

Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

Magnetoimpedância em Multicamadas de *Permalloy*/IrMn/Ta

Roberta Dutra de Oliveira Pinto Orientador: Rubem Luis Sommer

Rio de Janeiro, 14 de dezembro de 2010

Dedicatória

Esta dissertação é dedicada

à minha mãe, Regina Célia, e à minha irmã Renata.

Agradecimentos

Gostaria de agradecer a todos que, de alguma forma, contribuíram para a realização esta dissertação.

Agradeço em especial ao professor Rubem Luis Sommer pela orientação, paciência e pela oportunidade deste trabalho.

Toda a minha gratidão ao meu amigo Diego, principalmente, por todo o auxílio na parte experimental e nas discussões deste trabalho, pela companhia nas viagens para Santa Maria e pelos cafés no Rio Sul.

A todos os amigos e colegas do CBPF: Jeovani, Carolina, Naiara, Andreia, Tatiana, Marcos, Diego, Vanji, Alexandre, Marcio, Tiago, Érico e sua esposa Andréa, Bruno, Denise e ao professor José Gomes.

Todo meu carinho a direção da pós-graduação, professor Ivan dos S. de Oliveira Junior, aos professores e a todos os funcionários do CBPF, em especial a Elisabete e ao Ricardo da CFC.

Ao Professor Antonio Marcos (Teco) e ao Matheus Gamino pelo auxílio na produção das amostras e a todos do LMMM da UFSM pela grande hospitalidade.

À minha mãe, meus irmãos e ao Rafael que sempre estiveram ao meu lado incentivando e me ajudando em tudo que foi possível.

Resumo

Neste trabalho foram realizadas medidas de magnetoimpedância em amostras a base de *Permalloy* e IrMn que exibem o fenômeno *Exchange Bias*. As medidas foram feitas num regime de altas frequências utilizando uma técnica de medida de Magnetoimpedância e Ressonância Ferromagnética de banda larga implementada no Laboratório de Magnetometria e Resistividade do CBPF (LABMAG).

Obteve-se amostras de boa qualidade, um bom sinal de magnetoimpedância foi observado nelas e foi possível obter as relações de dispersão experimentalmente pelo método de medida de banda larga.

Abstract

In this work were performed Magnetoimpedance measurements on samples based on *Permalloy* and IrMn that exhibit the phenomenon of *Exchange Bias*. The measurements were made in a regime of high frequencies using and also broadband Ferromagnetic Resonance implemented in the Laboratory of Magnetometry and Resistivity at CBPF (LABMAG).

Good quality samples were obtained and a good signal of Magnetoimpedance was observed in them. It was also possible to obtain the dispersion relations experimentally using the broadband measurement method.

Lista de Figuras

2.1	Variação da magnetização de saturação do Fe, Co e Ni em função da temperatura	5
2.2	Direções preferenciais de magnetização para cristais de Ferro do Níquel	8
2.3	Variação com o ângulo θ da energia de anisotropia $\ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots$	9
2.4	Modelo intuitivo do EB	10
2.5	Definição do H_{EB} e do H_C na curva de magnetização	12
2.6	Diagrama esquemático representando a interface FM/AFM no modelo de Mauri.	13
2.7	Diferentes regiões de uma guia de onda	17
2.8	Quantidades de medida básica de um analisador de rede - parâmetros S \ldots .	18
2.9	Representação gráfica dos vetores campos magnéticos e vetores de magnetiza-	
	ções em uma amostra ferromagnética sujeita a um campo magnético externo	
	H_{dc}	19
2.10	Medida da impedância da multicamada $[NiFe(10{\rm nm})/Ag(0,5{\rm nm})]\times 50$ para	
	diferentes frequências	21
2.11	Espectro de frequência vs. campo da parte imaginária da permeabilidade efetiva	
	com dependência da espessura do filme de $Fe_{73,5}Cu_1Nb_3Si_{13,5}B_9$	22
2.12	Relação de dispersão FM do filme de $Fe_{73,5}Cu_1Nb_3Si_{13,5}B_9$ para diferentes	
	espessuras	23
2.13	Curvas de Z vs. H para diferentes valores de frequência, obtidas com a amostra	
	$[NiFe(30 \text{ nm})/FeMn(13 \text{ nm})/Ta(10 \text{ nm}] \times 20 \dots \dots \dots \dots \dots \dots \dots \dots$	24
3.1	Esquema simplificado do sistema de deposição de filmes do LMMM-UFSM	27
3.2	Foto da câmara do sistema de sputtering do LMMM	27

Espectros de raios-X a baixos ângulos dos filmes de Ta, NiFe e IrMn e os gráfi-		
cos do vetor espalhamento q vs. seu índice n e o ajuste linear	29	
Espectro de XRD a altos ângulos dos filme de NiFe, IrMn e Ta	30	
Ilustração da estrutura das multicamadas produzidas.	31	
Imagens feitas no MEV da formação de regiões onduladas levando ao desloca-		
mento dos filmes RUN 1074	33	
Esquema do magnetômetro VSM	35	
Desenho esquemático do VNAM	37	
Fotografia da guia de onda microstrip.		
Desenho esquemático da guia de onda microstrip		
Configuração dos ímãs permanentes sob a guia de onda para obtenção da me-		
dida de referência	40	
Espectros de DRX $NiFe(t)/IrMn(4 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm}) \times 11 \dots \dots \dots$	42	
Espectros de DRX $NiFe(t)/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm}) \times 31 \dots \dots \dots$	43	
Espectros de DRX $NiFe(t)/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm}) \times 10$	44	
Curvas de histerese das amostras $[NiFe(t_{NiFe})/IrMn(4 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 11$	46	
Curvas de histerese das amostras $[NiFe(t_{NiFe})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 31$	47	
Curvas de histerese das amostras $[NiFe(t_{NiFe})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 10$	48	
Dependência do H_{EB} e do H_C com a espessura do NiFe nas multicamadas de		
$[NiFe(t_{NiFe})/IrMn(4 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 11.$	49	
Dependência do H_{EB} e do H_C com a espessura do NiFe nas multicamadas de		
$[NiFe(t_{NiFe})/IrMn(15\mathrm{nm})/Ta(3\mathrm{nm})] \times 31. \dots \dots$	50	
Dependência do H_{EB} e do H_C com a espessura do NiFe nas multicamadas de		
$[NiFe(t_{NiFe})/IrMn(15\mathrm{nm})/Ta(3\mathrm{nm})] \times 10. \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots \ldots$	50	
Medidas $\Delta Z \times H \times f$ para $[NiFe(20 \text{ nm})/IrMn(4 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 11.$.	54	
Curvas $M \times H$ para $[NiFe(20 \text{ nm})/IrMn(4 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 11. \ldots \dots$	54	
Medidas $\Delta Z \times H$ para $[NiFe(20 \text{ nm})/IrMn(4 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 11.$	55	
Medidas $\Delta Z \times H \times f$ para $[NiFe(15 \text{ nm})/IrMn(4 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 11.$.	56	
	Espectros de raios-X a baixos ângulos dos filmes de Ta, NiFe e IrMn e os gráficos do vetor espalhamento q vs. seu índice n e o ajuste linear Espectro de XRD a altos ângulos dos filme de NiFe, IrMn e Ta Ilustração da estrutura das multicamadas produzidas	

4.14	Curvas $M \times H$ para $[NiFe(15 \text{ nm})/IrMn(4 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 11. \ldots \dots$	56
4.15	Medidas $\Delta Z \times H$ para $[NiFe(15 \text{ nm})/IrMn(4 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 11.$	57
4.16	Medidas $\Delta Z \times H \times f$ para $[NiFe(10 \text{ nm})/IrMn(4 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 11.$.	58
4.17	Curvas $M \times H$ para $[NiFe(10 \text{ nm})/IrMn(4 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 11. \ldots \dots$	58
4.18	Medidas $\Delta Z \times H$ para $[NiFe(10 \text{ nm})/IrMn(4 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 11.$	59
4.19	Medidas $\Delta Z \times H \times f$ para $[NiFe(20~{\rm nm})/IrMn(15~{\rm nm})/Ta(3~{\rm nm})] \times 31.$.	61
4.20	Curvas $M \times H$ para $[NiFe(20 \text{ nm})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 31. \dots$	61
4.21	Medidas $\Delta Z \times H$ para $[NiFe(20 \text{ nm})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 31$	62
4.22	Medidas $\Delta Z \times H \times f$ para $[NiFe(15{\rm nm})/IrMn(15{\rm nm})/Ta(3{\rm nm})] \times 31.$.	63
4.23	Curvas $M \times H$ para $[NiFe(15 \text{ nm})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 31. \ldots$	63
4.24	Medidas $\Delta Z \times H$ para $[NiFe(15 \text{ nm})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 31$	64
4.25	Medidas $\Delta Z \times H \times f$ para $[NiFe(10~{\rm nm})/IrMn(15~{\rm nm})/Ta(3~{\rm nm})] \times 31.$.	65
4.26	Curvas $M \times H$ para $[NiFe(10 \text{ nm})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 31. \dots$	65
4.27	Medidas $\Delta Z \times H$ para $[NiFe(10 \text{ nm})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 31$	66
4.28	Medidas $\Delta Z \times H \times f$ para $[NiFe(20{\rm nm})/IrMn(15{\rm nm})/Ta(3{\rm nm})] \times 10.$.	68
4.29	Curvas $M \times H$ para $[NiFe(20 \text{ nm})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 10. \ldots$	68
4.30	Medidas $\Delta Z \times H$ para $[NiFe(20 \text{ nm})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 10$	69
4.31	Medidas $\Delta Z \times H \times f$ para $[NiFe(15{\rm nm})/IrMn(15{\rm nm})/Ta(3{\rm nm})] \times 10.$.	70
4.32	Curvas $M \times H$ para $[NiFe(15 \text{ nm})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 10. \ldots$	70
4.33	Medidas $\Delta Z \times H$ para $[NiFe(15 \text{ nm})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 10$	71
4.34	Medidas $\Delta Z \times H \times f$ para $[NiFe(10~{\rm nm})/IrMn(15~{\rm nm})/Ta(3~{\rm nm})] \times 10.~$.	72
4.35	Curvas $M \times H$ para $[NiFe(10 \text{ nm})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 10. \ldots$	72
4.36	Medidas $\Delta Z \times H$ para $[NiFe(10 \text{ nm})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 10$	73
4.37	$\Delta Z \times f$ para $[NiFe(t_{NiFe})/IrMn(4 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 11. \ldots \ldots$	74
4.38	$\Delta Z \times f$ para $[NiFe(t_{NiFe})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 31.$	75
4.39	$\Delta Z \times f$ para $[NiFe(t_{NiFe})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 10.$	76

Lista de Tabelas

3.1	A taxa de deposição, o tipo de fonte do canhão e a potência escolhida para a		
	deposição de cada alvo	30	
3.2	Multicamadas de NiFe (t_{FM}) /IrMn (4 nm) Ta (3 nm)	32	
3.3	Multicamadas de NiFe (t_{FM}) /IrMn (15 nm) Ta (3 nm)	32	
3.4	Valores dos ângulos no driver e os valores do H_{EB} das medidas de calibração		
	da multicamada de $[NiFe(15 \text{ nm})/IrMn(15 \text{ nm})Ta(3 \text{ nm})] \times 31 \dots \dots$	36	
4.1	Campo de <i>Exchange Bias</i> (H_{EB}) e o campo coercivo (H_C) das amostras RUN		
	1071 A/B/C/D com estruturas $[NiFe(t_{NiFe})/IrMn(4\mathrm{nm})/Ta(3\mathrm{nm})] \times 11.$	46	
4.2	Campo de <i>Exchange Bias</i> (H_{EB}) e o campo coercivo (H_C) das amostras RUN		
	1073 A/B/C/D com estruturas $[NiFe(t_{NiFe})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 31.$	47	

4.3 Campo de *Exchange Bias* (H_{EB}) e o campo coercivo (H_C) das amostras RUN 1076 A/B/C/D com estruturas [$NiFe(t_{NiFe})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})$] × 10. . 48

Conteúdo

Li	Lista de Figuras V			
Li	Lista de Tabelas VI			VIII
1	Intro	odução		1
2	Proc	essos d	e Magnetização e <i>Exchange Bias</i>	4
	2.1	Ordens	Magnéticas	. 4
		2.1.1	Ferromagnetismo	. 4
		2.1.2	Antiferromagnetismo e Ferrimagnetismo	. 5
	2.2	Proces	sos de magnetização e Energia livre	. 6
		2.2.1	Energia de Troca	. 6
		2.2.2	Energia de Zeeman	. 7
		2.2.3	Energia Magnetoestática	. 7
		2.2.4	Energia de Anisotropia	. 7
	 2.3 <i>Exchange Bias</i> 2.4 Magnetoimpedância 			. 9
				. 15
		2.4.1	Magnetoimpedância e Ressonância Ferromagnética (FMR)	. 18
3 Procedimento		edimen	ito experimental	25
	3.1 Preparação das amostras			
		3.1.1	Sistema de Sputtering	. 26
		3.1.2	Calibração da taxa de deposição	. 28

Bi	Bibliografia			79
5	Con	clusão e	Perspectivas	77
		4.3.3	Amostras $NiFe(t_{NiFe})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 10 \ldots \ldots$	67
		4.3.2	Amostras $[NiFe(t_{NiFe})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 31$	60
		4.3.1	Amostras $[NiFe(t_{NiFe})/IrMn(4 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 11 \dots \dots$	53
	4.3	3 Medidas em Altas Frequências		
	4.2	2 Curvas de Magnetização		
	4.1	.1 Caracterização Estrutural		
4	Res	ultados	e Discussão	41
		3.4.3	Procedimento de medida em altas frequências	39
		3.4.2	Medidas em alta frequência	38
		3.4.1	Guia de onda	37
	3.4 Caracterização magnética dinâmica por VNAM			36
		3.3.1	Calibração do alinhamento das amostras	34
	3.3	Caracterização magnética estática por VSM		
3.2 Caracterização estrutural das amostras			erização estrutural das amostras	34
		3.1.3	Amostras preparadas	31

1. Introdução

O efeito magnetoimpedância (MI) é caracterizado pela variação da impedância de um dispositivo quando é submetido a uma corrente alternada (AC) sobre a aplicação de um campo magnético externo. A variação na impedância é causada pela variação na permeabilidade magnética efetiva do material, que por sua vez depende do campo magnético e da frequência da corrente AC.

