

**UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM FÍSICA**

**Manipulação das Direções de Anisotropias
Magnéticas em Válvulas de Spin Depositadas em
Incidência Oblíqua**

ALISSON CARLOS KROHLING

VITÓRIA-ES
2019

ALISSON CARLOS KROHLING

**Manipulação das Direções de Anisotropias
Magnéticas em Válvulas de Spin Depositadas em
Incidência Oblíqua**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Física do Centro de Ciências Exatas da Universidade Federal do Espírito Santo, como requisito parcial para obtenção do título em Doutor em Física, na área de Física da Matéria Condensada.

Orientador: Prof. Dr. Edson Passamani Caetano

Coorientador: Prof. Dr. Thiago Eduardo Pedreira Bueno

VITÓRIA-ES

2019

Ficha catalográfica disponibilizada pelo Sistema Integrado de Bibliotecas - SIBI/UFES e elaborada pelo autor

K93m Krohling, Alisson Carlos, 1990-
Manipulação das direções de anisotropias magnéticas em válvulas de spin depositadas em incidência oblíqua. / Alisson Carlos Krohling. - 2019.
189 f. : il.

Orientador: Edson Passamani Caetano.
Coorientador: Thiago Eduardo Pedreira Bueno.
Tese (Doutorado em Física) - Universidade Federal do Espírito Santo, Centro de Ciências Exatas.

1. Anisotropias magnéticas. 2. Válvulas de spin. 3. Magnetron sputtering. 4. Magnetismo. I. Caetano, Edson Passamani. II. Bueno, Thiago Eduardo Pedreira. III. Universidade Federal do Espírito Santo. Centro de Ciências Exatas. IV. Título.

CDU: 53



UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM FÍSICA

“Manipulação das Direções de Anisotropias Magnéticas em Válvulas de Spin Depositadas em Incidência Oblíqua”

Alisson Carlos Kröhling

Tese submetida ao Programa de Pós-Graduação em Física da Universidade Federal do Espírito Santo como requisito parcial para a obtenção do título de Doutor em Física.

Aprovada por:

Prof. Dr. Rubem Luis Sommer
(CBPF/RJ)

Prof. Dr. Waldemar Augusto de A. Macedo
(CDTN/MG)

Prof. Dr. Antonio Alberto Ribeiro Fernandes
(DFIS/UFES)

Prof. Dr. Edson Passamani Caetano
(Orientador - PPGFis/UFES)

Prof. Dr. Thiago Eduardo Pedreira Bueno
(Coorientador - PPGFis/UFES)

Prof. Dr. Valberto Pedruzzi Nascimento
(PPGFis/UFES)

Vitória-ES, 30 de agosto de 2019.

Ao meu Pai José e a minha Mãe Luciana,
pelo enorme amor e incentivo, e em memória ao meu irmão Carlos.

Agradecimentos

Muitas pessoas contribuíram para a elaboração desta tese, as quais eu não poderia deixar de citar aqui. Primeiramente, agradeço a minha família pelo apoio e dedicação, que sempre persistiram durante toda minha formação acadêmica.

Agradeço ao meu orientador, Prof. Dr. Edson Passamani Caetano, que sempre esteve presente durante o meu doutorado, sempre estava disponível para dúvidas e sugestões para enriquecimento da pesquisa e pelas inúmeras vezes que passava no laboratório para verificar o progresso da pesquisa. Ao Prof. Dr. Thiago Eduardo Pedreira Bueno pela co-orientação, pela enorme disponibilidade durante as diversas vezes que precisamos realizar medidas de FMR na UFMG e as incontáveis horas extras de auxílio nas medidas e discussões sobre FMR. Agradeço também ao Prof. Dr. Valberto Nascimento pela assistência nas medidas de difração de raios-X e pelas discussões durante a minha pesquisa de doutorado. Também agradeço aos professores que indiretamente participaram de minha formação acadêmica, dentre eles o Prof. Dr. Jorge Luis, o Prof. Dr. Wanderlã Scopel, Prof. Dr. Jose Rafael e ao Prof. Dr. Carlos Larica.

Agradeço a Prof. Dr. Elisa Maria Baggio Saitovitch pela oportunidade da bolsa de doutorado sanduíche e colaboração no meu projeto de pesquisa. Esta bolsa possibilitou a realização de um estágio doutoral na Technische Universität Braunschweig (DAAD/CAPES - Probal) sob a co-orientação do Prof. Dr. Fred Jochen Litterst, o qual deixou em mim uma forte impressão pela sua acolhedora receptividade e pelo seu vasto conhecimento de Física. Agradeço ainda ao Prof. Dr. Dirk Menzel, pela colaboração nas medidas magnéticas, e ao Prof. Dr. Heiko Bremers pela assistência das medidas de difração de raios-X.

Na UFMG contei com importantes colaborações. Dentre elas, agradeço ao Prof. Dr. Klaus Krambrock pela ajuda, discussão e colaboração nas medidas de FMR, ao colega Bruno, pelo auxílio nas medidas de FMR. Ao Prof. Dr. Roberto Paniago e ao Prof. Dr. Gustavo Foscolo pela colaboração nas medidas de MOKE e pelo auxílio na montagem do equipamento.

Na UnB, agradeço ao Prof. Dr. Jorlandio e ao Prof. Dr. Leandro pela oportunidade e pelas colaborações em medidas de FMR.

Aos colegas do Laboratório Nacional de Luz Síncrotron, Thiago Mori e Márcio Soares, pela imensa disponibilidade e auxílio das medidas e discussões sobre XMCD, DRX e GIXRD.

Agradeço as incontáveis contribuições e parceria que tive dos colegas do Laboratório LEMAG durante o todo o meu percurso do mestrado e doutorado. Vale recordar alguns desses colegas que participaram desta jornada com importantes colaborações e discussões sobre os mais variados assuntos. Agradeço ao Rafael, pelo apoio até nas situações mais inusitadas; ao Tales, ao Jhone, ao Gustavo e ao Carlos Guimarães pela assessoria no início e durante a pesquisa; ao Carlos Henrique e ao Anderson, meus colegas de pesquisa; ao Murilo pelas discussões sobre a técnica refletividade de raios-X; ao Wallace agradeço pela colaboração.

Agradeço a minha namorada, Rízzia, pelas incontáveis horas de discussão sobre física e filosofia e pelo enorme apoio durante o processo de escrita da tese.

Por fim, quero deixar ainda meus agradecimentos as instituições responsáveis pela minha formação. Agradeço ao Programa de Pós-graduação em Física da UFES e as agências de fomento CNPq, Capes e DAAD, sem as quais essa pesquisa não seria possível.

... as teorias científicas nunca são inteiramente justificáveis ou verificáveis, mas são suscetíveis de se verem submetidas à prova.

Karl Popper

Resumo

Utilizamos a técnica de *magnetron sputtering* com configuração confocal das *magnetrons*, desenvolvemos um método para controle dos eixos de anisotropias em acoplamentos não colineares entre as camadas ferromagnéticas de válvulas spin Si(100)/Cu(8nm)/Py(10nm)/Cu(5nm)/Co(10nm)/IrMn(8nm)/Cu(3nm) modificadas morfologicamente pela deposição por *sputtering* oblíquo. Induzimos dois diferentes tipos de morfologias mantendo o porta-amostra: (i) rotacionando, produzindo camadas com grãos aleatórios cristalinos, ou (ii) estática, condição onde o efeito de sombreamento (*shadowing effect*) surge da incidência do ângulo oblíquo dos átomos ejetados, produzindo camadas com grãos colunares orientados em direções predeterminadas por esta inclinação. As camadas semente (*buffer*) de Cu(8nm) e a camada de Py(10nm) foram sempre depositadas em fase, com as mesmas orientações dos grãos colunares; a camada espaçadora de Cu(5nm) foi depositada com dois tipos de estruturas, uma com grãos colunares fora do plano (substrato parado), e a outra com os grãos orientados aleatoriamente no plano (substrato rodando), enquanto os grãos das camadas de Co e IrMn foram orientados em diferentes direções, relativo à camada de Py. Devido a essas estruturas colunares: (i) induzimos uma rugosidade artificial entre as camadas de Py(10nm) e a camada espaçadora de Cu(5nm) e (ii) estabelecemos anisotropias magnéticas uniaxiais, com direções predeterminadas nas camadas Py e Co. Estabelecemos uma gama de ângulos entre as direções dos eixos de anisotropias das camadas de Py e Co em um intervalo de 0° até 90°, resultando em um acoplamento magnético não colinear das válvulas de spins. Estes tipos de estruturas magnéticas artificiais não são encontrados em dispositivos de válvulas de spin convencionais com espaçadores passivos, em que o acoplamento magnético é basicamente governado pelas interações de troca bilinear e biquadrática. Os acoplamentos de troca entre as camadas de Py e Co e as direções dos eixos de anisotropias das camadas ferromagnéticas foram fortemente modificadas devido à rugosidade interfacial, induzida pelo desalinhamento dos grãos colunares das camadas, e/ou devido à diferença da morfologia do espaçador de Cu, induzida durante a deposição. Os diferentes ângulos das anisotropias uniaxiais das camadas de Py e Co, assim como a anisotropia unidirecional da interface de Co/IrMn,

são profundamente dependentes do tipo de estrutura dos grãos (colunares ou aleatórios) e da rugosidade da interface Co/IrMn das válvulas de spin. Os resultados de magnetorresistência são independentes da morfologia da camada espaçadora de Cu(5nm), produzindo um valor médio de 2,5% semelhante aos valores reportados na literatura para esse sistema. Em síntese, a metodologia que nós desenvolvemos neste trabalho para a preparação das válvulas de spins, permitiu um controle extra sobre o magnetismo dessas heteroestruturas que podem ser promissoras para aplicações tecnológicas. Novos estudos para espessuras menores da camada do espaçador de Cu (ou outro metal espaçador) são necessárias para viabilizar futuras aplicações destas válvulas de spins.

Abstract

Using DC *magnetron sputtering*, with *confocal magnetron* configuration, an experimental method was developed to set controlled non-collinear anisotropy axes in ferromagnetic layers of Si(100)/Cu(8nm)/Py(10nm)/Cu(5nm)/Co(10nm)/IrMn(8nm)/Cu(3nm) morphologically modified spin valve heterostructures. The different morphologies were induced by keeping the sample holder: either (i) spinning, producing layers with random crystalline grains, or (ii) static, a condition where the shadowing effect arises from the oblique angle incidence of the sputtered atoms, producing layers with columnar grains orientated in convenient directions. In this sense, Cu and Py layers were always deposited with in-phase columnar grain orientations, the Cu spacer layers were prepared either with out-of-plane columnar grain structures or in-plane random grains and the Co and IrMn layers columnar grains were orientated in different directions relative to the Py layer. Due to these columnar structures: (i) an artificial roughness emerged between the Py and Cu spacer layers and (ii) large uniaxial magnetic anisotropies, with pre-set directions, were established in the Py and Co layers. It was possible to establish the angle between the anisotropy axes directions of the Py and Co layers in a continuous interval from zero to 90°, resulting in a non-collinear magnetic coupling of structures. These types of artificial magnetic structures are not found in conventional spin valve devices with passive spacers in which the magnetic coupling is basically governed by bilinear and biquadratic spin interactions. The Co and Py interlayer magnetic couplings and the anisotropy axes directions of the ferromagnetic layers were strongly changed due to an artificial roughness induced by the misalignment of the layer's columnar grains and/or due to the different Cu spacer morphology induced during the deposition. The different angles of the uniaxial anisotropies of the Py and Co layers as well as of the unidirectional anisotropy at the Co/IrMn interface are deeply dependent on the type of grain structures (columnar or random) and roughness of the Co/IrMn interface of spin valves. Magnetoresistance results are independent on Cu layer morphologies, producing a value of 2.5 % for 5 nm thick Cu spacer. In brief, the methodology that we present here for spin valve preparation allows an extra control over the magnetism of the spin valve heterostructures, which can be promising for technological applications.

New studies, with thinner Cu spacer layer (or other metal) are required to show further applications of this type of spin-valve system.

Lista de Figuras

- Figura 2.1 - Esquema dos acoplamentos de trocas entre camadas ferromagnéticas 1 e 2 no caso da existência somente do termo bilinear (J_{bl}), onde os acoplamentos magnéticos são paralelos (Figura 2.1(a) $\theta = 0^\circ$, com $J_{bl} > 0$) ou antiparalelo (b) $\theta = 180^\circ$, com $J_{bl} < 0$ (dependendo do sinal de J_{bl}). Em (c), o acoplamento é não colinear de 90° ocorre devido ao termo adicional biquadrático na energia de troca..... 7
- Figura 2.2 – Esquema de possíveis estruturas de spins (representados por setas) em um composto formado por uma interface de materiais FM e AF. Na interface AF/FM, os spins do AF estão compensados, conseqüentemente os mais internos estão livres para uma rotação na estrutura de domínio, reduzindo assim a anisotropia magnética do AF, e conseqüentemente provocando uma “extinção” do efeito de EB. 10
- Figura 2.3 - Esquema do arranjo de camadas nanométricas de distintos materiais (FM, AF, NM) de uma possível válvula de spins. O substrato sugerido é o silício, por ser um dos principais materiais utilizados na eletrônica básica. O Cu (*buffer*) como camada semente para crescimento da fase cúbica de face centrada (FCC) do *permalloy* ($Py = Ni_{81}Fe_{19}$), que é o ferromagneto mole, o Cu espaçador (propiciar o acoplamento entre as camadas de Py e Co), o Co sendo o ferromagneto duro, o IrMn que é o AF com temperatura de Néel $T_N = 690 K$ [1] e Cu para redução de oxidação do sistema.... 11
- Figura 2.4 - Esquemas de deposição em geometrias oblíquas. Os ângulos θ e β são respectivamente os ângulos que os feixes incidentes e as colunas depositadas fazem com a normal ao plano do substrato [16]. 14
- Figura 2.5 - Lado esquerdo: Imagens de TEM superfícies do filmes e perfil (ao longo do material depositado) de filmes de Co depositados com ângulo de incidência θ do feixe de vapor dos átomos entre zero e 85° . Em (a), as deposições normais ($\theta = 0^\circ$) e oblíqua com $\theta = 85^\circ$. Em (b), o perfil visto de cima dos filmes de (a), ressaltando as diferentes topografias e em (c), deposições para $\theta = 60^\circ$ e 70° . Do lado direito, relação entre β (obtidos das medidas de TEM) versus θ (parâmetro de entrada)[56]. 16
- Figura 2.6 - Lado esquerdo: filmes de Mo depositados com ângulos de incidências θ iguais (a) 0° , (b) 30° , (c) 45° , (d) 60° , (e) 75° (f) 85° com o substrato parado relativo ao feixe de modo a gerar o efeito de sombreamento. Nas figuras (g), (f), (h), (i), (j) e (l)

- temos o perfil topográfico das figuras (a)-(f) respectivamente. No lado direito, temos as imagens de SEM dos filmes de Mo depositados para diferentes valores de θ (a) e (d) 45° ; (b) e (e) 75° e (c) e (f) 85° com a deposição sendo realizada com rotação do substrato, notamos a redução do efeito de sombreamento [58]. 18
- Figura 2.7 - Laços de histereses magnéticas para materiais ferromagnéticos com campo aplicado em diferentes direções relativamente à direção do monocristal: (a) Fe, (b) Ni e (c) Co [1]. 20
- Figura 2.8 - Esquema de um laço característico de EB em uma Interface AF/FM, onde são representados os campos coercivo H_C e de *Exchange Bias* H_{EB} . A adaptada da literatura [44]. 23
- Figura 2.9 - Comportamentos do campo de anisotropia rotatória (RA) e campo de *Exchange Bias* (H_E) do sistema Cu(6nm)/Ni₈₁Fe₁₉(10 nm)/Ir₂₀Mn₈₀(0 - 14 nm) em função da espessura da camada do AF [29]. 24
- Figura 2.10 - Representação de laços de histereses de materiais com interfaces AF/FM, mas com a fase AF em três situações distintas: (a) t_{AF} pequena o suficiente para que não haja formação do estado AF (t_1), (b) t_{AF} espesso mas não o suficiente para estabilizar a fase AF com sua anisotropia adequada (t_2) e (c) t_{AF} espesso o suficiente para que o estado AF (t_3), com anisotropia magnética alta, esteja estabilizado. 25
- Figura 2.11 - (a) Esquema do processo de deposição oblíqua adaptada de Zhu et al. [24] para crescimento dos filmes de Py de 30 nm de espessura. A direção da anisotropia uniaxial (de forma) induzida é representada nessa figura. (b) aços $M(H)$ dos filmes de Py tomados a 300 K. 25
- Figura 2.12 - Lado esquerdo: (a) Ilustração esquemática do arranjo de pulverização do trabalho de Wang et al. [59]. O ângulo oblíquo é marcado como θ e a inserção mostra a direção de fácil do eixo das amostras. (b) e (c) são imagens de seção transversal SEM dos filmes de Py de 100 nm, crescidos normal ($\theta = 0^\circ$) e com ângulo oblíquo de $\theta = 50^\circ$, respectivamente. As setas sólidas representam a direção de crescimento dos grãos colunares, enquanto as setas tracejadas referem-se à direção do feixe de incidência. No lado direito, estão os laços $M(H)$ para os filmes com diferentes espessuras de Py. 27

