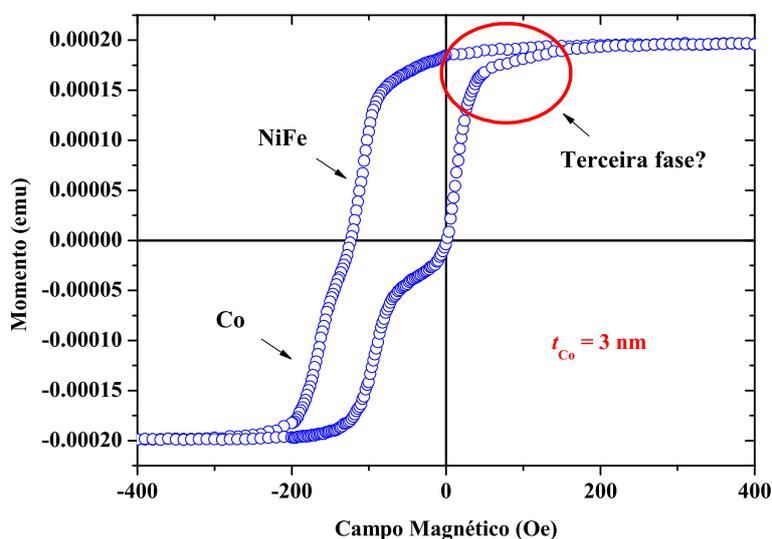


Figura 6.10: Curva de histerese da trincamada NiFe(5 nm)/FeMn(10 nm)/Co(3 nm), medida à temperatura ambiente e com o campo magnético paralelo ao eixo de anisotropia unidirecional.

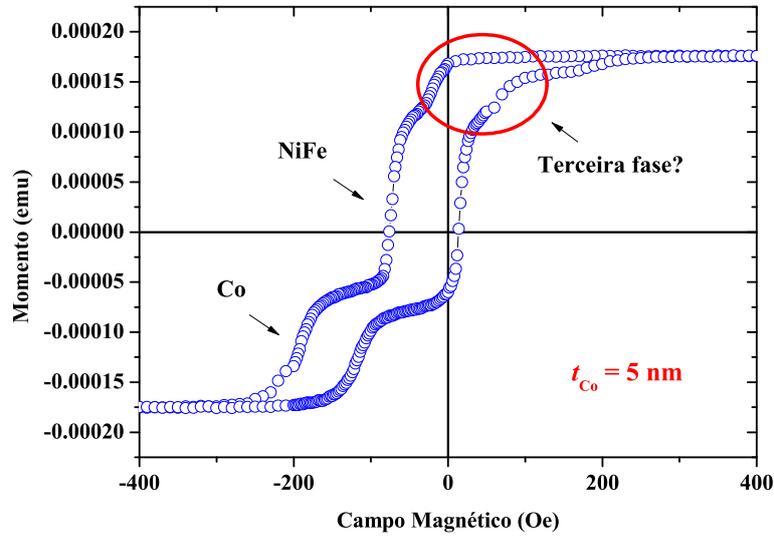


Figura 6.11: Curva de histerese da tricamada NiFe(5 nm)/FeMn(10 nm)/Co(5 nm), medida à temperatura ambiente e com o campo magnético paralelo ao eixo de anisotropia unidirecional.

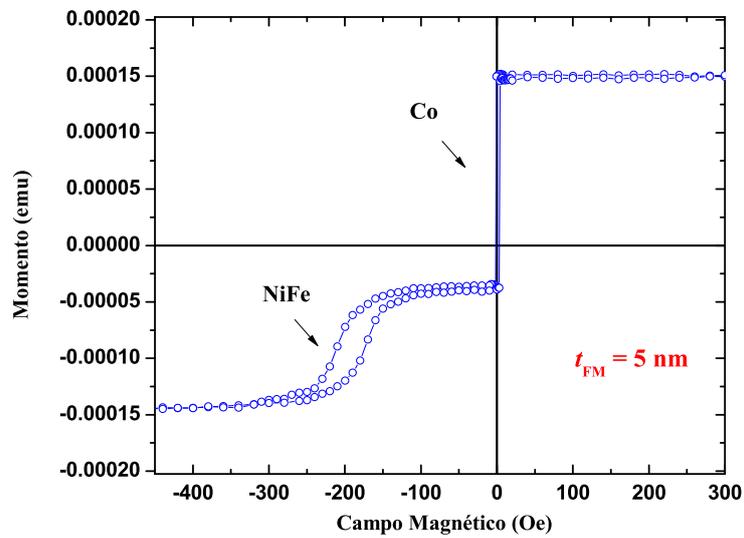


Figura 6.12: Curva de histerese da tricamada NiFe(5 nm)/FeMn(50 nm)/Co(5 nm), medida à temperatura ambiente e com o campo magnético paralelo ao eixo de anisotropia unidirecional.

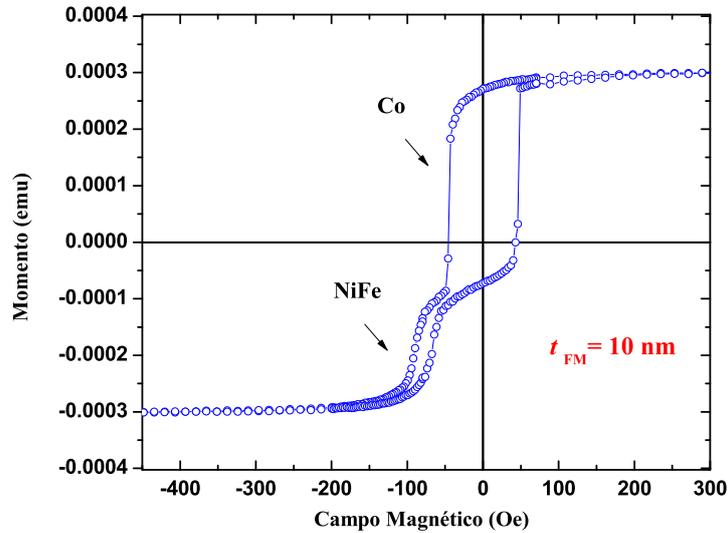


Figura 6.13: Curva de histerese da tricamada NiFe(10 nm)/FeMn(50 nm)/Co(10 nm), medida à temperatura ambiente e com o campo magnético paralelo ao eixo de anisotropia unidirecional.

### 6.3 Conclusões

De acordo com as Equações 6.2, 6.6 e 6.7, os valores do campo de *exchange bias* estão listados na Tabela 6.1. Devemos mencionar que, como consequência do acoplamento AF entre as camadas magnéticas [70], para o modo do NiFe exibindo uma variação angular assimétrica do campo de ressonância, o menor valor é medido quando o campo magnético estático for antiparalelo ao campo de *exchange bias*.

As medidas de FMR não evidenciaram a presença de terceira fase magnética nas amostras como os experimentos de magnetização, obtidos pela técnica de VSM (Figuras 6.10 e 6.11), sugeriram. Consideremos que ela resulta de uma desordem magnética, por se tratar de uma amostra não homogênea, na presença de campos magnéticos baixos (inferiores a 100 Oe). Nos experimentos de FMR, na presença de campos magnéticos mais elevados (superiores a 700 Oe, em banda-X) esta desordem desaparece e a amostra apresenta apenas as fases do NiFe e do Co. Quanto à assimetria da dependência angular do campo de ressonância do modo do NiFe, consideramos que ela resulta de uma pequena contribuição atribuída à presença de textura na amostra e a um fraco acoplamento AF

entre as camadas de Co e NiFe.

Tabela 6.1: Valores dos campos de  $H_c$  e  $H_{eb}$  nas interfaces NiFe/FeMn e FeMn/Co obtidos através dos ajustes teóricos das curvas de histerese e variação angular do campo de ressonância no plano do filme das tricamadas NiFe(5 nm)/FeMn(10 nm)/Co( $t_{Co}$ ). Os erros dos valores estimados dos campos pelas técnicas de VSM e FMR são de aproximadamente 2 e 5 Oe, respectivamente.

Família D						
NiFe/FeMn				FeMn/Co		
$t_{NiFe}$ (nm)	$H_c$ [VSM] (Oe)	$H_{eb}$ [VSM] (Oe)	$H_{eb}$ [FMR] (Oe)	$H_c$ [VSM] (Oe)	$H_{eb}$ [VSM] (Oe)	$H_{eb}$ [FMR] (Oe)
3	61	44	4	36	126	108
4	47	36	5	33	133	116
5	45	22	8	38	162	145
10	31	7	7	36	126	126

Tabela 6.2: Valores de  $J_{ef} = (J_{bl} + 2J_{bq}) \times 10^{-3}$  e  $H_U$  nas interfaces NiFe/FeMn e FeMn/Co obtidos através dos ajustes teóricos das curvas de variação angular do campo de ressonância no plano do filme das tricamadas NiFe(5 nm)/FeMn(10 nm)/Co( $t_{Co}$ ). Os erros dos valores estimados de  $J_{ef}$  e  $H_U$  pela técnica de FMR são de aproximadamente 5 e 4 Oe, respectivamente.

Família D			
NiFe/FeMn		FeMn/Co	
$t_{Co}$ (nm)	$J_{ef}$ ( $erg/cm^3$ )	$H_U$ (Oe)	$H_U$ (Oe)
3	42	3	2
4	49	3	8
5	66	7	21
10	95	3	8

As discrepâncias encontradas nos valores do campo de *exchange bias* estão relacionadas com o fato de que as medidas perturbativas (FMR) e não perturbativas (VSM) podem fornecer valores diferentes [66].

Parte do estudo desta família de amostras foi publicada na revista *IEEE Transactions on Magnetics* [72], porém maiores investigações poderão ainda ser feitas em trabalhos futuros.

Tabela 6.3: Valores dos campos de  $H_c$  e  $H_{eb}$  na interface NiFe/FeMn obtidos através dos ajustes teóricos das curvas de histerese e variação angular do campo de ressonância no plano do filme das tricamadas NiFe( $t_{FM}$ )/FeMn(50 nm)/Co( $t_{FM}$ ). Não há campo de  $H_{eb}$  na interface FeMn/Co. Os erros dos valores estimados dos campos pelas técnicas de VSM e FMR são de aproximadamente 2 e 5 Oe, respectivamente.

<b>Família E</b>				
<b>NiFe/FeMn</b>				<b>FeMn/Co</b>
$t_{NiFe}$ (nm)	$H_c$ [VSM] (Oe)	$H_{eb}$ [VSM] (Oe)	$H_{eb}$ [FMR] (Oe)	$H_c$ [VSM] (Oe)
3	43	375	350	3
4	33	244	238	4
5	20	193	177	3
8	19	121	108	39
10	13	79	77	45

Com os valores do campo de *exchange bias* listados na Tabela 6.3, verificou-se o efeito de acoplamento não colinear entre os eixos de anisotropia da camada AF e da camada FM. Segundo, C. Le Graët e colaboradores [73] este eixo de anisotropia da camada AF encontra-se na mesma direção do campo magnético aplicado durante o processo de deposição.

O estudo de FMR da tricamadas NiFe/FeMn/Co mostra, portanto, que os modos uniformes de ressonância das camadas de Co e NiFe são excitados pelo campo oscilante de micro-ondas. As variações angulares dos campos de ressonância do NiFe e do Co dão evidência de anisotropia de troca (*exchange bias*) em ambas as interfaces FM/AF e AF/FM.

Os resultados experimentais apresentados nas Tabelas 6.1 e 6.3 mostram que, em geral, os valores do campo de *exchange bias* obtidos através das medidas de magnetização concordam com os valores experimentais obtidos através das medidas de FMR. Além disso, estes valores do campo de *exchange bias* comprovam a dependência não linear mostrada na Figuras 6.14 e 6.15 para o modo do NiFe. Este comportamento pode estar relacionado com o acoplamento entre as camadas FM (Tabela 6.2). Layadi [75], utilizando cálculos teóricos, observou que o acoplamento entre as camadas FM modifica a anisotropia de troca na interface AF/FM. Por outro lado, Alayo e colaboradores [70] observaram que um fraco acoplamento entre as camadas FM (investigando válvulas de spins) oscila entre FM e AF em função da espessura de uma camada não magnética e que este acoplamento também afeta as propriedades magnéticas de ambas as camadas FM. Entretanto, nas tricamadas estudadas neste trabalho, não há camada não magnética entre as camadas FM e o valor de  $J_{ef}$  cresce com o aumento da espessura da camada FM de Co; porém o fato de  $H_U$  ter uma dependência não linear é uma evidência de que este acoplamento afeta as propriedades magnéticas delas.

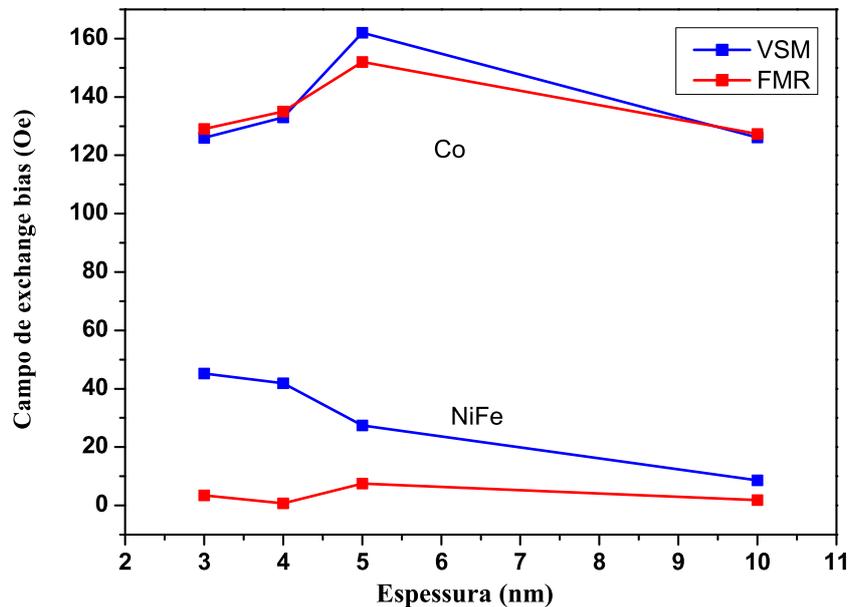


Figura 6.14: Dependências dos campos de *exchange bias* com a espessura da camada ferromagnética de Co para os modos do NiFe e do Co, estimadas via VSM e FMR, para as tricamadas da Família D [NiFe(5 nm)/FeMn(10 nm)/Co( $t_{Co}$ )].

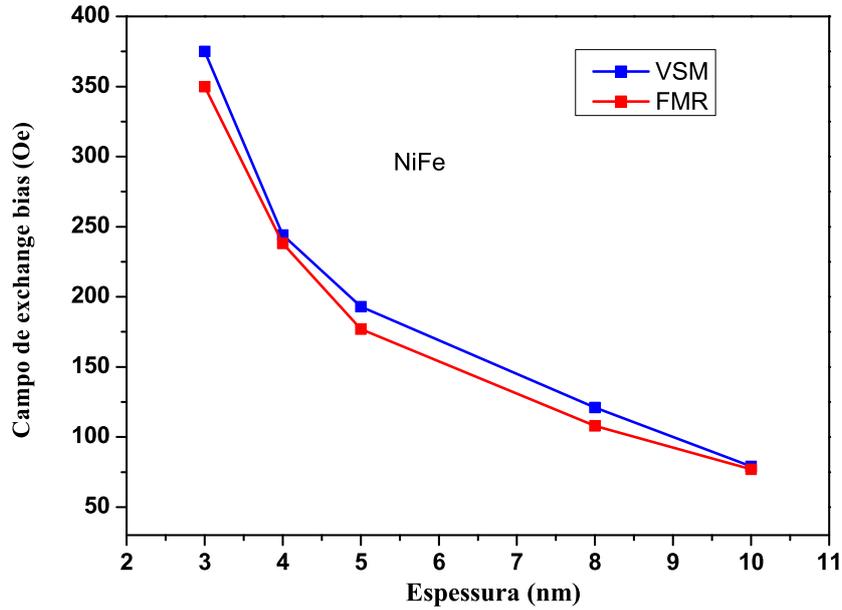


Figura 6.15: Dependências dos campos de *exchange bias* com a espessura das camadas ferromagnéticas de NiFe e Co para o modo do NiFe, estimadas via VSM e FMR, para as tricamas da Família E [NiFe( $t_{FM}$ )/FeMn(50 nm)/Co( $t_{FM}$ )].