Uma aplicação do efeito MI encontra-se em sensores de campo magnético. Sensores baseados em MI, comparados a outros tipos já estabelecidos na industria, apresentam alta sensibilidade de campo e operam em uma ampla faixa de frequência ($\approx 10 \text{ MHz}$), o que permite que atuem em diversas áreas.

O *Exchange Bias* (EB) é um fenômeno originado da interação de troca entre um material ferromagnético (FM) e um material antiferromagneto (AFM) e sua principal manifestação é o deslocamento da curva de magnetização do material. O acoplamento interfacial FM/AFM propicia uma anisotropia unidirecional na interface entre as duas fases que age como campo efetivo de deslocamento que muda o comportamento do material ferromagnético sob um campo magnético aplicado.

O fenômeno foi descoberto a mais de 50 anos em observações de nanopartículas de Co parcialmente oxidadas (CoO) [1][2], onde relataram que a curva de magnetização das nanopartículas, apresentava uma assimetria no eixo do campo magnético aplicado, quando a medida era realizada após resfriamento da amostra em presença de campo magnético. O efeito vem sendo investigado numa variedade de sistemas contendo interface FM/AFM como pequenas partículas, materiais homogêneos, filmes finos e multicamadas de filmes finos como também em outros tipos de interfaces envolvendo ferrimagnetos (Ferri); AFM/Ferri e Ferri/FM [3] [4]. A partir dos anos 90 este fenômeno teve uma intensa investigação na área de magnetismo, cujo principal interesse provém da importante aplicação tecnológica em gravações magnéticas. Dentre as principais contribuições tecnológicas já estabelecidas na indústria encontra-se sensores de campo magnético e dispositivos baseados em magnetorresistência gigante (GMR) tais como cabeças de leitura magnética e memórias magnéticas de acesso aleatório (MRAM). A pesquisa desenvolvida para a fabricação estes dispositivos foi premiada com o prêmio Nobel no ano 2007.

Devido ao aumento da velocidade dos dispositivos que utilizam esta tecnologia, o desempenho destes em altas frequências é cada vez mais importante. O controle da dinâmica da magnetização na faixa de frequência de interesse requer o entendimento e possibilidade de manipulação dos mecanismos envolvidos. Também são necessárias para observação e estudo destes fenômenos técnicas confiáveis de medidas e caracterização.

Em trabalhos prévios, do nosso grupo, foram obtidas e analisadas medidas de magnetoimpedância em amostras com EB a base de *Permalloy* e FeMn até a frequência de 1,8 GHz. Foi observado uma variação de MI de 70% com curvas de Z vs. H deslocadas. O deslocamento observado foi exatamente o campo de *Exchange Bias* descrito a partir da correspondente curva de magnetização (M x H) [5]. No entanto, as amostras utilizadas oxidaram rapidamente com conseguente degradação das suas propriedades magnéticas.

O principal interesse na realização desse trabalho é continuar a pesquisa anterior estendendo a faixa de frequência utilizando os novos equipamentos disponíveis no Laboratório de Magnetometria e Resistividade do CBPF (LABMAG). Para a realização disto, foi implementada a técnica de medida de Magnetomimpedância e Ressonância Ferromagnética de banda larga (com varredura de frequência) no LABMAG.

Na continuação do trabalho, o material FeMn foi substituído pelo material IrMn, pois este apresenta uma alta resistência à oxidação sendo muito usado em aplicações tecnológicas [6] [7]. Assim, foram fabricadas amostras a base de *Permalloy* e IrMn para o estudo do *Exchange Bias* e as propriedades magnéticas em alta frequência destas amostras foram modificadas variando a estrutura delas.

As amostras foram produzidos por "Magnetron Sputtering" e foram nanoestruturados em tricamadas compostas por um material ferromagnético, um antiferromagnético e um espaçador não metálico. A camada FM utilizada foi de *Permalloy* ($Ni_{81}Fe_{19}$), a camada AFM foi de irídio manganês ($Ir_{20}Mn_{80}$) e o espaçador não metálico usado foi de tântalo (Ta). A tricamada NiFe/IrMn/Ta foi depositada no substrato de Silício (100) e foram repetidas por um certo número de vezes sobre uma configuração de imãs permanentes que geram um campo magnético de cerca de 2, 1 kOe na direção paralela ao plano da amostra. Este campo foi necessário para a induzir, durante a deposição, o fenômeno de EB nas amostras.

Foram feitas nas amostras caracterização estrutural através da análise de medidas de difração de raios-X a altos ângulos, caracterização magnética estática através de medidas da curva magnetização por magnetômetro de amostra vibrante (VSM) e caracterização do comportamento dinâmico das amostras por medidas da resposta da magnetização a alta frequência realizadas utilizando um sistema de magnetometria por analisador vetorial de rede (VNAM), usando métodos indutivos.

Esta dissertação está estruturada como segue: no segundo capítulo é feito uma breve revisão teórica dos conceitos fundamentais que permitem a compreensão das propriedades magnéticas tanto estáticas quanto dinâmicas das amostras produzidas, no capítulo terceiro são descritos os procedimentos experimentais utilizado. No quarto capítulo são mostrados e discutidos os resultados obtidos e, finalmente, no quinto capítulo são apresentadas as conclusões e as perspectivas para trabalhos futuros.

2. Processos de Magnetização e *Exchange Bias*

Neste capítulo são apresentados os conceitos fundamentais que permitem a compreensão das propriedades magnéticas tanto estáticas quanto dinâmicas das amostras estudadas. Na primeira seção deste capítulo é feita uma simples descrição dos principais tipos de ordem magnética dos materiais; tais como o ferromagnetismo, o antiferromagnetismo e o ferrimagnetismo. Seguidamente da descrição das energias magnéticas que contribuem na energia livre total dos materiais, na seção 2.3 é apresentada a fenomenologia do efeito *Exchange Bias* (EB) e como o acoplamento entre um material ferromagnético e um antiferromagnético dá origem ao efeito EB. O efeito MI é comentado na seção 2.4 através de um método indutivo por magnetometria por analisador vetorial de rede juntamente com uma revisão da fenomenologia da Ressonância Ferromagnética, a qual explica a resposta em alta frequência das amostras.

2.1 Ordens Magnéticas

2.1.1 Ferromagnetismo

Os materiais ferromagnéticos têm uma magnetização espontânea que pode persistir mesmo na ausência de um campo magnético. Todos os momentos magnéticos tendem a orientar-se na mesma direção. Este efeito é determinado pela forte interação de troca entre momentos vizinhos que tende a alinhar seus spins paralelamente. O ferromagnetismo ocorre apenas abaixo de uma temperatura crítica. Acima desta temperatura critica, conhecida como temperatura de Curie, própria de cada material ferromagnético, a ordem magnética espontânea desaparece. A magnetização de saturação M_S dos ferromagnetos apresenta uma dependência com relação a temperatura. Apresenta-se na 2.1 a variação da magnetização de saturação do Fe, Co e Ni em função da temperatura [8]. Conforme a temperatura aumenta, a magnetização de saturação diminui gradualmente devido à agitação térmica dos momentos. Em $T > T_c$, a energia térmica predomina sobre a energia de troca, de modo que o material passa a ter o comportamento paramagnético com magnetização nula [9].



Figura 2.1: Variação da magnetização de saturação do Fe, Co e Ni em função da temperatura [8].

2.1.2 Antiferromagnetismo e Ferrimagnetismo

Quando a interação de troca entre dois momentos vizinhos é negativa, seus spins têm a tendência de se alinharem na mesma direção, porém em sentidos contrários. Isto pode dar origem a dois tipos de ordenamento magnético: o antiferromagnetismo e o ferrimagnetismo.

No antiferromagnetismo os momentos magnéticos são iguais e se acoplam antiparalelos resultando em uma magnetização nula. No ferrimagnetismo os momentos magnéticos também se acoplam antiparalelos, mas os momentos vizinhos são diferentes em magnitude, então a magnetização resultante é diferente de zero.

O Ferrimagnetismo é bem semelhante ao ferromagnetismo. Exibe o comportamento espontâneo da magnetização abaixo da temperatura crítica de Curie e acima desta, também comportase como um material paramagnético. Porém, o ordenamento magnético dos materiais ferrimagnéticos é diferente dos materiais ferromagnéticos.

As interações antiferromagnética também possuem uma temperatura crítica, chamada temperatura de Néel, que é análoga a temperatura de Curie dos materiais FM e Ferri. A temperatura de Néel é a temperatura acima da qual desaparece a ordem antiferromagnética dos materiais passando estes a comportar-se como materiais paramagnéticos.

2.2 Processos de magnetização e Energia livre

A distribuição da magnetização no material num campo magnético aplicado é dada pela minimização da energia livre magnética. A energia livre total de uma amostra ferromagnética num campo magnético aplicado pode ser descrita como a soma de várias contribuições energéticas. Dentre elas, estão a energia de troca, a energia de zeeman, a energia magnetostática, a energia de anisotropia magnetocristalina, a energia magnetoelástica e a energia de anisotropia efetiva.

2.2.1 Energia de Troca

A energia de troca corresponde a interação eletrostática de origem quântica, que é responsável pela ordem magnética dos materiais magnéticos. Se considerarmos dois átomos vizinhos, i e j, com spins $\vec{S}_i \in \vec{S}_j$, a contribuição da energia de troca é definida pela seguinte densidade de energia:

$$E_{troca} = -2\frac{1}{\Omega} \sum_{i \neq j} J_{ij} \vec{S}_i \cdot \vec{S}_j, \qquad (2.1)$$

onde J_{ij} é integral de troca.

Quando J_{ij} é positivo, a configuração de mínima energia ocorre se os spins vizinhos estiverem paralelos entre si, dando origem a ordem ferromagnética. Se J_{ij} é negativo, a configuração de mínima energia ocorre se os spins estiverem antiparalelos entre si dando origem a ordem antiferromagnética e a ordem ferrimagnética.

2.2.2 Energia de Zeeman

A energia de Zeeman descreve a interação entre a magnetização do material com o campo magnético aplicado. A contribuição da energia de Zeeman é definida pela seguinte densidade de energia:

$$E_Z = M_s(\hat{M} \cdot \dot{H_{ext}}), \qquad (2.2)$$

2.2.3 Energia Magnetoestática

A energia magnetoestática é a energia associada a interação da magnetização do material com a forma geométrica da amostra.

$$E_{mag} = \frac{1}{2}\mu_0 \int_{\Omega_{\rm inf}} \vec{H}_d^2 dV \tag{2.3}$$

2.2.4 Energia de Anisotropia

Uma amostra ferromagnética na ausência de um campo magnético tende a se orientar em certas direções preferenciais ao longo dos eixos cristalográficos, que são chamados eixos fáceis de magnetização. A dependência da orientação da magnetização em relação aos eixos cristalográficos do material é descrita pela energia de anisotropia magnetocristalina. Em geral, a energia de anisotropia magneto cristalina tem a mesma simetria da estrutura cristalina do material. Para cristais cúbicos como o Fe que apresentam direções de fácil magnetização nas arestas do cubo, a energia de anisotropia é expressa em termos dos cossenos diretores α_1 , α_2 e α_3 da magnetização interna em relação às arestas do cubo, então,

$$E_K = K_0 + K_1(\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2) + K_2(\alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2) + \dots$$
(2.4)

onde K_1 e K_2 são as constantes de anisotropia. Para o Ferro (bcc) e o Niquel (fcc), à temperatura ambiente, os valores de K_1 e K_2 , em [J/m³], são respectivamente : $K_1 = 4, 8 \times 10^4$, $K_2 = -1, 0 \times 10^4$ e $K_1 = -4, 5 \times 10^3$, $K_2 = -2, 5 \times 10^3$. Podemos observar que as constante de anisotropia K_1 do Niquel tem o sinal negativo que significa que os eixos cristalinos são de difícil magnetização



Figura 2.2: Direções preferenciais de magnetização para cristais de Ferro do Níquel.

Em materiais policristalinos pode se calcular uma anisotropia efetiva dependente de um único eixo, referida como anisotropia uniaxial. Esta anisotropia efetiva é produto da textura cristalográfrica e das tensões internas dentro do material. A anisotropia uniaxial é a forma mais simples de anisotropia, depende apenas do ângulo θ entre direção de magnetização e o eixo fácil. A energia de anisotropia uniaxial é usualmente escrita em termos do seno do ângulo θ , como

$$E_u = K_1^{\ u} \sin^2 \theta + K_2^{\ u} \sin^4 \theta + \dots$$
(2.5)

onde K_1^u e K_2^u são as constantes de anisotropia uniaxial de primeira e segunda ordem. A energia de anisotropia pode ser escrita simplesmente como:

$$E_u = K_{ef} \operatorname{sen}^2 \theta. \tag{2.6}$$

A dependência da E_u com o ângulo θ pode ser vista na Figura 2.3. Considerando K_{ef} positiva, a energia E_u é minima em $\theta = 0^\circ$ e $\theta = 180^\circ$, portanto estas direções são de fácil

magnetização e para $\theta = 90^{\circ}$ é a direção de difícil magnetização.



Figura 2.3: Variação com o ângulo θ da energia de anisotropia

2.3 Exchange Bias

O efeito *Exchange Bias* (EB) esta associado ao deslocamento, em relação à origem, da curva de magnetização do material medido. O efeito tem sua origem na interação interfacial entre um material FM e um material AFM. Esta interação interfacial FM/AFM dá origem a uma energia de anisotropia de troca na interface a qual pode ser apresentada como uma energia de anisotropia unidirecional.