- Figura 2.13 - (a) laços $M(H)$ tomados na direção de fácil magnetização dos filmes depositados para diferentes ângulos oblíquos, conforme indicado na figura. (b) Esquema da deposição oblíqua dos filmes de CoFeB de 40 nm , (c) imagem de microscopia para deposição oblíqua em $\theta = 70^\circ$ (nanocoluna $\beta = 30^\circ$) [25].27
- Figura 2.14 - (a) Medida dos campos de anisotropia de filme de 5.0 nm de Co em função do ângulo oblíquo para os três sistemas, (*) $\text{SiO}_2/\text{Co}/\text{Au}$ - cobalto depositado com θ variável, (\square) $\text{NiO}/\text{Ta}/\text{Co}/\text{Au}$ e (\bullet) $\text{SiO}_2/\text{Ta}/\text{Co}/\text{Au}$ – ambos depositados com o cobalto normal $\theta = 0^\circ$ e somente o ângulo θ da camada *buffer* de Ta varia. (b) imagem de microscopia TEM do sistema $\text{Co}/\text{Cu}/\text{Co}$ com $7,5\text{ nm}$ de Ta depositado com $\theta = 60^\circ$. Parte inferior representa modelo colunar do sistema.28
- Figura 2.15 - (a) Esquema de deposição oblíqua ($\beta = \pi/2 - \theta$), (b) laços de histereses para FeCo/IrMn depositado em $\beta = 0^\circ, 16^\circ$ e 30° medidos em temperatura ambiente, com o campo magnético aplicado nos eixo fácil e duro. (c) difração de raios-X das multicamadas de FeCo/IrMn em vários ângulos oblíquos [19].29
- Figura 2.16 - (a) esquema de deposição oblíqua com campo magnético aplicado ao loco do eixo fácil do sistema. (b) laços de histereses medidos em temperatura ambiente ao longo dos eixos fácil e difícil para o sistema $\text{NiFe}(125\text{nm})/\text{IrMn}(15\text{nm})$ crescidos em diferentes ângulos oblíquos [20].30
- Figura 2.17 - (a) Lado esquerdo: temos o esquema de deposição oblíqua com o *KEB* estabelecido devido ao campo magnético aplicado ao longo do eixo- y , e a anisotropia uniaxial KU no eixo- x para a deposição oblíqua. No lado direito (a)-(g) são representados os laços $M(H)$ medidos ao longo da direção do eixo- x e do eixo- y [21].32
- Figura 3.1- Esquema de uma fonte *magnetron sputtering*, contendo o alvo do material do qual se deseja formar o filme, o substrato e os átomos iniciando a deposição, os ímãs permanentes que direcionam o plasma (feixe de íons Ar) para o alvo estão esquematizados [65].35
- Figura 3.2 - Foto do equipamento *Magnetron Sputtering* instalado no LEMAG.36
- Figura 3.3 - Esquema da geometria da deposição oblíqua por *Sputtering Orion-8* da AJA Internacional. O ângulo oblíquo θ do *Sputtering Orion-8* é de 32° . O ângulo ϕ_i é o ângulo azimutal que a direção [110] do Si faz com um arbitrário magnetron.42

Figura 3.4 - Configuração da geometria de deposição oblíqua por <i>sputtering</i> . Esquema para escolha arbitrária de um ângulo azimutal φ onde será preestabelecido o ângulo φ entre a direção da anisotropia uniaxial da camada de Py e a de Co.	43
Figura 3.5 - Deposição por etapas das camadas seguindo a ordem Cu(3nm), Py(10nm), Cu(5nm), Co(10nm), IrMn(8nm) e Cu(3nm) para duas válvulas de spin: (a) $VS-\varphi = 0^\circ$ e (b) $VS-\varphi = 90^\circ$; segundo a nomenclatura de referência dos ângulos azimutais (vide Tabela 3.3).	44
Figura 3.6 - Diagrama da textura de grãos colunares das camadas depositadas paradas e os eixos de anisotropias das camadas ferromagnéticas (Py e Co) e da anisotropia unidirecional, representada na camada de IrMn. Nas figuras está realçada a textura colunar devido ao efeito de <i>self-shadowing</i> (efeito de sombreamento na deposição oblíqua).....	45
Figura 3.7 - Representação dos eixos de anisotropias das camadas magnéticas para o espaçador de Cu(5nm) depositado girando ($\omega = 40 \text{ rpm}$). Na figura está realçada a quebra de morfologia devido à deposição girando do espaçador de Cu(5nm), entretanto as outras camadas ainda apresentam textura colunar devido ao efeito de <i>self-shadowing</i> para a estabilização dos eixos de anisotropias.....	46
Figura 3.8 – (a) Equipamento de raios-X utilizado da marca <i>Rigaku</i> modelo <i>Ultima IV</i> . Diagrama da difração de Bragg, geometria $\theta-2\theta$ (Bragg-Brentano) e a diferença de caminho óptico entre os dois feixes incidentes [68].....	48
Figura 3.9 - Diferença da contribuição dos sinais das orientações dos grãos constituintes de um sistema. Na análise convencional de raios-X ($\theta-2\theta$), as reflexões paralelas ao plano do filme são observadas, enquanto na análise de raios-X rasantes (GIXRD) outras contribuições não paralelas também estão presentes no padrão de difração.	49
Figura 3.10 - Curva de refletividade de raios-X (padrão XRR) para um filme com especificação dos principais parâmetros obtidos da técnica de RRX. Todos os padrões de XRR obtidos neste trabalho foram ajustados usando o programa <i>Dyna</i> [72]. Assim, foram determinados quantitativamente os valores das espessuras e rugosidades interfaciais das camadas individuais, a camada formada devido ao processo de interdifusão, etc [71,73].....	50

Figura 3.11 – (a) Ilustração de detecção do fotodiodo para as deflexões verticais e horizontais do cantilever. (b) esquema simplificado do microscópio AFM SPM-9600 [76].....	51
Figura 3.12 - Fotos do equipamento <i>PPMS-Evercool-II</i> da empresa <i>Quantum-Design</i> e do módulo VSM usado neste trabalho. O sistema é constituído por um ciclo fechado de Hélio. A amostra é presa em um suporte de quartzo que está anexada a uma haste de fibra de carbono. Essa haste é presa por pino magnético no motor do VSM. A amostra fica termalizada na temperatura escolhida, as medidas podem ser feitas na faixa de temperatura entre 2 K e 1000 K, e nesta tese foi escolhida a temperatura de 300 K.	53
Figura 3.13 - Esquema da montagem das VS no suporte do VSM e alguns ângulos de medida da referência [110] do Si com relação ao campo magnético externo aplicado (esquema para o Conjunto I de amostras).	53
Figura 3.14 - Representação de uma medida $M(H)$ de uma válvula de spin (VS) na direção paralela aos eixos uniaxiais e unidirecional. Devido a configuração da VS, sabendo da existência da interface Co/IrMn que resulta em um deslocamento em campo para o ciclo de histerese neste ensaio, é possível identificar o laço correspondente as camadas livre e presa.....	55
Figura 3.15 -Montagem do aparato de L-MOKE para medidas dos laços $M(H)$ do Conjunto II. Uma varredura angular de 0° a 360° foi realizada neste estudo com o auxílio de um goniômetro.	56
Figura 3.16 - Geometrias de medidas do MOKE – polar (P), longitudinal (L) e transversal (T), respectivamente.[81]	57
Figura 3.17 - Esquema do equipamento de ressonância ferromagnética com seus principais itens: Eletroímã, gaussímetro, Gerador de micro-ondas (<i>Klystron</i>), bobinas de modulação, <i>lock-in</i> e uma cavidade ressonante. Um circulador é empregado de tal forma que o micro-ondas é direcionado para o detector e não retorne ao gerador. .	59
Figura 3.18 - Sistema de referência para o cálculo da dispersão da energia para uma válvula de Spin. O eixo z esta perpendicular à superfície da amostra [89].	61
Figura 3.19 - Geometria de medida de GMR. (a) esquema tensão (V) x corrente (i) do método de 4 pontas, (b) e (c) dispositivo de 4 pontas, acoplado no módulo de	

- resistividade do sistema de PPMS. Configuração de medidas longitudinal (d) e transversal (e).....63
- Figura 3.20 - Laços de histerese e respectivas curvas de magnetorresistência de 3 diferentes sistemas magnéticos: (a) sistema de multicamadas com alta anisotropia, (b) dois materiais ferromagnéticos acoplados antiferromagneticamente e (c) sistema de válvula de spin. Adaptado de [92]65
- Figura 4.1 - Representação dos eixos de anisotropias uniaxiais das camadas de Py e Co e *Exchange Bias* nominais induzidas no processo de deposição oblíqua (OAD) para os Conjuntos I e II. Preparamos as camadas de Cu (*buffer*) e Py para um $\varphi = 0^\circ$ por OAD, enquanto as demais camadas que compõe as VS tem orientação variada e indicada na figura.....66
- Figura 4.2 - Difratoograma GIXRD do sistema Si(100)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Py(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\varphi=0^\circ$). A linha preta representa o ajuste teórico por gaussiana, enquanto a linha tracejada vertical sugere o pico angular esperado para a difração da camada Py bulk sem tensão. No lado direito, apresentamos o esquema do empilhamento das camadas.68
- Figura 4.3 - Difratoograma GIXRD do sistema Si(100)/Cu(5nm- $\varphi=0^\circ$)/Co(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\varphi=0^\circ$). A linha preta representa o ajuste teórico por gaussiana, enquanto a linha tracejada vertical sugere o pico angular esperado para a difração da camada Co *bulk* sem tensão interna. No lado direito, apresentamos o esquema do empilhamento das camadas.69
- Figura 4.4 - Difratoograma GIXRD do sistema com *Exchange Bias*: Si(100)/Cu(5nm- $\varphi=0^\circ$)/Co(10nm- $\varphi=0^\circ$)/IrMn(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\varphi=0^\circ$). As linhas tracejadas azul e vermelha representam as posições angulares onde deveríamos encontrar os picos de difração das camadas de IrMn e Co *bulk* respectivamente. No lado direito apresentamos o esquema do empilhamento das camadas.....70
- Figura 4.5 - Representação dos empilhamentos tomando como base o substrato de Si, onde apresentamos as direções X[100],Y[010] e Z[001] e os planos de difração (111) das camadas de Py, Co e IrMn. Lado direito: Tabela mostrando os valores dos desvios relativos dos parâmetros de redes [$\Delta a/a(\%) = \text{misfit}$] entre as diferentes interfaces no caso de materiais *bulk*.72

- Figura 4.6 - Padrões de difrações de GIXRD das VS: Si(110)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Py(10nm- $\varphi=0^\circ$ /Cu(5nm- φ_i)/ Co(10nm- φ_i)/IrMn(8nm- φ_i)/Cu(3nm- φ_i), $\varphi_i = 0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ e 90° . As linhas sólidas representam os ajustes através de curvas gaussianas. As linhas verticais tracejadas indicam as posições angulares esperadas para as camadas de Co e IrMn. 73
- Figura 4.7 b- Padrões de Difração de raios-x (DRX) convencionais (θ - 2θ) para as VS- φ_i : Si(110)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Py(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(5nm- φ_i)/Co(10nm- φ_i)/IrMn(8nm- φ_i)/Cu(3nm- φ_i), $\varphi_i = 0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ e 90° . As linhas pontilhadas pretas representam as posições angulares dos picos de Co e IrMn no bulk sem tensão. 75
- Figura 4.8 - Padrões Refletividade de Raios-X (RRX) das diferentes configurações que compõem as VS deste trabalho. Todas as camadas depositadas seguindo as condições do Conjunto I (deposição oblíqua) e para uma orientação em fase entre as orientações dos grãos colunares ($\varphi = 0^\circ$). As linhas sólidas pretas correspondem aos ajustes dos padrões RRX usando o programa Dyna. 76
- Figura 4.9 - Valores das espessuras nominais (eixo horizontal) e real (vertical) para cada material que foi depositado seguindo a roteiro do Conjunto I das VS deste trabalho. As camadas são Cu(8nm)- Laranja, Py(10nm)-Verde, Cu(5nm)-Laranja-Listrado, Co(10nm)-Vermelho e IrMn(8nm)-Azul. A rugosidade interfacial é representada na cor cinza. Estes valores, obtivemos usando o programa Dyna [72]. 78
- Figura 4.10 - Imagens de Microscopia de Força Atômica (AFM) das superfícies dos filmes (a) Py (10nm); (b) Cu(5nm); (c) Co(10nm) e (d) IrMn(8nm). Todas as imagens têm $1 \times 1 \mu m^2$, a barra horizontal tem escala de $200 nm$ corresponde à região assinalada, ressaltando que as alturas dos grãos (partículas) para fora do plano com valor máximo de $2,5 nm$ (pontos mais claros). 79
- Figura 4.11 - Imagens de Microscopia de Força Atômica (AFM) das superfícies dos filmes (a) Py(10nm); (b) Cu(5nm); (c) Co(10nm) e (d) IrMn(8nm). Todas as imagens têm $1 \times 1 \mu m^2$ 80
- Figura 4.12 - Padrões de RRX para as VS- φ , onde $\varphi = 0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ e 90° do conjunto I. As linhas sólidas correspondem aos ajustes dos dados experimentais usando o programa Dyna, com parâmetros previamente determinados nas análises dos padrões de RRX das amostras CPC. 82

- Figura 4.13 - Valores de espessuras (t) e rugosidade interfaciais (σ) obtidos do ajuste dos padrões RRX das $VS-\varphi$. Cada coluna representa uma dada camada de uma dada amostra ($VS-\varphi$), tal que as cores: preta para a $VS-\varphi = 0^\circ$, a vermelha para $VS-\varphi = 30^\circ$, a azul para $VS-\varphi = 45^\circ$, a magenta para $VS-\varphi = 60^\circ$ e a verde para $VS-\varphi = 90^\circ$, a cor cinza representa a espessura nominal. 82
- Figura 4.14 - Padrões de GIXRD das heteroestruturas Si(100)/Cu(5nm)/Co(10nm) preparadas com a camada de Cu sendo crescida com rotação do substrato (curva vermelha) e parado (curva preta). 84
- Figura 4.15 - Padrões GIXRD da heteroestrutura Si(100)/Cu(5nm)/Co(10nm)/IrMn(8nm), com a camada espaçadora 5 nm de Cu depositada parada (preta) e girando (vermelha). 85
- Figura 4.16 - Padrão GIXRD para a heteroestrutura $VS-\varphi = 45^\circ$ do Conjunto II (deposição da camada espaçadora de Cu(5nm) girando). 86
- Figura 4.17 - Padrões de DRX ($\theta-2\theta$) das $VS-\varphi = 0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ e 90° do Conjunto II (espaçador de Cu(5nm) depositado com substrato girando). 87
- Figura 4.18 - Padrões RRX para as $VS-\varphi = 0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ e 90° do Conjunto II. A linha sólida preta é resultado do ajuste usando o programa Dyna. 89
- Figura 4.19 - Valores de espessuras (t) e rugosidade interfaciais (σ) obtidos do ajuste através do programa Dyna. Cada coluna representa uma amostra. Estão representadas as cinco válvulas de spin do Conjunto II, $VS-\varphi = 0^\circ$ (preta), 30° (vermelha), 45° (azul), 60° (magenta) e 90° (verde) 90
- Figura 4.20 - Laços M(H) da $VS-\varphi = 0^\circ$ obtidos para diferentes ângulos θ (definido no texto), conforme indicado na figura (a) $\theta = 0^\circ$, (b) $\theta = 30^\circ$, (c) $\theta = 45^\circ$, (d) $\theta = 60^\circ$ e (e) $\theta = 90^\circ$. As setas verdes e vermelhas representam as direções das anisotropias do Py e Co, enquanto as azuis a direção de campo aplicado H. No lado direito inferior, esquema mostrando o arranjo das camadas e direções das anisotropias das camadas e interfaces. $VS-\varphi = 0^\circ$: Si(110)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Py(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(5nm- $\varphi=0^\circ$)/Co(10nm $\varphi=0^\circ$)/IrMn(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\varphi=0^\circ$). 92
- Figura 4.21 - Laços M(H) da $VS-\varphi=90^\circ$ obtidos para diferentes ângulos θ (definido no texto), conforme indicado na figura (a) $\theta=0^\circ$, (b) $\theta=30^\circ$, (c) $\theta=45^\circ$, (d) $\theta=60^\circ$ e (e) $\theta=90^\circ$. As setas verdes e vermelhas representam as direções das anisotropias do Py e Co, enquanto as azuis a direção de campo aplicado H. No lado direito inferior,

- esquema mostrando o arranjo das camadas e direções das anisotropias das camadas e interfaces. VS- $\varphi=90^\circ$: Si(110)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Py(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(5nm- $\varphi=90^\circ$)/Co(10nm- $\varphi=90^\circ$)/IrMn(8nm- $\varphi=90^\circ$)/Cu(3nm- $\varphi=90^\circ$). 94
- Figura 4.22 - Representação de um laço M(H) para definição dos parâmetros magnéticos H_{CPy} , H_{CCo} , H_{EB} e H_{dhPy} para uma heteroestrutura com duas fases magnéticas distintas e com *Exchange Bias*. 95
- Figura 4.23 - Comportamentos dos campos coercivos para o Py (H_{CPy} -verde), e para a bicamada Co/IrMn com *Exchange Bias*, (H_{CCo} /IrMn-vermelho), o campo de *Exchange Bias* (H_{EB} -azul) e o H_{dhPy} -magenta para as VS- $\varphi=0^\circ$, VS- $\varphi=30^\circ$, VS- $\varphi=45^\circ$, VS- $\varphi=60^\circ$ e VS- $\varphi=90^\circ$ do Conjunto I em função do ângulo $\theta = 0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ e 90° do campo magnético (H) aplicado. 97
- Figura 4.24 - Dependência angular no intervalo angular de 0° até 120° das curvas $M(H)$ das amostras (a) Si(110)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Py(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\varphi=0^\circ$), (b) laços $M(H)$ para o sistema de Si(110)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Co(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\varphi=0^\circ$). As setas indicam as direções nominais das anisotropias de formas das camadas de Py (verde) e Co (vermelho) e a direção do campo H (azul). 99
- Figura 4.25 - Representação polar da dependência do campo coercivo, do Py(10nm) e do Co(10nm), respectivamente em (a) e (b), e o valor da magnetização de remanência normalizada (M_R/M_S). Nos gráficos (a) e (b) os raios dos círculos representam as intensidades dos valores H_{CPy} , H_{CCo} e (M_R/M_S) em função do ângulo θ do campo aplicado. 101
- Figura 4.26 - Curvas M(H) obtidas por MOKE em dependência angular no intervalo angular de 0° até 360° : (a) VS- $\varphi=0^\circ$ e (b) VS- $\varphi=90^\circ$ 102
- Figura 4.27 - Dependência Polar do campos coercivos H_{CPy} , H_{CCo} das amostras (a) VS- $\varphi=0^\circ$ e (b) VS- $\varphi=90^\circ$ no intervalo angular de 0° até 360° 104
- Figura 4.28 - Dependência Polar do campos coercivos H_{CPy} , H_{CCo} em conjunto com os campos de H_{EB} H_{dhPy} das amostras (a) VS- $\varphi=0^\circ$ e (b) VS- $\varphi=90^\circ$ no intervalo angular de 0° até 360° 106
- Figura 4.29 - Espectros de FMR para os filmes de (a) Py(10nm), (b) Co(10nm), (c) Co(10 nm)/IrMn(8nm) e da (d) VS- $\varphi=0^\circ$. Nessas figuras, os eixos são: X é o valor angular de ϕH da posição dos filmes relativos à direção do campo H, Y é a intensidade