Os valores de  $H_c$  encontrados nas Tabelas 6.1 e 6.3 possuem uma dependência decrescente com a espessura da camada FM. Este comportamento também foi observado por Mauri e colaboradores [76] estudando as tricamadas NiCr/FeMn/NiFe. Entretanto, os valores de  $H_c$  da camada de Co da Família E possuem um comportamento contrário. Baseado na discussão apresentada no capítulo anterior, o campo coercivo é fortemente afetado pela anisotropia de troca e pela microestrutura da camada FM, a qual inevitavelmente muda de sistema para sistema [4]. Portanto, esta dependência de  $H_c$  da camada de Co pode estar relacionada à microestrutura desta camada.

# Capítulo 7

## Análise Teórica dos Resultados Experimentais

Neste capítulo desenvolvemos a análise teórica dos resultados experimentais apresentados nos dois capítulos anteriores, para as cinco famílias de tricamadas NiFe/FeMn/Co investigadas.

### 7.1 Equações de movimento da magnetização e condições de ressonância

A condição de ressonância utilizada na análise dos resultados de FMR, para as tricamadas FM/AF/FM estudadas, foi obtida segundo Smit e Beljers [59] e Geshev e colaboradores [44]. Primeiramente, escreve-se a equação de movimento da magnetização para uma camada como:

$$\frac{1}{\gamma_{FM}} \frac{\partial \vec{M}_{FM}}{\partial t} = \vec{M}_{FM} \times \vec{H}_{ef}; \quad (7.1)$$

onde  $\vec{M}_{FM}$  e  $\gamma_{FM}$  são, respectivamente, o vetor magnetização e a razão giromagnética da camada FM. O torque ( $\vec{M}_{FM} \times \vec{H}_{ef}$ ) é devido às várias contribuições ao campo magnético efetivo  $\vec{H}_{ef}$ . A expressão correspondente para a camada AF é obtida substituindo os índices FM por AF na Equação 7.1. Nota-se que neste procedimento os termos de relaxação não são considerados [57].

O produto vetorial  $\vec{M}_{FM} \times \vec{H}_{ef}$  pode ser escrito da seguinte forma:

$$\begin{aligned}
\vec{M}_{FM} \times \vec{H}_{ef} = & \left( \hat{\theta} \frac{1}{\sin \theta_{FM}} \frac{\partial^2 E}{\partial \phi_{FM} \partial \theta_{FM}} - \hat{\phi} \frac{\partial^2 E}{\partial \theta_{FM}^2} \right) \frac{m_{\theta_{FM}}}{M_{FM}} \\
& + \left( \hat{\theta} \frac{1}{\sin \theta_{FM}} \frac{\partial^2 E}{\partial \theta_{FM}^2} - \hat{\phi} \frac{\partial^2 E}{\partial \theta_{FM} \partial \phi_{FM}} \right) \frac{m_{\phi_{FM}}}{M_{FM} \sin \theta_{FM}} \\
& + \left( \hat{\theta} \frac{1}{\sin \theta_{FM}} \frac{\partial^2 E}{\partial \theta_{AF} \partial \phi_{FM}} - \hat{\phi} \frac{\partial^2 E}{\partial \theta_{AF} \partial \theta_{FM}} \right) \frac{m_{\theta_{AF}}}{M_{AF}} \\
& + \left( \hat{\theta} \frac{1}{\sin \theta_{FM}} \frac{\partial^2 E}{\partial \phi_{AF} \partial \phi_{FM}} - \hat{\phi} \frac{\partial^2 E}{\partial \phi_{AF} \partial \theta_{FM}} \right) \frac{m_{\phi_{AF}}}{M_{AF} \sin \theta_{AF}}. \quad (7.2)
\end{aligned}$$

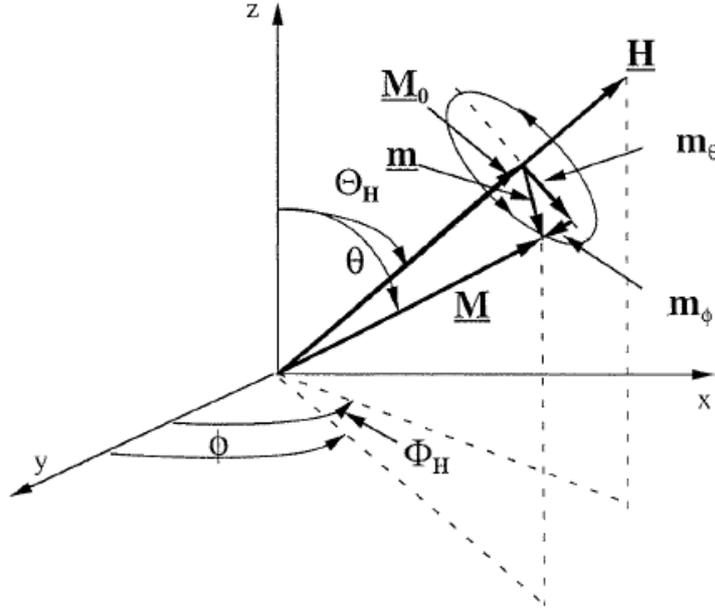


Figura 7.1: Sistema de coordenadas esféricas com as componentes do vetor magnetização [77].

A expressão do torque em relação à camada AF será obtida pela substituição dos índices FM por AF. As duas equações de movimento podem, então, ser resolvidas considerando o sistema de coordenadas apresentado na Figura 7.1, no qual a direção de equilíbrio da magnetização é  $\hat{r}$  e os pequenos desvios da direção de equilíbrio estão nas direções  $\hat{\theta}$  e  $\hat{\phi}$ . Neste sistema de coordenadas a magnetização é dada pela expressão:

$$\vec{M} = M_r \hat{r} + M_\theta \hat{\theta} + M_\phi \hat{\phi}; \quad (7.3)$$

onde  $M_\theta = M\delta\theta$  e  $M_\phi = M \sin \theta\delta\phi$ , com  $\delta\theta$  e  $\delta\phi$  sendo os desvios a partir da direção de equilíbrio. Então, seguindo o procedimento para linearização das equações [78], obtém-se um conjunto de equações acopladas:

$$\frac{1}{\gamma_{FM}} \frac{dm_{\theta_{FM}}}{dt} = \frac{1}{t_{FM}M_{FM} \sin \theta_{FM}} \left( E_{\theta_{FM}\phi_{FM}} m_{\theta_{FM}} + \frac{E_{\phi_{FM}\phi_{FM}}}{\text{sen}\theta_{FM}} m_{\phi_{FM}} \right) - \frac{1}{t_{FM}M_{AF} \sin \theta_{FM}} \left( E_{\theta_{AF}\phi_{FM}} m_{\theta_{AF}} + \frac{E_{\phi_{FM}\phi_{AF}}}{\text{sen}\theta_{AF}} m_{\phi_{AF}} \right); \quad (7.4)$$

$$\frac{1}{\gamma_{FM}} \frac{dm_{\phi_{FM}}}{dt} = \frac{1}{t_{FM}M_{FM}} \left( E_{\theta_{FM}\theta_{FM}} m_{\theta_{FM}} + \frac{E_{\theta_{FM}\phi_{FM}}}{\text{sen}\theta_{FM}} m_{\phi_{FM}} \right) + \frac{1}{t_{FM}M_{AF}} \left( E_{\theta_{FM}\theta_{AF}} m_{\theta_{AF}} + \frac{E_{\theta_{FM}\phi_{AF}}}{\text{sen}\theta_{AF}} m_{\phi_{AF}} \right); \quad (7.5)$$

$$\frac{1}{\gamma_{AF}} \frac{dm_{\theta_{AF}}}{dt} = \frac{1}{t_{AF}M_{AF} \sin \theta_{AF}} \left( E_{\theta_{AF}\phi_{AF}} m_{\theta_{AF}} + \frac{E_{\phi_{AF}\phi_{AF}}}{\text{sen}\theta_{AF}} m_{\phi_{AF}} \right) - \frac{1}{t_{AF}M_{FM} \sin \theta_{AF}} \left( E_{\theta_{FM}\phi_{AF}} m_{\theta_{FM}} + \frac{E_{\phi_{FM}\phi_{AF}}}{\text{sen}\theta_{FM}} m_{\phi_{FM}} \right); \quad (7.6)$$

$$\frac{1}{\gamma_{AF}} \frac{dm_{\phi_{AF}}}{dt} = \frac{1}{t_{AF}M_{AF}} \left( E_{\theta_{AF}\theta_{AF}} m_{\theta_{AF}} + \frac{E_{\theta_{AF}\phi_{AF}}}{\text{sen}\theta_{AF}} m_{\phi_{AF}} \right) + \frac{1}{t_{AF}M_{FM}} \left( E_{\theta_{FM}\theta_{AF}} m_{\theta_{FM}} + \frac{E_{\theta_{AF}\phi_{FM}}}{\text{sen}\theta_{FM}} m_{\phi_{FM}} \right). \quad (7.7)$$

Entretanto, a descrição apresentada para a relação de dispersão é válida somente para um sistema simples, por exemplo, uma monocamada. Quando, por exemplo, existe interação entre duas camadas FM e AF em contato, a condição de ressonância é definida pelas raízes do determinante da matriz  $4 \times 4$  [44] .

$$\begin{pmatrix} E_{\theta_{FM}\theta_{FM}} & E_{\theta_{FM}\phi_{FM}} + iz_{FM} & E_{\theta_{FM}\theta_{AF}} & E_{\phi_{FM}\phi_{AF}} \\ E_{\theta_{FM}\phi_{FM}} - iz_{FM} & E_{\phi_{FM}\phi_{FM}} & E_{\theta_{AF}\phi_{FM}} & E_{\phi_{FM}\phi_{AF}} \\ E_{\theta_{FM}\theta_{AF}} & E_{\theta_{AF}\phi_{FM}} & E_{\theta_{AF}\theta_{AF}} & E_{\theta_{AF}\phi_{AF}} + iz_{AF} \\ E_{\theta_{FM}\phi_{FM}} & E_{\phi_{FM}\phi_{AF}} & E_{\theta_{AF}\phi_{AF}} - iz_{AF} & -E_{\phi_{AF}\phi_{AF}} \end{pmatrix} \quad (7.8)$$

onde os termos  $E$ , com seus respectivos índices, representam as derivadas de segunda ordem da energia do sistema em relação aos ângulos de equilíbrio da magnetização  $\theta$  e  $\phi$ , e os termos  $z_{FM}$  e  $z_{AF}$  são dados pelas relações, respectivamente:

$$z_{FM} = \left( \frac{\omega}{\gamma_{FM}} \right) t_{FM} M_{FM} \sin \theta_{FM} \quad (7.9)$$

e

$$z_{AF} = \left( \frac{\omega}{\gamma_{AF}} \right) t_{AF} M_{AF} \sin \theta_{AF}; \quad (7.10)$$

sendo  $\gamma_{FM}$  e  $\gamma_{AF}$ , respectivamente, as razões giromagnéticas das camadas FM e AF.

Lembrando que  $M_\theta = M\delta\theta$  e  $M_\phi = M \sin\theta\delta\phi$  e considerando  $\delta\theta$  e  $\delta\phi \sim \exp i\omega t$  a matriz 7.8 fornece os mesmos valores da matriz encontrada por Geshev e colaboradores [44].

Neste contexto, as soluções do determinante são consideradas dentro da estrutura do modelo proposto por Mauri e colaboradores [33]. A energia do sistema por unidade de área pode ser descrita fenomenologicamente pela Equação 7.19. Considera-se também que o campo magnético estático é aplicado no plano da amostra (com sua direção descrita pelo ângulo azimutal  $\phi_H$  em relação ao eixo fácil de magnetização),  $\gamma_{FM} = \gamma_{AF} = \gamma$  e que todas as magnetizações são paralelas ao plano da amostra, ou seja,  $\theta_H = \theta_{FM} = \theta_{AF} = \pi/2$ . A relação de dispersão ou condição geral de ressonância para este caso é escrita, então, como a Equação 7.20.

## 7.2 Simulações

### 7.2.1 Modelo teórico descrito por Geshev e colaboradores

A análise dos resultados experimentais de FMR foi realizada por um procedimento numérico baseado na minimização de energia [67], que permite a obtenção dos ângulos de equilíbrio  $\theta$  e  $\phi$  da direção da magnetização, definidos na Figura 7.1.

A estrutura do modelo utilizado por Mauri e colaboradores [33] foi a que mais se adequou aos resultados experimentais das famílias A, B, C e D. A descrição teórica apresentada por Geshev e colaboradores [44], apesar de tratar de acoplamentos FM e AF de *exchange bias* para bicamadas, ajustou bem à descrição do comportamento das tricamadas NiFe/FeMn/Co estudadas neste trabalho. Com base neste modelo, a energia do sistema por unidade de área pode ser escrita fenomenologicamente como [44]:

$$E = E_{FM} + E_{AF} + E_{int}; \quad (7.11)$$

sendo  $E_{FM}$  a energia do sistema correspondente a camada FM descrita como:

$$E_{FM} = \left[ -\vec{H} \cdot \vec{M}_{FM} + 2\pi(\vec{M}_{FM} \cdot \hat{n})^2 - K_{FM} \left( \frac{\vec{M}_{FM} \cdot \hat{u}_{FM}}{M_{FM}} \right)^2 - K_{RA} \left( \frac{\vec{M}_{FM} \cdot \hat{h}}{M_{FM}} \right)^2 \right] t_{FM}; \quad (7.12)$$

onde o primeiro termo é a energia Zeeman, o segundo é a energia de anisotropia de forma ou desmagnetizante, o terceiro é a energia de anisotropia uniaxial FM e o último é a energia de anisotropia rodável. Aqui  $\hat{u}_{FM}$  é o vetor unitário que representa a direção da anisotropia uniaxial da camada FM,  $\hat{n}$  é o vetor unitário normal à superfície do filme e  $\hat{h}$  é o vetor unitário que indica a direção do campo aplicado.

A energia da parte interfacial da camada AF, que é definida somente pela anisotropia unidirecional de parede de domínio AF, é dada por:

$$E_{AF} = -\sigma_W \left( \frac{\vec{M}_{AF} \cdot \hat{u}_{AF}}{M_{AF}} \right); \quad (7.13)$$

onde o vetor unitário  $\hat{u}_{AF}$  representa a direção da anisotropia na camada AF e  $\sigma_W$  é a energia por unidade de área da parede de domínio.

Em seguida, um terceiro termo de energia de interação bilinear ou de interação de troca entre as camadas AF e FM, é dado por:

$$E_{int} = -J_E \left( \frac{\vec{M}_{FM} \cdot \vec{M}_{AF}}{M_{FM}M_{AF}} \right); \quad (7.14)$$

onde  $J_E$  é a constante de acoplamento de troca.