O *Exchange Bias* pode ser induzido pela aplicação de um campo magnético durante a fabricação da amostra, também pode ser produzido após a fabricação das amostras por tratamento térmico na presença de um campo aplicado ou também por irradiação de iônica.

A origem da anisotropia unidirecional pode ser compreendida qualitativamente por um modelo intuitivo, que considera uma bicamada FM/AFM de filmes finos fabricada sem campo magnético aplicado. Este modelo intuitivo foi proposto por Meiklejohn e Bean [10] e reapresentado por Nogués et al. em 2005 [11] e pode ser visto na Figura 2.4. O sistema é mantido inicialmente a uma temperatura maior que a temperatura de Néel (T_N) do material AFM e inferior a temperatura de Curie (T_C) do material FM e na presença de um forte campo magnético H_{resf} . Sob estas condições os spins da camada AFM estão num regime paramagnético, enquanto que os spins da camada FM estão alinhados paralelamente a direção do campo H_{resf} (Figura 2.4a). O sistema é resfriado na presença do campo até uma temperatura inferior a T_N . Abaixo da temperatura T_N os spins interfaciais da camada AFM alinham-se ferromagneticamente aos spins da camada FM e os demais spins arrumam-se de forma que a magnetização líquida da camada AFM seja nula (Figura 2.4b). A inversão da direção de aplicação do campo magnético externo tende a girar os spins da camada FM, enquanto que os spins da camada AFM têm a tendência de se manterem presos devido a sua forte anisotropia magnetocristalina (Figura 2.4c). Em consequência disto, os spins interfaciais da camada AFM exercem um torque sobre os spins da camada FM fazendo-se necessário um campo com maior amplitude para vencer este torque e inverter completamente a magnetização da camada FM para a outra direção (Figura 2.4d). Revertendo o campo magnético na direção inicial, os spins interfaciais da camada AFM exercem um torque que favorece a rotação coerente dos spins da camada FM antes mesmo de inverter a direção do campo (Figura 2.4e).



Figura 2.4: Esquema da interface FM/AFM para as seguintes condições: a) Tratamento térmico; b) Os spins na interface com o campo aplicado +H, na saturação; c) com H na direção oposta, antes de inverter a magnetização; d) a camada FM invertida; e) com H crescente, imediatamente antes da camada FM voltar para o sentido original[11].

O torque exercido pelos spins interfaciais da camada AFM sobre os spins da camada FM dá

origem a energia de anisotropia unidirecional definida da seguinte maneira [8]:

$$E_{ud} = -K\cos\theta,\tag{2.7}$$

onde *K* é a constante de anisotropia unidirecional e o θ é o ângulo entre direção da magnetização da interface FM e a direção do campo aplicado. A interação interfacial entre os spins da camada FM com os spins da camadas AFM age como se existisse um campo de efetivo que muda o comportamento do material ferromagnético sob um campo magnético aplicado, gerando um deslocamento na curva de histerese do FM [12]. A magnitude deste deslocamento é denominada o valor do campo de *Exchange Bias* H_{EB} .

O deslocamento da curva de histerese pode ser tanto para campos positivos como para campos negativos, dependendo do tipo de acoplamento na interface das camadas FM e AFM. A estrutura da interface da camada AFM pode ser compensada ou não-compensada. Na interface AFM compensada os spins apontam em ambas as direções de tal modo que a magnetização total se anula. Na interface AFM não-compensada os momentos opostos estão na camada seguinte e o momento total da primeira camada é não-nulo [13]. Uma configuração interfacial antiferromagnética dos spins AFM resulta num deslocamento da curva para campos positivos $(H_{EB} > 0)$. Para uma configuração interfacial ferromagnética dos spins da camada AFM a curva de histerese se desloca para campos positivos $(H_{EB} < 0)$.

O valor do campo de *Exchange Bias* H_{EB} pode ser definido através da curva de histerese (ver Figura 2.5) pela Equação 2.8 e o campo coercitivo H_C pela Equação 2.9, onde H_{C1} e o H_{C2} são os campos magnéticos coercitivos da parte decrescente e crescente de H respectivamente, no ciclo de histerese:

$$H_{EB} = \frac{H_{C1} + H_{C2}}{2},\tag{2.8}$$

$$H_C = \left| \frac{H_{C1} - H_{C2}}{2} \right|. \tag{2.9}$$

Uma característica do Exchange Bias em bicamadas FM/AFM é a dependência com a espes-



Figura 2.5: Definição do campo de exchange bias H_{EB} e do campo coercivo H_C para uma curva de magnetização que apresenta o fenômeno *Exchange Bias*.

sura das camadas. O valor do campo de *Exchange Bias* (H_{EB}) tem uma relação inversamente proporcional a espessura da camada ferromagnética t_{FM} . A dependência do H_{EB} na espessura da espessura da camada AFM (t_{AFM}) não é tão simples assim. Em geral, para pequenas t_{AFM} o fenômeno desaparece e a partir de um certo valor crítico da t_{AFM} o H_{EB} aproxima-se de um valor constante e torna-se independente deste parâmetro [**?**].

O training effect é outra característica observado em sistemas que apresentam EB. Algumas amostras apresentam valor do H_{EB} dependente do número de medidas feitas da curva de magnetização. Neste caso o valor do H_{EB} vai diminuindo conforme vai aumentando o número de medidas, até se estabilizar.

Diversos modelos foram propostos para explicar o fenômeno *Exchange Bias*. O primeiro modelo proposto foi em 1957 por Meiklejohn e Bean para tentar explicar o fenômeno que ele haviam descoberto um ano antes. Assumiram que as camadas FM e AFM são monodomínios, a interface FM/AFM num sistema EB exibem estrutura de momentos colineares, que a rotação dos momentos é coerentes e a anergia por unidade de área interfacial é dada pela seguinte equação [10]:

$$E = -HM_{FM}t_{FM}\cos(\theta - \beta) + K_{FM}t_{FM}\sin^2(\beta) + K_{AFM}t_{AFM}\sin^2(\alpha) - J_{FM/AFM}\cos(\beta - \alpha).$$
(2.10)

Nesta expressão, $J_{FM/AFM}$ é constante de acoplamento efetivo, H é a intensidade do campo aplicado, M_{FM} é a magnetização de saturação do FM, t_{FM} e t_{AFM} são as espessuras das camadas FM e AFM, K_{FM} e K_{AFM} são as constantes de anisotropia do FM e do AFM. Os ângulos α , β e θ são, respectivamente os ângulos formado entre M_{AFM} e o eixo de anisotropia do AF, entre M_{FM} e o eixo de anisotropia do FM e o campo aplicado H e o eixo de anisotropia do FM.

Minimizando a energia livre em relação α e β e assumindo que $\alpha \approx 0$, o valor do deslocamento da curva de histerese (H_{EB}) é obtido [10]:

$$H_{EB} = \frac{J_{FM/AFM}}{M_{FM}t_{FM}}.$$
(2.11)

Este modelo apresentou valores de H_{EB} duas ordens de grandeza maior do que os valores observados experimentalmente.

Dentre outros modelos, Mauri et al. [14] proprôs um modelo que fornece bons resultados para o H_{EB} . O modelo sugere a formação de parede de domínio na camada AFM próximo à interface FM/AFM.



Figura 2.6: Diagrama esquemático representando a interface FM/AFM no modelo de Mauri.

Este modelo, ilustrado na Figura 2.6, considera um substrato AFM espesso com formação de parede de domínios no seu interior, com uma anisotropia uniaxial na direção z. Uma camada ferromagnética sobre o AFM, com espessura t_{FM} é idealizada como um monodomínio. Uma interface com tamanho ε , perfeitamente lisa, onde os spins da FM e AFM se acoplam ferromagneticamente. Os spins da camada FM formando um ângulo β com o eixo z e os spins interfaciais da camada AFM formam um ângulo α com o eixo z. Se $\alpha \neq 0$, uma parede de domínio se forma na camada AFM. A energia total na interface é dada por [14]:

$$\delta^* = 2\sqrt{A_{AFM}K_{AFM}}(1 - \cos\alpha) + \frac{A_{12}}{\varepsilon}(1 - \cos(\alpha - \beta)) + K_{FM}t_{FM}\cos^2\beta + HMt_{FM}(1 - \cos\beta),$$
(2.12)

O primeiro termo é a energia por unidade de área da parede de domínio onde A_{AFM} é a constante de rigidez na camada AFM, o segundo termo é a energia de troca em que A_{12} é a interação de rigidez na interface, o terceiro termo é a energia de anisotropia do FM com um constante de anisotropia K_{FM} e o último termo é a energia magnetoestática. A energia expressa em termos da energia por unidade de $2\sqrt{A_{AFM}K_{AFM}}$ é dada por [14]:

$$\delta = (1 - \cos\alpha) + \lambda(1 - \cos(\alpha - \beta)) + \mu\cos^2\beta + k(1 - \cos\beta), \qquad (2.13)$$

A interação de troca $\lambda = \frac{A_{12}}{2\varepsilon\sqrt{A_{AFM}K_{AFM}}}$ pode ser positiva ou negativa, depende se o acoplamento entre os spins é paralelo ou antiparalelo. A anisotropia $\mu = \frac{K_{FM}t_{FM}}{2\sqrt{A_{AFM}K_{AFM}}}$ também pode ser positiva ou negativa, depende se o eixo fácil do FM é paralelo ou perpendicular ao eixo z, respectivamente. Temos como último termo $k(1 - \cos\beta)$ em que $k = \frac{HMt_{FM}}{2\sqrt{A_{AFM}K_{AFM}}}$ a interação de Zeeman, o campo externo aplicado ao longo do eixo z. As curvas de magnetização dos filmes ferromagnéticos são obtidas encontrando os ângulos α_0 e β_0 para minimizar a energia livre δ . Para os casos limites em que $\lambda \ll 1$, α será muito pequeno e se $\lambda \gg 1$, $(\alpha - \beta)$ será muito pequeno, obtém-se o campo de exchange H_{EB} [14]:

$$H_{EB} = -\frac{A_{12}/\varepsilon}{M_{FM}t_{FM}} \quad para \quad \lambda \ll 1,$$
(2.14)

$$H_{EB} = -\frac{2\sqrt{A_{AFM}K_{AFM}}}{M_{FM}t_{FM}} \quad para \ \lambda >> 1.$$
(2.15)

2.4 Magnetoimpedância

O efeito magnetoimpedância (MI) consiste na grande variação da impedância complexa (Z) de um dispositivo quando é submetido a um campo magnético H_{DC} aplicado paralelo a uma corrente alternada. A variação relativa da impedância (Z), com campo aplicado (H) é expressa pela equação:

$$MI\% = \frac{Z(H) - Z(H_{max})}{Z(H_{max})} \times 100\%,$$
(2.16)

onde $Z(H_{max})$ é a impedância do material no campo magnético externo máximo suficiente para saturar a impedância e Z(H) é a impedância do material num campo magnético externo qualquer.

A impedância complexa (Z) de um dispositivo é definido por:

$$Z = \frac{V_{AC}}{I_{AC}} = R + iX,$$
(2.17)

em que I_{AC} é a da corrente AC que passa através do dispositivo com uma frequência ω e V_{AC} é a tensão medida entre as extremidades do dispositivo. A resposta do material em termos da impedância (Z) terá um termo real R e outro imaginário X.

Usualmente a MI é medida usando como dispositivo um condutor magnético e fazendo circular nele uma corrente AC. A MI também pode ser medida usando um método indutivo que consiste em colocar o material magnético de estudo dentro de um dispositivo que gera um campo AC. Neste caso, a variação da impedância é do dispositivo e não tem uma corrente aplicada diretamente sobre a amostra. Os dispositivos adequados para produzir o campo AC na faixa de frequência da ordem de GHz são guias de onda que podem ser do tipo coaxial, microstip, stripline, etc.

As propriedades de uma guia onda podem ser obtidas estudando os campos elétricos e mag-

néticos dentro dela. As equações que descrevem o comportamento destes campos são as equações de Maxwell que na forma diferencial são dadas por

$$\nabla \times \vec{E} = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t},\tag{2.18}$$

$$\nabla \cdot \vec{B} = 0, \tag{2.19}$$

$$\nabla \times \vec{H} = \vec{J},\tag{2.20}$$

$$\nabla \cdot \vec{E} = 0. \tag{2.21}$$

A solução dos campos \vec{E} e \vec{H} dentro da guia de onda é da forma:

$$\vec{E}_{(x,y,z,t)} = \vec{E}_{(x,y)}e^{i\omega t - i\gamma z},$$
(2.22)

$$\vec{H}_{(x,y,z,t)} = \vec{H}_{(x,y)} e^{i\omega t - i\gamma z},$$
(2.23)

onde z é a direção da propagação da onda e γ é a constante de propagação complexa que caracteriza a guia de onda,

$$\gamma = \alpha + i\beta, \tag{2.24}$$

em que α é a constante de atenuação e β é a variação da fase por unidade de comprimento. O parâmetro γ esta relacionado com a geometria da guia de onda, com a permeabilidade μ e permissividade ε do meio que a preenche.

Num experimento típico de medida MI por método indutivo a guia de onda pode ser dividida em três regiões como é mostrado na Figura 2.7.

As regiões I e III são assumidas como ar e a região II é preenchida com um material de permissividade relativa $\varepsilon_r = \varepsilon/\varepsilon_0$, uma permeabilidade relativa $\mu_r = \mu/\mu_0$ e com comprimento L.

Os equações de espalhamento da onda na interface do material são expressas pela distribuição espacial do campo elétrico da seguinte forma:

Figura 2.7: Diferentes regiões de uma guia de onda

$$E_I = A_1 e^{-i\gamma_0 z} + B_1 e^{+i\gamma_0 z}, (2.25)$$

$$E_{II} = A_2 e^{-i\gamma z} + B_2 e^{+i\gamma z}, (2.26)$$

$$E_{III} = A_3 e^{-i\gamma_0 z} + B_3 e^{+i\gamma_0 z}.$$
(2.27)

As amplitudes A das onda incidentes e as amplitudes B das ondas refletidas são determinadas das condições de contorno.