- do campo magnético H gerado pelo eletroímã do espectrômetro e Z é a intensidade do sinal da derivada da absorção..... 108
- Figura 4.30 - Dependência angular do campo de ressonância no plano $HR(\phi H)$ para as amostras: VS - $\phi = 0^\circ$ (a), 30° (b), 45° (c), 60° (d) e 90° (e) do Conjunto I. Os pontos verdes representam os dados para a camada de Py, enquanto os vermelhos os dados da camada de Co. As linhas sólidas representam o resultado dos ajustes que minimizam a energia magnética total das VS..... 111
- Figura 4.31 - Dependência angular do campo de ressonância no plano $HR(\phi H)$ para as amostras: VS - $\phi = 0^\circ$ (a), 30° (b), 45° (c), 60° (d) e 90° (e) do Conjunto II. Os pontos verdes representam os dados para a camada de Py, enquanto os vermelhos os dados da camada de Co. As linhas sólidas representam o resultado dos ajustes que minimizam a energia magnética total das VS..... 111
- Figura 4.32 - Comportamento dos campos uniaxiais $HUPy$ e $HUCo$, do *Exchange Bias* (HEB), da anisotropia rotatória (HRA) e do campo bilinear (HBL) para as VS dos Conjuntos I e II..... 113
- Figura 4.33 - Dependência angular dos eixos de anisotropia para Py (ϕUPy), Co (ϕuCo) e EB (ϕEB) para o Conjunto I-(a) e II-(b) conforme preestabelecidos na deposição oblíqua (representada pela linha preta pontilhada) para as amostras VS- $\phi=0^\circ$, VS- $\phi=30^\circ$, VS- $\phi=45^\circ$, VS- $\phi=60^\circ$ e VS- $\phi=90^\circ$ 115
- Figura 4.34 - Ângulos dos eixos de anisotropias ϕ para Py, Co e EB plotados em função da direção $[110]$ do silício para o Conjunto I (a) e Conjunto II (b) das amostras VS- $\phi = 0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ e 90° 116
- Figura 4.35 - Curvas de $\Delta R/R$ para a VS- $\phi=0^\circ$ (direção da magnetização do Py está paralelo à magnetização do Co) obtidas em duas geometrias de medidas (a) $H//i//[110]Si$ e (b) $H\perp(i//[110]Si)$. Em (c) e (d), temos as curvas de MOKE para a geometria $H//[110]Si$ e $H\perp[110]Si$, respectivamente..... 117
- Figura 4.36 - Curvas de $\Delta R/R$ para a VS- $\phi=90^\circ$ (direção da magnetização do Py está perpendicular à magnetização do Co) obtidas em duas geometrias de medidas (a) $H//i//[110]Si$ e (b) $H\perp(i//[110]Si)$. Em (c) e (d), temos as curvas de MOKE para a geometria $H//[110]Si$ e $H\perp[110]Si$, respectivamente..... 119
- Figura 4.37 - Comportamentos dos valores $\Delta R/R$ em função ϕ de crescimento das camadas Co e IrMn para as VS dos Conjuntos I e II (VS- $\phi=0^\circ$, VS- $\phi=30^\circ$, VS- $\phi=45^\circ$,

VS- $\varphi=60^\circ$ e VS- $\varphi=90^\circ$) para as medidas de magnetorresistência nas geometrias (a) $H \parallel i \parallel [110]\text{Si}$ e (b) $H \perp (i \parallel [110]\text{Si})$	120
Figura A.1 - Laços M(H) da VS – $\varphi = 30^\circ$ obtidos para diferentes ângulos θ (definido no texto), conforme indicado na figura ($\theta = 0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ e 90°). As setas verdes e vermelhas representam as direções das anisotropias do Py e Co, enquanto as azuis a direção de campo aplicado H . No lado direito inferior, esquema mostrando o arranjo das camadas e direções das anisotropias das camadas e interfaces. VS- $\varphi=0^\circ$:Si(110)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Py(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(5nm- $\varphi=30^\circ$)/Co(10nm- $\varphi=30^\circ$)/IrMn(8nm- $\varphi=30^\circ$) / Cu(3nm- $\varphi=30^\circ$).	131
Figura A.2 - Laços M(H) da VS – $\varphi = 45^\circ$ obtidos para diferentes ângulos θ (definido no texto), conforme indicado na figura ($\theta = 0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ e 90°). As setas verdes e vermelhas representam as direções das anisotropias do Py e Co, enquanto as azuis a direção de campo aplicado H . No lado direito inferior, esquema mostrando o arranjo das camadas e direções das anisotropias das camadas e interfaces. VS- $\varphi=0^\circ$:Si(110)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Py(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(5nm- $\varphi=45^\circ$)/Co(10nm- $\varphi=45^\circ$)/IrMn(8nm- $\varphi=45^\circ$) / Cu(3nm- $\varphi=45^\circ$).	132
Figura A.3 - Laços M(H) da VS – $\varphi = 60^\circ$ obtidos para diferentes ângulos θ (definido no texto), conforme indicado na figura ($\theta = 0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ e 90°). As setas verdes e vermelhas representam as direções das anisotropias do Py e Co, enquanto as azuis a direção de campo aplicado H . No lado direito inferior, esquema mostrando o arranjo das camadas e direções das anisotropias das camadas e interfaces. VS- $\varphi=0^\circ$:Si(110)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Py(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(5nm- $\varphi=60^\circ$)/Co(10nm- $\varphi=60^\circ$)/IrMn(8nm- $\varphi=60^\circ$) / Cu(3nm- $\varphi=60^\circ$).	133
Figura A.4 - Curvas $M(H)$ obtidas por MOKE em dependência angular no intervalo angular de 0° até 360° : amostra controle Si(100)/Cu(8nm- $\varphi = 0^\circ$)/Py(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\varphi=0^\circ$).	134
Figura A.5- Curvas $M(H)$ obtidas por MOKE em dependência angular no intervalo angular de 0° até 360° : amostra controle Si(100)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Co(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\varphi=0^\circ$)	135
Figura A.6- Curvas $M(H)$ obtidas por MOKE em dependência angular no intervalo angular de 0° até 180° : amostra controle amostra Si(100)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Co(10nm- $\varphi=0^\circ$)/IrMn(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\varphi=0^\circ$).	136

Figura A.7 - Curvas M(H) obtidas por MOKE em dependência angular no intervalo angular de 0° até 360°: VS- $\varphi=0^\circ$ (a) e VS- $\varphi=30^\circ$ (b).....	137
Figura A.8 - Curvas M(H) obtidas por MOKE em dependência angular no intervalo angular de 0° até 360°: VS- $\varphi=45^\circ$ (a) e VS- $\varphi=60^\circ$ (b).....	138
Figura A.9 - Curvas M(H) obtidas por MOKE em dependência angular no intervalo angular de 0° até 360°: VS- $\varphi=90^\circ$	139
Figura A.10 - Dependência polar dos campos coercivos da amostra VS – $\varphi = 0^\circ$. Em (a) campos coercivos da camada de Py (verde) e da bicamada Co/IrMn (vermelho), em (b) temos os valores dos campo de EB(azul) e do deslocamento do laço do Py(roxo).	139
Figura A.11 - Dependência polar dos campos coercivos da amostra VS – $\varphi = 30^\circ$. Em (a) campos coercivos da camada de Py (verde) e da bicamada Co/IrMn (vermelho), em (b) temos os valores dos campo de EB(azul) e do deslocamento do laço do Py(roxo).	140
Figura A.12 - Dependência polar dos campos coercivos da amostra VS – $\varphi = 45^\circ$. Em (a) campos coercivos da camada de Py(verde) e da bicamada Co/IrMn(vermelho), em (b) temos os valores dos campo de EB(azul) e do deslocamento do laço do Py(roxo).	140
Figura A.13 - Dependência polar dos campos coercivos da amostra VS – $\varphi = 60^\circ$. Em (a) campos coercivos da camada de Py(verde) e da bicamada Co/IrMn(vermelho), em (b) temos os valores dos campo de EB(azul) e do deslocamento do laço do Py(roxo).	141
Figura A.14 - Dependência polar dos campos coercivos da amostra VS – $\varphi = 90^\circ$. Em (a) campos coercivos da camada de Py(verde) e da bicamada Co/IrMn(vermelho), em (b) temos os valores dos campo de EB(azul) e do deslocamento do laço do Py(roxo).	141
Figura B.1 - (a) Curva de dependência angular do campo de ressonância $HR(\phi H)$ e (b) comportamento da largura de linha, $\Delta H(\phi H)$ para a amostra de Si(100)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Py(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\varphi=0^\circ$) do Conjunto I.	142
Figura B.2 - (a) Curva de dependência angular do campo de ressonância $HR(\phi H)$ e (b) comportamento da largura de linha, $\Delta H(\phi H)$ para a amostra de Si(100)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Co(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\varphi=0^\circ$) do Conjunto I.	142

- Figura B.3 - (a) Curva de dependência angular do campo de ressonância $HR(\phi H)$ e (b) comportamento da largura de linha, $\Delta H(\phi H)$ para a amostra de Si(100)/Cu(8nm- $\phi=0^\circ$)/Co(10nm- $\phi=0^\circ$)/IrMn(8nm- $\phi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\phi=0^\circ$) do Conjunto I. 143
- Figura B.4 - (a) Curva de dependência angular do campo de ressonância $HR(\phi H)$ e (b) comportamento da largura de linha, $\Delta H(\phi H)$ para a amostra de Si(100)/Cu(8nm- $\phi=0^\circ$)/Py(10nm- $\phi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\phi=0^\circ$) do Conjunto II. 143
- Figura B.5 - (a) Curva de dependência angular do campo de ressonância $HR(\phi H)$ e (b) comportamento da largura de linha, $\Delta H(\phi H)$ para a amostra de Si(100)/Cu(8nm- $\phi=0^\circ$)/Co(10nm- $\phi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\phi=0^\circ$) do Conjunto II. 144
- Figura B.6 - (a) Curva de dependência angular do campo de ressonância $HR(\phi H)$ e (b) comportamento da largura de linha, $\Delta H(\phi H)$ para a amostra de Si(100)/Cu(8nm- $\phi=0^\circ$)/Co(10nm- $\phi=0^\circ$)/IrMn(8nm- $\phi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\phi=0^\circ$) do Conjunto II. 144
- Figura B.7 - Espectros de FMR do Conjunto I para as amostras: (a) VS- $\phi=0^\circ$, (b) VS- $\phi=30^\circ$, (c) VS- $\phi=45^\circ$, (d) VS- $\phi=60^\circ$ e VS- $\phi=90^\circ$. Nestas figuras, os eixos são: X é o valor angular ϕH da posição dos filmes relativos a direção do campo H , Y é a intensidade do campo magnético H gerado pelo eletroímã do espectrômetro e Z é a intensidade do sinal da derivada da absorção. 145
- Figura B.8 - Espectros de FMR do Conjunto II para as amostras: (a) VS- $\phi=0^\circ$, (b) VS- $\phi=30^\circ$, (c) VS- $\phi=45^\circ$, (d) VS- $\phi=60^\circ$ e VS- $\phi=90^\circ$. Nestas figuras, os eixos são: X é o valor angular ϕH da posição dos filmes relativos a direção do campo H , Y é a intensidade do campo magnético H gerado pelo eletroímã do espectrômetro e Z é a intensidade do sinal da derivada da absorção. 146
- Figura B.9 - (a) Curva de dependência angular das larguras de linhas, $\Delta H(\phi H)$ para as amostras (a) VS- $\phi = 0^\circ$, (b) VS- $\phi=30^\circ$, (c) VS- $\phi = 45^\circ$, (d) VS- $\phi = 60^\circ$ e (e) VS- $\phi = 90^\circ$ do Conjunto I. 147
- Figura B.10 - (a) Curva de dependência angular das larguras de linhas, $\Delta H(\phi H)$ para as amostras (a) VS- $\phi = 0^\circ$, (b) VS- $\phi=30^\circ$, (c) VS- $\phi = 45^\circ$, (d) VS- $\phi = 60^\circ$ e (e) VS- $\phi = 90^\circ$ do Conjunto II. 148
- Figura C.1 - Curvas de $\Delta R/R$ para a VS- $\phi=0^\circ$ (direção da magnetização do Py está paralelo à magnetização do Co) obtidas em duas geometrias de medidas (a) $H//i//[110]Si$ e (b) $H\perp(i//[110]Si)$. Em (c) e (d), temos as curvas de MOKE para a geometria $H//[110]Si$ e $H\perp[110]Si$, respectivamente do Conjunto I. 149

- Figura C.2 - Curvas de $\Delta R/R$ para a $VS-\phi=30^\circ$ (direção da magnetização do Py faz 30° com direção da magnetização do Co) obtidas em duas geometrias de medidas (a) $H//i//[110]Si$ e (b) $H\perp(i//[110]Si)$. Em (c) e (d), temos as curvas de MOKE para a geometria $H//[110]Si$ e $H\perp[110]Si$, respectivamente do Conjunto I..... 150
- Figura C.3 - Curvas de $\Delta R/R$ para a $VS-\phi=45^\circ$ (direção da magnetização do Py faz 45° com a direção de magnetização do Co) obtidas em duas geometrias de medidas (a) $H//i//[110]Si$ e (b) $H\perp(i//[110]Si)$. Em (c) e (d), temos as curvas de MOKE para a geometria $H//[110]Si$ e $H\perp[110]Si$, respectivamente do Conjunto I..... 150
- Figura C.4 - Curvas de $\Delta R/R$ para a $VS-\phi=60^\circ$ (direção da magnetização do Py faz 60° com a direção de magnetização do Co) obtidas em duas geometrias de medidas (a) $H//i//[110]Si$ e (b) $H\perp(i//[110]Si)$. Em (c) e (d), temos as curvas de MOKE para a geometria $H//[110]Si$ e $H\perp[110]Si$, respectivamente do Conjunto I..... 151
- Figura C.5 - Curvas de $\Delta R/R$ para a $VS-\phi=90^\circ$ (direção da magnetização do Py está perpendicular à magnetização do Co) obtidas em duas geometrias de medidas (a) $H//i//[110]Si$ e (b) $H\perp(i//[110]Si)$. Em (c) e (d), temos as curvas de MOKE para a geometria $H//[110]Si$ e $H\perp[110]Si$, respectivamente do Conjunto I..... 151
- Figura C.6 - Curvas de $\Delta R/R$ para a $VS-\phi=0^\circ$ (direção da magnetização do Py está paralelo à magnetização do Co) obtidas em duas geometrias de medidas (a) $H//i//[110]Si$ e (b) $H\perp(i//[110]Si)$. Em (c) e (d), temos as curvas de MOKE para a geometria $H//[110]Si$ e $H\perp[110]Si$, respectivamente do Conjunto II..... 152
- Figura C.7 - Curvas de $\Delta R/R$ para a $VS-\phi=30^\circ$ (direção da magnetização do Py faz 30° com direção da magnetização do Co) obtidas em duas geometrias de medidas (a) $H//i//[110]Si$ e (b) $H\perp(i//[110]Si)$. Em (c) e (d), temos as curvas de MOKE para a geometria $H//[110]Si$ e $H\perp[110]Si$, respectivamente do Conjunto II..... 152
- Figura C.8 - Curvas de $\Delta R/R$ para a $VS-\phi=45^\circ$ (direção da magnetização do Py faz 45° com a direção de magnetização do Co) obtidas em duas geometrias de medidas (a) $H//i//[110]Si$ e (b) $H\perp(i//[110]Si)$. Em (c) e (d), temos as curvas de MOKE para a geometria $H//[110]Si$ e $H\perp[110]Si$, respectivamente do Conjunto II..... 153
- Figura C.9 - Curvas de $\Delta R/R$ para a $VS-\phi=60^\circ$ (direção da magnetização do Py faz 60° com a direção de magnetização do Co) obtidas em duas geometrias de medidas

(a) $H//i//[110]Si$ e (b) $H_{\perp}(i//[110]Si)$. Em (c) e (d), temos as curvas de MOKE para a geometria $H//[110]Si$ e $H_{\perp}[110]Si$, respectivamente do Conjunto II..... 153

Figura C.10 - Curvas de $\Delta R/R$ para a $VS-\varphi=90^{\circ}$ (direção da magnetização do Py está perpendicular à magnetização do Co) obtidas em duas geometrias de medidas (a) $H//i//[110]Si$ e (b) $H_{\perp}(i//[110]Si)$. Em (c) e (d), temos as curvas de MOKE para a geometria $H//[110]Si$ e $H_{\perp}[110]Si$, respectivamente do Conjunto II..... 154

Figura D.1 - (a) MFM ($10,0\mu m^2$) da amostra de $Si(110)/Cu(8nm-\varphi=0^{\circ})/Py(10nm-\varphi=0^{\circ})/Cu(5nm-\varphi=0^{\circ})/Co(10nm-\varphi=0^{\circ})$. Em (b) MFM ($1,0\mu m^2$) obtido para o filme fino de Ni(15nm) da referência Hsieh et al [96]. 155