Frequentemente é conveniente expressar os parâmetros magnéticos em termos de campos efetivos. Deste modo, temos os seguintes campos efetivos: campo de anisotropia uniaxial na camada FM ( $H_U$ ), campo de acoplamento bilinear ( $H_E$ ), campo de anisotropia de parede de domínio da camada AF ( $H_W$ ), e campo de anisotropia rodável ( $H_{RA}$ ). Estes campos são definidos, respectivamente, pelas seguintes expressões:

$$H_U = \frac{2K_{FM}}{M_{FM}}, \quad (7.15)$$

$$H_E = \frac{J_E}{M_{FM}t_{FM}}, \quad (7.16)$$

$$H_W = \frac{\sigma_W}{M_{FM}t_{FM}}, e \quad (7.17)$$

$$H_{RA} = \frac{2K_{RA}}{M_{FM}t_{FM}}, \quad (7.18)$$

onde  $K_{RA}$  é a constante de anisotropia rodável. O campo de anisotropia rodável  $H_{RA}$  é definido como o campo que gira paralelo à direção de equilíbrio da magnetização da camada FM; este campo origina-se a partir de momentos magnéticos instáveis na interface FM/AF, sendo responsável pelo deslocamento das curvas de dependência angular do campo de ressonância [79]. Em simulações dos resultados de FMR pode ser usado como um parâmetro adicional [54].

Deste modo, considerando o campo aplicado  $\vec{H}$  e os vetores unitários  $\hat{u}_{FM}$  e  $\hat{u}_{AF}$  (eixos fáceis) localizados no plano do filme, a densidade de energia livre do sistema em função dos ângulos da magnetização pode ser expressa como:

$$E = 2\pi(\vec{M}_{FM} \cdot \hat{n})^2 - [H \cos(\phi_H - \phi_{FM}) + \frac{1}{2}H_U \cos^2 \phi_{FM} + H_W \cos \phi_{AF} + H_E \cos(\phi_{AF} - \phi_{FM}) + \frac{1}{2}H_{RA} \cos^2(\phi_H - \phi_{FM})]M_{FM}t_{FM}, \quad (7.19)$$

onde  $\phi_H$ ,  $\phi_{FM}$  e  $\phi_{AF}$  são os ângulos que  $\vec{H}$ ,  $\vec{M}_{FM}$  e  $\vec{M}_{AF}$  formam com os eixos fáceis, respectivamente.

Para interpretar os resultados experimentais de FMR apresentados, considera-se que o campo magnético estático é aplicado paralelo ao plano do filme e seu ângulo  $\phi_H$  no plano, em relação ao eixo de anisotropia unidirecional, varia de 0 a  $2\pi$ . Considera-se também que  $\gamma_{AF} = \gamma_{FM} = \gamma$  e  $\theta_H = \theta_{AF} = \theta_{FM} = \pi/2$  [44]. Assim, a condição de ressonância obtida para este caso é dada por:

$$\left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^2 = [H \cos(\phi_{FM} - \phi_H) + H_U \cos^2 \phi_{FM} + H_{RA} \cos^2(\phi_H - \phi_{FM}) + 4\pi M_{FM} + H_1^{ef}] \times [H \cos(\phi_{FM} - \phi_H) + H_U \cos 2\phi_{FM} + H_{RA} \cos 2(\phi_H - \phi_{FM}) + H_2^{ef}], \quad (7.20)$$

onde

$$H_1^{ef} = \frac{H_W \cos \phi_{AF} \cos(\phi_{FM} - \phi_{AF}) - H_E \sin(\phi_{FM} - \phi_{AF})}{(H_W/H_E) \cos \phi_{AF} + \cos(\phi_{FM} - \phi_{AF})} \quad (7.21)$$

e

$$H_2^{ef} = \frac{H_W \cos \phi_{AF} \cos(\phi_{FM} - \phi_{AF})}{(H_W/H_E) \cos \phi_{AF} + \cos(\phi_{FM} - \phi_{AF})}. \quad (7.22)$$

Considerando o campo de anisotropia rodável nulo  $H_{RA} = 0$ , encontraremos a mesma equação encontrada por Geshev e colaboradores [44].

Tabela 7.1: Campo de anisotropia uniaxial ( $H_U$ ), campo de interação de troca interfacial ( $H_E$ ) e campo de anisotropia rodável ( $H_{RA} = 2K_{RA}/t_{FM}M_{FM}$ ) das tricamadas NiFe( $t_{NiFe}$ )/FeMn(10 nm)/Co(5 nm), obtidos do ajuste teórico da variação angular do campo de ressonância ( $H_{res}$ ) no plano do filme, usando  $M_{FM} = 780$  e  $1.400 \text{ emu/cm}^3$  para as camadas de NiFe e Co, respectivamente, e  $\omega/\gamma = 11.600 \text{ Oe}$ . Os erros dos valores estimados de  $H_E$  e  $H_U$  são de 5% e 4%, respectivamente.

<b>Família A</b>						
	<b>NiFe/FeMn</b>			<b>FeMn/Co</b>		
$t_{NiFe}$ (nm)	$H_E$ (Oe)	$H_U$ (Oe)	$H_{RA}$ (Oe)	$H_E$ (Oe)	$H_U$ (Oe)	$H_{RA}$ (Oe)
3	33	100	-645	30	2	-567
4	90	120	-665	52	21	-564
5	40	90	117	40	20	-188
6	20	90	-653	40	20	-561
7	30	70	151	28	30	-561
8	18	68	-637	27	30	-562
9	22	62	-636	40	36	-562
10	12	58	135	24	30	-558

Tabela 7.2: Campo de anisotropia uniaxial ( $H_U$ ), campo de interação de troca interfacial ( $H_E$ ) e campo de anisotropia rodável ( $H_{RA} = 2K_{RA}/t_{FM}M_{FM}$ ) das tricamadas NiFe( $t_{NiFe}$ )/FeMn(50 nm)/Co(5 nm), obtidos do ajuste teórico da variação angular do campo de ressonância ( $H_{res}$ ) no plano do filme, usando  $M_{FM} = 780$  e  $1.400 \text{ emu/cm}^3$  para as camadas de NiFe e Co, respectivamente, e  $\omega/\gamma = 11.600 \text{ Oe}$ . Os erros dos valores estimados de  $H_E$  e  $H_U$  são de 5% e 4%, respectivamente.

<b>Família B</b>						
	<b>NiFe/FeMn</b>			<b>FeMn/Co</b>		
$t_{NiFe}$ (nm)	$H_E$ (Oe)	$H_U$ (Oe)	$H_{RA}$ (Oe)	$H_E$ (Oe)	$H_U$ (Oe)	$H_{RA}$ (Oe)
3	150	1400	-17	40	2	99
4	100	1600	-60	42	10	105
5	95	154	41	38	30	-250
6	100	182	14	55	5	104
7	50	130	123	38	32	-121
8	40	115	139	38	35	-132
9	25	112	144	52	30	-151

Tabela 7.3: Campo de anisotropia uniaxial ( $H_U$ ), campo de interação de troca interfacial ( $H_E$ ) e campo de anisotropia rodável ( $H_{RA} = 2K_{RA}/t_{FM}M_{FM}$ ) das tricamadas NiFe(5 nm)/FeMn( $t_{FeMn}$ )/Co(5 nm), obtidos do ajuste teórico da variação angular do campo de ressonância ( $H_{res}$ ) no plano do filme, usando  $M_{FM} = 780$  e  $1.400 \text{ emu/cm}^3$  para as camadas de NiFe e Co, respectivamente, e  $\omega/\gamma = 11.600 \text{ Oe}$ . Os erros dos valores estimados de  $H_E$  e  $H_U$  são de 5% e 4%, respectivamente.

<b>Família C</b>						
	<b>NiFe/FeMn</b>			<b>FeMn/Co</b>		
$t_{FeMn}$ (nm)	$H_E$ (Oe)	$H_U$ (Oe)	$H_{RA}$ (Oe)	$H_E$ (Oe)	$H_U$ (Oe)	$H_{RA}$ (Oe)
1	—	—	—	30	2	-1080
2	45	15	15	34	2	-370
3	40	0	134	19	0	-150
4	6	3	137	20	2	-211
5	11	2	172	10	2	-146
6	39	4	126	8	2	-207
7	26	10	138	26	4	-231
8	2	43	137	14	6	-188
9	7	95	96	16	15	-191
10	40	90	117	40	20	-192
20	30	126	79	23	26	-268
30	40	140	78	10	37	-252
40	40	137	79	32	50	-292
50	95	154	41	30	40	-255

Tabela 7.4: Campo de anisotropia uniaxial ( $H_U$ ), campo de interação de troca interfacial ( $H_E$ ) e campo de anisotropia rodável ( $H_{RA} = 2K_{RA}/t_{FM}M_{FM}$ ) das tricamadas NiFe(5 nm)/FeMn(10 nm)/Co( $t_{Co}$ ), obtidos do ajuste teórico da variação angular do campo de ressonância ( $H_{res}$ ) no plano do filme, usando  $M_{FM} = 780$  e  $1.400 \text{ emu/cm}^3$  para as camadas de NiFe e Co, respectivamente, e  $\omega/\gamma = 3.497 \text{ Oe}$ . Os erros dos valores estimados de  $H_E$  e  $H_U$  são de 5% e 4%, respectivamente.

<b>Família D</b>						
	<b>NiFe/FeMn</b>			<b>FeMn/Co</b>		
$t_{Co}$ (nm)	$H_E$ (Oe)	$H_U$ (Oe)	$H_{RA}$ (Oe)	$H_E$ (Oe)	$H_U$ (Oe)	$H_{RA}$ (Oe)
3	7	4	-74	30	126	-192
4	9	5	-53	44	127	-182
5	11	6	-66	70	160	-230
10	8	5	-20	48	123	-174

Os ajustes *teoria x experimento* foram realizados assumindo que  $\phi_{AF} = 0$ ; consequentemente, o sistema estudado deve obedecer ao modelo que considera os momentos AF rígidos, o qual é um caso particular do modelo de paredes de domínio [33]. Também foi considerado que  $H_{RA}$  é um parâmetro adicional nas simulações [54]. Os parâmetros utilizados nas simulações foram:  $H_U$ ,  $H_E$ ,  $H_W$ ,  $H_{RA}$ ,  $M_S$  e  $\omega/\gamma$ , conforme descritos anteriormente. Os valores de  $H_W$  foram fixados como  $H_W = 800 \text{ Oe}$  para o Co em Banda X,  $H_W = 100 \text{ Oe}$  e  $H_W = 400 \text{ Oe}$  para o Co em Banda Q, sendo este último utilizado somente para a Família C com FeMn ( $t_{FeMn}$ ); e  $H_W = 400 \text{ Oe}$  para o NiFe para todas as famílias. O valor da magnetização de saturação utilizado foi: do NiFe  $M_{NiFe} = 780 \text{ emu/cm}^3$  e do Co  $M_{Co} = 1.400 \text{ emu/cm}^3$ . A razão  $\omega/\gamma$  também foi fixado em valores de 3.497 e 11.600 Oe, em Bandas X e Q, respectivamente. Assim, os parâmetros calculados que melhor reproduzem os resultados experimentais são listados na Tabelas 7.1, 7.2, 7.3 e 7.4.

Segundo Geshev e colaboradores [44], a relação entre o campo de *exchange bias*  $H_{eb}$ , o campo de acoplamento bilinear  $H_E$  e o campo de parede de domínio da camada AF  $H_W$  é dada por:

$$H_{eb}^{FMR}(\pi)_{H_E > H_W} = \frac{H_W H_E^2}{H_E^2 - H_W^2} \quad (7.23)$$

e

$$H_{eb}^{FMR}(\pi)_{H_E < H_W} = \frac{H_E H_W^2}{H_W^2 - H_E^2}; \quad (7.24)$$

sendo  $H_{eb}^{FMR}$  definido conforme:

$$H_{eb}^{FMR}(\phi_H) = \frac{1}{2}[H_R(\phi_H) - H_R(\pi + \phi_H)]. \quad (7.25)$$

Identifica-se na Família D que os valores estimados para o campo de anisotropia rodável  $H_{RA}$  são negativos para ambas as interfaces de NiFe/FeMn e FeMn/Co, em banda X. Entretanto, para algumas espessuras as Famílias A, B e C exibem, para ambas as camadas ferromagnéticas em banda Q,  $H_{RA} < 0$ . Valores negativos de  $H_{RA}$  foram recentemente reportados por Nicolodi e colaboradores [80].

Os valores  $H_{RA}$  e  $H_U$  não tem uma dependência linear com a variação da espessura das camadas ferromagnéticas e antiferromagnéticas para ambas as bandas de frequência de micro-ondas e para os dois modos de ressonância das Famílias A, B, C e D. Além disso, na maioria das simulações,  $H_E \ll H_W$  diferentemente dos resultados observados por Geshev e colaboradores [44].

## 7.2.2 Modelo teórico descrito por Graët e colaboradores

O modelo teórico de Graët e colaboradores foi o mais apropriado para fazer o ajuste teórico no conjunto de amostras da família E, por considerar uma rotação coerente da magnetização para um sistema FM/AF. Assim, a energia livre por unidade de área do filme pode ser escrita como [73]:

$$E = [2\pi(\vec{M}_{FM} \cdot \hat{n})^2 - H \cos(\phi_H - \phi_{FM}) \sin \theta_{FM} + \frac{1}{2}H_U \cos^2(\phi_{FM} - \eta) \sin^2 \theta_{FM} - H_E \cos(\phi_{FM} - \eta - \beta) \sin \theta_{FM}]M_{FM}t_{FM}, \quad (7.26)$$

onde  $\vec{M}_{FM}$  e  $t_{FM}$  são o vetor magnetização e a espessura da camada FM, respectivamente. O terceiro termo da Equação 7.26 é a energia de desmagnetização, o segundo termo é devido a interação entre o campo magnético estático no plano  $H$  e a magnetização  $M_{FM}$ , o terceiro termo é a energia de anisotropia magnética uniaxial no plano, que é definido como  $H_U = 2K - FM/M_{FM}$  [com  $K_{FM}(erg/cm^3)$  sendo a constante de anisotropia uniaxial], e o quarto termo é interação interfacial de troca. O vetor unitário  $\hat{n}$  representa a direção normal ao plano do filme;  $\phi_{FM}$  é o ângulo da magnetização  $\vec{M}_{FM}$  com respeito a direção do campo magnético estático aplicado durante o processo de deposição do filme;  $\eta$  é o ângulo do eixo fácil da camada FM com respeito a direção do campo magnético aplicado durante a deposição; e  $\beta$  é o ângulo que representa o possível desalinhamento entre os eixos fáceis das camadas AF e FM, conforme Figura 7.2.