Experimentalmente é possível medir a relação destas amplitudes na entrada e saída da guia de onda. Estas relações são conhecidas como parâmetros S. Os parâmetros S são as quantidades de medida básica de um analisador de rede. Eles descrevem como o dispositivo em teste (DUT) modifica a onda refletida e transmitida. Os parâmetros S são expressos em S_{ij} onde $i \in j$ denotam o número da porta de saída e de entrada respectivamente do dispositivo em teste. Quando os números são os mesmos, por exemplo S_{11} , é indicado como uma medida de reflexão. O número de parâmetros S para um determinado dispositivo é igual ao quadrado do número de portas. Por exemplo, um dispositivo de duas portas tem quatro parâmetros S, como apresentado na seguinte figura:

Para medidas usando apenas uma porta a guia de onda é usualmente terminada em curto circuito. A partir das medidas do parâmetro S_{11} pode ser calculada a impedância de entrada na guia de onda:

Figura 2.8: Quantidades de medida básica de um analisador de rede - parâmetros S

$$Z = Z_0 \frac{(1+S_{11})}{(1-S_{11})},$$
(2.28)

onde Z_0 é impedância característica da guia de onda.

A dependência de Z com a permeabilidade magnética pode ser modelada por diferentes maneiras. Um modelo para medidas de filmes finos é dado pela seguinte equação [15]:

$$\mu_r = 1 + \frac{w\Delta Z}{i\mu_0 L t_S \pi f},\tag{2.29}$$

onde $\Delta Z = Z - Z_{REF}$ é variação da impedância Z em relação a uma impedância de referência Z_{REF} tomada com o filme saturado. w é a largura de linha, L é o comprimento da amostra e t é a espessura da amostra.

2.4.1 Magnetoimpedância e Ressonância Ferromagnética (FMR)

Em altas frequências, principalmente na faixa das microondas (da ordem de GHz), os materiais ferromagnéticos apresentam o fenômeno da ressonância ferromagnética (FMR). A FMR é caracterizada pela precessão da magnetização, quando o material é submetido simultaneamente a um campo magnético externo H_{dc} e a um campo radiação de micro-ondas perpendiculares entre si. A ressonância ocorre quando a frequência de oscilação do campo eletromagnético da micro-ondas for igual a frequência de precessão da magnetização da amostra diante do campo magnético aplicado externamente. Na Figura 2.9 podemos ver uma representação gráfica dos vetores campos magnéticos e vetores de magnetizações em uma amostra ferromagnética sujeita a um campo magnético externo H_{dc} .

Figura 2.9: Representação gráfica dos vetores campos magnéticos e vetores de magnetizações em uma amostra ferromagnética sujeita a um campo magnético externo H_{dc}

A teoria da Ressonância Ferromagnética pode ser descrita partindo da relação entre o momento magnético de spin μ e o momento angular \vec{L} do elétron dado por:

$$\vec{\mu} = -\gamma \vec{L},\tag{2.30}$$

em que γ consiste na razão giromagnética que é um valor constante dado por:

$$\gamma = \frac{ge}{2m_e},\tag{2.31}$$

onde e é o valor absoluto da carga do elétron, m_e do elétron e g é conhecido como fator-g de Lander (para elétrons g = 2,0023).

A taxa de variação da quantidade de movimento angular do sistema é igual ao torque que atua sobre o sistema [16], então o torque sobre os momentos magnéticos, devido a presença do campo, é dado por:

$$\frac{d\vec{L}}{dt} = \mu \times \vec{H}.$$
(2.32)

e usando a relação 2.30, temos a equação que descreve a precessão do momento magnético de spin em torno do campo magnético:

$$\frac{d\vec{\mu}}{dt} = -\gamma(\vec{\mu} \times \vec{H}). \tag{2.33}$$

Usando a definição da magnetização macroscópica, em que

$$\vec{M} = \frac{1}{V} \sum_{i=1}^{n} \vec{\mu},$$
 (2.34)

chegamos na equação de movimento da magnetização:

$$\frac{d\vec{M}}{dt} = -\gamma(\vec{M} \times \vec{H}), \qquad (2.35)$$

e a solução desta equação diferencial é a frequência de precessão ω_0 dada por:

$$\omega_0 = \gamma \vec{H}.\tag{2.36}$$

Uma completa descrição da resposta dinâmica da magnética exige conhecer todas as forças que agem na magnetização. Na descrição anterior não foram mencionados não foram mencionados as interações entre a magnetização e os campos magnéticos no material. A representação fenomenológica destas interações foi proposta por L.D.Landau e E. M.Lifshitz considerando um campo magnético efetivo H_{ef} interagindo com a magnetização do material [17]. A equação da dinâmica da magnetização pode ser rescrita na forma atual,

$$\frac{d\vec{M}}{dt} = -\gamma(\vec{M} \times \vec{H_{ef}}) - \frac{\alpha}{M_S}\vec{M} \times \frac{d\vec{M}}{dt},$$
(2.37)

onde M_S é a magnetização de saturação e α é o parâmetro de amortecimento de Gilbert. O campo efetivo $\vec{H_{ef}}$ recebe contribuições do campo externo, do campo desmagnetizante, do campo de anisotropia, do campo de troca e pode ser escrito da seguinte forma:

$$\vec{H_{ef}} = \vec{H_{ext}} + \vec{H_d} + \vec{H_a} + \vec{H_t}.$$
(2.38)

As principais assinaturas da FMR na MI foram apresentadas por Yelon et al. em 1996 [18]. Entre elas a passagem da parte imaginária por zero quando a parte real da impedância atinge seu valor máximo e o deslocamento dos máximos de *Z* em função do campo magnético, uma medida experimental deste fato pode ser observado na Figura 2.10.

Figura 2.10: Medida da impedância de uma multicamada de $[NiFe(10 \text{ nm})/Ag(0, 5 \text{ nm})] \times 50$ para diferentes frequências. Podemos ver claramente o deslocamento do máximo de Z para campos casa vez mais elevados, quando aumenta a frequência.

A relação de dispersão FMR é obtida pela frequência de ressonância para cada campo externo aplicado (fr vs. H). Esta permite descrever propriedades magnéticas como anisotropia e acoplamento. A relação de dispersão pode ser diretamente obtida da parte da real dos espectros MI vs. fr vs. H medindo a posição dos picos de ressonância ou da parte imaginária da MI a partir da posição da passagem no zero. Os resultados da dependência do campo com a frequência de ressonância no caso de um sistema com acoplamento de troca é determinada da relação de Smit-Beljers,

$$\left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^2 = \frac{1}{M^2 \sin^2\theta} \left[\frac{\partial^2 F}{\partial \theta^2} \frac{\partial^2 F}{\partial \varphi^2} - \left(\frac{\partial^2 F}{\partial \theta \partial \varphi}\right)^2\right],\tag{2.39}$$

onde F é a energia livre magnética do sistema, $\theta \in \varphi$ são os ângulos polar e azimutal de equilíbrio da magnetização, respectivamente. Minimizando a energia livre do sistema, a relação de dispersão pode ser obtida em termos das derivadas em segunda ordem da densidade de energia em relação aos ângulos de equilíbrio das magnetizações das camadas magnéticas.

Na continuação é apresentada, a modo de exemplo ilustrativo, uma medida em alta frequência onde foram obtidos os espectros de ressonância e, a partir destes, foi calculada a relação de dispersão sendo estes analisados de forma qualitativa [15]. A permeabilidade transversal dependente do campo foi usada na caracterização de filmes amorfos com composição nominal $Fe_{73,5}Cu_1Nb_3Si_{13,5}B_9$ para diferentes espessuras do filme. A figura 2.11 mostra o espectro da parte imaginária da permeabilidade efetiva (μ''_e) em função do campo e da frequência para diferentes espessuras do filme. Na Figura 2.12 pode ser visto a relação de dispersão experimental.

Figura 2.11: Espectro de frequência vs. campo da parte imaginária da permeabilidade efetiva com dependência da espessura do filme de $Fe_{73,5}Cu_1Nb_3Si_{13,5}B_9$ [15].

Recentemente, medidas do efeito MI em altas frequências foram relatadas em multicamadas que apresentam o fenômeno de *Exchange Bias* [5] [19]. As curvas de MI das multicamadas que exibem o fenômeno EB apresentaram deslocamentos ao longo do eixo do campo magnético

Figura 2.12: Relação de dispersão experimental para diferentes espessuras do filme de $Fe_{73,5}Cu_1Nb_3Si_{13,5}B_9$ [15].

aplicado seguindo as características exibidas pelas curvas de magnetização. As curvas de MI foram deslocadas por um valor de campo aproximadamente igual ao valor do campo de bias H_{EB} obtido através da curva de magnetização estática. As magnitudes do desvio entre as curvas de Z vs. H obtidas quando o campo externo cresce de $-H_{max}$ até $+H_{max}$ e as curvas obtidas quando o campo decresce de $+H_{max}$ até $-H_{max}$ foram aproximadamente iguais ao valor do campo do coercivo obtido da curva de magnetização. Assim, MI pode ser utilizada para obter tanto o campo de bias quanto a coercividade em multicamadas com EB.

Como exemplo da resposta assimétrica das medidas de MI em filmes que exibem *Exchange Bias*, são mostradas na Figura 2.13 curvas de Z vs. H para diferentes valores de frequências obtidas de multicamadas $[NiFe(30 \text{ nm})/FeMn(13 \text{ nm})/Ta(10 \text{ nm}] \times 20$ [20].

Figura 2.13: Curvas de Z vs. H para diferentes valores de frequência, obtidas com a amostra $[NiFe(30 \text{ nm})/FeMn(13 \text{ nm})/Ta(10 \text{ nm}] \times 20$ [20].

3. Procedimento experimental

Neste trabalho foram produzidos filmes estruturados em tricamadas repetidas por um certo número de vezes. Cada tricamada é composta por um material ferromagnético, um material antiferromangético e um espaçador metálico não magnético. Os materiais usados foram Permalloy ($Ni_{81}Fe_{19}$), IrMn e Ta respectivamente. As multicamadas de filmes finos foram produzidas pela técnica de "*Magnetron Sputtering*" no sistema de deposição de filmes finos do Laboratório de Magnetismo e Materiais Magnéticos (LMMM) da Universidade Federal de Santa Maria (UFSM).

Foram feitas caracterização estrutural e caracterização magnética nas amostras. A caracterização estrutural foi efetuada através da análise de medidas de difração de raios-X a altos ângulos sendo realizada no Laboratório de Cristalografia e Difração de Raio-X do CBPF e a caracterização magnética estática através de medidas da curva magnetização por magnetômetro de amostra vibrante (VSM) enquanto que o comportamento dinâmico a partir de medidas da dinâmica da magnetização em alta frequência utilizando magnetometria por analisador vetorial de rede (VNAM), ambas realizadas no Laboratório de Magnetometria e Resistividade do CBPF.

A seguir serão apresentados os detalhes de produção e caracterização das amostras estudadas.
3.1 Preparação das amostras

3.1.1 Sistema de Sputtering

Os filmes foram depositados por "*Magnetron Sputtering*" com pressão de base de 2×10^{-7} Torr em uma atmosfera de Argônio (Ar) de 5, 2 mTorr, o fluxo de Ar foi de aproximadamente 22, 2 scem (centímetro cúbico padrão por minuto). No sistema foram utilizados simultaneamente três canhões alimentados por uma fonte RF, para o alvo de NiFe e por fontes DC, para os alvos de Ta e IrMn. Um shutter móvel possibilita a exposição ou não dos substratos ao plasma dos canhões. O sistema permite usar simultaneamente quatro porta-substratos os quais são montados numa estrutura controlada por um motor de passo, que gira sobre os canhões. Um esquema simplificado desse sistema de deposição está mostrado na Figura 3.1. O motor de passos dá uma volta completa cada 40000 passos, e o porta substratos gira numa circunferência de 40 cm aproximadamente, dando uma volta completa a cada 10000 passos. Os porta substratos movimentam-se com uma velocidade constante durante a deposição garantindo uma uniformidade dos filmes e induzindo uma leve anisotropia na direção do movimento. Uma configuração de imãs permanentes que geram um campo magnético de cerca de 2, 1 kOe na direção paralela ao plano da amostra foi utilizada no porta-substratos. Este campo é necessário para a indução, durante a deposição, do fenômeno de EB nas amostras.



Figura 3.1: Esquema simplificado do sistema de deposição de filmes finos por "Magnetron Sputtering" do LMMM-UFSM [21].



Figura 3.2: Foto da câmara do sistema de sputtering do LMMM.

3.1.2 Calibração da taxa de deposição

Antes de começar o crescimento das amostras foi necessário determinar as taxas de deposição para cada material. A calibração das taxas de depósito de cada alvo foi feita sobre as mesmas condições de pressão de base, pressão de Ar e potência DC ou RF, que foram utilizadas na preparação das multicamadas.

A calibração da taxa de deposição para cada alvo foi feita utilizando a técnica de Difração de Raios-X (DRX), a baixos ângulos (2°-10°), no Difratômetro Bruker AXS modelo D8-Advance do LMMM na UFSM. Este difratômetro emite radiação Cu-K α com comprimento de onda de 1,54056 Å. Foram depositados filmes finos de Ta, NiFe e IrMn com velocidades do substrato 7 passos/s, 9 passos/s e 30 passos/s respectivamente, tal que se esperava obter filmes de aproximadamente 60 nm.