Lista de Tabelas

Tabela 3.1 - Parâmetros experimentais usados durante a preparação dos filmes finos deste trabalho.	39
Tabela 3.2 - Taxas de deposição dos alvos utilizadas na preparação dos filmes	41
Tabela 3.3 - Ângulos azimutais das camadas para estabilização das possíveis direções de anisotropias de forma de cada camada magnética para Conjunto I de amostras (todas camadas depositadas paradas).	46
Tabela 3.4 - ângulos azimutais das camadas para estabilização das possíveis direções de anisotropias de forma de cada camada magnética para Conjunto II de amostras (todas camadas depositadas paradas). Cu(5nm) depositado com substrato girando $\omega = 40 \text{ rpm}$	47
Tabela 4.1 - Parâmetros estruturais obtidos das Difrações de raios-X por GIXRD das Etapas 1, 2 e 3. Onde θ_B é a posição angular do pico de difração, $FWHM$ sua largura meia altura, a é o parâmetro de rede, $\Delta a/a$ o desvio relativo (deformação) entre o parâmetro rede do filme e o do <i>bulk</i> ($a_{Py} = 0,3545 \text{ nm}$; $a_{Co} = 0,3544 \text{ nm}$ e $a_{IrMn} = 0,3778 \text{ nm}$) e L o tamanho de grão obtido da equação de Scherrer (tamanho de grão perpendicular ao plano do substrato). Os valores das incertezas são mostrados dentro dos parênteses.	70
Tabela 4.2 - Parâmetros estruturais obtidos das difrações de raios-X por GIXRD. Onde θ_B é o pico de Bragg da difração, $FWHM$ a largura meia altura do pico, a é o parâmetro de rede, e $\Delta a/a\%_{bulk}$ a diferença do parâmetro rede do filme em relação ao <i>bulk</i> ($a_{IrMn} = 0,3778 \text{ nm}$ e $a_{Co} = 0,3544 \text{ nm}$) e L é o tamanho de grão obtido da equação de Scherrer. Os valores das incertezas são mostrados dentro dos parênteses.	74
Tabela 4.3 - Parâmetros estruturais obtidos das difrações de raios-X por DRX do Conjunto I. θ_B é a posição angular do pico de difração, $FWHM$ é a largura meia altura do pico, a é o parâmetro de rede, $\Delta a/a$ é o desvio relativo entre os parâmetros redes do filme e seu valor de <i>bulk</i> ($a_{IrMn} = 0,3778 \text{ nm}$; $a_{Co} = 0,3544 \text{ nm}$) e L é o tamanho de grão obtido da equação de Scherrer. Os valores das incertezas são mostrados dentro dos parênteses.	75

Tabela 4.4 - Valores de espessura (t) e rugosidade interfacial (σ) das diferentes camadas que são usadas para construção da $VS-\varphi=0^\circ$ do Conjunto I. Esses valores vêm dos ajustes dos padrões de RRX apresentados na Figura 4.8. Incerteza em t e σ é $0,2\text{ nm}$.	77
Tabela 4.5 - Dados obtidos das análises das imagens de AFM. Ra e Rq são respectivamente a rugosidade média e a média quadrática e r é o raio médio do grão (partícula).	80
Tabela 4.6 - Valores de espessuras (t) e rugosidades interfaciais (σ) obtidos dos ajustes de RRX das amostras do Conjunto I: $VS-\varphi = 0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ e 90° (ajustes feitos com o Programa Dyna).	83
Tabela 4.7 - Parâmetros estruturais obtidos dos ajustes dos padrões GIXRD com o cobre (5nm) espaçador girando. Onde θ_B é o pico de Bragg da difração, $FWHM$ a largura meia altura do pico, a é o parâmetro de rede, e $\Delta a/a$ a diferença do parâmetro rede do filme em relação ao bulk ($a_{Py} = 0,3545\text{ nm}$; $a_{Co} = 0,3544\text{ nm}$ e $a_{IrMn} = 0,3778\text{ nm}$) e L é o tamanho de grão obtido da equação de Scherrer. Os valores das incertezas são mostrados dentro dos parênteses.	85
Tabela 4.8 - Parâmetros estruturais obtidos das difrações de raios-X por GIXRD para a $VS-\varphi = 45^\circ$ do Conjunto II. Onde θ_B é o pico de Bragg da difração, $FWHM$ a largura meia altura do pico, a é o parâmetro de rede, e $\Delta a/a$ é a diferença do parâmetro rede do filme em relação ao bulk ($a_{Co} = 0,3544\text{ nm}$ e $a_{IrMn} = 0,3778\text{ nm}$) e L é o tamanho de grão obtido da equação de Scherrer.	86
Tabela 4.9 - Parâmetros estruturais obtidos dos ajustes de DRX das VS do Conjunto II. θ_B é a posição angular do pico de difração de Bragg, $FWHM$ é a largura meia altura do pico, a é o parâmetro de rede, e $\Delta a/a$ é a diferença do parâmetro rede do filme em relação ao bulk ($a_{IrMn} = 0,3778\text{ nm}$; $a_{Co} = 0,3544\text{ nm}$) e L é o tamanho de grão obtido da equação de Scherrer.	88
Tabela 4.10 - Valores de espessura (t) e rugosidade interfacial (σ), obtidos dos ajustes de RRX através do programa Dyna para o Conjunto II de amostras.	89
Tabela 4.11 - Valores dos campos coercivo para o Py ($H_{C_{Py}}$), para a bicamada com <i>Exchange Bias</i> , Co/IrMn ($H_{C_{Co/IrMn}}$), e campo de <i>Exchange Bias</i> (H_{EB}), para as $VS-\varphi=0^\circ$, $VS-\varphi=30^\circ$, $VS-\varphi=45^\circ$, $VS-\varphi=60^\circ$ e $VS-\varphi=90^\circ$ do Conjunto I em função do ângulo θ do campo magnético (H) aplicado. Incerteza dos campos é $\Delta H = 2\text{ Oe}$.	96

Tabela 4.12 - Valores dos parâmetros obtidos dos ajustes do FMR, campos uniaxiais H_{UPy} e H_{UCo} , campo de *Exchange Bias* (H_{EB}), campo de anisotropia rotatória (H_{RA}) e os respectivos ângulos de eixos de anisotropia ϕ_{UPy} , ϕ_{UCo} e ϕ_{EB} para as VS dos Conjuntos I e II. Incerteza para os campos e os ângulos dos eixos de anisotropia são $\Delta H = 2 \text{ Oe}$ e $\Delta\phi = 5^\circ$ respectivamente. 112

Lista de Abreviações e Siglas

OAD	Deposição Oblíqua (<i>Oblique Angle Deposition</i>)
FM	Ferromagnético/ferromagneto
AF	Antiferromagnético/antiferromagneto
PM	Paramagnético/paramagneto
NM	Metal não magnético
FCC	Face Centered Cubic Structure (estrutura cúbica de face centrada)
RKKY	Ruderman–Kittel–Kasuya–Yosida
EB	<i>Exchange Bias</i>
M	Magnetização
M_S, M_R	Magnetização de Saturação, Magnetização de Remanência
T_C, T_N, T_B	Temperatura de Curie, Temperatura de Néel, Temperatura de Bloqueio
H, H_{ap}, H_U	Campo Magnético, Campo Magnético Aplicado, Campo Uniaxial
H_U^{Py}, H_U^{Co}	Campos Uniaxiais das camadas de Py e Co
H_C, H_{EB}, H_R	Campo Coercivo, Campo de <i>Exchange Bias</i> , Campo de Ressonância
K, K_{eff}, K_U	Anisotropia Magnética, Anisotropia Magnética Efetiva e Uniaxial
K_{EB}, K_{RA}	Anisotropia Unidirecional (EB), Anisotropia Rotatória
t_{AF}, t_{FM}	Espessura do Antiferromagneto, Espessura do Ferromagneto
J_{bl}, J_{bq}	Constante de troca Bilinear e Biquadrática
AU	Anisotropia Unidirecional
DRX	(difração de raios-X)
GIXRD	<i>Grazing Incidence X-ray Diffraction</i> (difração de raios-X rasante)
RRX	<i>X-ray Reflectivity</i> (refletividade de raios-X)
VSM	<i>Vibrating Sample Magnetometer</i> (Magnetômetro de amostra vibrante)
MOKE	<i>Magneto-Optic Kerr Effect</i> (Magnetômetro óptico de efeito Kerr)
FMR	Ressonância Ferromagnética
GMR	<i>Giant Magnetoresistance</i> (magnetorresistência gigante)
AMR	<i>Anisotropy Magnetoresistance</i> (magnetorresistência anisotrópica)
DC	<i>Direct Current</i> (Corrente Contínua)
RF	Rádio Frequência
FC	<i>Field Cooling</i> (resfriamento com campo)
FWHM	<i>Full Width Half Maximum</i>

Sumário

Resumo	vi
Abstract.....	viii
Lista de Figuras	x
Lista de Tabelas.....	xxv
Lista de Abreviações e Siglas	xxviii
Sumário	xxix
1. Introdução.....	1
2. Fundamentos e Revisão teórica.....	6
2.1 - Efeito de Magnetorresistência Gigante (GMR – <i>Giant Magnetoresistance</i>)	6
2.1.2 - Efeito de Polarização de Troca (<i>Exchange Bias</i> - EB).....	9
2.1.3 - Configuração de uma Válvula de Spins (VS)	11
2.2 - Deposição Oblíqua e o Efeito de Auto Sombreamento.....	13
2.2.1 - Influência do Ângulo de Deposição θ com o Ângulo de Inclinação β da Nanocoluna.....	14
2.2.2 - Deposição Oblíqua e Morfologia das Superfícies.....	17
2.3 - Anisotropias Magnéticas.....	19
2.3.1 - Anisotropia Magnetocristalina	19
2.3.2 - Anisotropia de Forma.....	21
2.3.3 - Anisotropia Unidirecional (<i>Exchange Bias</i>).....	22
2.3.4 - Anisotropia Rotatória.....	23
2.4 - Anisotropia Magnética Induzida pela Deposição Oblíqua	25
3. Preparação e Caracterização das Amostras	34
3.1 <i>Magnetron Sputtering</i>	34
3.1.2 - Detalhes da Limpeza do Substrato de Si	38
3.1.3 - Preparação para Deposição das Camadas.....	38

3.1.4 - Escolha dos Materiais para a Construção das Válvulas de Spin	39
3.1.5 - Crescimentos das Válvulas de Spin na Geometria de <i>Sputtering</i> Oblíquo	41
3.1.6 - Conjunto I: Cobre Espaçador e as outras Camadas Fixas	45
3.1.7 - Conjunto II: Cobre Espaçador - Cu(5nm) Depositado com 40 rpm e as outras Camadas Depositadas com Porta-Substrato Fixo.	46
3.2 - Difração de raios-X: Altos Ângulos ($\theta-2\theta$)	47
3.2.1 - Diferenças entre GIXRD e DRX Convencional.....	49
3.2.3 - Refletividade de Raios-X (RRX).....	50
3.3 - Microscopia de Força Atômica (AFM).....	51
3.4 - Caracterização Magnética das Válvulas de Spin	52
3.4.1 - Magnetômetro de Amostra Vibrante (VSM).....	52
3.4.2 - MOKE - Magnetometria por Efeito Kerr Magneto-Óptico.....	55
3.4.3 - Ressonância Ferromagnética - FMR.....	57
3.4.4 – Magnetorresistência pelo Método de Quatro Pontas	62
4. Resultados Experimentais	66
4.1 - Análise Estrutural e Morfológica das Válvulas de Spins	67
4.1.1 - Conjunto I: Análise Estrutural por Difração de Raios-X Rasante (GIXRD)	67
4.1.2 - Conjunto I: Análise Estrutural por Difração de Raios-X Convencional (DRX)	74
4.1.3 - Conjunto I: Análise de Rugosidade por Refletividade de Raios-X (RRX).....	76
4.1.4 - Conjunto I: Análise Morfológica - Microscopia de Força Atômica (AFM)	78
4.1.5 - Conjunto I: Análise das Rugosidades por Refletividade de Raios-X (RRX)	81
4.1.6 - Conjunto II: Análise Estrutural por Difração de Raios-X Rasante (GIXRD)	83
4.1.7 - Conjunto II: Análise Estrutural por Difração de Raios-X Convencional... ..	86

4.1.8 - Conjunto II: Análise das Rugosidades por Refletividade de Raios-X (RRX)	88
4.2 - Análise Magnética das Heteroestruturas por Magnetometria	90
4.2.1 - Conjunto I: Análise Magnética por VSM	91
4.2.2 - Conjunto II: Análise Magnética por MOKE	97
4.3 - Análises de Ressonância Ferromagnética (FMR)	107
4.3.1 - Dependência Angular dos Campos de Ressonância - $HR(\phi H)$	107
4.4 - Análise de Magnetorresistência (MR) para o Conjunto I e II	117
5. Conclusões	121
6. Referências Bibliográficas	125
A. Apêndice A	130
Magnetometria VSM e MOKE	130
B. Apêndice B	142
Medidas de FMR	142
C. Apêndice C	149
Medidas de Magnetorresistência	149
D. Apêndice D	155
Microscopia de Força Magnética (MFM)	155

1. Introdução

Os grandes avanços da eletrônica e/ou da microeletrônica datam entre as décadas de 40 e 70 do século XX [1,2]. Em particular, com a concepção do primeiro transistor, em 1947, no laboratório Bell nos Estados Unidos da América, a microeletrônica com o conceito de circuitos integrados, promoveu revoluções substanciais na sociedade, como o desenvolvimento de dispositivos mais eficientes e cada vez menores para a época. Nestes dispositivos (por exemplo, circuitos integrados compostos de vários transistores em um mesmo componente eletrônico), o “controle” da dinâmica da carga do elétron; descoberto em 1897 por Jhoseph John Thompson [1–3], sempre foi a base de seus funcionamentos. A partir de 1988, com a descoberta da magnetorresistência gigante por Baibich et al. [4], foi possível constatar que uma nova eletrônica, associada ao “controle” do estado da polarização do spin do elétron, estava emergindo e naturalmente foi denominada de spintrônica. Desde então dispositivos spintrônicos têm atraído considerável atenção da comunidade científica e das grandes empresas de tecnologia, principalmente de nanotecnologia, pois são itens que podem ser usados na leitura e armazenamento de dados entre outras aplicações.

Em especial, um dos primeiros usos da spintrônica corresponde à aplicação em válvulas de spins (VS); dispositivos usados em cabeçotes de leitura magnética, onde a manipulação da magnetização de camadas ferromagnéticas individuais é o cerne do funcionamento dos mesmos. Essencialmente o princípio de operação das VS está baseado na união de dois efeitos físicos.

O primeiro efeito físico usado na confecção de uma VS é o fenômeno de magnetorresistência gigante (GMR: *Giant Magnetoresistance*) [4], nesse efeito, a resistência elétrica de dois materiais ferromagnéticos (FM), com dimensões de alguns nanômetros (nm), separados por um material metálico não magnético (NM), é fortemente dependente das orientações relativas das magnetizações individuais dos FM. Este efeito é máximo quando a configuração de spins (magnetização) das camadas FM está antiparalela, e uma resistência elétrica muito menor quando as magnetizações das camadas FM encontram-se na configuração paralela. Desse modo, o princípio de funcionamento das VS é tal que, quando as magnetizações das

camadas FM estão antiparalelas, a resistência elétrica é máxima (VS fechada); quando as camadas FM estão com magnetizações paralelas, a resistência é mínima (VS aberta).

O segundo fenômeno físico importante na confecção das VS é o efeito de *Exchange Bias* (EB), que foi descoberto por Meiklejohn e Bean em partículas de cobalto oxidadas acidentalmente em 1956 [5–7]. O fenômeno de EB, que é um efeito interfacial, se dá após o acoplamento magnético de troca, induzido por um campo magnético efetivo entre átomos de uma interface, por exemplo, de um material FM ordenado e um material antiferromagnético (AF), onde o material AF se ordena magneticamente na presença de um campo efetivo. Esta interação de troca unidirecional provoca um travamento dos spins da camada FM pelos spins interfaciais da camada AF. O efeito líquido deste fenômeno pode ser medido através de curvas de magnetização em função do campo aplicado (laços de histereses), onde se observa um deslocamento (em geral, para valores negativos de campo) do centro de gravidade do laço de histerese magnética [5,6,8–10]. Portanto, em uma VS, o efeito de EB propicia manter “travados” os spins de uma das camadas FM, enquanto a outra camada FM (camada livre) pode modificar facilmente o sentido de sua magnetização, à medida que se muda o sentido do campo magnético aplicado. Em geral, pelo menos uma das camadas FM deve ser um magneto mole (baixa anisotropia magnética) para que possa ter sua magnetização modificada pela mudança no sentido do campo aplicado. Um dos magnetos moles mais usados na confecção de VS é a liga $\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}$, denominada de *permalloy* ($\text{Py} = \text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}$).

Cabe ressaltar que os efeitos de GMR e EB têm suas propriedades físicas fortemente dependentes das configurações dos spins interfaciais. Por exemplo, rugosidades interfaciais na camada NM (e, por conseguinte nas camadas FM adjacentes) provocam mudanças na espessura da camada NM (t_{NM}). Como foi demonstrado em 1990, por Parkin et al. [11,12], a interação de troca entre as camadas FM (responsáveis pelo efeito de GMR) é dependente de t_{NM} , de forma que, para um dado valor de t_{NM} a configuração das magnetizações dos FM é antiparalela, mas, para um outro valor de t_{NM} (um pouco maior/menor) a configuração das magnetizações das camadas FM é paralela. Portanto, o fenômeno físico da rugosidade interfacial (que pode ser pensada com uma variação de t_{NM} dentro de um material composto por camadas FM separadas por NM), presente em todos os materiais reais, produzirá orientações paralelas e/ou antiparalelas entre as magnetizações. O efeito líquido é

uma orientação efetiva perpendicular entre as direções das magnetizações das camadas FM, temos um acoplamento biquadrático [13–15]. No entanto, o fenômeno de rugosidade também provoca (i) mudanças nas propriedades de anisotropias dos materiais, (ii) frustações das interações interfaciais entre átomos das camadas FM e AF adjacentes, (iii) mudanças nas estruturas de domínios, entre outros fatores, que influenciam diretamente nas grandezas físicas que determinam o efeito de EB [9,10].

Por outro lado, anisotropias magnéticas de camadas FM têm sido “controladas/manipuladas” através de processos de deposição oblíqua [16–22], devido ao efeito de sombreamento (*self-shadowing effect*) que gera estruturas colunares com morfologias bem definidas e grãos alongados, estabelecendo um eixo de fácil magnetização na direção perpendicular a direção do feixe de deposição no plano do substrato [23–25]. O ângulo que os grãos colunares fazem com relação à normal do plano do substrato depende do ângulo de incidência do feixe de vapor de deposição relativo ao plano do substrato [16,23,26,27]. Para espessura da ordem de nanômetros, a morfologia dos grãos é do tipo “telhas corrugadas”. Portanto, estes grãos colunares desenvolvem anisotropias magnéticas tal que governam a orientação do eixo de fácil magnetização da camada FM (geralmente ao longo do comprimento dessa corrugação) [16]. Como estas anisotropias magnéticas definem a direção de fácil magnetização de uma dada camada, é possível usar tal fenômeno para produzir uma VS, onde as direções dos eixos de anisotropias das camadas FM podem ser controladas/ajustadas individualmente, gerando assim uma VS com eixos de anisotropias relativas das camadas FM em quaisquer ângulos entre 0° e 180°. Como dito anteriormente, a rugosidade interfere no efeito de GMR, sendo, portanto, outro importante ponto de estudo. Então, a questão da influência da rugosidade interfacial induzida pela deposição oblíqua (ou seja, quando as direções das estruturas colunares não são coincidentes, uma rugosidade interfacial adicional será ativada) deve ser bem entendida, pois esta rugosidade afetará a interação de troca responsável pelas configurações paralela ou antiparalela das magnetizações das camadas FM.