Assumindo que a direção de equilíbrio da  $\vec{M}_{FM}$  é dada pelos ângulos polares ( $\theta_{FM}$ ) e azimutal ( $\phi_{FM}$ ), que implica num valor mínimo de energia livre, segundo Smit e Beljers [59] e considerando que todas as magnetizações são paralelas ao plano do filme ( $\theta_H = \theta_{FM} = \pi/2$ ), obteremos a seguinte relação de dispersão:

$$\left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^2 = [H_{res} + H_U \cos^2(\phi_{FM} - \eta) + 4\pi M_{FM} + H_E(\phi_{FM} - \eta - \beta)] \times [H_{res} + H_U \cos 2(\phi_{FM} - \eta) + H_E(\phi_{FM} - \eta - \beta)], \quad (7.27)$$

Com a condição de ressonância dada pela Equação 7.27 deve-se alcançar a condição de saturação magnética do filme,  $\phi_H = \phi_{FM}$ . Assim, a dependência angular do campo de ressonância no plano das camadas magnéticas é dada pela equação:

$$2H_{res} = H_U[1 - 3 \cos^2(\phi_{FM} - \eta)] - 4\pi M_{FM} - 2H_E(\phi_{FM} - \eta - \beta) + \sqrt{H_U \sin^2(\phi_{FM} - \eta) + 4\pi M_{FM})^2 + 4\omega^2/\gamma^2}, \quad (7.28)$$

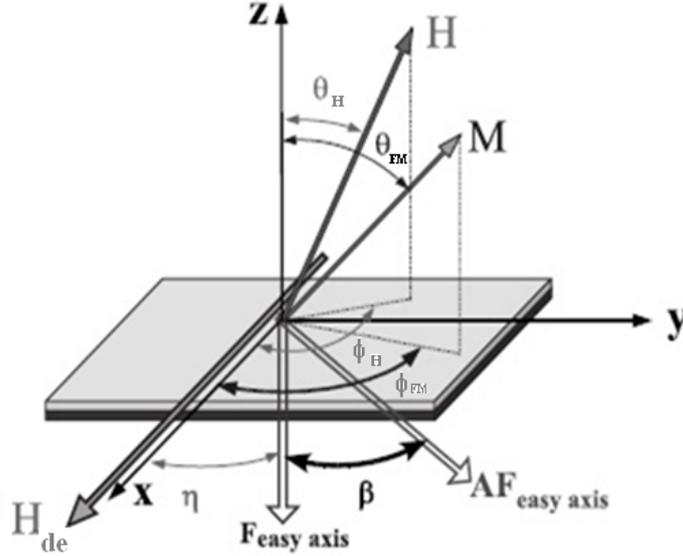


Figura 7.2: Sistema de coordenadas utilizada para descrever a orientação de  $\vec{M}$ ,  $\vec{H}$  e a direção de anisotropia com respeito ao filme [73].  $H_{de}$  é o campo aplicado durante o processo de deposição da amostra.

De acordo com as Tabelas 7.5 e 7.6 podemos ver claramente que os parâmetros do modo de ressonância do NiFe são muito distintos dos referentes ao modo de ressonância do Co. Para o modo de NiFe, a curva do  $H_{res}$  versus  $\phi_H$  tem uma forma similar a de uma bicamada com um acoplamento de troca [59] com  $H_E$  maior do que o campo de anisotropia uniaxial. Mas uma característica deduzida dos experimentos é a assimetria da curva,  $\beta \neq 0$ , para três espessuras da camada de NiFe (Tabela 7.6). Como discutido acima, isto é atribuído a um desalinhamento entre os eixos de anisotropia FM e AF, das

camadas FM e AF, respectivamente. Isto foi reportado na literatura em bicamadas de Co/IrMn e NiFe/IrMn [44], por exemplo, e foi associado ao efeito de frustação magnética para a interface FM/AF.

Por outro lado, a variação angular do campo de ressonância  $H_{res}$  no plano para o modo do Co apresenta uma forma muito diferente: não há o efeito de *exchange bias* ( $H_E = 0$ ) e o campo de anisotropia uniaxial é presente e predominante ( $H_U \neq 0$ ). Isto pode ser devido ao fato da camada de Co já ter sido crescida sobre uma estrutura de spins rígida e compensada do *bulk*, levando os spins da camada AF a influenciarem fracamente a camada de Co, produzindo um acoplamento interfacial fraco. Entretanto,  $H_U$  apresenta uma dependência não monótona com a espessura da camada de Co. A anisotropia uniaxial no plano das camadas FM deve originar das interações com a camada AF. Nós atribuímos este comportamento a uma estrutura de spins da camada de FeMn na interface FeMn/Co acoplados com momentos magnéticos do Co. Além disso, uma mudança geral da variação angular do campo de ressonância ao longo do eixo ( $\phi_H$ ) é observada. Uma mudança similar foi observada em bicamadas Co/FeMn [81]. Este deslocamento do eixo fácil do Co com a direção do campo magnético estático aplicado durante o processo de deposição dos filmes foi atribuído a uma rotação irreversível da camada AF.

Os parâmetros utilizados nas simulações, obtidos em banda Q, foram:  $H_U$ ,  $H_E$ ,  $H_W$ ,  $H_{RA}$ ,  $M_S$  e  $\omega/\gamma$ , conforme descritos anteriormente. Os valores de  $H_W$  foram fixados como  $H_W = 950 \text{ Oe}$  para ambas as bandas de NiFe e Co. O valor da magnetização de saturação utilizado foi: do NiFe  $M_{NiFe} = 780 \text{ emu/cm}^3$  e do Co  $M_{Co} = 1.400 \text{ emu/cm}^3$ . A razão  $\omega/\gamma$  também foi fixado em  $11.600 \text{ Oe}$ . A Tabela 7.5 inclui também um parâmetro de anisotropia rodável ( $H_{RA} = 2K_{RA}/t_{FM}M_{FM}$ ), com  $K_{RA}$  correspondendo a uma constante de anisotropia. Nós adotamos este parâmetro devido a necessidade de incluir uma outra anisotropia implícita atuando nos filmes para a obtenção dos ajustes teóricos dos resultados de FMR. Este campo de anisotropia  $H_{RA}$  pode ser descrito, de maneira grosseira, como um campo rotatório paralelo ou antiparalelo à direção de equilíbrio das magnetizações das camadas FM. A origem desta anisotropia tem sido associada a uma estrutura de domínios na camada AF junto com os momentos da camada FM, que mudam irreversivelmente quando a magnetização FM rotaciona (capítulo 3). Para a camada de NiFe,  $H_{RA}$  mostrou uma dependência não monótona com  $t_{FM}$ . Entretanto, particularmente interessante são os resultados para a camada de Co, para todas as amostras desta Família

E, exibindo valores negativos de  $H_{RA}$ . Valores negativos de  $H_{RA}$  foram reportados pela primeira vez por Nicolodi e colaboradores em filmes de IrMn/Cr/Co [80] e atribuídos aos átomos de Cr depositados sobre uma textura (111) de IrMn na interface Co/IrMn, acoplado antiferromagneticamente com os átomos de Co. Para as tricamadas estudadas nesta família de amostras, nós argumentamos que os valores negativos de  $H_{RA}$  devem ser atribuídos à estrutura de domínio da camada do FeMn junto com os momentos magnéticos da camada de Co.

Tabela 7.5: Campo de anisotropia uniaxial ( $H_U$ ), campo de interação de troca interfacial ( $H_E$ ) e campo de anisotropia rodável ( $H_{RA} = 2K_{RA}/t_{FM}M_{FM}$ ) das tricamadas NiFe( $t_{FM}$ )/FeMn(50 nm)/Co( $t_{FM}$ ), obtidos do ajuste teórico da variação angular do campo de ressonância ( $H_{res}$ ) no plano do filme, usando  $M_{FM} = 780$  e  $1.400 \text{ emu/cm}^3$  para as camadas de NiFe e Co, respectivamente, e  $\omega/\gamma = 11.600 \text{ Oe}$ .  $H_E$  é nulo para a camada de Co. Os erros dos valores estimados de  $H_E$  e  $H_U$  são de 5% e 4%, respectivamente.

<b>Família E</b>					
<b>NiFe/FeMn</b>			<b>FeMn/Co</b>		
$t_{FM}$	$H_E$	$H_U$	$H_{RA}$	$H_U$	$H_{RA}$
(nm)	(Oe)	(Oe)	(Oe)	(Oe)	(Oe)
3	370	30	0	13	-263
4	200	40	95	49	-102
5	177	15	108	27	-37
8	101	24	76	27	-157
10	70	4	133	40	-66

Tabela 7.6: Valores do ângulo  $\eta$  com o eixo fácil da camada FM e do ângulo  $\beta$  entre o eixo fácil da camada FM e AF, determinados por um ajuste teórico da variação angular do campo de ressonância no plano do filme para as tricamadas NiFe( $t_{FM}$ )/FeMn(50 nm)/Co( $t_{FM}$ ). Com  $\eta = 0$  e  $\beta = 0$  para as interfaces NiFe/FeMn e FeMn/Co, respectivamente.

<b>Família E</b>		
	<b>NiFe/FeMn</b>	<b>FeMn/Co</b>
$t_{FM}$ (nm)	$\beta$ ( $^{\circ}$ )	$\eta$ ( $^{\circ}$ )
3	$-8 \pm 2$	$50 \pm 2$
4	0	$-38 \pm 3$
5	$-4 \pm 1$	$-10 \pm 2$
8	0	$9 \pm 1$
10	$5 \pm 2$	$20 \pm 3$

# Conclusões, Recomendações e Perspectivas

## Conclusões

Nas Famílias A [NiFe( $t_{NiFe}$ )/FeMn(10 nm)/Co(5nm)] e B [NiFe( $t_{NiFe}$ )/FeMn(50 nm)/Co(5nm)] as curvas de histerese mostraram que o campo de *exchange bias* aumenta significativamente com a redução da temperatura. Além disso, há uma dependência decrescente entre o campo de *exchange bias* e a camada de NiFe ( $H_{eb} \propto 1/t_{NiFe}$ ) e uma dependência crescente entre o campo de *exchange bias* e a camada de Co ( $H_{eb} \propto t_{Co}$ ). Fato este muito intrigante, devido a possível propagação do efeito de *exchange bias*. Os experimentos de FMR revelaram somente os modos de ressonância do NiFe e do Co, que apresentam curvas simétricas de variação angular de campo de ressonância.

Por outro lado, as medidas de FMR realizadas nas amostras da Família C [NiFe(5 nm)/FeMn( $t_{FeMn}$ )/Co(5 nm)] exibiram curvas simétricas de dependência angular do campo de ressonância e mostraram, além dos modos do NiFe e do Co, um segundo modo do NiFe. Este modo é atribuído a uma fase magnética do NiFe com baixa magnetização efetiva, resultante de interações com a camada buffer de Cu.

Nas tricamadas das Famílias D e E, as curvas de variação angular no plano do filme revelaram a presença de acoplamento entre as camadas magnéticas. Para o caso da Família D [NiFe(5 nm)/FeMn(10 nm)/Co( $t_{Co}$ )], esta interação gera um acoplamento antiferromagnético entre as camadas ferromagnéticas de NiFe e Co que contribuem para a redução do campo magnético estático necessário para atender a condição de ressonância, implicando em uma assimetria da variação angular do campo de ressonância. Já na Família E [NiFe( $t_{FM}$ )/FeMn(25 nm)/Co( $t_{FM}$ )] é evidenciado um acoplamento não colinear entre os eixos de anisotropia das camadas magnéticas, que acreditamos ser devido

ao comportamento dos spins dentro da camada AF.

Todos as famílias de tricamadas apresentaram anisotropia rodável negativa, com exceção de algumas espessuras, associada a um mecanismo físico da estrutura de domínio da camada FeMn e a história magnética dos filmes.

Em geral, os resultados obtidos pelas técnicas de VSM, SQUID e FMR mostraram, para todas as famílias de amostras, que a intensidade do campo de *exchange bias* depende, a partir de uma determinada espessura, da espessura da camada AF. Além disso, os valores obtidos do campo de *exchange bias* pelas diferentes técnicas são coerentes, confirmando e validando, assim, os resultados apresentados nesta tese de doutorado.

## Recomendações e Perspectivas

Com o intuito de melhor esclarecer o fenômeno de *exchange bias* e sua influência nas interfaces magnéticas, consideram-se recomendáveis, para todas as famílias aqui apresentadas, experimentos adicionais de FMR em outras bandas de frequência de micro-ondas, pois neste trabalho os experimentos para uma mesma família de amostras foram feitos em uma única banda. Com estas medidas, será possível também estudar o processo de relaxação da magnetização e, conseqüentemente, a qualidade da amostra.

Considerando o número restrito de trabalhos conhecidos na literatura sobre os aspectos do fenômeno de *exchange bias* em tricamadas assimétricas estudados através da técnica de FMR, seriam interessantes novos experimentos com outras amostras dos mesmos sistemas com uma faixa mais ampla de espessuras das camadas FM e AF, e também com novas estruturas de sistemas do tipo FeMn/NiFe/Cu/Co onde o Cu é a camada não magnética (NM). O interesse aqui seria estudar o acoplamento, entre as camadas FM, NM e AF, através destas camadas espaçadoras, os efeitos cooperativos e o efeito da rugosidade interfacial sobre o campo de *exchange bias* [82], realizando inclusive medidas de raios-X de maior sensibilidade.

Outra proposta interessante seria estudar a interação entre estas camadas FM assimétricas através da camada AF a baixas temperaturas.

# Apêndice A

## Artigos Publicados

Baseado nesta tese de doutorado

- P. G. Barreto, M. A. Sousa, F. Pelegri, W. Alayo and E. Baggio-Saitovitch. *Ferromagnetic resonance study of the misalignment between anisotropy axes in exchange-biased NiFe/FeMn/Co trilayers*. **Applied Physics Letters**, **104**, 202403, 2014.
- P. G. Barreto, M. A. Sousa, F. Pelegri, W. Alayo and E. Baggio-Saitovitch. *Exchange anisotropy and antiferromagnetic coupling in NiFe/FeMn/Co trilayers*. **IEEE Transactions on Magnetics**, **49**, 4530, 2013.

# Ferromagnetic resonance study of the misalignment between anisotropy axes in exchange-biased NiFe/FeMn/Co trilayers

P. G. Barreto,<sup>1,a)</sup> M. A. Sousa,<sup>1</sup> F. Pelegrini,<sup>2</sup> W. Alayo,<sup>3</sup> F. J. Litterst,<sup>4</sup> and E. Baggio-Saitovitch<sup>1</sup>

<sup>1</sup>*Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas, Rio de Janeiro, Brazil*

<sup>2</sup>*Instituto de Física, Universidade Federal de Goiás, Goiânia, Brazil*

<sup>3</sup>*Departamento de Física, Univ. Federal de Pelotas, Rio Grande do Sul, Brazil*

<sup>4</sup>*Institut für Physik der Kondensierten Materie, Technische Universität Braunschweig, Braunschweig, Germany*

(Received 20 February 2014; accepted 29 April 2014; published online 20 May 2014)

Exchange-biased NiFe/FeMn/Co trilayers were grown by dc magnetron sputtering and analyzed by in-plane ferromagnetic resonance using  $Q$ -band microwaves. The experiments revealed that distinct Co and NiFe resonance modes were excited by the microwave field. A misalignment between the anisotropy axes of the magnetic layers was deduced from the angular variations of the resonance fields, which also showed the effects of uniaxial and unidirectional anisotropies. A phenomenological model was used to fit the experimental results taking also into account a rotatable anisotropy field associated to the domain structure of the FeMn layer and the magnetic history of the films. © 2014 AIP Publishing LLC. [<http://dx.doi.org/10.1063/1.4875929>]

The exchange-bias phenomenon is particularly intriguing in ferromagnetic/antiferromagnetic/ferromagnetic (FM/AF/FM) structures, mainly due to the presence of two FM/AF interfaces. A systematic investigation of the exchange-bias field ( $H_{EB}$ ) variations has been reported as a function of thickness of each of the three constituting layers. In NiFe/FeMn/NiFe trilayers, e.g.,  $H_{EB}$  decreases in the expected  $1/t_{NiFe}$  variation with increasing thickness  $t_{NiFe}$  of the NiFe layer, after showing initial maxima at low NiFe thickness.<sup>1</sup> However, several other factors contribute to the  $H_{EB}$  such as magnetic anisotropy, crystal structure, interface roughness, interfacial spin configuration, and grain size distribution.<sup>2</sup> In addition, a spiraling spin structure across the AF layer was observed in a NiFe/FeMn/Co trilayer.<sup>3</sup> It was also found that the action of the  $H_{EB}$  at one AF/FM (or FM/AF) interface could propagate to another.<sup>4</sup> Exchange-biased structures have received much attention due to their applications in spintronic devices, such as magnetic tunnel junctions,<sup>5,6</sup> but the numerous experimental results and theoretical models do not yet give a satisfactory understanding of the exchange-bias phenomenon.