A partir dos espectros de DRX destes filmes foram localizados os picos de difração de Bragg e construído um gráfico do vetor espalhamento q vs. o índice n que indica o número de pico achado, onde o módulo deste vetor espalhamento é calculado pela expressão

$$q = \frac{4\pi \operatorname{sen} \theta}{\lambda},\tag{3.1}$$

onde θ é o ângulo de cada pico de Bragg e λ é o comprimento de onda dos raios-X emitidos pelo tubo do difratômetro. Foi executado um ajuste linear (q = an + b) dos valores achados e a partir do coeficiente angular *a* da reta, calculamos a espessura *t* dos filmes:

$$t = \frac{2\pi}{a}.\tag{3.2}$$

Assim, usando a seguinte equação calculamos a taxa de deposição τ dos alvos:

$$\tau = \frac{t \cdot v}{3050},\tag{3.3}$$

onde v é a velocidade com que o substrato passa por cima do canhão (em passos por segundo) e 3050 são os passos necessários para que o substrato passe completamente sobre o shutter.

Os espectros de raios-X a baixos ângulos dos filmes finos de NiFe, IrMn e Ta depositados

sobre Si(100) são apresentados na Figura 3.3, juntamente com os gráficos do vetor espalhamento q vs. seu índice n e o ajuste linear (q = an + b) de cada valor medido. A taxa de deposição, o tipo de fonte do canhão e a potência escolhida para a deposição de cada alvo são apresentados na Tabela 3.1.



Figura 3.3: A esquerda: espectros de raios-X a baixos ângulos dos filmes de Ta, NiFe e IrMn. A direita: os gráficos do vetor espalhamento q vs. n e o ajuste linear (q = an + b) de cada valor medido para cada filme. Os pontos pretos indicam os índices n e a reta vermelha o ajuste linear.

Foram feitas no CBPF medidas de difração de raios-X a alto ângulo também nesses filmes. Na Figura 3.4 tem-se destes espectros de XRD dos filmes de NiFe, IrMn e Ta mostrando que os planos do filmes cresceram, principalmente, com a orientação (111) e no caso do NiFe na direção (200).



Figura 3.4: Espectro de XRD a altos ângulos dos filme de NiFe, IrMn e Ta

Tabela 3.1: A taxa de deposição, o tipo de fonte do canhão e a potência escolhida para a deposição de cada alvo

Alvo	Taxa de deposição	Fonte de Alimentação	Potência ou Corrente
Та	1,26 Å /s	DC	100 mA (249 V)
$Ni_{81}Fe_{19}$	1,87 Å/s	RF	$40 \mathrm{W}(R:0\mathrm{W})$
$Ir_{20}Mn_{80}$	7,25 Å/s	DC	50 mA (279 V)

3.1.3 Amostras preparadas

Foram fabricadas sobre substrato de Si (100) uma série de filmes multicamadas $[NiFe(t_{FM})/IrMn(t_{AFM})/Ta(3 \text{ nm})] \times N$ de diferentes espessuras t_{FM} e t_{AFM} das camadas FM e AFM respectivamente, e diferentes números de tricamadas N como é ilustrado na Figura 3.5. Antes da deposição das multicamadas, foi depositado um buffer de Ta com 20 nm de espessura para estimular o crescimento da textura (111) dos filmes de NiFe e de IrMn o qual favorece o acoplamento FM/AFM que da origem ao fenômeno EB.



Figura 3.5: Ilustração da estrutura das multicamadas produzidas.

Nas Tabelas 3.2 e 3.3 são apresentadas todas as amostras preparadas neste trabalho.

Código RUN 1071	Estruturas	Espessuras do NiFe
A	$Ta(20 \text{ nm})\{\text{NiFe}(t_A)/\text{IrMn}(4 \text{ nm})\text{Ta}(3 \text{ nm})\}\times 11$	$t_A = 5 \mathrm{nm}$
В	$Ta(20 \text{ nm})\{\text{NiFe}(t_B)/\text{IrMn}(4 \text{ nm})\text{Ta}(3 \text{ nm})\}\times 11$	$t_B = 10 \mathrm{nm}$
C	$Ta(20 \text{ nm})\{\text{NiFe}(t_C)/\text{IrMn}(4 \text{ nm})\text{Ta}(3 \text{ nm})\}\times 11$	$t_C = 15 \mathrm{nm}$
D	$Ta(20 \text{ nm})\{\text{NiFe}(t_D)/\text{IrMn}(4 \text{ nm})\text{Ta}(3 \text{ nm})\}\times 11$	$t_D = 20 \mathrm{nm}$

Tabela 3.2: Multicamadas de NiFe (t_{FM}) /IrMn(4 nm)Ta(3 nm)

Código RUN 1073	Estruturas	Espessuras do NiFe
A	$Ta(20 \text{ nm})\{\text{NiFe}(t_A)/\text{IrMn}(15 \text{ nm})\text{Ta}(3 \text{ nm})\}\times 31$	$t_A = 5 \mathrm{nm}$
В	$Ta(20 \text{ nm})$ {NiFe(t_B)/IrMn(15 nm)Ta(3 nm)}×31	$t_B = 10 \mathrm{nm}$
С	$Ta(20 \text{ nm})\{\text{NiFe}(t_C)/\text{IrMn}(15 \text{ nm})\text{Ta}(3 \text{ nm})\}\times 31$	$t_C = 15 \mathrm{nm}$
D	$Ta(20 \text{ nm})\{\text{NiFe}(t_D)/\text{IrMn}(15z \text{ nm})\text{Ta}(3 \text{ nm})\}\times 31$	$t_D = 20 \mathrm{nm}$
Código RUN 1074	Estruturas	Espessuras do NiFe
A	$Ta(20 \text{ nm})\{\text{NiFe}(t_A)/\text{IrMn}(15 \text{ nm})\text{Ta}(3 \text{ nm})\}\times 21$	$t_A = 5 \mathrm{nm}$
В	$Ta(20 \text{ nm})$ {NiFe(t_B)/IrMn(15 nm)Ta(3 nm)}×21	$t_B = 10 \mathrm{nm}$
С	$Ta(20 \text{ nm})\{\text{NiFe}(t_C)/\text{IrMn}(15 \text{ nm})\text{Ta}(3 \text{ nm})\}\times 21$	$t_C = 15 \mathrm{nm}$
D	$Ta(20 \text{ nm})\{\text{NiFe}(t_D)/\text{IrMn}(15 \text{ nm})\text{Ta}(3 \text{ nm})\}\times 21$	$t_D = 20 \mathrm{nm}$
Código RUN 1076	Estruturas	Espessuras do NiFe
A	$Ta(20 \text{ nm})\{\text{NiFe}(t_A)/\text{IrMn}(15 \text{ nm})\text{Ta}(3 \text{ nm})\}\times 10$	$t_A = 5 \mathrm{nm}$
В	$Ta(20 \text{ nm})\{\text{NiFe}(t_B)/\text{IrMn}(15 \text{ nm})\text{Ta}(3 \text{ nm})\}\times 10$	$t_B = 10 \mathrm{nm}$
С	$Ta(20 \text{ nm})\{\text{NiFe}(t_C)/\text{IrMn}(15 \text{ nm})\text{Ta}(3 \text{ nm})\}\times 10$	$t_C = 15 \mathrm{nm}$
D	$Ta(20 \text{ nm})\{\text{NiFe}(t_D)/\text{IrMn}(15 \text{ nm})\text{Ta}(3 \text{ nm})\}\times 10$	$t_D = 20 \mathrm{nm}$

Tabela 3.3: Multicamadas de NiFe (t_{FM}) /IrMn(15 nm)Ta(3 nm)

O conjunto de amostras designadas como RUN 1074 com estruturas

 $[NiFe(t_{FM})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 21$ apresentaram regiões onduladas com descolamento do filme, que começou a partir dos cantos e bordas se estendendo ao longo de todo o filme e devido a isto as amostras RUN 1074 não foram analisadas neste trabalho. A interpretação de tal fato é baseado na contaminação da superfície do substrato utilizado antes da deposição. Por análise de microscopia eletrônica, são apresentadas na Figura 3.6 as imagens da formação destas regiões onduladas levando ao descolamento do filme no substrato.



Figura 3.6: Regiões onduladas levando ao deslocamento do filme nas amostras RUN 1074. Estas imagens foram feitas utilizando o Microscópio Eletrônico de Varredura do LabNano do CBPF.

3.2 Caracterização estrutural das amostras

A caracterização estrutural das amostras foi feita pela técnica de difração de raios-X (DRX) e o equipamento utilizado foi o Difratômetro X' Pert PRO da marca Panalytical do CBPF sobre uma radiação de Cu-K α com comprimento de onda de 1,54056 Å. Neste trabalho foram realizadas medidas de DRX a altos ângulos. Os espectros de DRX a altos ângulos, de acordo com a intensidade relativa dos picos, fornecem informação sobre a textura das amostras.

3.3 Caracterização magnética estática por VSM

Todas as medidas de magnetização realizadas neste trabalho foram feitas por um magnetômetro de amostra vibrante (VSM) com alta resolução de campo, desenvolvido no laboratório do CBPF. O equipamento apresenta uma sensibilidade de até 10^{-5} emu.

O magnetômetro é composto por bobinas de Helmholtz capaz de produzir campos máximos de ± 330 Oe, com uma resolução de campo de 0, 1 Oe ; uma fonte de corrente bipolar KEPCO 20-20 para a alimentação das bobinas. Um conjunto de bobinas sensoras detecta o sinal da amostra vibrante, este sinal é amplificado e filtrado por um pré-amplificador Signal Recovery 5113 e logo é medido por um Lock-in EG&G 7265. É utilizado um driver PAR 155 para fazer a amostra vibrar. Este driver é controlado pelo sinal de referência do Lock-in numa frequência de 82 Hz. A amostra é colocada na ponta da haste de tal modo que o filme fica no plano horizontal. O driver permite girar a amostra 360° e conta com um goniômetro, com resolução de 0.5° , para medição precisa do ângulo da aplicação do campo. O sistema todo é controlado através de uma interface GPIB mediante a um computador com um software desenvolvido no laboratório usando a linguagem de programação Python. Um esquema do magnetômetro VSM é mostrado na Figura 3.7.

3.3.1 Calibração do alinhamento das amostras

O campo de exchange bias (H_{EB}) , como definido na seção 2.3, tem uma dependência angular com o campo externo aplicado (H_{ext}) . A direção da anisotropia unidirecional induzida



Figura 3.7: Esquema do magnetômetro VSM. 1: Computador e programa de controle. 2: Lockin EG&G 7265. 3: Driver PAR 155. 4: Bobinas sensoras. 5: Pré-amplificador Signal Recovery 5113. 6: Fonte de alimentação KEPCO 20 - 20. 7: Bobinas de Helmontz.

nas multicamadas durante seu crescimento é usada como referência para a aplicação do campo magnético externo. Quando o campo for aplicado paralelamente a esta direção o ângulo θ_H será 0° ou 180° e se for aplicado perpendicular a esta direção o ângulo será 90°. Dada a dificuldade de alinhar manualmente as amostras no VSM, foi realizado um procedimento de calibração a fim de obter os alinhamentos corretos 0°, 90° das amostras medidas.

A calibração foi feita através de medidas de magnetização variando a direção do campo aplicado θ_H com passos de $\pm 2.5^\circ$ definidos em relação à direção aproximada de onde o valor do $H_{EB} = 0$ ($\theta_H = 90^\circ$). O driver do magnetômetro utilizado apresenta uma marcação angular que varia de 0° a 360° e através da sua rotação o ângulo θ_H foi modificado.

Após realizar medidas para diferentes ângulos do driver do magnetômetro (θ_{Driver}) foi calculado o valor do H_{EB} de todas as medidas e feito a análise dos dados. O θ_{Driver} associado a medida que apresenta o $H_{EB} \approx 0$ foi usado como o ângulo correspondente a θ_H = 90°. A dependência da curva θ_{Driver} vs. H_{EB} também indica em que sentido esta variando θ_H , sendo que H_{EB} diminui para $\theta_H < 90^\circ$ e cresce para $\theta_H > 90^\circ$. Como exemplo, na Tabela 3.4 são apresentados os dados das medidas de calibração da multicamada de $NiFe(15 \text{ nm})/IrMn(15 \text{ nm})Ta(3 \text{ nm}) \times 31.$

Ângulo do driver	$H_{EB}(\text{Oe})$	
5°	13.61	
2.5°	8.68	
360°	4.53	
357.5°	1.04	
355°	-3.04	
352.5°	-7.01	
350°	-11.8	

Tabela 3.4: Valores dos ângulos no driver e os valores do H_{EB} das medidas de calibração da multicamada de $[NiFe(15 \text{ nm})/IrMn(15 \text{ nm})Ta(3 \text{ nm})] \times 31$

Neste caso o ângulo do driver que apresentou valor do $H_{EB} \approx 0$ foi o 357° sendo este associado então a posição onde o campo é aplicado perpendicular a direção da anisotropia unidirecional induzida na amostra ($\theta_H = 90^\circ$). Então a medida de magnetização com campo aplicado na direção do eixo preferencial da anisotropia unidirecional ($\theta_H = 0^\circ$) foi feita com o Driver na posição 267°. Neste trabalho este procedimento foi realizado em todas as amostras.

3.4 Caracterização magnética dinâmica por VNAM

As medidas da resposta dinâmica da magnetização em altas frequências foram realizadas utilizando um sistema de magnetometria por analisador vetorial de rede desenvolvido no laboratório, usando métodos indutivos. Como é apresentado na Figura 3.8 o sistema é composto por bobinas de Helmontz, alimentada por uma fonte KEPCO 20 - 20, capaz de fornecer até ± 300 Oe, com uma resolução de campo de 0, 1 Oe. As amostras são colocadas dentro de uma guia de onda tipo microstrip, conectada ao analisador de rede Rhodes&Shwarz ZVA24 de duas portas mediante um cabo coaxial ZV - Z93, de alto desempenho para alta frequência. O analisador trabalha numa faixa de frequência de 10 MHz a 24 GHz, uma largura de linha de medida de até 1 Hz, uma alta sensibilidade de até -85 dB, potência de saída de -40 a 18 dBm e é possível fazer medidas de harmônicos. O sistema todo é controlado por um computador fazendo uso das interfaces GBIP dos instrumentos e mediante um software desenvolvido no laboratório usando a linguagem de programação Python.