Assim, produzir heteroestruturas (empilhamentos de camadas, como acontece nas VS) com morfologias distintas na camada NM podem nos ajudar a entender melhor o papel da rugosidade induzida sobre a interação de troca entre as camadas FMs (Py e Co) e o eixo de anisotropia do efeito de EB (campo H_{EB}), presentes nas VS preparadas por deposição oblíqua.

Especificamente com a deposição oblíqua, variamos os ângulos de deposição azimutais (φ_i) individuais das camadas, mantendo o ângulo oblíquo ($\theta = 32^\circ$) fixo, com o intuito de criar configurações com acoplamentos magnéticos não colineares entre os eixos de anisotropias das camadas FM de Py e Co. Com isto, estudamos as diferentes anisotropias magnéticas das heteroestruturas, tais como os campos uniaxiais das camadas FM de Py (H_U^{Py}) e Co (H_U^{Co}), o campo de anisotropia de troca magnética indireta entre as camadas FM de Py e Co (H_{BL}), o campo de anisotropia unidirecional na interface Co/IrMn (H_{EB}) e o campo de anisotropia rotatória (H_{RA}).

Em outras palavras, a fim de estudar os problemas anteriormente mencionados, neste trabalho de tese de doutorado, preparamos heteroestruturas do tipo Cu(8nm)/Py(10nm)/Cu(5nm)/Co(10nm)/IrMn(8nm)/Cu(5nm) sobre substratos de Si(100) naturalmente oxidados, por deposição oblíqua no *Sputtering Orion-8* (equipamento com configuração confocal dos *magnetrons*, formando um ângulo de $\theta = 32^\circ$ em relação à normal do porta-amostra de deposição). Caracterizamos estas heteroestruturas com técnicas de difração de raios-X (DRX e GIXRD) para averiguar o crescimento dos grãos, usamos a refletividade de raios-X (RRX) para entender os efeitos das rugosidades interfaciais e as técnicas magnéticas de VSM, MOKE e FMR para o estudo das anisotropias magnéticas presentes nas VS.

A camada semente de Cu(8nm) crescida sobre o substrato monocristalino de Si(100) reduz as tensões internas para o crescimento do ferromagneto mole Py(10nm) com estrutura cúbica de face centrada (FCC). Nesta VS, o Py é a camada magnética mole, “livre”, enquanto o Co (com anisotropia magnetocristalina maior do que a do Py e que também cresce com estrutura FCC) tem sua magnetização “travada” pelo efeito de EB devido ao contato da camada adjacente de IrMn de 8 nm (nesta espessura de IrMn, o estado AF é estabilizado com alta anisotropia magnética) [28,29]. O efeito de EB na interface Co/IrMn é induzido durante o processo de deposição, pela própria magnetização remanente do Co, conforme já demonstrado em trabalhos reportados na literatura [9,16,22].

Finalmente, preparamos a camada espaçadora de Cu em duas condições: a primeira com uma morfologia colunar através da deposição oblíqua (sem rotação do substrato) e a segunda deposição sendo realizada com a rotação do substrato em $\omega = 40 \text{ rpm}$, fato que eleva a formação de estruturas com grãos aleatórios (“sem” morfologia definida), conforme demonstrado em trabalho prévio do grupo [30]. Para a

espessura de Cu (t_{Cu}) de 5 nm, o valor da integral de troca entre as camadas FM de Py e Co é pequeno [31–33], mas tem um papel no processo de redirecionamento das magnetizações das camadas FM, no redirecionamento do campo de anisotropia de EB, entre outros efeitos, conforme discutiremos neste trabalho. Adicionalmente, devemos ressaltar que filmes de Cu são, em geral, rugosos quando crescidos em metais 3d (baixa miscibilidade) [34]. Logo, optamos por preparar VS com espaçador maior para evitar possíveis buracos (*pinholes*), que influenciariam diretamente no acoplamento magnético entre as camadas FM de Py e Co.

Os capítulos seguintes desta tese serão divididos da seguinte forma: no Capítulo 2, apresentamos revisão da literatura sobre os fundamentos dos efeitos de acoplamentos (entre camadas e interfaciais) e das propriedades magnéticas induzidas pela deposição oblíqua em filmes finos. No Capítulo 3, descrevemos a parte experimental tanto de preparação dos filmes por deposição oblíqua como os métodos de caracterização estrutural e magnéticos empregados. No Capítulo 4, apresentamos os resultados obtidos dos filmes preparados, bem como as discussões provenientes das análises dos dados experimentais. No Capítulo 5, apresentamos nossas conclusões e deixamos questões para reflexões. Dados adicionais que não discutimos no Capítulo 4, mas que obtivemos nesta tese, disponibilizamos nos Apêndices de A à D.

2. Fundamentos e Revisão teórica

Para compreendermos os fenômenos físicos presentes em um dos principais dispositivos de spintrônica, conhecidos como válvulas de spins (VS), discutiremos neste capítulo, algumas das propriedades magnéticas e estruturais que definem sua construção e aplicabilidade. Necessariamente perpassaremos pela discussão das características estruturais, que são afetadas, por exemplo, durante o processo de empilhamento das camadas nas VS. Estas diversas características de morfologia das camadas, tanto do ponto de vista interfacial quanto das suas configurações dos grãos colunares provenientes da deposição oblíqua, por exemplo, influenciam diretamente as propriedades magnéticas individuais das camadas, e conseqüentemente modificam as propriedades de transportes elétrico em materiais como VS. Decidimos então fazer um breve panorama histórico dos dois principais fenômenos físicos presentes nas VS: a magnetorresistência gigante – GMR [4] e *Exchange Bias* - EB [5,6,8–10,35], que estabelecem o princípio de funcionamento das VS. Neste tipo de dispositivo, há necessidade da preparação de camadas de materiais ferromagnéticos (FM) e antiferromagnéticos (AF) de espessuras da ordem de alguns nanômetros (filmes finos). Além disso, também abordaremos a configuração e a geometria de preparação desses materiais.

2.1 - Efeito de Magnetorresistência Gigante (GMR – *Giant Magnetoresistance*)

O fenômeno de GMR tem sua origem física intrinsecamente relacionada com o acoplamento de troca magnético entre camadas FM, separadas por um material não magnético (NM) de espessura variável ($t_{NM} \sim$ dezenas de nm). Em um paralelo com a explicação de Heisenberg para acoplamento dos spins de dois elétrons em estados ordenados magneticamente, o acoplamento de troca entre as camadas FM, separadas por distintos valores de t_{NM} , é também descrito pelo termo bilinear de Heisenberg, tal que o hamiltoniano da energia magnética de troca possa ser escrito como $H = -2 J_{bl} \mathbf{M}_1 \mathbf{M}_2$, onde \mathbf{M}_i refere-se ao vetor de magnetização da camada i e J_{bl} a integral de troca indireta, que faz o papel do acoplamento entre as camadas FM1

e FM2 via a polarização dos elétrons de condução da camada NM; o decaimento e a oscilação de J_{bl} com a distância entre as camadas FM se comporta de forma similar ao modelo previsto pela interação RKKY [36–38], porém, enquanto o modelo RKKY decai com o cubo da distância, em filmes finos o decaimento é inversamente proporcional ao quadrado da distância [39].

A minimização da energia de Heisenberg se dá com acoplamentos paralelos ($\theta = 0^\circ$, com $J_{bl} > 0$) ou antiparalelos ($\theta = 180^\circ$, com $J_{bl} < 0$) entre as direções das magnetizações das camadas (M_i), ou seja, esse termo de energia só prevê acoplamentos colineares entre as magnetizações das camadas FM, conforme esquema da Figura 2.1(a) e (b).

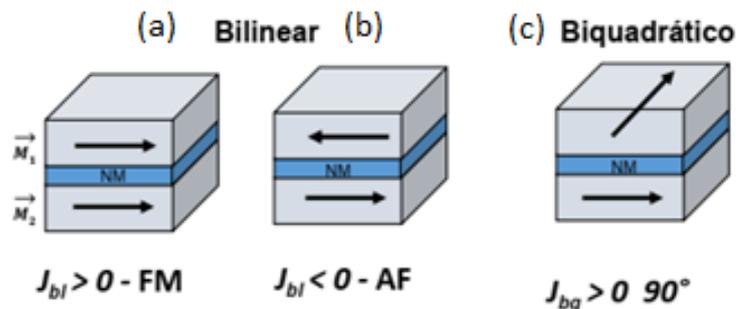


Figura 2.1 - Esquema dos acoplamentos de trocas entre camadas ferromagnéticas 1 e 2 no caso da existência somente do termo bilinear (J_{bl}), onde os acoplamentos magnéticos são paralelos (Figura 2.1(a) $\theta = 0^\circ$, com $J_{bl} > 0$) ou antiparalelo (b) $\theta = 180^\circ$, com $J_{bl} < 0$ (dependendo do sinal de J_{bl}). Em (c), o acoplamento é não colinear de 90° ocorre devido ao termo adicional biquadrático na energia de troca.

Como nos sistemas reais de filmes finos, há flutuações nas espessuras das camadas, por exemplo, devido aos efeitos de rugosidades. Então uma pequena variação na espessura t_{NM} certamente provocará coexistência de acoplamentos paralelos - Figura 2.1(a) e antiparalelos - Figura 2.1(b) entre as magnetizações, gerando uma frustração das interações magnéticas, conseqüentemente fazendo com que o sistema busque uma reorientação das magnetizações das camadas FM para reduzir sua energia magnética total. Fenomenologicamente, esse problema é tratado adicionando um termo biquadrático para a energia de troca entre as camadas FM1 e FM2 [$J_{bq}(\mathbf{M}_1\mathbf{M}_2)^2$, com $J_{bq} > 0$] [40,41]. A integral de troca biquadrática J_{bq} , em geral, é uma ou algumas ordens de grandezas menores que a integral de troca J_{bl} , além de ser positiva [40–42]. O efeito líquido da adição desse termo na energia (termo “perturbativo”) é um acoplamento líquido de 90° entre as magnetizações das camadas FM1 e FM2, conforme disposto na Figura 2.1(c). Dessa forma, a energia total de

acoplamento de troca entre as camadas ferromagnéticas separadas por um material NM por unidade de área, E , é dada pelo modelo fenomenológico $E = -2J_{bl}\mathbf{M}_1\mathbf{M}_2 - J_{bq}(\mathbf{M}_1\mathbf{M}_2)^2$. Assim, dependendo das magnitudes e dos sinais de J_{bl} e J_{bq} , o sistema buscará estruturas magnéticas colineares (governados por alto valor de J_{bl}) ou não colineares (90°), conforme experimentalmente observado pela inclusão do termo J_{bq} [43].

A GMR foi descoberta em 1988 [4] e foi explicada com o modelo de dois canais, assumindo que as polarizações dos spins dos elétrons são responsáveis pela mudança de resistência elétrica. Em particular, Baibich et al. [4] estudaram heteroestruturas (multicamadas) de Fe(3nm)/Cr(t_{Cr} nm) com valores $t_{Cr} = 9, 12$ e 18 nm, pois essas espessuras de Cr geravam um acoplamento antiparalelo entre as camadas FM de Fe. Os autores observaram que a resistência elétrica, para a configuração antiparalela das orientações das magnetizações das camadas de Fe [vide Figura 2.1(b)], apresentava valor máximo em campo magnético nulo, enquanto que na configuração de magnetizações paralelas [vide Figura 2.1(a)], a resistência elétrica reduzia substancialmente, de tal forma que a magnetorresistência relativa $\Delta R/R$ tivesse valores de até 40 % em 4,2 K. [4]. Na década de 90, um passo significativo em direção à aplicação industrial de GMR foi dado por Parkin et al. [12], que demonstraram que o GMR era encontrado em vários sistemas de filmes finos FM separados por camadas NM, em uma gama de materiais espaçadores: (i) metais de transição antiferromagnéticos (Cr, Mn), (ii) metais de transição não-magnética (Ru, Ir, Mo, Pd, etc.) e (iii) em metais nobres (Cu, Ag, Au).

Além disto, os autores obtiveram valores significativos de $\Delta R/R$ (~ 115 %) para multicamadas de Co/Cu [12,44]. Estudando o acoplamento entre camadas FM separadas por camadas NM de espessuras variadas (t_{NM}), Parkin et al. evidenciaram que o acoplamento oscilava entre estados de acoplamentos paralelo, como se fosse um composto ferromagnético [representado na Figura 2.1(a)], ou antiparalelo, como se fosse um composto antiferromagnético [representado na Figura 2.1(b)], à medida que o valor de t_{NM} crescia [45]. Como dito anteriormente, esse acoplamento de troca entre as camadas FM é mediado pelos elétrons itinerantes na camada espaçadora metálica, análogo à interação de troca indireta RKKY, que foi desenvolvida para explicar a polarização de spins dos elétrons de condução por um íon magnético em uma matriz não magnética metálica [36–38]. Ruderman-Kittel-Kasuya-Yosida (RKKY)

demonstraram que essa polarização dos elétrons oscilava entre valores positivos e negativos da interação de troca e decaía com o cubo da distância do íon polarizador [36–38].

2.1.2 - Efeito de Polarização de Troca (*Exchange Bias* - EB)

O efeito de EB foi descoberto em 1956 em partículas de cobalto oxidadas acidentalmente, onde observaram que o laço de histerese [curva $M(H)$] no protocolo em que a amostra foi resfriada na presença de campo magnético externo [protocolo *field-cooling* (FC)], apresentava um deslocamento do seu centro de gravidade ao longo do eixo do campo aplicado [5–7]. Já na década de 90, a observação sistemática do efeito de EB se deu também em heteroestruturas (sistema onde há interfaces planas de grandes áreas laterais) e se vislumbrou o potencial para aplicação desse fenômeno na construção de dispositivos spintrônicos [9,10].

Cabe reafirmar que o fenômeno de EB, que é também dependente das propriedades interfaciais, gera uma anisotropia unidirecional nas interfaces FM/AF quando submetidos a condições específicas, (i) deposição com campo magnético aplicado durante o crescimento das camadas [9], (ii) ou resfriamento da amostra na presença de campos magnéticos pelo protocolo (FC), a partir do estado desordenado magneticamente da fase AF e ordenado da fase FM [9], (iii) ou pela alta anisotropia uniaxial do material FM induzida pela deposição oblíqua [22]. Como dito antes, Meikejohn e Bean [5,6,8] assumiram que o fenômeno de EB surgia a partir da interação de troca entre os átomos vizinhos na interface FM/AF das partículas de Co/CoO.

Há algumas configurações de spins interfaciais da configuração FM/AF, ou seja, estados compensados e não-compensados de spins. Para o caso da interface compensada, conforme Figura 2.2(b)[9], a sub-rede do AF é tal que há números iguais de spins em direções opostas dentro do AF, o que resulta em uma magnetização global nula na camada AF. Por outro lado, em uma estrutura interfacial não compensada [vide Figura 2.2(a)], a magnetização da camada AF é diferente de zero na interface, temos uma contribuição dos momentos do AF na interface e as direções dos spins AF podem ter a mesma orientação que a camada FM vizinha, com $J > 0$ (Figura 2.2a), ou antiparalela com $J < 0$ (Figura 2.2a).

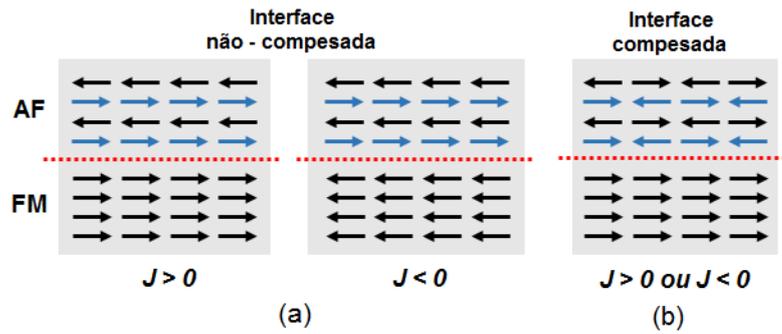


Figura 2.2 – Esquema de possíveis estruturas de spins (representados por setas) em um composto formado por uma interface de materiais FM e AF. Na interface AF/FM, os spins do AF estão compensados, conseqüentemente os mais internos estão livres para uma rotação na estrutura de domínio, reduzindo assim a anisotropia magnética do AF, e conseqüentemente provocando uma “extinção” do efeito de EB.

No caso dos spins não compensados, há um aumento da energia interfacial AF/FM devido às modificações nas interações de trocas dessa região quando comparadas com o estado de spins compensados. Essa energia adicional influencia diretamente no processo de rotação da magnetização pelo campo externo quando medidas de $M(H)$ estão em curso, ou seja, quando os spins da camada FM buscam girar coerentemente (durante o ciclo de histerese magnética), como seria em um material FM puro, a interação de troca interfacial com os spins da fase AF provoca um acréscimo da energia magnética, mantendo assim os spins da FM em sua condição inicial, estabelecida pelo campo magnético externo. Então, como há ainda a energia de troca dos spins dentro da fase AF (energia do AF deve ser maior do que a de troca da interface AF/FM), o laço $M(H)$ será deslocado ao longo do eixo do campo magnético e esse campo de deslocamento pode ser associado à interação de troca interfacial AF/FM. Segundo Meikejohn e Bean, o campo magnético de EB (H_{EB} é obtido da minimização da energia total magnética, E_{mag} , levando em conta basicamente as energias de troca interfacial e a contribuição Zeeman) pode ser escrito pela Equação (2.1) [7,9]:

$$H_{EB} = (n J_{EB} \mathbf{S}_{FM} \mathbf{S}_{AF}) / M_{FM} t_{FM} \quad \text{Equação (2.1)}$$

Onde n é o número de spins interfaciais por unidade de área, que participam da interação de troca interfacial definida como J_{EB} ; \mathbf{S} é vetor de spins; M_{FM} é a magnetização de saturação e t_{FM} à espessura da camada FM, respectivamente.