Another interesting question in FM/AF/FM structures is the misalignment between the anisotropy axes. Studying exchange-biased NiFe/FeMn/CoFe trilayers, e.g., Choi *et al.*<sup>7</sup> observed that the orientations of the uniaxial and unidirectional anisotropies were not collinear in the plane of the film. They suggested that the combination of a small magnetic anisotropy of the AF layer and magnetic frustration, due to structural imperfections, should be the key factors responsible for the non-collinear anisotropy axes of the structure. Graët *et al.*,<sup>8</sup> on the other hand, introduced a ferromagnetic resonance (FMR) model to determine the presence of a misalignment between the easy axes of the FM and AF

layers and to quantify its value in exchange-biased NiFe/NiO bilayers.

Several techniques have been used in the study of exchange-bias, including Brillouin light scattering,<sup>9</sup> anisotropic magnetoresistance,<sup>10</sup> and ac susceptibility.<sup>11</sup> For the measurements of  $H_{EB}$ , FMR proved to be particularly useful.<sup>12</sup> Here, it has been used to investigate the misalignment between the anisotropy axes of the magnetic layers in exchange-biased NiFe/FeMn/Co trilayers.

The polycrystalline NiFe( $t_{FM}$ )/FeMn(50 nm)/Co( $t_{FM}$ ) trilayers studied in this work, with  $t_{FM} = 3, 4, 5, 8,$  and  $10$  nm, were grown at room temperature by dc magnetron sputtering onto Si(100) substrates covered with a Cu(20 nm) buffer layer. A protective Ta(3 nm) cap layer was grown to avoid film oxidation. Commercial Cu, Ni<sub>81</sub>Fe<sub>19</sub>, Fe<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub>, Co, and Ta targets with 99.99% purity were used. The base pressure in the deposition chamber was around  $5 \times 10^{-8}$  Torr ( $0.67 \times 10^{-5}$  Pa); the working Ar pressure during the deposition of the films was kept at 3 mTorr. At first, the NiFe( $t_{FM}$ )/FeMn(25 nm) layers were deposited with a static magnetic field of about 400 Oe ( $31.8 \times 10^3$  A/m) applied parallel to the substrate and film plane; then the other layers [FeMn(25 nm)/Co( $t_{FM}$ )] were deposited with the field aligned antiparallel to the previous direction.

Fig. 1 shows normalized magnetization curves of (a) NiFe(5 nm)/FeMn/Co(5 nm) and (b) NiFe(10 nm)/FeMn/Co(10 nm) trilayers, with the static magnetic field parallel to the direction of the applied field during the deposition of the NiFe( $t_{FM}$ )/FeMn(25 nm) layers. Room temperature magnetization measurements were performed using a commercial vibrating sample magnetometer. The curves are composed by two loops, corresponding to the NiFe and Co layers: the shifted small loop (left side) corresponds to the NiFe layer and the other one, which does not exhibit any shift, to the Co layer. These results reveal the presence of  $H_{EB}$  at the NiFe/FeMn interface and the absence of any exchange-bias effect at the FeMn/Co interface. This can be related to the

<sup>a)</sup>Author to whom correspondence should be addressed. Electronic mail: [pamellagbarreto@gmail.com](mailto:pamellagbarreto@gmail.com)

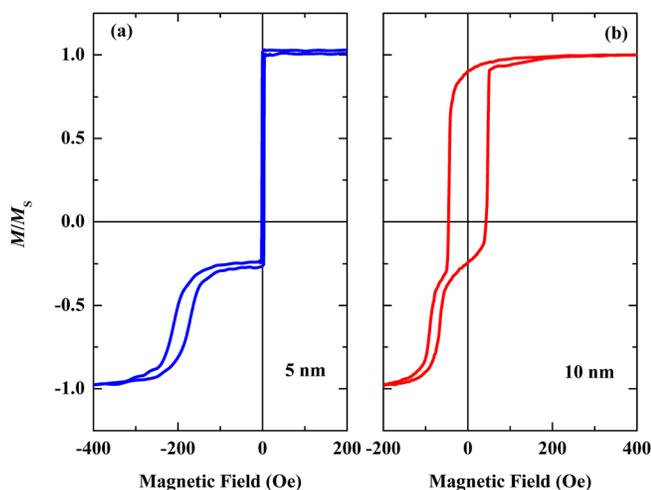


FIG. 1. Hysteresis loops of (a) NiFe(5 nm)/FeMn(50 nm)/Co(5 nm) and (b) NiFe(10 nm)/FeMn(50 nm)/Co(10 nm) trilayers, measured at room temperature with the applied field parallel to the unidirectional anisotropy axis of the NiFe/FeMn layers.

spin ordering developed at the NiFe/FeMn and FeMn/Co interfaces during the film growth. On the other hand, contrary to what was observed by Yang and Chien,<sup>3</sup> the loop shifted to the left with a higher coercive field  $H_C$  is the NiFe loop; the Co loop exhibits a smaller  $H_C$  (see Fig. 1(a)). This observation is important, as will be shown by the FMR measurements, because a wrong assignment implies a wrong interpretation of the hysteresis loops.

FMR was performed using a Bruker ESP-300 spectrometer with a rotating base magnet and swept static magnetic field, operating at a microwave frequency of 33.9 GHz ( $Q$ -band). All measurements were performed at room temperature, with the static magnetic field applied parallel to the plane of the films. FMR spectra were taken using a cylindrical resonant cavity, standard modulation, and phase sensitive detection. The field angle of the applied magnetic field with

respect to the NiFe/FeMn unidirectional anisotropy axis was measured with an accuracy of  $\pm 0.5^\circ$ . A Hall probe was used to measure the swept static magnetic field, with an accuracy of 0.1 Oe.

The parallel FMR spectrum of NiFe(5 nm)/FeMn/Co(5 nm) trilayer, displayed in Fig. 2(a) as field derivative of the absorbed microwave power, reveals that two uniform resonance modes are excited by the microwave field. The first mode, with lower resonance field, is due to the Co layer; the second one, with higher resonance field, is due to the NiFe layer. Fig. 2(b) exhibits the spectra obtained for specific orientations of the static magnetic field: parallel ( $\phi_H = 0^\circ$ ), anti-parallel ( $\phi_H = 180^\circ$ ), and again parallel ( $\phi_H = 360^\circ$ ) to the direction of  $H_{EB}$  at the NiFe/FeMn interface. One can see that for the Co mode, the resonance field ( $H_{res}$ ) for the angles  $\phi_H = 0^\circ$ ,  $180^\circ$ , and  $360^\circ$ , does not change, whereas for the NiFe mode, the resonance field  $H_{res}$  for the angles  $\phi_H = 0^\circ$  and  $360^\circ$  is smaller than that for the angle  $\phi_H = 180^\circ$ , indicating an in-plane angular variation due to the effect of the unidirectional  $H_{EB}$  at the NiFe/FeMn interface. This behavior is most clearly displayed in Figs. 2(c) and 2(d) by the angular variations of Co and NiFe resonance fields of NiFe(10 nm)/FeMn/Co(10 nm) trilayer, revealing: (c) the bell shaped  $\cos\phi_H$  (unidirectional) angular variation of the NiFe resonance field  $H_{res}$  and (d) the close to pure  $\cos 2\phi_H$  (uniaxial) angular variation of the Co resonance field  $H_{res}$ .<sup>13</sup> Moreover, it is possible to deduce a global shift of the  $H_{res}$  angular variation curve along the angle axis ( $\phi_H$ ), for the Co resonance mode, as well as a small asymmetry of the angular variation curve for the NiFe resonance mode. The global shift of the curve for the Co mode results from the misalignment between the direction of the static magnetic field applied during the deposition process and the easy axis of the Co layer; the small asymmetry of the curve for the NiFe resonance mode is attributed to the misalignment between the anisotropy axes of the FM and AF layers.<sup>8</sup>

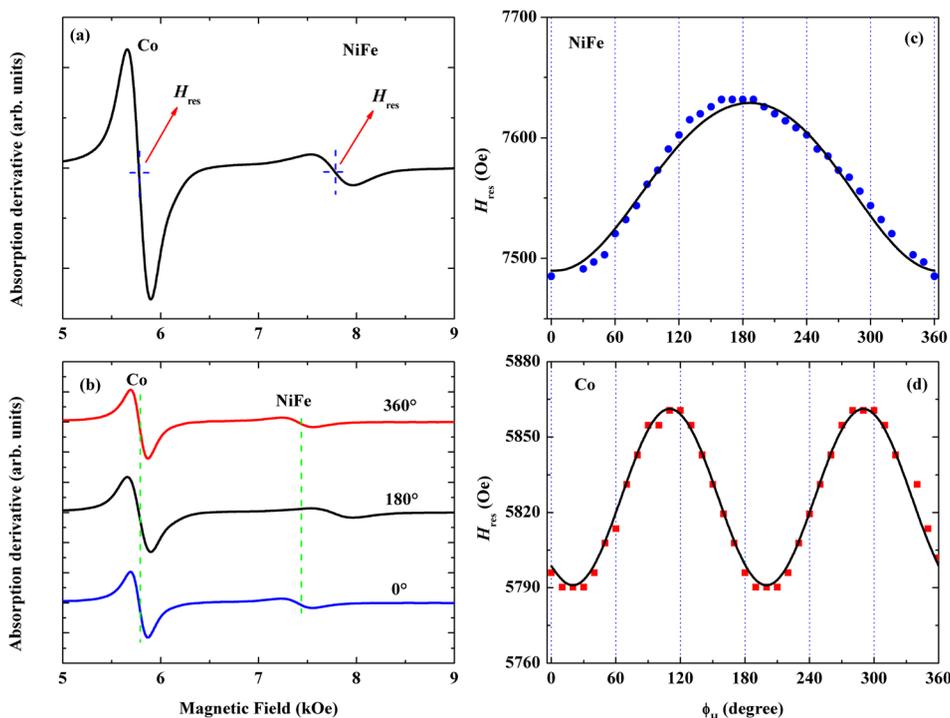


FIG. 2. Left: (a) representative parallel spectrum of NiFe(5 nm)/FeMn(50 nm)/Co(5 nm) trilayer. (b) Parallel spectra for specific orientations of the static magnetic field with respect to the NiFe/FeMn anisotropy axis. Right: angular variations of in-plane absorption fields  $H_{res}$  of (c) NiFe and (d) Co resonance modes of NiFe(10 nm)/FeMn(50 nm)/Co(10 nm) trilayer. Experimental values (points) and fits (lines) obtained with Eq. (3); the parameters used are explained in the text and summarized in Tables I and II.

To evaluate quantitatively the misalignment of the magnetizations of the NiFe and Co layers, we used a model which considers coherent rotation of the magnetizations for a FM/AF system. Thus, the magnetic free energy per unit area of the film can be written as<sup>8</sup>

$$\begin{aligned} \frac{E}{t_{FM}M_{FM}} &= 2\pi(\vec{M}_{FM} \cdot \hat{n})^2 - H \cos(\phi_H - \phi_{FM}) \sin \theta_{FM} \\ &\quad - \frac{1}{2} H_U \cos^2(\phi_{FM} - \eta) \sin^2 \theta_{FM} - H_E \\ &\quad \times \cos(\phi_{FM} - \eta - \beta) \sin \theta_{FM}. \end{aligned} \quad (1)$$

Here  $\vec{M}_{FM}$  and  $t_{FM}$  are the magnetization vector and thickness of the FM layer, respectively. The first term in Eq. (1) is the demagnetizing energy, the second is due the interaction between the in-plane static magnetic field  $H$  and the magnetization  $M_{FM}$ , the third is the uniaxial in-plane magnetic

anisotropy energy, which is defined by  $H_U = 2K_{FM}/M_{FM}$  [with  $K_{FM}(\text{erg}/\text{cm}^3)$  as the uniaxial anisotropy constant], and the fourth term is the interfacial exchange interaction. The unit vector  $\hat{n}$  represents the direction normal to the plane of the film;  $\phi_{FM}$  is the angle of the magnetization  $\vec{M}_{FM}$  with respect to the direction of the applied static magnetic field during the deposition of the film;  $\eta$  is the angle of the easy axis of the FM layer with respect to the direction of the applied magnetic field during the deposition; and  $\beta$  is the angle which represents the possible misalignment between AF and FM easy axes.

Assuming that the equilibrium directions of  $\vec{M}_{FM}$  are given by polar ( $\theta_{FM}$ ) and azimuthal ( $\phi_{FM}$ ) angles which imply a minimum value of the free energy, following Smit and Beljers<sup>14</sup> and considering that all the magnetizations are parallel to the plane of the film, i.e.,  $\theta_H = \theta_{FM} = \pi/2$ , we obtain the following FMR dispersion relation:

$$\begin{aligned} \left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^2 &= [H_{res} + H_U \cos^2(\phi_{FM} - \eta) + 4\pi M_{FM} + H_E(\phi_{FM} - \eta - \beta)] \\ &\quad \times [H_{res} + H_U \cos 2(\phi_{FM} - \eta) + H_E \cos(\phi_{FM} - \eta - \beta)]. \end{aligned} \quad (2)$$

The resonance condition given by this Eq. (2) must be taken for the magnetic state of the film attaining saturation, i.e.,  $\phi_H = \phi_{FM}$ . Thus, the angular dependence of the in-plane resonance field of NiFe/FeMn (or FeMn/Co) layer is given by the equation

$$\begin{aligned} H_{res} &= \left\{ H_U [1 - 3 \cos^2(\phi_{FM} - \eta)] - 4\pi M_{FM} \right. \\ &\quad \left. - 2H_E(\phi_{FM} - \eta - \beta) \right. \\ &\quad \left. + \sqrt{(H_U \sin^2(\phi_{FM} - \eta) + 4\pi M_{FM})^2 + 4 \frac{\omega^2}{\gamma^2}} \right\} / 2. \end{aligned} \quad (3)$$

The solid lines in Figs. 2(c) and 2(d) are fits of the angular variations of the in-plane resonance fields  $H_{res}$  of NiFe/FeMn and FeMn/Co, respectively. The parameters used to fit the experimental data are listed in Tables I and II.

TABLE I. Values of uniaxial anisotropy field ( $H_U$ ), interfacial exchange interaction field ( $H_E$ ), and rotatable anisotropy field ( $H_{RA} = 2K_{RA}/t_{FM}M_{FM}$ ) of NiFe( $t_{FM}$ )/FeMn/Co( $t_{FM}$ ) trilayers, obtained from fits of the angular variations of in-plane resonance fields ( $H_{res}$ ), using  $M_{FM} = 780$  and  $1400$  emu/cm<sup>3</sup> for the NiFe and Co layers, respectively, and  $\omega/\gamma = 11\,600$  Oe.  $H_E$  is null for the Co layer. The errors of the estimated values of  $H_E$  and  $H_U$  are within 5% and 4%, respectively.

$t_{FM}(\text{nm})$	NiFe			Co	
	$H_E$ (Oe)	$H_U$ (Oe)	$H_{RA}$ (Oe)	$H_U$ (Oe)	$H_{RA}$ (Oe)
3	370	30	0	13	-263
4	200	40	95	49	-102
5	177	15	108	28	-37
8	101	24	76	27	-157
10	70	4	133	40	-66

It can be clearly seen that the parameters for the NiFe/FeMn resonance mode are quite distinct from those for the FeMn/Co resonance mode. For the NiFe/FeMn mode, the  $H_{res}$  versus  $\phi_H$  curve has a shape similar to that given by an exchange-coupled bilayer<sup>14</sup> with  $H_E$  larger than the (uniaxial) anisotropy field. But a characteristic inferred from the experiments is the asymmetry of the curve, i.e.,  $\beta \neq 0$ , for three thicknesses of the NiFe layer (Table II). As discussed above, this is attributed to the misalignment between the FM and AF anisotropy axes, of the FM and AF layers, respectively. This behavior has been reported for CoFe/IrMn and NiFe/IrMn bilayers,<sup>15</sup> for instance, and was associated to magnetic frustration effects at the FM/AF interface.