Figura 3.8: Desenho esquemático do VNAM. 1: Computador e programa de controle. 2: Analisador Vetorial de Rede (R&S - ZVA24). 3: Fonte de alimentação KEPCO 20 - 20. 4: Bobinas de Helmontz. 5: Cabo coaxial ZV - Z93. 6: Guia de onda e amostra.

3.4.1 Guia de onda

A guia de onda utilizada para caracterizar as multicamadas magnéticas foi do tipo microstrip, fabricada em latão e usando ar como meio dielétrico. Esta guia de onda foi desenhada para ter uma impedância característica de aproximadamente 50Ω , sendo a largura do condutor central igual a 6, 4 mm e a distância deste ao plano de terra igual a 1, 59 mm. O comprimento útil da guia é de 17, 35 mm. A guia de onda tem em um dos extremos um conector SMA banhado em ouro e no outro extremo é terminada por um curto circuito como pode ser visto na Figura 3.9.

Um desenho dos campos magnéticos e elétricos produzidos pela corrente AC que circula na guia de onda é apresentado na Figura 3.10, sendo também apresentada a posição da amostra dentro da guia de onda. As amostras medidas foram cortadas com um tamanho aproximado de $7 \times 3 \text{ mm}^2$. Estas são posicionadas na guia de onda de tal modo que o seu eixo maior que coincide com o eixo de anisotropia do exchange bias esteja ao longo da guia onda. O campo externo é aplicado nessa mesma direção. O fato que a largura das amostras seja menor que a largura do condutor central da guia de onda, garante um campo magnético paralelo a superfície do filme.



Figura 3.9: Fotografia da guia de onda microstrip.

3.4.2 Medidas em alta frequência

Todas as medidas deste trabalho foram feitas numa faixa de frequência de 500 MHz a 6, 5 GHz com passos de 20 MHz. O campo externo DC aplicado foi de -300 Oe a +300 Oe e vice versa com passos de 2 Oe. Foi usada uma largura de linha de medida de 10 Hz. A potência de saída do sinal RF foi de 0 dBm e foi medido o parâmetro S_{11} do primeiro harmônico.

Foi feita uma calibração usando o standard OMS (Open Short Match), usando o kit de calibração Rhodes&Shwarz ZV-Z32. Esta calibração corrige, no próprio software do VNA, os erros do sistema até o plano de referência na entrada da guia de onda (final do cabo coaxial). Foi também feita no VNA, a correção do comprimento elétrico da guia da onda.

Foi realizada a medida do parâmetro S_{11} da guia de onda, sem amostra. Esta medida, designada como Γ_0 , foi utilizada para corrigir as medidas subsequentes utilizando o modelo



Figura 3.10: Desenho esquemático da guia de onda microstrip, as linhas de campos geradas por esta e a posição da amostra dentro desta.

de erros de três termos [22] segundo a equação:

$$S_{11}^{corrigido} = \frac{S_{11}^{medido} - e_{00}}{e_{10} + e_{11}(S_{11}^{medido} - e_{00})},$$
(3.4)

onde o parâmetro da diretividade e_{00} foi considerado igual a zero, o parâmetro do casamento da porta e_{11} igual a 1 dado que a guia de onda termina em curto circuito e o parâmetro de rastreamento e_{10} igual a $-2\Gamma_0$, portanto:

$$S_{11}^{corrigido} = \frac{S_{11}^{medido}}{S_{11}^{medido} - 2\Gamma_0}.$$
 (3.5)

esta última equação é utilizada pelo software do controle do experimento, para corrigir os efeitos dos defeitos da guia de onda. Para medidas sem amostra se obtêm o valor esperado para um curto circuito: $S_{11} = -1$.

3.4.3 Procedimento de medida em altas frequências

Foram utilizados ímãs permanentes para gerar um campo magnético aproximadamente de 1200 Oe sobre a amostra na direção fora do plano da amostra. Nesta condição, foi realizado uma medida de referência do parâmetro S_{11} . O campo magnético satura o material ferromagnético, na direção perpendicular ao campo AC impedindo com que seus momentos magnéticos precessionem e gerem uma resposta magnética. Portanto, esta medida é a contribuição não magnética do filme e do substrato da amostra. Os ímãs foram colocados, como apresentado na Figura 3.11, por baixo do plano de terra da guia de onda para não influenciar a resposta elétrica da guia de onda.

Uma vez obtida a medida de referência S_{11}^{ref} , sem mudar a posição da amostra e sem os ímãs permanentes, são feitas medida do parâmetro S_{11} variando o campo magnético externo aplicado. Estas medidas são designadas como S_{11}^H . A partir das medidas S_{11}^{ref} e S_{11}^H foram calculadas as impedâncias de entrada na guia de onda Z_{ref} e Z_H respectivamente, utilizando a equação 2.28. Destas impedâncias determinamos a variação da impedância ΔZ como apresentada na seguinte equação:



Figura 3.11: Configuração dos ímãs permanentes sob a guia de onda para obtenção da medida de referência. A dimensões dos objetos na figura estão proporcionais ao tamanho real dos objetos na montagem.

$$\Delta Z = Z_H - Z_{ref}.\tag{3.6}$$

Esta variação da impedância ΔZ , que apresenta sinal tanto na parte real como na imaginária, é atribuída a resposta magnética dos filmes que depende tanto da frequência medida f como do campo magnético externo aplicado H. Na seção 4.3 serão apresentadas estas medidas como mapas de cores $\Delta Z \times f \times H$.

Dada a simplicidade do modelo de correção de erros e as considerações feitas neste, os mapas $\Delta Z \times f \times H$ apresentam padrões não esperados que são atribuídos a erros sistemáticos do sistema de correção de erros. Para solucionar este problema, a variação da impedância para cada frequência medida ΔZ_f é corrigida utilizando a seguinte equação:

$$\Delta Z_f^{corrigido} = \Delta Z_f - \{Min[Re(\Delta Z_f)] + jMed[Im(\Delta Z_f)]\},\tag{3.7}$$

onde $Min[Re(\Delta Z_f)]$ é a o valor mínimo da parte real de ΔZ na frequência medida, e $jMed[Im(\Delta Z_f)]$ é o valor médio da parte imaginária.

4. Resultados e Discussão

Neste capítulo são apresentados e discutidos os resultados obtidos. São mostrados os espectros de raios-X, curvas de magnetização e a resposta em alta frequência das amostras fabricadas.

4.1 Caracterização Estrutural

Os resultados das medidas de raios X a altos ângulos dos conjuntos de amostras RUN 1071, RUN 1073 e *RUN*1076 são apresentados nas Figuras 4.1, 4.2 e 4.3. Em todos os espectros o IrMn cresce na posição 41.3° com orientação preferencial na direção (111) e o NiFe cresce na posição 44.1° na direção (111). As amostras que possuem a camada de NiFe com 20 nm de espessura exibem um pequeno pico na posição 44.1° associado ao NiFe crescido com orientação preferencial na direção (200). O crescimento preferencial do NiFe (200) não aparece nos espectros das amostras com menor espessura da camada de NiFe. As amostras com 20 nm de espessura da camada de NiFe igual a da e camada de IrMn com 15nm de espessura (amostras 1073D e 1076D) exibem além do pico na posição 44.1° do NiFe (200) exibem na posição 48.1° o pico do IrMn crescido também na direção (200). Como pode ser visto, a espessura do NiFe e o número de repetições influencia a textura (111) do IrMn e consequente, o EB.



Figura 4.1: Espectros de difração de raios-x a altos ângulos das 11 multicamadas de NiFe(t)/IrMn(15 nm)/Ta(3 nm).



Figura 4.2: Espectros de difração de raios-x a altos ângulos das 31 multicamadas de NiFe(t)/IrMn(15 nm)/Ta(3 nm).



Figura 4.3: Espectros de difração de raios-x a altos ângulos das 10 multicamadas de NiFe(t)/IrMn(15 nm)/Ta(3 nm).

4.2 Curvas de Magnetização

Nas Figuras 4.4, 4.5 e 4.5 são mostradas as curvas de magnetização dos conjuntos de amostras RUN 1071, RUN 1073 e RUN 1076 respectivamente, para diferentes espessuras da camadas de NiFe ($t_{NiFe} = 5, 10, 15$ e 20 nm) com dois ângulos diferentes de aplicação de campo, $\theta_H = 0^\circ$ e $\theta_H = 90^\circ$ em relação ao eixo preferencial da anisotropia unidirecional induzida. As amostras medidas foram cortadas aproximadamente nas dimensões $3, 0 \times 3, 0 \text{ mm}^2$.

As curvas de magnetização com o campo aplicado paralelo ao eixo preferencial da anisotropia exibem um deslocamento para H_{EB} . O campo de H_{EB} se anula em $\theta_H = 90^\circ$, quando o campo é aplicado perpendicular do eixo de anisotropia unidirecional induzida na interface. Os resultados obtidos dos valores do H_{EB} e do H_C dos conjuntos de amostras RUN 1071, RUN 1073 e RUN 1076 são apresentados nas Tabelas 4.1, 4.2 e 4.3.

As curvas com $\theta_H = 90^\circ$ apresentam um resposta típica de um material com anisotropia perpendicular ao eixo de medida. Espera-se que esta anisotropia seja produto da anisotropia unidirecional que corresponde ao efeito *Exchange bias* e da anisotropia uniaxial induzida devido ao movimento do substrato no momento da deposição entre outras.

Nas curvas de magnetização das amostras com pequena espessura de NiFe e de IrMn são observadas uma segunda fase. Esta fase é representada por uma curva de magnetização simétrica (não deslocada), de H_C pequeno. Pode-se atribuir esta fase a pequenas partículas nas interfaces, praticamente independentes do resto do filme. A sua existência se deve a grande rugosidade para estas pequenas espessuras do filme de NiFe e do filme de IrMn.



 $[NiFe(t_{NiFe})/IrMn(4 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 11$

Figura 4.4: Curvas de histerese do conjunto de amostras RUN 1071 com estruturas $[NiFe(t_{NiFe})/IrMn(4 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 11$ para diferentes espessuras do NiFe.

Amostra	Espessura do NiFe (t_{NiFe})	$H_{EB}(Oe)$	$H_C(Oe)$
1071 A	5 nm	-207,4	56,5
1071 B	10 nm	-86,6	55,7
1071 C	15 nm	-39,9	48,2
1071 D	20 nm	-42,7	29,1

Tabela 4.1: Campo de *Exchange Bias* (H_{EB}) e o campo coercivo (H_C) das amostras RUN 1071 A/B/C/D com estruturas $[NiFe(t_{NiFe})/IrMn(4 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 11.$



 $[NiFe(t_{NiFe})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 31$

Figura 4.5: Curvas de histerese do conjunto de amostras RUN 1073 com estruturas $[NiFe(t_{NiFe})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 31$ para diferentes espessuras do NiFe.

Amostra	Espessura do NiFe (t_{NiFe})	$H_{EB}(Oe)$	$H_C(Oe)$
1073 A	5 nm	-260,9	18,6
1073 B	10 nm	-127,1	3,4
1073 C	15 nm	-84,8	5,6
1073 D	20 nm	-66,7	4,1

Tabela 4.2: Campo de *Exchange Bias* (H_{EB}) e o campo coercivo (H_C) das amostras RUN 1073 A/B/C/D com estruturas $[NiFe(t_{NiFe})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 31$.



 $[NiFe(t_{NiFe})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 10$

Figura 4.6: Curvas de histerese do conjunto de amostras RUN 1076 com estruturas $[NiFe(t_{NiFe})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 10$ para diferentes espessuras do NiFe.

Amostra	Espessura do NiFe (t_{NiFe})	$H_{EB}(Oe)$	$H_C(Oe)$
1076 A	5 nm	-277,4	15,7
1076 B	10 nm	-159,0	7,8
1076 C	15 nm	-98,0	2,6
1076 D	20 nm	-74,2	3,9

Tabela 4.3: Campo de *Exchange Bias* (H_{EB}) e o campo coercivo (H_C) das amostras RUN 1076 A/B/C/D com estruturas $[NiFe(t_{NiFe})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 10.$

Todos os conjuntos de amostras fabricadas têm amostras com diferentes espessuras de NiFe entre 5 e 20 nm. As Figuras 4.7, 4.8 e 4.9 mostram os valores dos campos H_{EB} e do H_C em função das espessuras t_{NiFe} dos conjuntos de amostras RUN1071, RUN1073 e RUN1076respectivamente. Como é esperado, podemos ver claramente que o H_{EB} tem uma forte dependência com a espessura da camada do material ferromagnético (t_{FM}). Na maioria das medidas o H_{EB} e o H_C variaram inversamente com o aumento da espessura da camada de NiFe.



Figura 4.7: Dependência do H_{EB} e do H_C com a espessura do NiFe nas multicamadas de $[NiFe(t_{NiFe})/IrMn(4 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 11.$



Figura 4.8: Dependência do H_{EB} e do H_C com a espessura do NiFe nas multicamadas de $[NiFe(t_{NiFe})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 31.$



Figura 4.9: Dependência do H_{EB} e do H_C com a espessura do NiFe nas multicamadas de $[NiFe(t_{NiFe})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 10.$

Além de variar a espessura da camada de NiFe, dois conjuntos de amostras foram produzidos com 15 nm(RUN 1073 e RUN 1076) e o conjunto restante com 4 nm de espessura de IrMn (RUN 1071).