Nesse modelo relativamente simples, obviamente alguns problemas estão inerentes: (i) o valor de H_{EB} é, pelo menos, duas ordens de grandeza maior que os valores observados experimentalmente [46]; (ii) o modelo falha em explicar o EB observado em interfaces totalmente compensadas [46]; (iii) não leva em consideração a existência de rugosidade das interfaces FM/AF. Outros modelos de EB podem ser encontrados na literatura, conforme as referências [9,10,46].

2.1.3 - Configuração de uma Válvula de Spins (VS)

Descritos os fenômenos de GMR e EB, apresentamos, na Figura 2.3, um arranjo de materiais dando origem a uma heteroestrutura de uma VS, sugerida em 1991 por Dieny et al. [47].

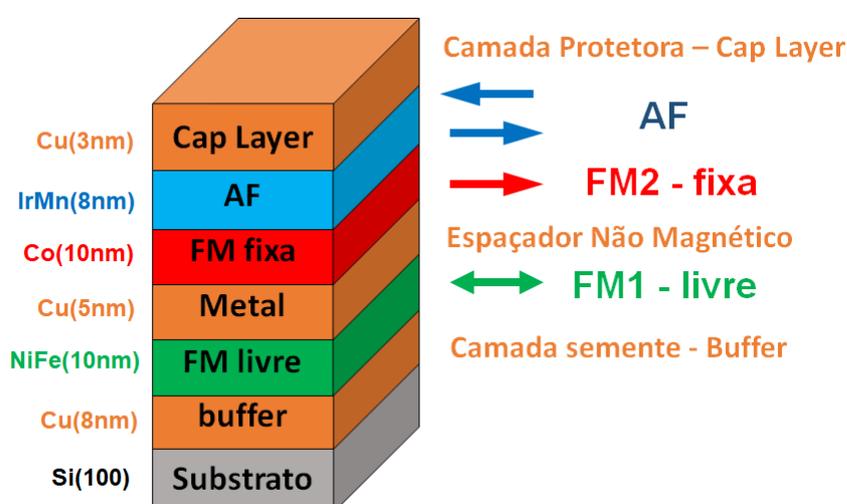


Figura 2.3 - Esquema do arranjo de camadas nanométricas de distintos materiais (FM, AF, NM) de uma possível válvula de spins. O substrato sugerido é o silício, por ser um dos principais materiais utilizados na eletrônica básica. O Cu (*buffer*) como camada semente para crescimento da fase cúbica de face centrada (FCC) do *permalloy* ($Py = Ni_{81}Fe_{19}$), que é o ferromagneto mole, o Cu espaçador (propiciar o acoplamento entre as camadas de Py e Co), o Co sendo o ferromagneto duro, o IrMn que é o AF com temperatura de Néel $T_N = 690 K$ [1] e Cu para redução de oxidação do sistema.

A VS com arranjo do empilhamento atômico sugerido na Figura 2.3, opera com uma mudança da magnetização da camada FM mole de Py (camada livre) quando a VS se aproxima de regiões de campos magnéticos não homogêneos (entre domínios magnéticos das gravações de um HD (*hard-disk*), por exemplo). O travamento da camada FM “dura” (relativa à primeira camada FM mole) se dá com a interação de

troca interfacial entre o Co/IrMn (devido à anisotropia unidirecional). Portanto, o laço de histerese magnética da camada FM travada é deslocado da origem da curva $M(H)$, enquanto o laço da camada de Py é centrado na origem, desde que a interação de troca indireta entre Co e Py seja suficientemente baixa, como ocorre para a espessura de 5 nm de Cu [48]. No entanto também devemos levar em conta que estamos tratando do efeito de interação de troca indireta e que os materiais são metais, logo com grandes quantidades de elétrons de condução que, por sua vez, são polarizados. Esse fato garante que as camadas FM de Py e Co para 5 nm de Cu não estão efetivamente desacopladas (haverá sempre uma interação de troca residual). De fato, o acoplamento residual tem outras contribuições, tais como o acoplamento de troca propriamente dito, e o acoplamento magnetostático (tipo *Orange Peel*) [49], ou seja, acoplamento provocado pela rugosidade na interface FM/NM. Adicionalmente, podemos descartar os acoplamentos diretos entre as camadas FM por meio de buracos (*pinholes*) nas camadas NM; efeito mais frequente para valores t_{NM} baixos. No caso do espaçador Cu, os *pinholes* são observados somente para valores menores do que 2 nm de Cu [48,50,51].

Voltando às questões dos efeitos de GMR e EB; esses fenômenos são sensíveis às condições de crescimento das estruturas cristalinas das camadas, as rugosidades das interfaces, entre outras características. As propriedades citadas dependem da geometria de deposição (oblíqua ou normal [16]) e das condições de crescimento propriamente dito, temperatura do substrato [52], pressão de trabalho no caso de deposição por *sputtering* [53], modo de crescimento das camadas etc. No caso da GMR ou acoplamento entre camadas FM, trabalhos mostram que a rugosidade interfacial provoca um aumento da grandeza $\Delta R/R$ [54], outros demonstram que os acoplamentos entre as camadas FM são dependentes da morfologia da camada espaçadora, como, no trabalho de Korner et al. [55], que observaram mudanças no tipo de acoplamento (colinear ou não colinear) dependendo da rugosidade da camada de Cr no sistema Fe/Cr/Fe [55]. Uma vez demonstrado que a rugosidade interfacial determina as propriedades da VS, conseqüentemente o seu bom funcionamento, e um completo controle das orientações das magnetizações das camadas FM (Py e Co) e suas orientações relativas em sistema VS são primordiais para ampliação do entendimento dos fenômenos envolvidos e maior aplicabilidade dos dispositivos de VS. Concluímos que esses são assuntos que merecem uma discussão mais profunda. Dessa forma, estaremos na próxima seção discutindo o

papel do processo de deposição oblíqua sobre o crescimento das nanoestruturas, que trará modificações controladas das propriedades magnéticas das camadas e da VS, mas, por outro lado, propiciará uma rugosidade adicional, devido ao processo de crescimento colunar das camadas individuais.

2.2 - Deposição Oblíqua e o Efeito de Auto Sombreamento

A configuração de deposição oblíqua (*oblique angle deposition* - OAD) surgiu como uma ferramenta inovadora para deposição de filmes nanoestruturados, onde as morfologias das camadas eram adequadamente modificadas e controladas durante o processo de deposição [16]. A OAD é um tipo de geometria em que o fluxo de partículas de íons (vapor) incide no substrato em um determinado ângulo relativo à normal do plano do substrato. O ângulo de deposição cria filmes com estruturas colunares [16]. Então, a OAD tem sido amplamente utilizada para criação de vários dispositivos, tais como: células fotovoltaicas, sensores magnéticos, sensores catalíticos, entre outros; dispositivos estes que requerem um alto controle, das morfologia e/ou da estrutura cristalográfica [16].

Embora o substrato tenha uma rugosidade intrínseca antes da deposição, o estágio inicial da nucleação do crescimento do filme fino atuará para tornar a superfície mais rugosa de maneira aleatória, à medida que os núcleos se formam, o efeito de sombreamento rapidamente se torna um fator dominante no crescimento do filme na configuração oblíqua. Assim, uma quantidade maior de material será depositada sobre os núcleos sementes, reduzindo a quantidade de material na área sombreada, como esquematicamente representado na Figura 2.4. Essa disparidade de acúmulo de material em uma configuração OAD aumenta à medida que o tempo de deposição aumenta, provocando assim estruturas definidas e anisotrópicas.

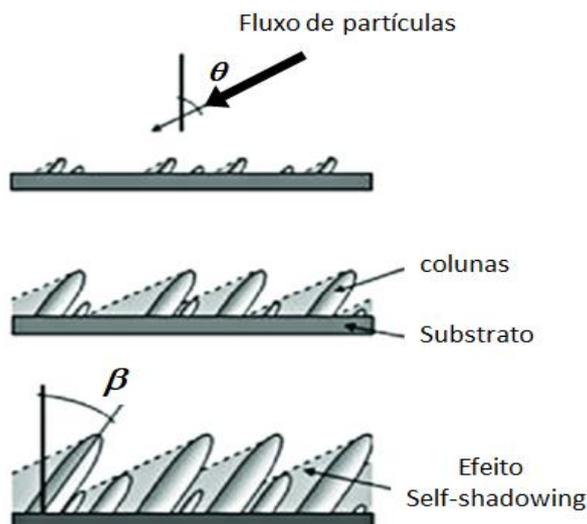


Figura 2.4 - Esquemas de deposição em geometrias oblíquas. Os ângulos θ e β são respectivamente os ângulos que os feixes incidentes e as colunas depositadas fazem com a normal ao plano do substrato [16].

A deposição de filmes com substratos mantidos em temperatura ambiente (isto é, quando os processos de mobilidade térmicos são menores) e na geometria normal (feixe incidente de vapor de átomos/íons normal ao plano do substrato) causa a formação de materiais com baixa porosidade [16], conseqüentemente mais compactos. Por outro lado, na geometria oblíqua, uma variável adicional é introduzida no processo de crescimento do filme; essa variável influencia diretamente na compactação do material depositado no substrato. É geralmente aceito que o mecanismo que controla tal evolução do crescimento da nanoestrutura é o efeito de auto sombreamento [16] (ou *self-shadowing effect*), que inibe aglomeração de átomos na parte posterior de uma região já nucleada/crescida. De fato, há algumas relações empíricas que associam a variação entre os ângulos β das colunas de átomos nucleados e o ângulo θ do fluxo incidente desses átomos, por exemplo, no processo de deposição por *sputtering*.

2.2.1 - Influência do Ângulo de Deposição θ com o Ângulo de Inclinação β da Nanocoluna

Nieuwenhuizen e Haanstra [26] demonstraram, via medidas de microscopia eletrônica, que, quando o feixe do vapor de partículas de alumínio faz um ângulo θ

relativo à normal do plano do substrato, há formação de distintas microestruturas colunares desse material sobre o substrato. Tais microestruturas colunares apresentavam ângulos β distintos daqueles do ângulo θ do feixe incidente de partículas. Com base em observações, eles propuseram a seguinte relação empírica, conhecida como regra da tangente:

$$\tan \theta = 2 \tan \beta \quad \text{Equação (2.2)}$$

Essa relação fornece uma descrição da inclinação da microestrutura para a faixa de ângulos de incidência no intervalo $0^\circ < \theta < 60^\circ$.

Além disso, Tait et al. [23] desenvolveram um modelo balístico baseado no crescimento colunar porque o fluxo de vapor de átomos não é simétrico em relação ao eixo de deposição. De fato, os autores propuseram que partes da coluna formam naturalmente sombras para uma coluna adjacente. Eles mostraram que a direção principal do crescimento do material é, portanto, deslocada com relação à normal do substrato que recebe o feixe dos átomos tal que se gera uma relação definida como regra do cosseno dada por [23]:

$$\beta = \theta - \arcsin [(1 - \cos(\theta))/2] \quad \text{Equação (2.3)}$$

Devido à sensibilidade da estrutura colunar nas condições de deposição e nos parâmetros dependentes do material, todos os materiais se comportam de maneira diferente e as previsões são bastante difíceis de serem alcançadas, ou seja, é difícil afirmar qual regra é a mais "correta", mas os dados experimentais tendem a seguir as Equações (2.2) e (2.3).

Tang et al. [56] estudaram, por meio de medidas de microscopia eletrônica de transmissão (perfil lateral e topográfico), a formação e a morfologia das estruturas colunares para filmes de cobalto com espessura de 100 nm [Figura 2.5 (a-c)]. Eles produziram filmes de Co para diferentes ângulos θ de incidência do feixe de vapor entre 0° e 85° e obtiveram os dados experimentais apresentados no lado direito da Figura 2.5. Ao tentarem fazer os ajustes destes dados experimentais entre β versus θ , com os modelos descritos pelas Equações (2.2) e (2.3), observaram que o modelo

o cosseno [Equação (2.3)] apresenta boa concordância para ângulos de deposição θ inferiores a 55° .

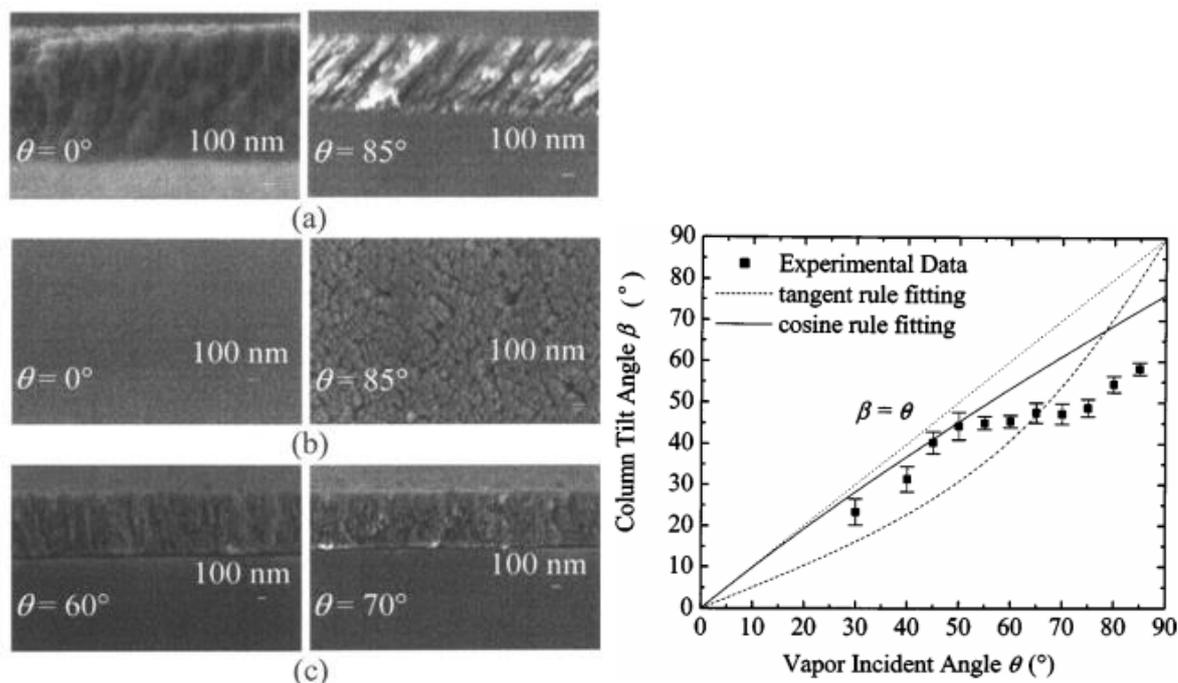


Figura 2.5 - Lado esquerdo: Imagens de TEM superfícies dos filmes e perfil (ao longo do material depositado) de filmes de Co depositados com ângulo de incidência θ do feixe de vapor dos átomos entre zero e 85° . Em (a), as deposições normais ($\theta = 0^\circ$) e oblíqua com $\theta = 85^\circ$. Em (b), o perfil visto de cima dos filmes de (a), ressaltando as diferentes topografias e em (c), deposições para $\theta = 60^\circ$ e 70° . Do lado direito, relação entre β (obtidos das medidas de TEM) versus θ (parâmetro de entrada)[56].

A Equação 2.2 é puramente geométrica, desconsiderando fatores importantes, tais como: (i) a mobilidade superficial dos adátomos, (ii) a conservação do momento linear paralelo dos adátomos e (iii) a pressão residual do gás (que pode ser importante para o caso de deposição por *sputtering*). Cabe dizer que poucos modelos levaram, em consideração, por exemplo, os efeitos da difusão superficial. De forma qualitativa, Hara [57] considerou uma distinção entre difusão de superfície direcional e aleatória. Observou então que, enquanto a difusão direcional da superfície é causada principalmente pela conservação do momento paralelo das partículas que chegam ao substrato, gerando um desvio da inclinação da coluna para longe da direção do fluxo de entrada relativo à normal do substrato, a difusão aleatória, ativada termicamente, promove o efeito oposto, inclinando a direção de crescimento colunar longe da normal do substrato.

2.2.2 - Deposição Oblíqua e Morfologia das Superfícies

Na deposição com configuração oblíqua, conforme visto anteriormente, há uma alta influência das microestruturas conforme o ângulo de inclinação é alterado. Por exemplo, Chen et al. [58], com estudo de microscopia eletrônica (SEM), demonstraram que a topografia superficial muda (Figura 2.6) dependendo se o substrato encontra-se parado (Figura 2.6 – lado esquerdo) ou girando (Figura 2.6 – lado direito) durante o processo de deposição. Cabe mais uma vez enfatizar que tanto as propriedades magnéticas quanto as de transportes são fortemente dependentes das microestruturas dos filmes. Logo a construção dos filmes finos é um assunto que merece atenção especial neste trabalho, conforme será mostrado mais adiante. Em nosso trabalho, abordaremos a deposição oblíqua com o substrato parado, ou com o substrato girando, sempre com ângulo de incidência do feixe de partículas de $\theta = 32^\circ$ relativa à normal do substrato devido à configuração confocal dos *magnetrons*.

Dessa forma, é importante estudarmos as microestruturas esperadas em ângulos próximos a esses valores na configuração oblíqua (parado) e/ou girando o substrato. Em particular, na Figura 2.6 (b e h) estão as imagens de SEM (perfil e topográfica) para filmes de 100 nm de Mo depositados com o substrato parado e gerando o efeito de auto sombreamento (*self-shadowing*) antes discutido. Em especial, tomamos a configuração de $\theta = 30^\circ$ (o mais próximo do nosso caso, $\theta = 32^\circ$), conforme mostrado no perfil lateral na Figura 2.6(b) da esquerda, e o perfil topográfico na Figura 2.6(h), podemos observar a morfologia de grãos colunares e que o ângulo de inclinação β da coluna é inferior a 30° (representado pela seta na Figura 2.6(b)) devido ao efeito de sombreamento e a nucleação dos grãos.