On the other hand, the angular variation of the in-plane resonance field  $H_{res}$  of the FeMn/Co mode has a very different shape: there is no (unidirectional) exchange-bias effect ( $H_E = 0$ ) and a uniaxial anisotropy field  $H_U \neq 0$  is present and predominant. This can be due to the fact that the FeMn layer was already grown with a rigid compensated bulk (111) spin structure before the deposition of the Co layer,

TABLE II. Values of easy axis angle  $\eta$  of FM layer and misalignment angle  $\beta$  of magnetizations determined by fitting the angular variations of resonance fields  $H_{res}$  of NiFe/FeMn/Co trilayers.  $\eta = 0$  and  $\beta = 0$  for the NiFe/FeMn and FeMn/Co interfaces, respectively.

$t_{FM}(\text{nm})$	NiFe/FeMn	FeMn/Co
	$\beta$ (deg)	$\eta$ (deg)
3	$-8 \pm 2$	$50 \pm 2$
4	0	$-38 \pm 3$
5	$-4 \pm 1$	$-10 \pm 2$
8	0	$9 \pm 1$
10	$5 \pm 2$	$20 \pm 3$

leaving the AF spins only weakly influenced by the Co atomic layer, yielding a much weaker interfacial coupling.<sup>1</sup> Moreover,  $H_U$  has a non-monotonic dependence on the thickness of the Co layer. The in-plane uniaxial anisotropy in the FM layer may originate from the interactions with the AF layer.<sup>16</sup> We attribute this behavior to the spin structure of the FeMn layer at the FeMn/Co interface coupled with Co magnetic moments. Furthermore, a global shift of the curve representing the angular variation of the resonance field  $H_{res}$  along the angle axis ( $\phi_H$ ) is observed. A similar shift was observed in Co/FeMn bilayers.<sup>17</sup> There the misalignment of the Co easy axis with the direction of the static magnetic field applied during the deposition of the film was assigned to an irreversible rotation of the AF layer.

In Table I, a rotatable anisotropy parameter ( $H_{RA} = 2K_{RA}/t_{FM}M_{FM}$ ), with  $K_{RA}$  as the corresponding anisotropy constant, was included. We adopt this parameter because the fits of the FMR data implied that there is another anisotropy field acting on the films. This anisotropy field  $H_{RA}$  is a rotating field roughly parallel or antiparallel to the equilibrium direction of the magnetizations of the FM layers. The origin of this anisotropy has been associated to a domain structure in the AF layer coupled to the moments of the FM layer, which changes irreversibly when the FM magnetization rotates.<sup>12</sup> For the NiFe layer,  $H_{RA}$  has a non-monotonic dependence on  $t_{FM}$ . However, particularly interesting are the results for the Co layer, for all trilayers, exhibiting negative values of  $H_{RA}$ . Negative values of rotatable anisotropy in IrMn/Cr/Co films were reported by Nicolodi *et al.*<sup>18</sup> and attributed to Cr atoms deposited onto (111)-textured IrMn and at the Co/IrMn interface, coupled anti-ferromagnetically with Co atoms. For the trilayers studied in this work, we argue that the negative values of  $H_{RA}$  must be assigned to the domain structure of the FeMn layer coupled to the magnetic moments of the Co layer.

Nicolodi *et al.*<sup>18</sup> employed a realistic model for FM/AF bilayers, which considers that for strong enough interface exchange coupling, the AF layer breaks the adjacent FM into small-sized domains and that at the interface there exist grains with uncompensated spins interacting with the FM magnetizations; these grains are classified as unstable (rotatable) or stable (biasing).<sup>19</sup> In our context, we can attribute the negative rotatable anisotropy to the interfacial FeMn grains coupled anti-ferromagnetically to the adjacent Co domains, and the large absolute value of  $|H_{RA}|$  estimated from the FMR fits, to a large number of interfacial rotatable grains. On the other hand, distinct theoretical models<sup>20,21</sup> can as well explain the rotatable anisotropy, basically assuming that the ensemble of AF grains is composed by stable and unstable grains, and also that it changes when the magnetic state of the FM film is modified. One may note that this scenario, as commented in Ref. 22, is associated to the hysteresis memory (training effects) of the film. Therefore, the misalignment between the anisotropy axes observed here can be related to the magnetic history of the film, contrary to Graët *et al.*<sup>8</sup> who considered that the misalignment is independent of the magnetic history of the film. However, a more

comprehensive analysis to establish the relation between the origin of  $H_{RA}$  and the misalignment between the anisotropy axes in exchange-biased trilayers is beyond the scope of this article.

In summary, exchange-biased NiFe( $t_{FM}$ )/FeMn/Co( $t_{FM}$ ) trilayers were produced in a two stage process, first by growing NiFe( $t_{FM}$ )/FeMn(25 nm) layers with an in-plane static magnetic field of 400 Oe used to set the unidirectional anisotropy, and next by growing FeMn(25 nm)/Co( $t_{FM}$ ) layers with the in-plane field in the opposite direction. In-plane FMR experiments revealed that Co and NiFe uniform resonance modes were excited by the microwave field. The angular variations of the in-plane absorption fields revealed the effects of uniaxial, unidirectional, and (positive) rotatable anisotropies, for the NiFe resonance mode, and of uniaxial and (negative) rotatable anisotropies, for the Co resonance mode. The experiments also revealed a misalignment between the anisotropy axes of the magnetic layers. The physical mechanisms responsible for the rotatable anisotropy were associated with the domain structure of the FeMn layer and the magnetic history of the films implying the misalignment between the anisotropy axes.

This work was supported by the Brazilian agencies CNPq (Project No. 151440/2013-1), FAPERJ, CAPES, and the German Academic Exchange Service DAAD.

<sup>1</sup>V. K. Sankaranarayanan, S. M. Yoon, D. Y. Kim, C. O. Kim, and C. G. Kim, *J. Appl. Phys.* **96**, 7428 (2004).

<sup>2</sup>J. Nogués and I. K. Schuller, *J. Magn. Mater.* **192**, 203 (1999).

<sup>3</sup>F. Y. Yang and C. L. Chien, *Phys. Rev. Lett.* **85**, 2597 (2000).

<sup>4</sup>D. N. H. Nam, W. Chen, K. G. West, D. M. Kirkwood, J. Lu, and S. A. Wolf, *Appl. Phys. Lett.* **93**, 152504 (2008).

<sup>5</sup>S. A. Wolf, D. D. Awschalom, R. A. Buhrman, J. M. Daughton, S. von Molnár, M. L. Roukes, A. Y. Chtchelkanova, and D. M. Treger, *Science* **294**, 1488 (2001).

<sup>6</sup>G. Prinz, *Science* **282**, 1660 (1998).

<sup>7</sup>H. C. Choi, C. Y. You, K. Y. Kim, J. S. Lee, J. H. Shim, and D. H. Kim, *Phys. Rev. B* **81**, 224410 (2010).

<sup>8</sup>C. L. Graët, D. Spenato, S. P. Pogossian, D. T. Dekadjevi, and J. B. Youssef, *Appl. Phys. Lett.* **94**, 262502 (2009).

<sup>9</sup>P. Miltényi, M. Gruyters, G. Güntherodt, J. Nogués, and I. K. Schuller, *Phys. Rev. B* **59**, 3333 (1999).

<sup>10</sup>B. H. Miller and Dan Dahlberg, *Appl. Phys. Lett.* **69**, 3932 (1996).

<sup>11</sup>V. Ström, B. J. Jönsson, K. V. Rao, and Dan Dahlberg, *J. Appl. Phys.* **81**, 5003 (1997).

<sup>12</sup>R. D. McMichael, M. D. Stiles, P. J. Chen, and W. F. Egelhoff, Jr., *Phys. Rev. B* **58**, 8605 (1998).

<sup>13</sup>J. Geshev, L. G. Pereira, and J. E. Schmidt, *Phys. Rev. B* **64**, 184411 (2001).

<sup>14</sup>J. Smit and H. G. Beljers, *Philips Res. Rep.* **10**, 113 (1955).

<sup>15</sup>J. McCord, C. Hamann, R. Schäfer, and L. Schultz, *Phys. Rev. B* **78**, 094419 (2008).

<sup>16</sup>S. H. Chung, A. Hoffmann, and M. Grimsditch, *Phys. Rev. B* **71**, 214430 (2005).

<sup>17</sup>J. Olamit and K. Liu, *J. Appl. Phys.* **101**, 09E508 (2007).

<sup>18</sup>S. Nicolodi, L. G. Pereira, A. Harres, G. M. Azevedo, J. E. Schmidt, I. García-Aguiar, N. M. Souza-Neto, C. Deranlot, F. Petroff, and J. Geshev, *Phys. Rev. B* **85**, 224438 (2012).

<sup>19</sup>A. Harres and J. Geshev, *J. Phys.: Condens. Matter* **24**, 326004 (2012).

<sup>20</sup>M. Stiles and R. McMichael, *Phys. Rev. B* **59**, 3722 (1999).

<sup>21</sup>E. Fulcomer and S. H. Charap, *J. Appl. Phys.* **43**, 4190 (1972).

<sup>22</sup>J. McCord, R. Mattheis, and D. Elefant, *Phys. Rev. B* **70**, 094420 (2004).

# Exchange Anisotropy and Antiferromagnetic Coupling in NiFe/FeMn/Co Trilayers

P. G. Barreto<sup>1</sup>, M. A. Sousa<sup>2</sup>, F. Pelegrini<sup>2</sup>, W. Alayo<sup>3</sup>, and E. Baggio-Saitovitch<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas, Rio de Janeiro, RJ 22290-180, Brazil

<sup>2</sup>Instituto de Física, Universidade Federal de Goiás, Goiânia, GO 74001-970, Brazil

<sup>3</sup>Instituto de Matemática e Física, Universidade Federal de Pelotas, Pelotas, RS 96010-900, Brazil

The exchange bias fields at the interfaces of NiFe/FeMn/Co trilayers with thin Co layers were investigated using the ferromagnetic resonance technique. It has been found that the angular dependences of the in-plane resonance fields for both NiFe and Co layers exhibit the effect of the unidirectional anisotropy field. No evidence of uniaxial anisotropy was observed for the thin Co layers and the values for the exchange bias field are in agreement with values given by magnetization measurements. For the NiFe layer, the angular dependence of the in-plane resonance field gives evidence of a small uniaxial magnetic anisotropy, attributed to interface texture and antiferromagnetic coupling between NiFe and Co layers.

*Index Terms*—Exchange bias, ferromagnetic resonance, magnetic trilayers.

## I. INTRODUCTION

THE remarkable phenomena arising from the magnetic interactions between two separated ferromagnetic (FM) layers or between FM and antiferromagnetic (AF) layers continues to be a very attractive research area. The interaction between FM and AF layers can give rise, for instance, to the exchange bias effect [1], which usually is characterized by a shift of the center of a macroscopic magnetic hysteresis loop from the origin along the magnetic field axis; this shift is a measure of the exchange bias field  $H_{EB}$  [1], [2]. In magnetic thin films, the exchange bias effect has been primarily investigated in FM/AF bilayer structures [3]–[5]. In more complex structures, such as FM/AF/FM trilayers, a bulk characteristic of exchange bias would imply that the action of the exchange bias from one AF/FM (or FM/AF) interface could propagate up to the other [6]. As a consequence of this, in IrMn/Co/Ru/NiFe spin valve structures, as we have shown in a previous work using the Ferromagnetic Resonance (FMR) technique [7], the angular variation of the in-plane resonance fields of both Co and NiFe layers present an upward (downward) shift for antiferromagnetic (ferromagnetic) coupling with respect to a system with no interlayer coupling. In this paper, we use again the FMR technique to show that the study of the angular variation of the in-plane resonance fields of Co and NiFe layers of exchange-biased NiFe/FeMn/Co trilayers give evidence of a weak antiferromagnetic coupling between Co and NiFe layers. The FMR technique is very useful to study the interactions between magnetic layers and allows a highly sensitive measurement of the exchange bias field at the interfaces of exchange-biased structures [8], [9].

## II. SAMPLES AND EXPERIMENTS

In this paper, the FMR technique was used to study the magnetic properties of NiFe(5 nm)/FeMn(10 nm)/Co( $t$ ) trilayers with Co layer thickness  $t$  equal to 3, 4 and 5 nm, referred to as samples S3, S4 and S5, respectively, grown by dc magnetron sputtering onto Si(100) substrates covered with a Cu(20 nm) buffer layer and protected by a Cu(5 nm) capping layer to prevent oxidation. The films were grown under constant Ar gas working pressure of  $3 \times 10^{-3}$  Torr, in the presence of a static magnetic field of 400 Oe in order to set the unidirectional anisotropy. The base pressure before deposition was better than  $3 \times 10^{-8}$  Torr. The FMR measurements were all done at room temperature using a high sensitivity electron magnetic resonance spectrometer (Bruker ESP-300) operating at the X-band microwave frequency ( $\sim 9.79$  GHz), with swept static magnetic field and standard modulation and phase sensitive detection techniques. The films were attached to a goniometer and positioned at the center of a rectangular resonant cavity. The swept static magnetic field was measured with an accuracy of 0.1 Oe and the goniometer allowed an accuracy of  $0.5^\circ$  on the angle of the static field with respect to the unidirectional axis of the sample. As usual in electron magnetic resonance experiments, the microwave magnetic field was perpendicular to the static magnetic field. The measurements of hysteresis loops was performed at room temperature using a vibrating sample magnetometer (VSM).

## III. FMR RESULTS

The parallel FMR spectra of the three films display two uniform resonance modes, attributed to Co and NiFe layers with very distinct effective magnetizations. This is illustrated by the spectra of samples S3 and S5 displayed in Figs. 1 and 2, respectively. The FMR spectra are the derivatives of microwave power absorptions with respect to the applied static magnetic fields. The uniform resonance modes are excited by the microwave field when the sample is saturated and the static magnetic field attains the resonance condition for each mode. The study of the angular dependences of the in-plane resonance (absorption)

Manuscript received February 18, 2013; revised April 08, 2013; accepted April 12, 2013. Date of current version July 23, 2013. Corresponding author: M. A. Sousa (e-mail: marcossharp@gmail.com).

Color versions of one or more of the figures in this paper are available online at <http://ieeexplore.ieee.org>.

Digital Object Identifier 10.1109/TMAG.2013.2259153

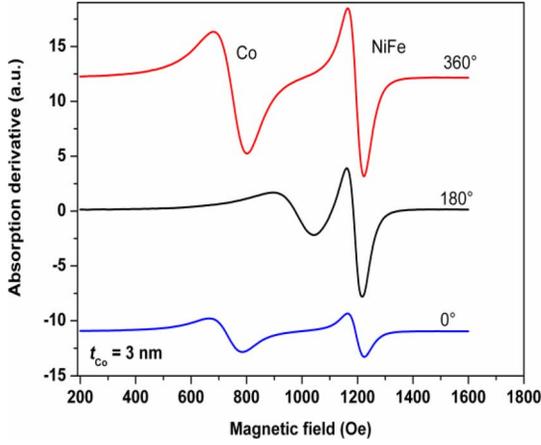


Fig. 1. Angular variations of parallel FMR spectra of sample S3, displaying Co and NiFe resonance modes and the effects of the unidirectional anisotropy fields.