As multicamadas de $[NiFe(t_{FM})/IrMn(4nm)/Ta(3nm)] \times 11$ apresentam valores do campo coercivo na faixa de 29 Oe a 60 Oe, enquanto que as multicamadas estruturadas em $[NiFe(t_{FM})/IrMn(15nm)/Ta(3nm)] \times 10$ apresentam curvas de magnetização com valores de H_C bem inferior. Uma possível explicação para isto se deve a redução da anisotropia magnetocristalina da camada AFM quando a sua espessura decresce. No caso de uma camada AFM com fraca anisotropia cristalina, os momentos FM tornam-se capazes de modificar a orientação dos momentos AFM, aumentando assim a coercividade. Quando a anisotropia do AFM é suficientemente intensa os momentos FM se desacoplam dos momentos AFM diminuindo consideravelmente a coercividade.

4.3 Medidas em Altas Frequências

As medidas de MI em alta frequência foram feitas numa faixa de frequência de 500 MHz a 6, 5 GHz com o campo externo DC aplicado na faixa de $\pm 300 \text{ Oe}$, sendo estas realizadas num sistema de magnetometria por analisador vetorial de rede desenvolvido no laboratório, usando métodos indutivos.

Nas páginas seguintes são mostrados os mapas de dispersão de cores referente a parte real e a parte imaginária de $\Delta Z \times H \times f$ com o campo crescente (-300 Oe a +300 Oe) e com o campo decrescente (+300 Oe a -300 Oe). São apresentados também as evoluções das componentes real e imaginária de ΔZ em função do campo H para diferentes frequências selecionadas.

Em todas as medidas as curvas exibiram, tanto na parte $Re[\Delta Z]$ como na parte $Im[\Delta Z]$, um deslocamento em campo das curvas de campo crescente e de campo decrescente. Este deslocamento é dado pelo campo coercivo H_{C1} ou H_{C2} que indicam a passagem por magnetização nula das curvas de magnetização, como definidos na Figura 2.5. Este deslocamento permite estimar um valor do H_C e do H_{EB} , nestas medidas dinâmicas. Estes valores estimados são comparáveis com os valores obtidos das curvas de magnetização estáticas.

É observado a presença de efeitos típicos de ressonância ferromagnéticas a partir de uma certa frequência. Nestas medidas a resposta com intensidade apreciável na maioria dos casos foi acima de 2 GHz. São observados picos na parte $Re[\Delta Z]$ e os valores de campo para o máximo destes picos coincidem com os valores de campo onde a parte $Im[\Delta Z]$ passa por zero. Estes picos deslocam-se para valores maiores de campo conforme aumenta a frequência e a partir de aproximadamente 4, 5 GHz perdem intensidade.

Nos mapas de cores os picos de ressonância se observam como ramos de cores amarelo, verde e vermelha sobre um fundo azul na parte $Re[\Delta Z]$, e a passagem por zero na parte $Im[\Delta Z]$ se observa como uma linha amarela entre as cores vermelho e azul. A forma dos ramos em campo crescente pode ser diferenciada da forma dos ramos com os campo decrescente e isto esta associado a forma da curva de magnetização.

4.3.1 Amostras $[NiFe(t_{NiFe})/IrMn(4 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 11$

Nas Figuras 4.10, 4.13, 4.16 são mostrados os mapas de dispersão de cores de $\Delta Z \times H \times f$ das amostras estruturadas em tricamadas de $[NiFe(t_{NiFe})/IrMn(4 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 11$ com a espessura da camada de NiFe (t_{NiFe}) igual a 10 nm, 15 nm e 20 nm, e nas Figuras 4.11, 4.14, 4.17 são apresentados a evolução das componentes real e imaginária de ΔZ em função do campo *H* para diferentes frequências.

Podemos observar na parte $Re[\Delta Z]$ e na parte $Im[\Delta Z]$ tanto para o campo crescente como para o campo decrescente uma boa relação sinal ruído em todas as amostras, mas a amplitude máxima dos picos de ressonância decai conforme diminui a espessura do NiFe nas amostras.

As amostras com 20 nm e 15 nm de espessura de NiFe apresentam o ramo direito em frequências maiores que o ramo esquerdo com o campo crescente e com o campo decrescente acontece o contrário. Já para as amostras com 10 nm de espessura de NiFe esta característica é observada só para campo decrescente. Esta amostra para campo crescente apresenta os dois ramos com ressonâncias a partir de 3 GHz aproximadamente. Na amostra com 15 nm de espessura de NiFe é observada uma diferença acentuada na amplitude dos ramos esquerdo e direito.

Nas Medidas $\Delta Z \times H$ a amostra com espessura de 20 nm de NiFe apresenta na frequência de 2 GHz, apenas um pico. Como visto no mapa de dispersão de cores, nesta faixa de frequência esta amostra exibe apenas um ramo da dispersão e surge o outro ramo conforme a frequência vai aumentando. Este segundo ramo é observado como um pequeno pico na medida de 2, 5 GHz. A amostra com 15 nm de NiFe apresenta um único pico tanto em 2 GHz como em 2, 5 GHz. Mas o segundo pico já é observado em 3 GHz. Em 3, 5 GHz é observada a diferença na amplitude dos picos, mas nas medidas acima de 4 GHz a diferença de amplitude é pequena. As medidas da amostra com 10 nm são bem ruidosas em frequências inferiores a 3 GHz. Observa-se um único pico nas medidas até 3, 5 GHz, onde começa o desdobramento deste.



Figura 4.10: Mapas ΔZ de cores Η fpara amostra \times \times а $[NiFe(20 \text{ nm})/IrMn(4 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 11.$ Abaixo: $Re[\Delta Z]$. $Im[\Delta Z].$ Acima: Esquerda: campo aplicado de -300 Oe a +300 Oe. Direita: campo aplicado de +300 Oe a -300 Oe.



Figura 4.11: Curvas de Magnetização com campo aplicado a $\theta_H = 0^\circ$ e $\theta_H = 90^\circ$ para a amostra $[NiFe(20 \text{ nm})/IrMn(4 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 11.$



Figura 4.12: Medidas $\Delta Z \times H$ para a amostra $[NiFe(20 \text{ nm})/IrMn(4 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 11$, em diferentes frequências. Curvas na cor preta: $Re[\Delta Z]$. Curvas na cor vermelha: $Im[\Delta Z]$. Linha contínua: campo aplicado de -300 Oe a +300 Oe. Linha tracejada: campo aplicado de $\pm 300 \text{ Oe}$ a -300 Oe.



Figura 4.13: Mapas ΔZ de cores Η fpara amostra \times X а $[NiFe(15 \text{ nm})/IrMn(4 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 11.$ Abaixo: $Re[\Delta Z]$. $Im[\Delta Z].$ Acima: Esquerda: campo aplicado de -300 Oe a +300 Oe. Direita: campo aplicado de +300 Oe a -300 Oe.



Figura 4.14: Curvas de Magnetização com campo aplicado a $\theta_H = 0^\circ$ e $\theta_H = 90^\circ$ para a amostra $[NiFe(15 \text{ nm})/IrMn(4 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 11.$



Figura 4.15: Medidas $\Delta Z \times H$ para a amostra $[NiFe(15 \text{ nm})/IrMn(4 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 11$, em diferentes frequências. Curvas na cor preta: $Re[\Delta Z]$. Curvas na cor vermelha: $Im[\Delta Z]$. Linha contínua: campo aplicado de -300 Oe a +300 Oe. Linha tracejada: campo aplicado de $\pm 300 \text{ Oe}$ a -300 Oe.



Figura 4.16: Mapas ΔZ de cores Η fpara amostra \times \times а $[NiFe(10 \text{ nm})/IrMn(4 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 11.$ Abaixo: $Re[\Delta Z]$. Acima: $Im[\Delta Z].$ Esquerda: campo aplicado de -300 Oe a +300 Oe. Direita: campo aplicado de +300 Oe a -300 Oe.



Figura 4.17: Curvas de Magnetização com campo aplicado a $\theta_H = 0^\circ$ e $\theta_H = 90^\circ$ para a amostra $[NiFe(10 \text{ nm})/IrMn(4 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 11.$



Figura 4.18: Medidas $\Delta Z \times H$ para a amostra $[NiFe(10 \text{ nm})/IrMn(4 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 11$, em diferentes frequências. Curvas na cor preta: $Re[\Delta Z]$. Curvas na cor vermelha: $Im[\Delta Z]$. Linha contínua: campo aplicado de -300 Oe a +300 Oe. Linha tracejada: campo aplicado de $\pm 300 \text{ Oe}$ a -300 Oe.

4.3.2 Amostras $[NiFe(t_{NiFe})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 31$

Nas Figuras 4.19, 4.22, 4.25 são mostrados os mapas de dispersão de cores $\Delta Z \times H \times f$ das amostras estruturadas em tricamadas de $[NiFe(t_{NiFe})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 31$ com a espessura da camada de NiFe (t_{NiFe}) igual a 10 nm, 15 nm e 20 nm, e nas Figuras 4.20, 4.23, 4.26 é apresentada a evolução das componentes real e imaginária de ΔZ em função do campo H para diferentes frequências.

Podemos observar na parte $Re[\Delta Z]$ e na parte $Im[\Delta Z]$ tanto para o campo crescente como para o campo decrescente uma boa relação sinal ruído nas amostras com 20 nm e com 15 nm de espessura de NiFe. Já para a amostra com espessura de 10 nm de NiFe, amplitude máxima dos picos de ressonância é muito baixa.

As amostras com 20 nm e 15 nm de espessura de NiFe para campo crescente apresenta os dois ramos com resposta apreciável a partir de 1 GHz aproximadamente. Para o campo decrescente o ramo esquerdo desloca-se um pouco para frequência maiores.

Observa-se uma anomalia nos mapas de cores da parte $Im[\Delta Z]$ para regiões de campos superiores a 150 Oe com frequência acima de 4 GHz para a amostra com 20 nm de NiFe. Esta anomalia é confirmada como um segundo pico visível nas curvas $\Delta Z \times H$ para as frequências de 4, 5 GHz e 5 GHz. Este segundo pico pode ser atribuído a um segundo modo de ressonância.

A relação sinal ruido das amostras com 10 nm de NiFe para frequências acima de 4 GHz é fraca portanto os gráficos $\Delta Z \times H$ acima esta frequência não apresentam boa coerência.



Figura 4.19: Mapas ΔZ de cores Η amostra \times f para а \times $[NiFe(20 \text{ nm})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 31.$ Abaixo: $Re[\Delta Z]$. Acima: $Im[\Delta Z].$ Esquerda: campo aplicado de -300 Oe a +300 Oe. Direita: campo aplicado de +300 Oe a -300 Oe.



Figura 4.20: Curvas de Magnetização com campo aplicado a $\theta_H = 0^\circ$ e $\theta_H = 90^\circ$ para a amostra $[NiFe(20 \text{ nm})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 31.$


Figura 4.21: Medidas $\Delta Z \times H$ para a amostra $[NiFe(20 \text{ nm})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 31$, em diferentes frequências. Curvas na cor preta: $Re[\Delta Z]$. Curvas na cor vermelha: $Im[\Delta Z]$. Linha contínua: campo aplicado de -300 Oe a +300 Oe. Linha tracejada: campo aplicado de $\pm 300 \text{ Oe}$ a -300 Oe.



Figura 4.22: Mapas ΔZ de cores Η para amostra \times X f а $[NiFe(15 \text{ nm})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 31.$ Abaixo: $Re[\Delta Z]$. $Im[\Delta Z].$ Acima: Esquerda: campo aplicado de -300 Oe a +300 Oe. Direita: campo aplicado de +300 Oe a -300 Oe.



Figura 4.23: Curvas de Magnetização com campo aplicado a $\theta_H = 0^\circ$ e $\theta_H = 90^\circ$ para a amostra $[NiFe(15 \text{ nm})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 31$.



Figura 4.24: Medidas $\Delta Z \times H$ para a amostra $[NiFe(15 \text{ nm})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 31$, em diferentes frequências. Curvas na cor preta: $Re[\Delta Z]$. Curvas na cor vermelha: $Im[\Delta Z]$. Linha contínua: campo aplicado de -300 Oe a +300 Oe. Linha tracejada: campo aplicado de +300 Oe a -300 Oe.



Figura 4.25: Mapas ΔZ de cores Η amostra \times f para а \times $[NiFe(10 \text{ nm})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 31.$ Abaixo: $Re[\Delta Z]$. $Im[\Delta Z].$ Acima: Esquerda: campo aplicado de -300 Oe a +300 Oe. Direita: campo aplicado de +300 Oe a -300 Oe.



Figura 4.26: Curvas de Magnetização com campo aplicado a $\theta_H = 0^\circ$ e $\theta_H = 90^\circ$ para a amostra $[NiFe(10 \text{ nm})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 31.$



Figura 4.27: Medidas $\Delta Z \times H$ para a amostra $[NiFe(10 \text{ nm})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 31$, em diferentes frequências. Curvas na cor preta: $Re[\Delta Z]$. Curvas na cor vermelha: $Im[\Delta Z]$. Linha contínua: campo aplicado de -300 Oe a +300 Oe. Linha tracejada: campo aplicado de $\pm 300 \text{ Oe}$ a -300 Oe.

4.3.3 Amostras $NiFe(t_{NiFe})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 10$

Nas Figuras 4.28, 4.31, 4.34 são mostrados os mapas de dispersão de cores de $\Delta Z \times H \times f$ das amostras estruturadas em tricamadas de $[NiFe(t_{NiFe})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 10 \text{ com}$ a espessura da camada de NiFe (t_{NiFe}) igual a 10 nm, 15 nm e 20 nm, e nas Figuras 4.29, 4.32, 4.35 é apresentada a evolução das componentes real e imaginária de ΔZ em função do campo *H* para diferentes frequências.

Observa-se uma boa relação sinal ruído nos mapas $\Delta Z \times H \times f$ em todas as amostras. A amplitude do sinal é um pouco baixa na amostra com espessura de NiFe igual a 10 nm. Os ramos de dispersão nos mapas com campo crescente tem um formato bem similar com os ramos com campo decrescente.