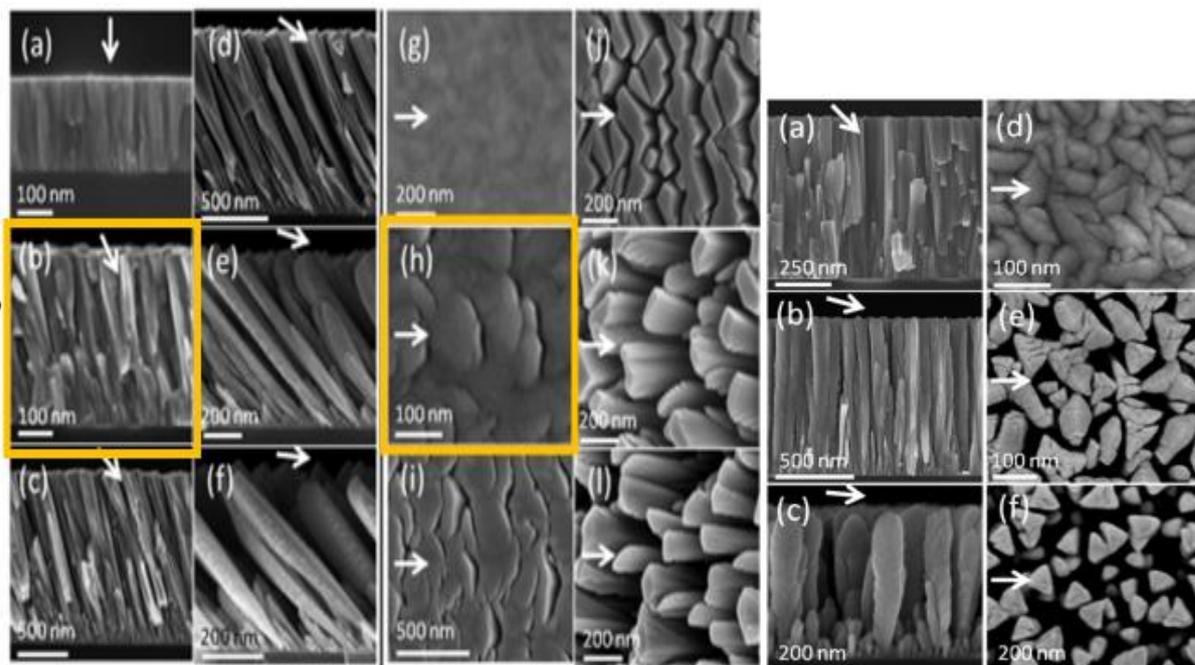


Figura 2.6 - Lado esquerdo: filmes de Mo depositados com ângulos de incidências θ iguais (a) 0° , (b) 30° , (c) 45° , (d) 60° , (e) 75° (f) 85° com o substrato parado relativo ao feixe de modo a gerar o efeito de sombreamento. Nas figuras (g), (f), (h), (i), (j) e (l) temos o perfil topográfico das figuras (a)-(f) respectivamente. No lado direito, temos as imagens de SEM dos filmes de Mo depositados para diferentes valores de θ (a) e (d) 45° ; (b) e (e) 75° e (c) e (f) 85° com a deposição sendo realizada com rotação do substrato, notamos a redução do efeito de sombreamento [58].

Por outro lado, na Figura 2.6 (lado direito), notamos que a rotação do substrato extingue a textura angular das nanocolunas de Mo, mesmo para uma velocidade angular de 1 rpm , ou seja, nessas condições há uma uniformização do crescimento das nanocolunas, tornando os grãos mais homogêneos e reduzindo a anisotropia de forma, entre outros fatores. Deste trabalho, podemos inferir que para $\theta \sim 30^\circ$ haverá nanoestruturas colunares em nossos filmes se a deposição for feita com o substrato parado devido aos efeitos de sombreamento e nucleação discutidos, mas essa estrutura colunar poderá ser “evitada” se a deposição for realizada com o substrato girando. Vamos usar essas condições com o substrato parado e/ou rodando para preparação da camada espaçadora de Cu, a fim de estudarmos o efeito da interação de troca entre as camadas Py e Co quando este parâmetro (a morfologia da camada de Cu) estiver presente. Além disto, temos que ressaltar também que faremos a deposição das camadas de Py e Co na configuração oblíqua ($\theta = 32^\circ$, tal que os materiais formarão estruturas nanocolunares, portanto anisotrópicas, com formatos tipo “grãos alongados”. Logo, há necessidade de fazermos a partir de agora uma pequena revisão sobre as principais anisotropias que iremos encontrar neste trabalho.

2.3 - Anisotropias Magnéticas

As mais importantes contribuições de anisotropias magnéticas para este trabalho estão relacionadas à forma das camadas (amostras), às suas estruturas cristalinas, à anisotropia unidirecional (EB) e, em particular, à textura em microescala da camada AF (anisotropia rotatória).

Em geral, a propriedade denominada anisotropia é definida como uma direção “privilegiada” do material relativamente a outras em que a energia é mínima, ou seja, uma direção na qual a energia do sistema é mínima relativamente às outras direções de um conjunto de medidas. Não há modelo físico definido para descrever as propriedades de anisotropias dos materiais. Em particular, no caso da anisotropia magnética, assume-se uma contribuição efetiva tal que a energia magnética possa ser escrita como uma função angular entre a direção da magnetização do material e uma direção preferencial (anisotrópica) específica, dessa forma[1]:

$$E = K_{eff} \sin^2 \theta \quad \text{Equação (2.5)}$$

Onde θ é o ângulo entre o vetor magnetização M e a direção privilegiada do sistema. K_{eff} é a anisotropia efetiva do material e tem unidade de energia por unidade de volume (Jm^{-3}). Se $K_{eff} > 0$, a energia é mínima para valores de $\theta = 0^\circ$ e 180° , enquanto se $K_{eff} < 0$, os mínimos ocorrem em $\theta = 90^\circ$ e 270° ; sendo esses casos degenerados em energia. Essa constante de anisotropia K_{eff} tem várias contribuições e cada uma destas contribuições depende da temperatura (T), fazendo com que exista uma $K_{eff}(T)$. Trataremos a seguir das fontes para a anisotropia efetiva (K_{eff}), que aparecerão neste trabalho de tese.

2.3.1 - Anisotropia Magnetocristalina

A energia magnetocristalina é proveniente da interação da distribuição de carga não esférica dos íons magnéticos (camadas incompletas), que possuem interação spin-órbita, com o campo elétrico cristalino do sólido (campo elétrico proveniente do arranjo atômico do cristal). Quando não há campo magnético aplicado (H_{ap}), os spins atômicos ficam orientados ao longo de uma determinada direção do cristal, tal que minimize a energia da interação entre a distribuição de carga orbital e da rede dos

átomos vizinhos. Essa interação dará preferência para a direção da distribuição de carga dos íons magnéticos, que por sua vez, têm associada uma distribuição de spins. Logo, devido à interação spin-órbita desse íon magnético, seu momento magnético total terá uma direção bem definida dentro do arranjo cristalino. Se um H_{ap} é aplicado nessa direção (direção de fácil magnetização), atinge-se rapidamente (para baixos valores de H) a magnetização de saturação (M_S). Quando H_{ap} é aplicado em outra direção qualquer, a interação spin-órbita tentará se opor à reorientação dos spins e a saturação só será atingida para campos H_{ap} mais intensos, onde a ação da interação spin-órbita é superada, ou seja, em determinados eixos cristalinos tal oposição é máxima, e assim define-se direção como de difícil (ou dura) magnetização (máxima energia para saturar a magnetização em outra direção). O efeito pode ser observado usando a Figura 2.7, que corresponde ao primeiro quadrante de um laço $M(H)$ para sistemas puros e monocristalinos de Fe-BCC, Ni-FCC e Co-HCP, respectivamente.

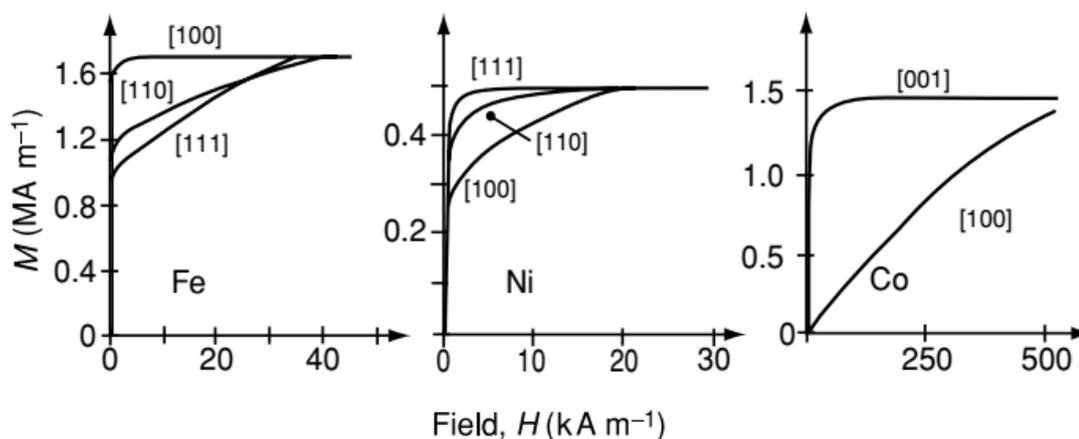


Figura 2.7 - Laços de histereses magnéticas para materiais ferromagnéticos com campo aplicado em diferentes direções relativamente à direção do monocristal: (a) Fe, (b) Ni e (c) Co [1].

Como dito anteriormente, a energia de anisotropia magnética é uma função angular da direção da magnetização relativa aos eixos do cristal. Assim, pode-se sempre tomar a energia de anisotropia magnética como uma expansão em série de potências dos cossenos diretores da magnetização, em diferentes tipos de simetrias, relativas aos eixos cristalinos. Dessa forma, para um arranjo atômico com simetria tetragonal, temos [1,3]:

$$E_T = K_0 + K_1 \sin^2 \theta + K_2 \sin^4 \theta + K_3 \sin^4 \theta \cos 4\varphi \quad \text{Equação (2.6)}$$

Para um arranjo tipo cúbico, a energia magnetocristalina é escrita por:

$$E_c = K_0 + K_1(\alpha_1^2\alpha_2^2 + \alpha_2^2\alpha_3^2 + \alpha_3^2\alpha_1^2) + K_2(\alpha_1^2\alpha_2^2\alpha_3^2) \quad \text{Equação (2.7)}$$

Onde $\alpha_1 = \sin\theta\cos\phi$, $\alpha_2 = \sin\theta\sin\phi$ e $\alpha_3 = \cos\theta$

Para uma anisotropia uniaxial (a direção fácil de magnetização é a direção do eixo c do cristal) e/ou em cristais hexagonais, a energia magnetocristalina pode ser escrita como [1]:

$$E_H = K'_0 + K'_1\cos^2\theta + K'_2\cos^4\theta \quad \text{Equação (2.8)}$$

$$E_H = K_0 + K_1\sin^2\theta + K_2\sin^4\theta + K_3\sin^6\theta + K_4\sin^6\theta\cos 6\phi \quad \text{Equação (2.9)}$$

Os coeficientes K_i (constantes de anisotropia cristalina) das energias descritas nas Equações (2.6-2.9) dependem do material, da temperatura e de efeitos externos (pressão, por exemplo). Resultados experimentais e teóricos [1,3], em geral, demonstram que basta determinarmos as constantes K_1 e K_2 para descrevermos as propriedades de anisotropias dos materiais cristalinos. Em particular, na ausência de outras fontes de anisotropia, o sinal e a intensidade da razão entre as constantes K_1 e K_2 determinam o eixo de fácil magnetização de uma dada configuração atômica, isto é, direções cristalográficas nas quais a magnetização é alinhada para campos magnéticos externos muito baixos (saturação é obtida após criação de monodomínio magnético). Esse ponto é nítido para o caso do Fe e do Ni, que possuem estruturas convencionais cúbicas, mas têm direções de fácil magnetização diferentes, respectivamente, nas direções [100] e [111]. Cabe ressaltar que estas constantes K_1 e K_2 são geralmente, determinadas em materiais monocristalinos, após atingido o estado de monodomínio magnético em medidas de $M(H)$, com campo aplicado em diferentes direções relativo a um eixo definido (vide Figura 2.7).

2.3.2 - Anisotropia de Forma

Amostras policristalinas sem orientação preferencial dos grãos têm uma anisotropia magnetocristalina praticamente desprezível [1,3]. Entretanto, devido à

forma dos materiais, pode ocorrer, em certas direções, uma distribuição não nula de magnetização nas superfícies dos materiais. Essas distribuições, em geral, de sinais opostos em lados opostos do material, produz um campo magnético que, por sua vez, direciona a magnetização no interior do material. Um comportamento isotrópico para a energia necessária a fim magnetizá-lo ao longo de uma direção arbitrária é encontrado apenas no caso de amostras com formato esférico. Por outro lado, se a amostra não for esférica, ocorrem uma ou mais direções específicas, que representam eixos de magnetização fáceis, causados unicamente pela forma (as distribuições de magnetizações que geram esse campo interno no material). Como tais distribuições de magnetização superficial dependem exclusivamente da geometria da amostra, essa energia é conhecida como anisotropia de forma ou energia magnetostática do sistema, dada por [1]:

$$E = \frac{1}{2} \int \mu_0 M H_D dV \quad \text{Equação (2.10)}$$

Onde o campo de anisotropia de forma, chamado de campo de desmagnetização (H_D), é escrito como sendo proporcional à magnetização do material.

$$H_D = \eta M \quad \text{Equação (2.11)}$$

A constante η é um tensor 3×3 de um modo geral. No caso dos filmes finos, assume um valor igual à unidade ($\eta = 1$) para magnetização no plano do filme (mínima energia para magnetização), enquanto um valor nulo ($\eta = 0$) para magnetização fora do plano do filme (máxima energia para magnetização).

2.3.3 - Anisotropia Unidirecional (*Exchange Bias*)

Como descrito anteriormente, o efeito de EB é um fenômeno de interação magnética que surge nas interfaces FM/AF de materiais quando estes estiverem submetido a presença de um campo magnético externo, ou seja, uma polarização magnética oriunda do acoplamento entre os spins interfaciais favorecido pelo campo magnético externo.

Supondo o vetor unitário (\mathbf{u}_s) na interface AF/FM (Figura 2.8), onde existe o efeito de EB, definimos a densidade de energia de anisotropia unidirecional E_{EB} como

sendo proporcional ao produto escalar entre a densidade de magnetização líquida por esse vetor \mathbf{u}_s . Considerando que a constante de anisotropia unidirecional (superficial) K_{EB} seja negativa, temos o laço $M(H)$ deslocado para valores negativos de campos magnéticos e se $K_{EB} > 0$, o laço fica deslocado ao longo da linha de campo magnético para a direita. Como pode ser visto o campo de *Exchange Bias* é proporcional à magnetização da camada FM travada (*pinned*), $H_{EB} = K_{EB}/\mu_0 M_{FM}$.

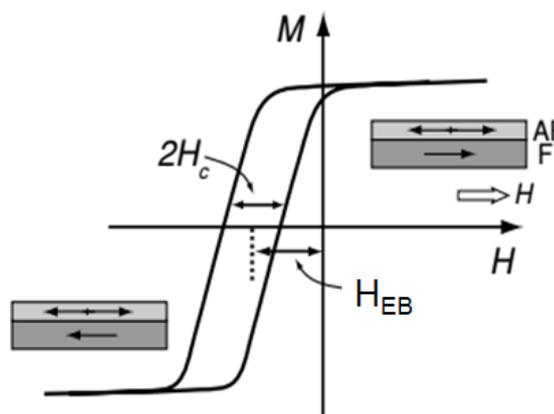


Figura 2.8 - Esquema de um laço característico de EB em uma Interface AF/FM, onde são representados os campos coercivo H_C e de *Exchange Bias* H_{EB} . A adaptada da literatura [44].

2.3.4 - Anisotropia Rotatória

A anisotropia rotatória (RA: *Rotatable Anisotropy*) corresponde a uma das fontes das anisotropias, responsável por um aumento no valor do campo coercivo (H_C) ou mudanças nas larguras de linhas dos espectros de ressonância ferromagnética [29]. No caso de interfaces AF/FM, a contribuição RA está relacionada aos momentos magnéticos da fase AF que acompanham os momentos FM adjacentes durante a obtenção de um ciclo de histerese, ou seja, não possuem uma anisotropia magnética relativamente forte para “prender” os momentos interfaciais do FM na direção do campo de congelamento. Para uma discussão rápida do fenômeno RA, tomamos camadas AF interfacial em três distintas instabilidades magnéticas do estado AF (regiões com diferentes anisotropias AF). Para camadas em que os domínios magnéticos são relativamente pequenos, com magnetização líquida, mas instáveis magneticamente, ou seja, com baixo valor de anisotropia AF (fase AF não formada), espera-se que esses domínios possam se comportar no estado tipo super-paramagnético, conseqüentemente essa interface AF/FM, com a camada AF não formada, não contribui nem para H_{EB} e nem para um

possível aumento nos valores de H_C . No caso, onde o material AF na interface AF/FM possui anisotropia magnética fraca na fase AF (domínios magnéticos intermediários), não haverá ocorrência do efeito EB (deslocamento do laço $M(H)$ ao longo do eixo dos campos), mas um aumento nos valores H_C é esperado. Finalmente, camadas AF, domínios magnéticos relativamente grandes, estáveis magneticamente, geram tanto o deslocamento do laço de $M(H)$ (efeito de EB) quanto um aumento em H_C , pois a anisotropia do material AF foi plenamente estabelecida (no efeito de EB, a anisotropia do AF deve, em geral, ser maior do que a do material FM). Então, em uma interface em que há regiões devido às morfologias dos crescimentos dos grãos, pode-se esperar que exista também a ocorrência das três contribuições na interface AF/FM. Um interessante estudo da contribuição da RA foi realizado por Suarez et al. [29] no sistema Py(10nm)/IrMn (t_{AF}), usando a técnica de ressonância ferromagnética (FMR). Os autores observaram (Figura 2.9) que a contribuição do campo de RA aumenta significativamente à medida que a espessura da camada AF (t_{AF}) cresce, atingindo um valor máximo em 4 nm de IrMn. Nesse mesmo intervalo de espessura do AF (t_{AF}), o campo $H_E (= H_{EB})$ foi praticamente nulo. Para valores $t_{AF} > 4 \text{ nm}$, a contribuição RA diminuiu, enquanto os valores de H_E cresceram [29].