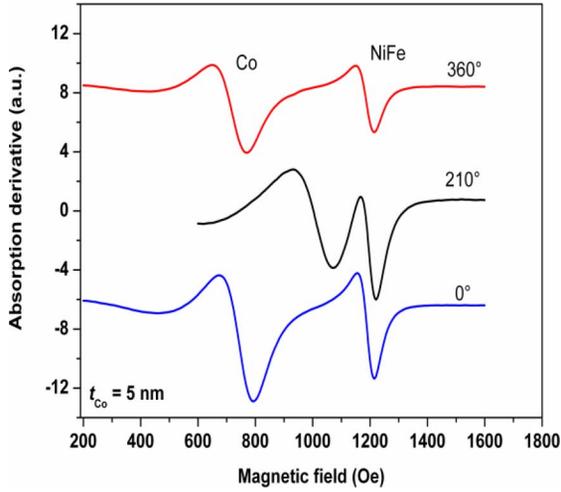


Fig. 2. Angular variations of parallel FMR spectra of sample S5, displaying Co and NiFe uniform resonance modes and the effects of the unidirectional anisotropy fields.

fields reveals the effect of the unidirectional anisotropy for both Co and NiFe FMR modes.

The experiments also reveal the effect of a small uniaxial anisotropy for the NiFe mode. The angular variations of the in-plane resonance fields of Co and NiFe modes for samples S3 and S5 are displayed in Figs. 3 and 4, respectively. Hysteresis loops for samples S4 and S5 exhibiting the shift of the center from the origin along the magnetic field axis are displayed in Figs. 5 and 6, respectively. The hysteresis loops suggest the presence of a third magnetic phase in the films. Similar results were observed in the hysteresis loops of an Fe thin film on Si(111) [10]. The in-plane FMR experiments, however, reveal only the presence of Co and NiFe phases. This result is also confirmed by out-of-plane FMR measurements (not shown here). An extensive X-ray diffraction and VSM study of the structure of the films, including magnetization loops for different angles of the applied field with respect to the unidirectional anisotropy axis, will be reported elsewhere.

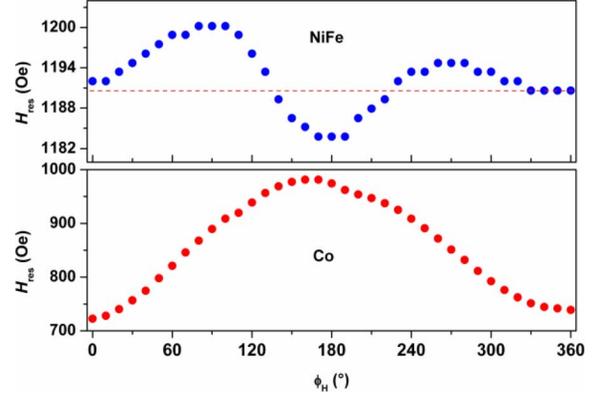


Fig. 3. Angular variations of in-plane absorption fields of Co and NiFe resonance modes of sample S3, implying the presence of unidirectional and uniaxial anisotropy fields.

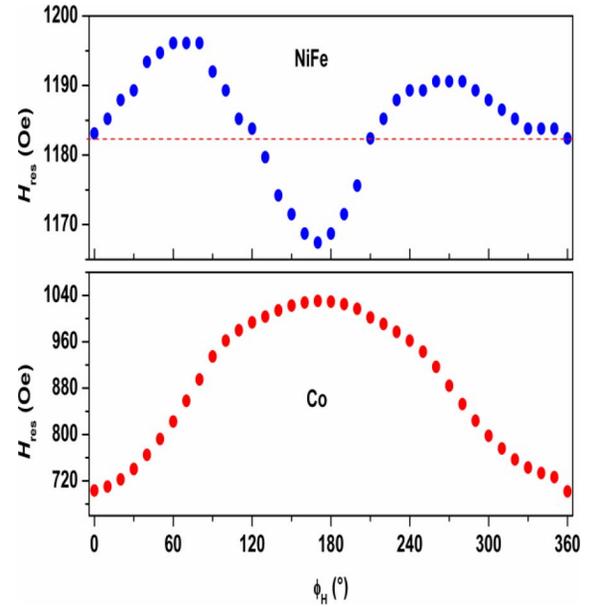


Fig. 4. Angular variations of in-plane absorption fields of Co and NiFe resonance modes of sample S5, implying the presence of unidirectional and uniaxial anisotropy fields.

#### IV. ANALYSIS AND DISCUSSION

The exchange bias fields at the NiFe/FeMn and FeMn/Co interfaces were deduced, respectively, from the angular dependence of the in-plane resonance fields of the NiFe and Co uniform resonance modes. The angular variation of the in-plane absorption field of Co resonance mode can be fitted by the relation

$$H_{Co} = H_U - H_{EB} \cos \phi. \quad (1)$$

For the NiFe mode, the presence of the additional uniaxial anisotropy would imply (for a symmetrical angular variation of the in-plane resonance field) a fitting given by the relation

$$H_{NiFe} = H_U - H_{EB} \cos \phi - H_K \cos 2\phi. \quad (2)$$

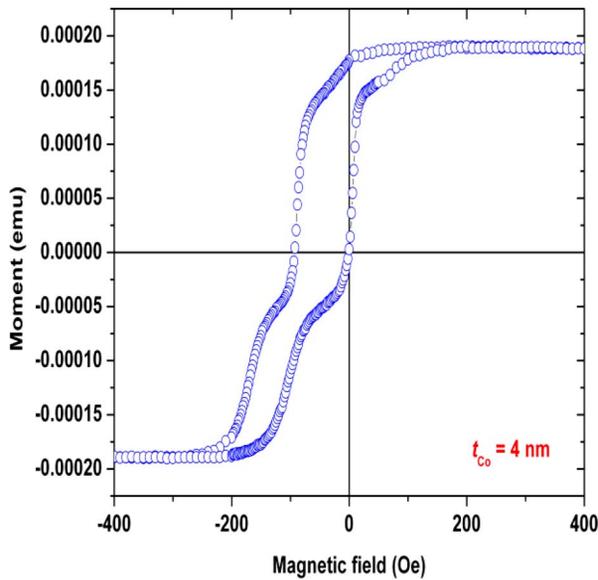


Fig. 5. Hysteresis loop of sample S4 exhibiting the displacement from the origin along the magnetic field axis due to the effect of the unidirectional anisotropy.

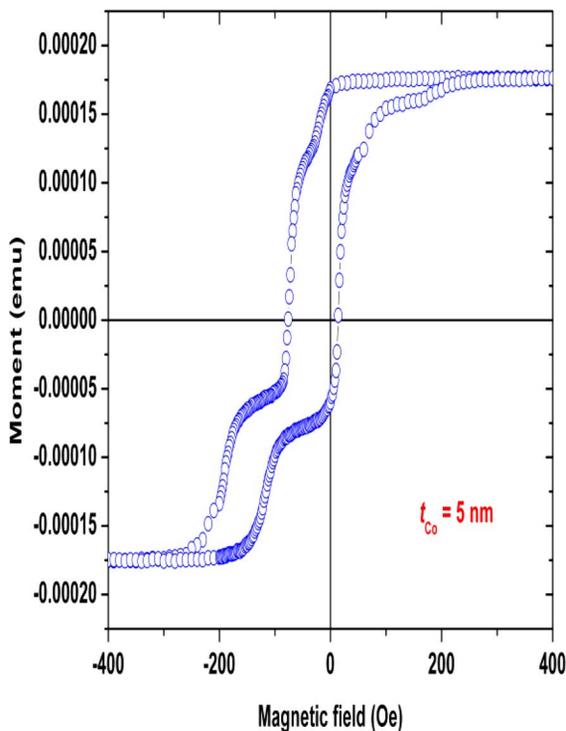


Fig. 6. Hysteresis loop of sample S5 exhibiting the displacement from the origin along the magnetic field axis due to the effect of the unidirectional anisotropy.

Here,  $H_{EB}$  is the unidirectional exchange-bias anisotropy field,  $H_K$  is the effective uniaxial anisotropy field,  $\phi$  is the angle of the in-plane static magnetic field with respect to the unidirectional anisotropy axis, and

$$H_U = [(\omega/\gamma)^2 + 2\pi M_S]^{\frac{1}{2}} - 2\pi M_S \quad (3)$$

TABLE I  
VALUES OF  $H_{EB}$  AT FeMn/Co INTERFACE GIVEN BY FMR AND VSM  
MEASUREMENTS OF NiFe/FeMn/Co TRILAYERS

Sample	$H_{EB}$ [FMR]	$H_{EB}$ [VSM]
FeMn(10nm)/Co(3nm)	126 Oe	129 Oe
FeMn(10nm)/Co(4nm)	133 Oe	135 Oe
FeMn(10nm)/Co(5nm)	162 Oe	152 Oe

would be the absorption field of Co uniform resonance mode in the absence of unidirectional anisotropy field, or the absorption field of NiFe resonance mode in the absence of unidirectional and uniaxial anisotropy fields;  $M_S$  and  $\gamma$  are the respective saturation magnetization and gyromagnetic ratio, and  $\omega$  is the microwave angular frequency.

The bell shape curve displayed (Figs. 3 and 4) by the angular dependence of the in-plane absorption field of Co resonance mode reveals that the effect of the unidirectional anisotropy is much bigger than that of a magnetocrystalline anisotropy. Therefore, the exchange bias field at the FeMn/Co interface can be deduced from (1) above as

$$H_{Co}(\pi) - H_{Co}(0) = 2H_{EB}. \quad (4)$$

On the other hand, the angular dependence of the in-plane resonance field of the NiFe layer displays an asymmetry, which is attributed to the dependence on an additional small uniaxial anisotropy. According to (2), the unidirectional anisotropy field at the NiFe/FeMn interface can be given by

$$H_{NiFe}(\pi) - H_{NiFe}(0) = 2H_{EB} \quad (5)$$

and the additional uniaxial anisotropy field by

$$H_{NiFe}(\pi/2) - H_{NiFe}(0) = H_{EB} + 2H_K. \quad (6)$$

Due to the upward shift of the angular variation of the in-plane resonance field of NiFe mode, we argue here that this uniaxial anisotropy results from both texture and a weak antiferromagnetic coupling between NiFe and Co layers.

The values of the unidirectional exchange bias field at the FeMn/Co interface, given by FMR and VSM measurements, are listed in Table I.

According to (5) and (6), for NiFe resonance mode, for samples S3, S4, and S5, respectively, the values for the exchange bias field would be 4, 5, and 7 Oe, and for the uniaxial anisotropy field, 7, 9, and 11 Oe. These results, however, need further investigation, dependent on a better structural characterization of the films. It should be mentioned that as a consequence of the antiferromagnetic coupling between the magnetic layers [7], for the NiFe mode exhibiting symmetrical angular variation of the in-plane resonance field, the lowest value is measured when the static magnetic field is anti-parallel to the exchange bias field.

## V. CONCLUSION

This FMR study of NiFe/FeMn/Co trilayers shows that uniform resonance modes due to Co and NiFe layers, with very distinct effective magnetizations, are excited by the microwave field. Angular variations of the in-plane resonance fields of NiFe and Co modes give evidence of exchange anisotropy at both bottom FM/AF and top AF/FM interfaces; the deduced values of the exchange bias field at the FeMn/Co interface are comparable to the values given by magnetization measurements. The asymmetry of the angular dependence of the in-plane resonance field of NiFe mode due to a small uniaxial anisotropy results from contributions attributed to the presence of texture in the samples and weak antiferromagnetic coupling between Co and NiFe layers.

## ACKNOWLEDGMENT

This work was supported by the Brazilian agencies CNPq and FAPERJ.

## REFERENCES

- [1] W. H. Meiklejohn and C. P. Bean, "New magnetic anisotropy," *Phys. Rev.*, vol. 102, pp. 1413–1414, Jun. 1956.
- [2] J. Nogués and I. K. Schuller, "Exchange bias," *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 192, pp. 203–232, Feb. 1999.
- [3] J. Nogués, J. Sort, V. Langlais, V. Skumryev, S. Suriñach, J. S. Muñoz, and M. D. Baró, "Exchange bias in nanostructures," *Phys. Rep.*, vol. 422, pp. 65–117, Aug. 2005.
- [4] W. Stoecklein, S. S. P. Parkin, and J. C. Scott, "Ferromagnetic resonance studies of exchange-biased permalloy thin films," *Phys. Rev. B*, vol. 38, pp. 6847–6854, Oct. 1988.
- [5] R. D. McMichael, M. D. Stiles, P. J. Chen, and W. F. Egelhoff, Jr., "Ferromagnetic resonance studies of NiO-coupled thin films of Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>," *Phys. Rev. B*, vol. 58, pp. 8605–8612, Oct. 1998.
- [6] D. N. H. Nam, W. Chen, K. G. West, D. M. Kirkwood, J. Lu, and S. A. Wolf, "Propagation of exchange bias in CoFe/FeMn/CoFe trilayers," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 93, pp. 152504-1–152504-3, Oct. 2008.
- [7] S. W. Alayo, M. A. Sousa, F. Pelegrini, and E. Baggio-Saitovitch, "Analysis of the weak coupling of the IrMn/Co/Ru/NiFe structures by ferromagnetic resonance," *J. Appl. Phys.*, vol. 109, pp. 083917-1–083917-5, Apr. 2011.
- [8] J. Lindner and K. Baberschke, "In situ ferromagnetic resonance: An ultimate tool to investigate the coupling in ultrathin magnetic films," *J. Phys.: Condens. Matter*, vol. 15, pp. R193–R232, Jan. 2003.
- [9] V. P. Nascimento, E. Baggio-Saitovitch, F. Pelegrini, L. C. Figueiredo, A. Biondo, and E. C. Passamani, "Ferromagnetic resonance study of the exchange bias field in NiFe/FeMn/NiFe trilayers," *J. Appl. Phys.*, vol. 99, pp. 08C108-1–08C108-3, Apr. 2006.
- [10] M. C. dos Santos, J. Geshev, J. E. Schmidt, S. R. Teixeira, and L. G. Pereira, "Origin of the magnetization reversal of an Fe thin film on Si(111)," *Phys. Rev. B*, vol. 61, pp. 1311–1314, Jan. 2000.

# Referências Bibliográficas

- [1] W. H. Meiklejohn and C. P. Bean. *New magnetic anisotropy*. **Physical Review**, **102**, 1413, 1956.
- [2] W. H. Meiklejohn. *Exchange anisotropy - A review*. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, **200**, 552, 1999.
- [3] A.E. Berkowitz and Kentaro Takano. *Exchange anisotropy - A review*. **Journal of Applied Physics**, **33**, 1328, 1962.
- [4] J. Nogués and I. K. Schuller. *Exchange bias*. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, **192**, 203, 1999.
- [5] L. M. Fallicov. *Metallic Magnetic Superlattices*. **Physics Today**, **45**, 46, 1992.
- [6] P. J. Grundy, D. Greig and E. W. Hill. *Multilayered magnetic materials*, **Endeavour**, **17**, 154, 1993.
- [7] S. Nogueira e T. Romero. *Física 2011: Estado da arte, desafios e perspectivas para os próximos cinco anos.*, Primeira Edição. **Sociedade Brasileira de Física**, p. 173, 2011.
- [8] H. Xi, R. M. White and S. M. Rezende. *Irreversible and reversible measurements of exchange anisotropy*. **Physical Review B**, **60**, 14837, 1999.
- [9] J. R. Fermin, M. A. Lucena, A. Azevedo, F. M. de Aguiar and S. M. Rezende. *Measurements of exchange anisotropy in NiFe/NiO films with different techniques*. **Journal of Applied Physics**, **87**, 6421, 2000.