Nas amostras com 20 nm de NiFe o surgimento dos ramos em baixa frequência acontece em campos diferentes deixando uma pequena separação, porém apreciável entre eles. Para as amostras de 15 nm e 10 nm de NiFe esta separação entre os ramos é inexistente. As curvas de ΔZ vs. H da amostra com espessura de NiFe igual a 10 nm apresenta picos sobrepostos em 2 GHz que se desdobram em dois picos conforme a frequência vai aumentando.

Nas medidas das amostras com 15 nm e com 10 nm de espessura do NiFe a parte $Im[\Delta Z]$ com campo decrescente é observado uma modificação na dispersão num certo valor de campo.



Figura 4.28: Mapas ΔZ de cores Η para amostra \times f а \times $[NiFe(20\,\mathrm{nm})/IrMn(15\,\mathrm{nm})/Ta(3\,\mathrm{nm})] \times 10.$ Abaixo: $Re[\Delta Z]$. Acima: $Im[\Delta Z].$ Esquerda: campo aplicado de -300 Oe a +300 Oe. Direita: campo aplicado de +300 Oe a -300 Oe.



Figura 4.29: Curvas de Magnetização com campo aplicado a $\theta_H = 0^\circ$ e $\theta_H = 90^\circ$ para a amostra $[NiFe(20 \text{ nm})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 10.$



Figura 4.30: Medidas $\Delta Z \times H$ para a amostra $[NiFe(20 \text{ nm})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 10$, em diferentes frequências. Curvas na cor preta: $Re[\Delta Z]$. Curvas na cor vermelha: $Im[\Delta Z]$. Linha contínua: campo aplicado de -300 Oe a +300 Oe. Linha tracejada: campo aplicado de $\pm 300 \text{ Oe}$ a -300 Oe.



Figura 4.31: Mapas ΔZ de cores Η para amostra \times f а \times $[NiFe(15\,\mathrm{nm})/IrMn(15\,\mathrm{nm})/Ta(3\,\mathrm{nm})] \times 10.$ Abaixo: $Re[\Delta Z]$. Acima: $Im[\Delta Z].$ Esquerda: campo aplicado de -300 Oe a +300 Oe. Direita: campo aplicado de +300 Oe a -300 Oe.



Figura 4.32: Curvas de Magnetização com campo aplicado a $\theta_H = 0^\circ$ e $\theta_H = 90^\circ$ para a amostra $[NiFe(15 \text{ nm})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 10.$



Figura 4.33: Medidas $\Delta Z \times H$ para a amostra $[NiFe(15 \text{ nm})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 10$, em diferentes frequências. Curvas na cor preta: $Re[\Delta Z]$. Curvas na cor vermelha: $Im[\Delta Z]$. Linha contínua: campo aplicado de -300 Oe a +300 Oe. Linha tracejada: campo aplicado de +300 Oe a -300 Oe.



Figura 4.34: Mapas ΔZ de cores Η para amostra \times X f а $[NiFe(10 \text{ nm})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 10.$ Abaixo: $Re[\Delta Z]$. Acima: $Im[\Delta Z].$ Esquerda: campo aplicado de -300 Oe a +300 Oe. Direita: campo aplicado de +300 Oe a -300 Oe.



Figura 4.35: Curvas de Magnetização com campo aplicado a $\theta_H = 0^\circ$ e $\theta_H = 90^\circ$ para a amostra $[NiFe(10 \text{ nm})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 10.$



Figura 4.36: Medidas $\Delta Z \times H$ para a amostra $[NiFe(10 \text{ nm})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 10$, em diferentes frequências. Curvas na cor preta: $Re[\Delta Z]$. Curvas na cor vermelha: $Im[\Delta Z]$. Linha contínua: campo aplicado de -300 Oe a +300 Oe. Linha tracejada: campo aplicado de $\pm 300 \text{ Oe}$ a -300 Oe.

Na Figura 4.37 é mostrada a variação máxima de impedância em função da frequência $(\Delta Z_{max} \times f)$ das amostras estruturadas em tricamadas de $[NiFe(t_{NiFe})/IrMn(4 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times$ 11 com a espessura da camada de NiFe (t_{NiFe}) igual a 10 nm, 15 nm e 20 nm.

A amostra com espessura $t_{NiFe} = 20 \text{ nm}$ tem a variação máxima de 0,75 Ω em 3 GHz na parte $Re[\Delta Z]$ e variação máxima de 0,84 Ω em 3,5 GHz na parte $Im[\Delta Z]$. Cuja mesma foi a que apresentou a variação mais alta entre este conjunto de amostras. A amostra com espessura $t_{NiFe} = 15 \text{ nm}$ tem uma variação máxima de 0,60 Ω em 2,5 GHz na parte $Re[\Delta Z]$ e variação máxima de 0,64 Ω em torno de 2,5 GHz na parte $Im[\Delta Z]$. A amostra com espessura $t_{NiFe} = 10 \text{ nm}$ tem uma variação máxima de 0,20 Ω em 3 GHz na parte $Re[\Delta Z]$ e variação máxima de 0,44 Ω em torno de 3,5 GHz na parte $Im[\Delta Z]$.



Figura 4.37: Valores máximos de ΔZ em função da frequência para as amostras $[NiFe(t_{NiFe})/IrMn(4\,{\rm nm})/Ta(3\,{\rm nm})]\times 11$

Na Figura 4.38 é mostrada a variação máxima de impedância em função da frequência $(\Delta Z \times f)$ das amostras estruturadas em tricamadas de $[NiFe(t_{NiFe})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times$ 31.

A amostra com espessura $t_{NiFe} = 20 \text{ nm}$ tem variação máxima de 1, 16 Ω da parte $Re[\Delta Z]$ em 3 GHz e variação máxima de 1, 25 Ω da parte $Im[\Delta Z]$ em 3, 5 GHz. A amostra com espessura $t_{NiFe} = 15 \text{ nm}$ tem a variação máxima de 1, 06 Ω da parte $Re[\Delta Z]$ em torno de 3 GHz e variação máxima de 1, 16 Ω da parte $Im[\Delta Z]$ em 3, 5 GHz. Já a amostra $t_{NiFe} = 10 \text{ nm}$ tem a maior variação de ΔZ dentre este conjunto de amostras, com máxima variação de 1, 17 Ω da parte $Re[\Delta Z]$ em 3, 5 GHz e a máxima variação de 1, 83 Ω da parte $Im[\Delta Z]$ em 4, 5 GHz.





Figura 4.38: Valores máximos de ΔZ em função da frequência para as amostras $[NiFe(t_{NiFe})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times 31$

Na Figura 4.39 é mostrado a variação máxima de impedância em função da frequência $(\Delta Z \times f)$ das amostras estruturadas em tricamadas de $[NiFe(t_{NiFe})/IrMn(15 \text{ nm})/Ta(3 \text{ nm})] \times$ 10.

A amostra com espessura de $t_{NiFe} = 20 \text{ nm}$ tem variação máxima de 0, 68 Ω da $Re[\Delta Z]$ na faixa de 2, 5 GHz a 3 GHz e variação máxima de 0, 75 Ω da $Im[\Delta Z]$ em 3, 5 GHz. A amostra com espessura de $t_{NiFe} = 15 \text{ nm}$ tem variação máxima de 0, 60 Ω da $Re[\Delta Z]$ e a variação máxima de 0, 64 Ω da $Im[\Delta Z]$ aproximadamente em 2, 5 GHz. Já a amostra com espessura de $t_{NiFe} = 10 \text{ nm}$ tem variação máxima de 0, 27 Ω da $Re[\Delta Z]$ e variação máxima de 0, 37 Ω da parte $Im[\Delta Z]$ em aproximadamente 3, 5 GHz. A amostra com $t_{NiFe} = 20 \text{ nm}$ foi a que apresentou a maior variação.



Figura 4.39: Valores máximos de ΔZ em função da frequência para as amostras $[NiFe(t_{NiFe})/IrMn(15\,{\rm nm})/Ta(3\,{\rm nm})]\times 10$

5. Conclusão e Perspectivas

Neste trabalho estudamos o efeito magnetoimpedância (MI) em filmes a base de *Permalloy* e IrMn que exibem o fenômeno *Exchange Bias*. Vale salientar deste trabalho as seguintes conclusões:

- Produzimos amostras de [NiFe(t_{FM})/IrMn(4nm)/Ta] × 11, [NiFe(t_{FM})/IrMn(15nm)/Ta] × 31 e [NiFe(t_{FM})/IrMn(15nm)/Ta] × 10 para espessura da camada de NiFe (t_{FM}) iguais a 5 nm, 10 nm, 15 nm e 20 nm.
- As amostras fabricadas apresentam campos de EB consistente com os resultados da literatura.
- Foram obtidos os espectros de MI pela primeira vez neste tipo de amostra.
- A amostra [NiFe(15 nm)/IrMn(4 nm)/Ta(3 nm)]×11 apresentou a variação de 0, 75 Ω em 3 GHz na parte Re[ΔZ] e variação máxima de 0, 84 Ω em 3, 5 GHz na parte Im[ΔZ], sendo esta a maior variação da impedância ΔZ_{max} desta classe de amostras. A amostra [NiFe(15 nm)/IrMn(4 nm)/Ta(3 nm)]×11 apresentou a variação de 0, 75 Ω em 3 GHz na parte Re[ΔZ] e variação máxima de 0, 84 Ω em 3, 5 GHz na parte Im[ΔZ], sendo esta a maior variação da impedância ΔZ_{max} desta classe de amostras. A máxima variação da impedância [ΔZ] foi obtido na frequência de 3, 5 GHz na parte real Re[ΔZ] e em 4, 5 GHz na sua parte imaginária Im[ΔZ] da amostra
 [NiFe(5nm)/IrMn(15nm)/Ta(3nm)]×31. Isso mostra que o Py/IrMn é propício para

o uso em sensores de campo baseados no efeito magnetoimpedância.

As próximas etapas no trabalho são:

- Adaptar e desenvolver modelos teóricos que descrevam as curvas de magnetização e as curvas de MI × H para esta faixa de frequência medida e simular as relações de dispersão das amostras estudadas.
- Estender as medidas de MI para uma faixa de frequências ainda maior.
- Realizar medidas utilizando uma guia de onda duas portas na magnetometria por analisador vetorial de rede para melhorar a sensibilidade e reduzir os erros.

Bibliografia

- W. H. Meiklejohn and C. P. Bean. New magnetic anisotropy. *Physical Review*, 102(5), Jun 1956.
- [2] W. H. Meiklejohn and C. P. Bean. New magnetic anisotropy. *Physical Review.*, 105(3), 1957.
- [3] J. Nogués and Ivan K. Schuller. Exchange bias. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 192(2), 1999.
- [4] R. L. Stamps. Mechanisms for exchange bias. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 33(23), 2000.
- [5] R. B. da Silva, A. D. C. Viegas, V. P. Nascimento, M. A. Correa, L. F. Schelp,
 E. Baggio-Saitovitch, and R. L. Sommer. High frequency magnetoimpedance in Ni₈₁Fe₁₉/Fe₅₀Mn₅₀ exchange biased multilayer. Applied Physics Letters, 94(4), 2009.
- [6] A new paradigm for exchange bias in polycrystalline thin films. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 322(8), 2010.
- [7] S. Tacchi, M. Madami, G. Gubbiotti, G. Carlotti, W. Jung, and C. A. Ross. Spin waves in exchange-biased NiFe/IrMn circular nanorings. *Journal of Applied Physics*, 103(7), 2008.
- [8] B.D. Cullity e C.D Graham. Introduction to Magnetic Materials, 2th edition. *Wiley-IEEE Press.*, 2008.
- [9] Sergio M. Rezende. Materiais e Dispositivos Eletrônicos, 2th edition. *Editora Livraria da Física*, São Paulo, 2004.

- [10] W. H. Meiklejohn. Exchange anisotropy A review. *Journal of Applied Physics*, 33(3), 1962.
- [11] J. Nogués, J. Sort, V. Langlais, V. Skumryev, S. Surinach, JS Munoz, and MD Baró. Exchange bias in nanostructures. *Physics reports*, 422(3), 2005.
- [12] Alberto Passos Guimarães. Principles of Nanomagnetism. Springer, 2009.
- [13] Alberto Passos Guimarães. Magnetismo e ressonância magnética em sólidos. *Edusp.*, 2009.
- [14] D. Mauri, H. C. Siegmann, P. S. Bagus, and E. Kay. Simple model for thin ferromagnetic films exchange coupled to an antiferromagnetic substrate. *Journal of Applied Physics*, 62(7):3047–3049, 1987.
- [15] A. D. C. Viegas, M. A. Correa, L. Santi, R. B. da Silva, F. Bohn, M. Carara, and R. L. Sommer. Thickness dependence of the high-frequency magnetic permeability in amorphous *Fe*_{73.5}*CuNb*₃*Si*_{13.5}*B*₉ thin films. *Journal of Applied Physics*, 101(3), 2007.
- [16] C. Kittel. Introduction to Solid State Physics, 8th edition. Wiley., 2004.
- [17] A.N. Slavin G.Srinivasan. High Frequency Process in Magnetic Materials. World Scientific, 1995.
- [18] A. Yelon, D. Menard, M. Britel, and P. Ciureanu. Calculations of giant magnetoimpedance and of ferromagnetic resonance response are rigorously equivalent. *Applied Physics Letters*, 69(20), 1996.
- [19] C. Garcia, J. M. Florez, P. Vargas, and C. A. Ross. Asymmetrical giant magnetoimpedance in exchange-biased NiFe. *Applied Physics Letters*, 96(23), 2010.
- [20] Ricardo Barrreto da Silva. Processos de magnetização e magnetoimpedância em filmes com exchange bias. *Tese de Doutorado, UFSM*, 2006.
- [21] Antonio Marcos Helgueira de Andrade. Magnetoimpedância e dinâmica da magnetização em multicamadas de $Ni_{81}Fe_{19}/Ag$ e $Ni_{81}Fe_{19}/Cu$. Tese de Doutorado, UFSM, 2006.

[22] Michael Hiebel. Fundamentals of Vector Network Analysis. *Rhodes&Shwarz*, 2007.