- [10] D. N. H. Nam, W. Chen, K. G. West, D. M. Kirkwood, J. Lu et al.. *Propagation of exchange bias in CoFe/FeMn/CoFe trilayers*. **Applied Physics Letters**, **93**, 152504, 2008.
- [11] F. Y. Yang and C. L. Chien. *Spiraling spin structure in an exchange-coupled antiferromagnetic layer*. **Physical Review Letters**, **85**, 2597-2600, 2000.
- [12] C. W. Leung and M. G. Blamire. *Interaction between exchange-bias systems in  $Ni_{80}Fe_{20}/Fe_{50}Mn_{50}/Co$  trilayers*. **Physical Review Letters**, **72**, 054429, 2005.
- [13] M. G. Blamire, M. Ali, C. W. Leung, C. H. Marrows and B. J. Hickey. *Exchange bias and blocking temperature in Co/FeMn/CuNi trilayers*. **Physical Review Letters**, **98**, 217202, 2007.
- [14] S. Zhong, D. Jun and Z. Shi-Ming. *Exchange bias in ferromagnet/antiferromagnet bilayers*. **Chin. Physical B**, **23**, 027503, 2014.
- [15] G. Choe and S. Gupta. *High exchange anisotropy and high blocking temperature in strongly textured NiFe(111)/FeMn(111) films*. **Applied Physics Letters**, **70**, 1766, 1997.
- [16] Y. K. Kim, K. Ha and L. L. Rea. *Unidirectional anisotropy in exchange coupled NiFe/FeMn system for thin nife films* **IEEE Transactions on Magnetics.**, **31**, 3823, 1995.
- [17] I. L. Castro, V. P. Nascimento, E. C. Passamani, A. Y. Takeuchi, C. Larica, M. Tafur and F. Pelegri. *The role of the (111) texture on the exchange bias and interlayer coupling effects observed in sputtered NiFe/IrMn/Co trilayers* **Applied Physics Letters.**, **113**, 203903, 2013.
- [18] C. Liu, C. Yu, H. Jiang, L. Shen, C. Alexander et al.. *Effect of interface roughness on the exchange bias for NiFe/FeMn*. **Journal of Applied Physics**, **87**, 6644, 2000.
- [19] M. A. Akhter, D. J. Mapps, Y. Q. Ma Tan, Amanda Petford-Long and R. Doole. *Thickness and grain-size dependence of the coercivity in permalloy thin films*. **Journal of Applied Physics**, **81**, 4122, 1997.

- [20] V. P. Nascimento, F. Pelegrini, L. C. Figueiredo, A. Biondo, E. C. Passamani and E. B. Saitovitch. *Ferromagnetic resonance study of the exchange bias field in NiFe/FeMn/NiFe trilayers*. **Journal of Applied Physics**, **81**, 4122, 1997.
- [21] C. W. Leung and M. G. Blamire. *Interaction between ferromagnetic/antiferromagnetic systems across a common antiferromagnetic spacer*. **Journal of Applied Physics**, **94**, 7373, 2003.
- [22] V. K. Sankaranarayanan, S. M. Yoon, D. Y. Kim, C. O. Kim and C. G. Kim. *Exchange bias in NiFe/FeMn/NiFe trilayers*. **Journal of Applied Physics**, **96**, 7428, 2004.
- [23] M. Tafur, M. A. Sousa, F. Pelegrini, V. P. Nascimento, and E. Baggio-Saitovitch. *Ferromagnetic resonance study of dual exchange bias field behavior in NiFe/IrMn/Co trilayers*. **Applied Physics Letters**, **102**, 062402, 2013.
- [24] R. Jungblut, R. Coehoorn, M. T. Johnson, J. aan de Stegge and A. Reinders. *Orientational dependence of the exchange biasing in molecular-beam-epitaxy-grown Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>/Fe<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub> bilayer (invited)*. **Journal of Applied Physics**, **75**, 6659, 1994.
- [25] M. F. Toney, C. Tsang and J. K. Howard. *Thermal annealing study of exchangebiased NiFe/FeMn films*. **Journal of Applied Physics**, **70**, 6227, 1991.
- [26] A. P. Malozemoff. *Random-field model of exchange anisotropy at rough ferromagnetic-antiferromagnetic interfaces*. **Physical Review B**, **35**, 3679, 1987.
- [27] A.J. Sort, F. Garcia, B. Rodmacq, S. Auffret and B. Dieny. *Enhancement of exchange bias through a non-magnetic spacer*. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, **272**, 355, 2004.
- [28] M. Kiwi. *Exchange Bias Theory*. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, **234**, 584, 2001.
- [29] R. L. Stamps. *Mechanisms for exchange bias*. **Journal of Physics D: Applied Physics**, **33**, R247, 2000.
- [30] D. Lederman, J. Nogués and I. K. Schuller. *Exchange anisotropy and the antiferromagnetic surface order parameter*. **Physical Review B**, **56**, 23325, 1997.

- [31] E. Fulcomer and S. H. Charap. *Thermal fluctuation aftereffect model for some systems with ferromagnetic-antiferromagnetic coupling*. **Journal of Applied Physics**, **43**, 4190, 1972.
- [32] A. P. Malozemoff. . **Journal of Applied Physics**, **63**, 3874, 1988.
- [33] D. Mauri, H. C. Siegmann, P. S. Bagus and E. Kay. *Simple model for thin ferromagnetic films exchange couple to an antiferromagnetic substrate*. **Journal of Applied Physics**, **62**, 3049, 1987.
- [34] N. C. Koon. *Calculations of exchange bias in thin films with ferromagnetic/antiferromagnetic interfaces*. **Physical Review Letters**, **78**, 4865, 1997.
- [35] L. Sun and H. Xing. *Angular dependence of longitudinal and perpendicular exchange biases in  $FeMn/(FeNi/FeMn)_n$  multilayers*. **Journal of Applied Physics**, **104**, 043904, 2008.
- [36] L. Sun, P. C. Searson and C. L. Chien. *Asymmetrical hysteresis in exchange-biased multilayers with out-of-plane applied fields*. **Physical Review B**, **71**, 012417, 2005.
- [37] A. Harres, R. Cichelero, L. G. Pereira, J. E. Schmidt, and J. Geshev. *Remanence plots technique extended to exchange bias systems*. **Journal of Applied Physics**, **114**, 043902, 2013.
- [38] M. Nisenoff and R. W. Terhune. *Standing spin wave mode spectra in thin permalloy films prepared in vacuum of  $10^{-7}$  Torr*. **Journal of Applied Physics**, **36**, 732, 1965.
- [39] B. D. Cullity and C. D. Graham. *Introduction to magnetic materials*. 2nd. ed., Hoboken (New Jersey, USA). IEEE Press - Wiley, 2009.
- [40] S. Chikazumi. *Physics of Magnetism*. New York, Krieger, 1978.
- [41] J. M. D. Coey. *Magnetism and Magnetic Materials*. Cambridge, Cambridge, 2009.
- [42] F. Pelegrini. *Espectros de referências do Laboratório de Ressonância Magnética Eletrônica*, Instituto de Física (UFG), Goiânia, 2010.
- [43] B. H. Miller and E. D. Dahlberg. *Use of the anisotropic magnetoresistance to measure exchange anisotropy in Co/CoO bilayers*. **Applied Physics Letters**, **69**, 3932, 1996.

- [44] J. Geshev, L. G. Pereira and J. E. Schimidt. *Rotatable anisotropy and coercivity in exchange-bias bilayers*. **Physical Review B**, **66**, 134432, 2002.
- [45] H. Luth. *Solid surfaces, interfaces and thin films*. Springer, 4th. ed., Heidelberg, 2001.
- [46] L. Eckertová. *Phycisc of Thin Films*. New York, 1986.
- [47] Alexandre Mello de Paula Silva. *Instrumentação para Produção e Caracterização de Filmes Finos Nanoestruturados*. Dissertação de Mestrado, CBPF, Rio de Janeiro, 2002.
- [48] Armando Biondo Filho. *Propriedades Estruturais Magnéticas e de Transporte das Multicamadas Co/Cu e Py/X (X = Cu, WTi e Zr) Produzidas por Magnetron Sputtering*. Tese de Doutorado, CBPF, Rio de Janeiro, 2001.
- [49] Willian Edgardo Alayo Rodriguez. *Anisotropia Magnética e Acoplamento de Troca em Multicamadas de Metais de Transição*. Tese de Doutorado, CBPF, Rio de Janeiro, 2007.
- [50] A. Van der Lee. *Grazing incidence specular reflectivity: theory, experiment, and applications*. **Solid State Sciences**, **2**, 257, 2000.
- [51] N. W. Ashcroft and N. D. Mermin. *Solid State Physics*. Philadelphia, Saunders, 1976.
- [52] S. Foner. *Versatile and sensitive vibrating-sample magnetometer*. **The Review Of Scientific Instruments**, **30**, 548, 1959.
- [53] S. V. Vonsovskii. *Ferromagnetic Resonance*. **Oxford: Pergamon**, 1966.
- [54] J. A. Weil and J. R. Bolton. *Electron Paramagnetic Resonance, 2nd. ed., Hoboken (New Jersey - USA)*, Wiley, 2007.
- [55] O. Yalçın (editor). *Ferromagnetic Resonance - Theory and Applications*. Rijeka (Croatia), Intechopen, 2013.
- [56] P. Pouloupoulos and K. Baberschke. *Magnetism in thin films*. **Journal Physics: Condensed Matter**, **11**, 9495, 1999.

- [57] M. Farle. *Ferromagnetic Resonance of Ultrathin Metallic Layers*. **Reports on Progress in Physics**, **61**, 755, 1998.
- [58] H. Suhl. *Ferromagnetic Resonance in Nickel Ferrite Between One and Two Kilomegacycles*. **Physical Review**, **97**, 555, 1955.
- [59] J. Smit and H. G. Beljers. *Ferromagnetic Resonance Absorption in  $BaFe_{12}O_{19}$ , A Highly Anisotropic Crystal*. **Philips Research Reports**, **10**, 113, 1955.
- [60] Marcos Antonio de Sousa. *Estudo do fenômeno de exchange bias em bicamadas  $NiFe/IrMn$  e tricamadas  $NiFe/IrMn/Co$* . Tese de Doutorado, Instituto de Física, Universidade de Federal de Goiás, Goiânia, 2013.
- [61] M. Tafur, M. A. Sousa, F. Pelegrini, V. P. Nascimento, and E. Baggio-Saitovitch. *Ferromagnetic resonance study of dual exchange bias field behavior in  $NiFe/IrMn/Co$  trilayers*. **Applied Physics Letters**, *102*, 062402, 2013.
- [62] S. F. Cheng and P. Lubitza. *Structural and magnetic studies of exchange bias films of  $Ir(20)Mn(80)$* . **Journal of Applied Physics**, *87*, 4927, 2000.
- [63] J. G. Hu. *Thickness dependence of exchange bias and coercivity in a ferromagnetic layer coupled with an antiferromagnetic layer*. **Journal of Applied Physics Volume**, **94**, 2529, 2003.
- [64] Y. T. Chen, S. U. Jen, Y. D. Yao, J. M. Wu, J. H. Liao and T. B. Wu. *Exchange biasing observed in the  $Co/Ir_{20}Mn_{80}$  system*. **Journal of Alloys and Compounds**, **448**, 59, 2008.
- [65] M. Ali, C. H. Marrows and B. J. Hickey. *Onset of exchange bias in ultrathin antiferromagnetic layers*. **Physical Review B**, **67**, 172405, 2003.
- [66] H. Xi, R. M. White and S. M. Rezende *Irreversible and reversible measurements of exchange anisotropy*. **Physical Review B**, **60**, 14837, 1999.
- [67] J. Geshev. *Analytical solutions for exchange bias and coercivity in ferromagnetic/antiferromagnetic bilayers*. **Physical Review B**, **62**, 5627, 2000.

- [68] C. Leighton, M. R. Fitzsimmons, A. Hoffmann, J. Dura, C. F. Majkrzak, M. S. Lund and I. K. Schuller. *Nanostructures and the Proximity Effect*. **Physical Review B**, **65**, 064403, 2002.
- [69] M. D. Stiles and R. D. McMichael. *Coercivity in exchange-bias bilayers*. **Physical Review B**, **63**, 064405, 2001.
- [70] W. Alayo, M. A. Sousa, F. Pelegrini and E. Baggio-Saitovitch. *Analysis of the weak coupling of the IrMn/Co/Ru/NiFe structures by ferromagnetic resonance*. **Journal of Applied Physics**, **109**, 083917, 2011.
- [71] A. Layadi, W. C. Cain, J-W. Lee and J. O. Artman. *Investigation of Anisotropy by Ferromagnetic Resonance (FMR) in Exchange-Coupled Bilayer Films*. **IEEE Transactions on Magnetism**, **23**, 2993, 1987.
- [72] P. G. Barreto, M. A. Sousa, F. Pelegrini, W. Alayo and E. Baggio-Saitovitch. *Exchange anisotropy and antiferromagnetic coupling in NiFe/FeMn/Co trilayers*. **IEEE Transactions on Magnetism**, **49**, 4530, 2013.
- [73] C. Le Graët, D. Spenato, S. P. Pogossian, D. T. Dekadjevi, and J. Ben Youssef. *Probing misalignment in exchange biased systems: A dynamic approach*. **Applied Physics Letters**, **94**, 262502, 2009.
- [74] M. C. dos Santos, J. Geschev, J. E. Schmidt, S. R. Teixeira, and L. G. Pereira. *Origin of the magnetization reversal of a Fe thin film on Si(111)*. **Physical Review B**, **61**, 1311, 2000.
- [75] Layadi. *Analytical expressions for the magnetization curves of a magnetic-tunnel-junction-like system*. **Journal of Applied Physics**, **100**, 083904, 2006.
- [76] D. Mauri, E. Kay, D. Scholl, and J. K. Howard. *Novel method for determining the anisotropy constant of MnFe in a NiFe/MnFe sandwich*. **Journal of Applied Physics**, **62**, 2929, 1987.
- [77] D. S. Schmool and J. M. Barandiarán. *Ferromagnetic resonance and spin wave resonance in multiphase materials: theoretical considerations*. **Journal of Physics: Condensed Matter**, **10**, 10679, 1998.

- [78] P. E. Wigen. *Microwave properties of magnetic garnet thin films*. **Thin Solid Films**, **114**, 135, 1984.
- [79] R. D. McMichael, M. D. Stiles, P. J. Chen, and W. F. Egelhoff, Jr.. *Ferromagnetic resonance studies of NiO-coupled thin films of  $Ni_{80}Fe_{20}$* . **Physical Review B**, **58**, 8605, 1998.
- [80] S. Nicolodi, L. G. Pereira, A. Harres, G. M. Azevedo, J. E. Schmidt, I. García-Aguiar, N. M. Souza-Neto, C. Deranlot, F. Petroff and J. GESHEV. *Negative rotatable anisotropy in IrMn/Cr/Co thin films*. **Physical Review B**, **85**, 224438, 2012.
- [81] J. Olamit and K. Liu. *Rotational hysteresis of the exchange anisotropy direction in Co/FeMn thin films*. **Journal of Applied Physics**. **101**, 09E508, 2007.
- [82] G. J. Chen, Y. Y. Tsai and Y. S. Chang. *The structure and ferromagnetic properties of  $(Fe_{0.12}Cu_xZn_{0.88-x})O$  thin films deposited on Si substrates by R.F. sputtering*. **Vacuum**, **87**, 213, 2013.