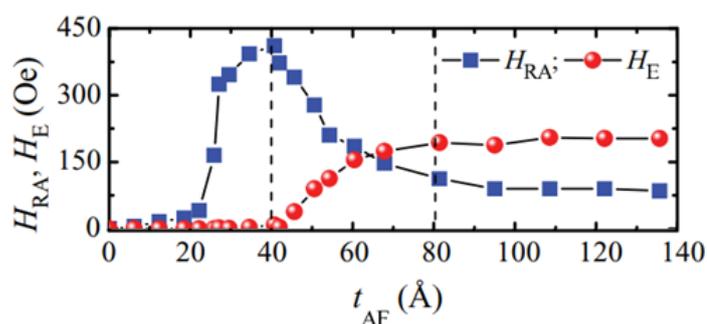


Figura 2.9 - Comportamentos do campo de anisotropia rotatória (RA) e campo de *Exchange Bias* (H_E) do sistema Cu(6nm)/Ni₈₁Fe₁₉(10 nm)/Ir₂₀Mn₈₀(0 - 14 nm) em função da espessura da camada do AF [29].

Com certas ressalvas, também podemos obter indiretamente informações da RA através das curvas de $M(H)$ obtidas em materiais com interfaces AF/FM, onde o AF apresentaria um crescimento gradual de sua anisotropia magnética à medida que t_{AF} crescesse. Em um caso, onde existe a coexistência de regiões AF com diferentes anisotropias, esse processo se torna quase impossível. No caso ideal antes mencionado, esquematizamos (Figura 2.10) o comportamento esperado para os laços de histereses em três situações distintas, simulando as situações anteriormente

discutidas: (a) FM + t_{AF} muito pequena ($H_{EB} = 0$), (b) FM + t_{AF} suficiente espessos para contribuir somente com H_C , sem gerar o deslocamento do laço ao longo do eixo dos campos e, finalmente, (c) t_{AF} espesso o suficiente para estabilização da fase AF com sua anisotropia adequada tal que o efeito de EB pudesse ser estabelecido na interface AF/FM.

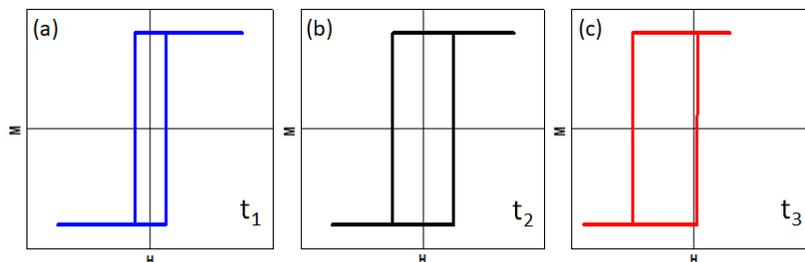


Figura 2.10 - Representação de laços de histereses de materiais com interfaces AF/FM, mas com a fase AF em três situações distintas: (a) t_{AF} pequena o suficiente para que não haja formação do estado AF (t_1), (b) t_{AF} espesso mas não o suficiente para estabilizar a fase AF com sua anisotropia adequada (t_2) e (c) t_{AF} espesso o suficiente para que o estado AF (t_3), com anisotropia magnética alta, esteja estabilizado.

2.4 - Anisotropia Magnética Induzida pela Deposição Oblíqua

Zhu et al. [24] estudaram as propriedades magnéticas de filmes finos de permalloy (Py) crescidos sobre substrato de Si(111), onde a deposição destes materiais foi realizada em configuração oblíqua para os seguintes ângulos do feixe de vapor relativo ao substrato: 3°, 11°, 19°, 26°, 32° (32° equivalente ao *Magnetron Sputtering*, utilizado neste trabalho).

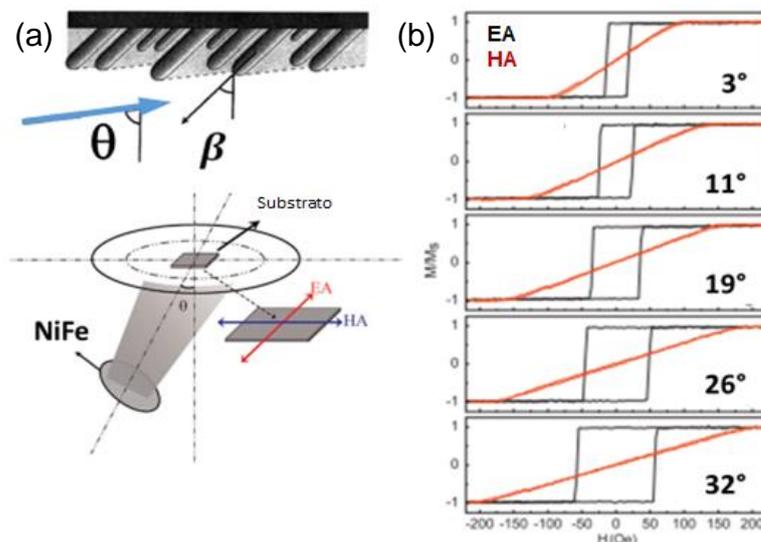


Figura 2.11 - (a) Esquema do processo de deposição oblíqua adaptada de Zhu et al. [24] para crescimento dos filmes de Py de 30 nm de espessura. A direção da anisotropia uniaxial (de forma) induzida é representada nessa figura. (b) laços $M(H)$ dos filmes de Py tomados a 300 K.

Dos laços $M(H)$, notamos nitidamente como a anisotropia uniaxial (K_u) é fortemente afetada pela mudança do ângulo do feixe de partículas, Figura 2.11(b). Em particular, observamos como estão bem definidos os eixos de fácil e difícil magnetização, devido à anisotropia de forma (uniaxial) dos grãos colunares de Py e com a característica de que o eixo de fácil magnetização está perpendicular à direção do feixe de partículas [24].

Em outro trabalho, Wang et al. [59] observaram efeito similar em filmes de Py crescidos também em Si(111) com espessuras de Py (t_{Py}) de 100, 140, 240, 280 nm. Adicionalmente, esses autores observaram, via medida de microscopia eletrônica (perfil), que a deposição normal possui alta compactação do material e não apresentava estruturas colunares (filme mais homogêneo do ponto de vista de distribuição do material sobre o substrato), enquanto a deposição oblíqua em 50° gera filmes de Py com formas colunares inclinadas, ocasionando uma anisotropia uniaxial devido à forma dos grãos/colunas dos filmes, conforme indicado na Figura 2.12 (a). Novamente, é nítido dos laços $M(H)$ o efeito da anisotropia para o caso dos filmes preparados em deposição oblíqua, onde está claramente definido os eixos de anisotropia uniaxial de fácil e difícil magnetização. Notamos ainda que a forma dos laços (indiretamente a anisotropia), principalmente na direção de difícil magnetização, é dependente de t_{Py} , conforme Figura 2.12 (lado direito). Em particular, para $t_{Py} = 100$ nm, o laço $M(H)$ possui características de um material com anisotropia magnética uniaxial induzida no plano e bem definida. Conforme os autores relatam [59], para $t_{Py} = 140$ nm, Figura 2.12 (b), os laços $M(H)$, tomados na direção fácil, são representativos para filmes com formação de domínio de “grãos alongados (*stripe domain*). Eles atribuíram esse efeito a redução da remanência e um aumento da coercividade, pois observaram uma rotação coerente da magnetização, enquanto a outra parte relacionava-se a uma comutação abrupta da magnetização, para intervalos campos aplicados pequenos. Na direção de difícil magnetização, os laços $M(H)$ são complexos e são explicados através de uma rotação da magnetização e uma redução da remanência em pequenos intervalos campos. Efeito similar foi também encontrado por Phuoc et al. no crescimento de ferro sobre substrato de SiO₂ [60].

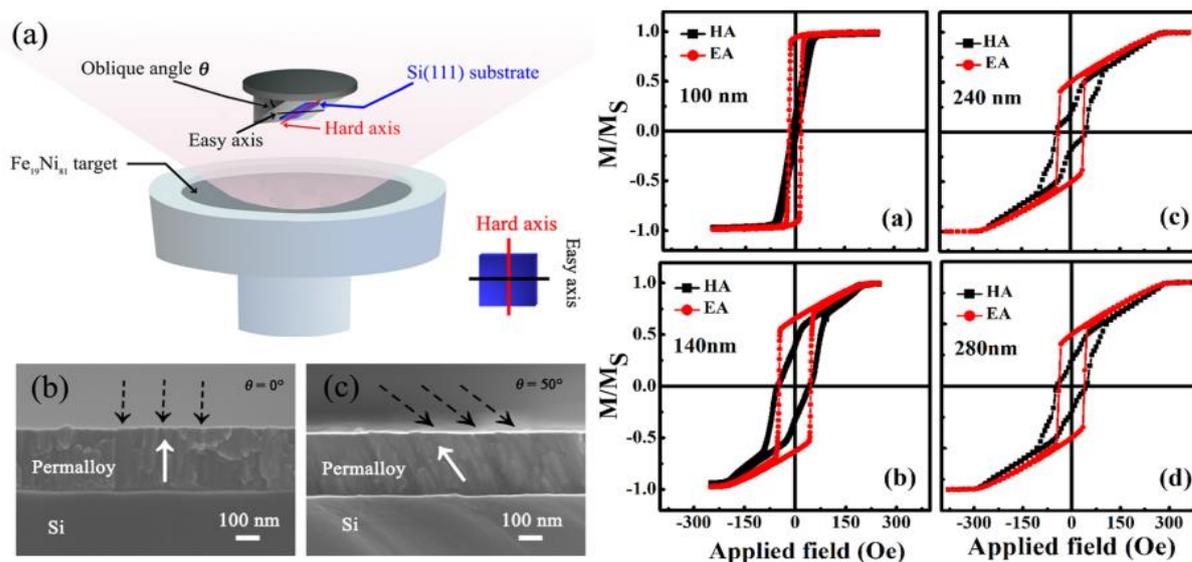


Figura 2.12 - Lado esquerdo: (a) Ilustração esquemática do arranjo de pulverização do trabalho de Wang et al. [59]. O ângulo oblíquo é marcado como θ e a inserção mostra a direção de fácil do eixo das amostras. (b) e (c) são imagens de seção transversal SEM dos filmes de Py de 100 nm , crescidos normal ($\theta = 0^\circ$) e com ângulo oblíquo de $\theta = 50^\circ$, respectivamente. As setas sólidas representam a direção de crescimento dos grãos colunares, enquanto as setas tracejadas referem-se à direção do feixe de incidência. No lado direito, estão os laços $M(H)$ para os filmes com diferentes espessuras de Py.

Li et al. 2015 [61], estudaram filmes de CoFeB com espessura de 40 nm (mais finos do que os anteriores) com estrutura do tipo cúbica de corpo centrado (BCC), observaram efeito semelhante das nanoestruturas inclinadas, que define o campo de anisotropia relativamente ao ângulo de deposição oblíqua de preparação dos filmes (Figura 2.13).

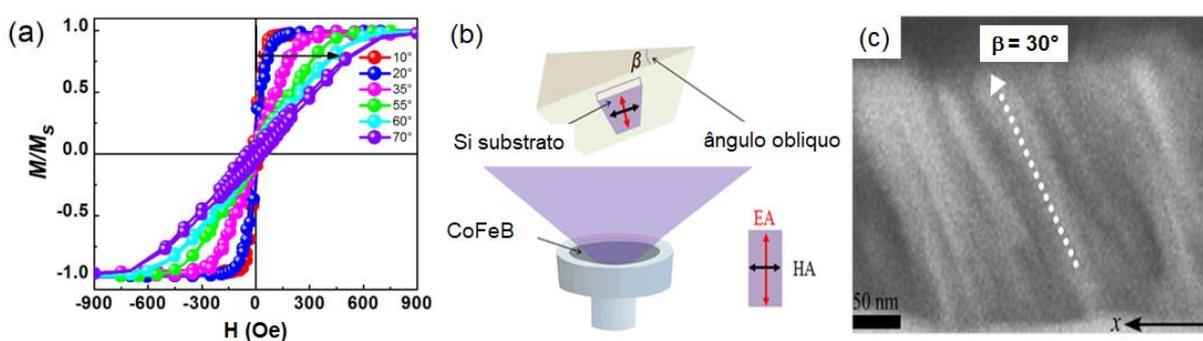


Figura 2.13 - (a) laços $M(H)$ tomados na direção de fácil magnetização dos filmes depositados para diferentes ângulos oblíquos, conforme indicado na figura. (b) Esquema da deposição oblíqua dos filmes de CoFeB de 40 nm , (c) imagem de microscopia para deposição oblíqua em $\theta = 70^\circ$ (nanocoluna $\beta = 30^\circ$) [25].

Adicionalmente à questão da deposição sobre diferentes substratos, sem camada semente (*buffer*) até agora discutido, trazemos também a questão da deposição oblíqua de filmes magnéticos crescidos sobre camadas sementes (*buffer*). Um exemplo na literatura é o trabalho de McMichael et al. [62], em que os autores

criaram uma camada semente de tântalo (com textura colunar devido à configuração oblíqua), essa camada de Ta induziu anisotropia em filmes de Co, mesmo o com Co depositados na configuração normal ($\theta = 0^\circ$). Por um lado, laços $M(H)$ do sistema $\text{SiO}_2/\text{Co}/\text{Au}$ sem Ta (Figura 2.14) indicam uma baixa anisotropia e um valor constante para diferentes ângulos oblíquos (θ) de deposição de Co. Por outro lado, com a deposição da camada semente de Ta na configuração oblíqua, as duas heteroestruturas $\text{SiO}_2/\text{Ta}/\text{Co}/\text{Au}$ ou $\text{NiO}/\text{Ta}/\text{Co}/\text{Au}$, apresentaram um crescimento substancial de suas anisotropias para θ a partir de 30° .

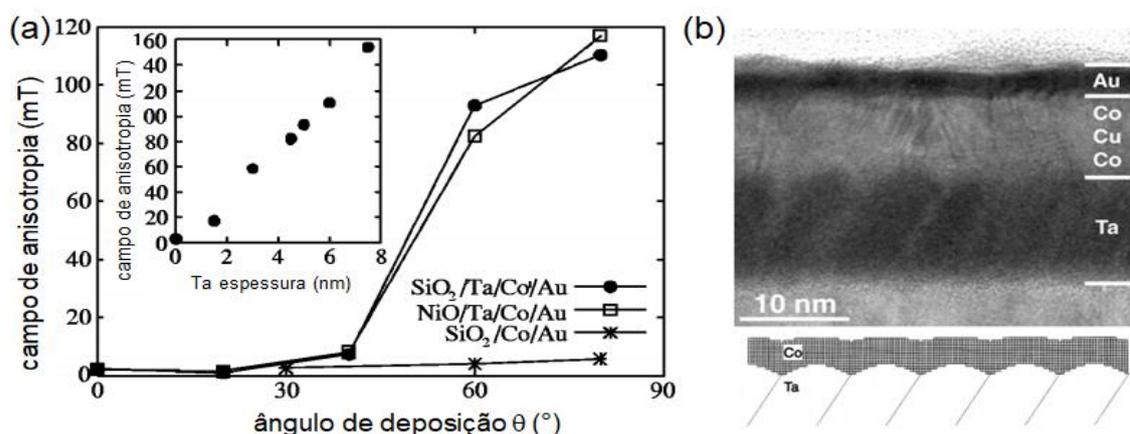


Figura 2.14 - (a) Medida dos campos de anisotropia de filme de 5.0 nm de Co em função do ângulo oblíquo para os três sistemas, (*) $\text{SiO}_2/\text{Co}/\text{Au}$ - cobalto depositado com θ variável, (\square) $\text{NiO}/\text{Ta}/\text{Co}/\text{Au}$ e (\bullet) $\text{SiO}_2/\text{Ta}/\text{Co}/\text{Au}$ – ambos depositados com o cobalto normal $\theta = 0^\circ$ e somente o ângulo θ da camada *buffer* de Ta varia. (b) imagem de microscopia TEM do sistema $\text{Co}/\text{Cu}/\text{Co}$ com $7,5 \text{ nm}$ de Ta depositado com $\theta = 60^\circ$. Parte inferior representa modelo colunar do sistema.

Além da complexidade mencionada, a influência da deposição oblíqua em sistemas contendo camadas AF/FM, onde o efeito de EB pode estar presente é um tema bastante atual e ainda requer muita investigação. Por exemplo, Phuoc et al. [19], em filmes de FeCo/IrMn depositados na configuração oblíqua sob a presença de campo magnético (H), observaram que os laços $M(H)$ apresentavam uma competição entre as anisotropias uniaxial (forma) e a unidirecional (EB). Adicionalmente, observaram que os tamanhos de grãos, calculados dos picos de difração de raios-X, eram dependentes do valor de β ($\beta = \pi/2 - \theta$, β definido em relação ao plano do substrato no trabalho de Phuoc et al. [19]), conforme apresentado na Figura 2.15. Para as fases FCC para o IrMn, com pico em (111) e (002), e CCC para o FeCo (110) (Figura 2.15(c)), observamos que à medida que o valor do ângulo β aumenta, os picos são deslocados para uma faixa maior de ângulos de difração. Isso implica dizer que ocorre uma contração do parâmetro de rede. Os autores interpretaram o fenômeno como sendo uma alteração da microestrutura dos filmes devida à formação de grãos

colunares, gerando mais tensão interna nos cristais, por causa do aumento da inclinação das colunas geradas em razão do método de deposição oblíqua. Esses efeitos são novamente observados com medidas de laços $M(H)$, apresentados no lado esquerdo da Figura 2.15. Considerando que os filmes FeCo/IrMn são depositados sob a presença de um campo de 100 Oe, espera-se a existência da EB. Da Figura 2.15, é possível notar uma forte modificação no formato dos loops $M(H)$ para medidas com campo aplicado na direção do eixo de fácil magnetização. Eles explicaram esse efeito devido à competição entre as anisotropias unidirecional (K_{EB}) e a uniaxial (K_U). Devido à sobreposição de vários laços $M(H)$, com diferentes campos H_{EB} (existe uma distribuição de campos de EB na interface AF/FM) nesse caso, a curva geral da magnetização manifesta-se como uma reversão de múltiplos estágios, conforme pode ser visto ao observar a Figura 2.15. Outro ponto interessante é que o deslocamento do laço $M(H)$ para $\beta = 0^\circ$ é significativamente menor do que aqueles com $\beta = 16^\circ$ e $\beta = 30^\circ$, indicando que o efeito de EB pode ser controlado/otimizado usando a deposição oblíqua. Os autores ainda demonstraram que a anisotropia unidirecional, decorrente do EB, é colinear com a anisotropia uniaxial, induzida pela deposição oblíqua. Um fator importante para a construção de VS.

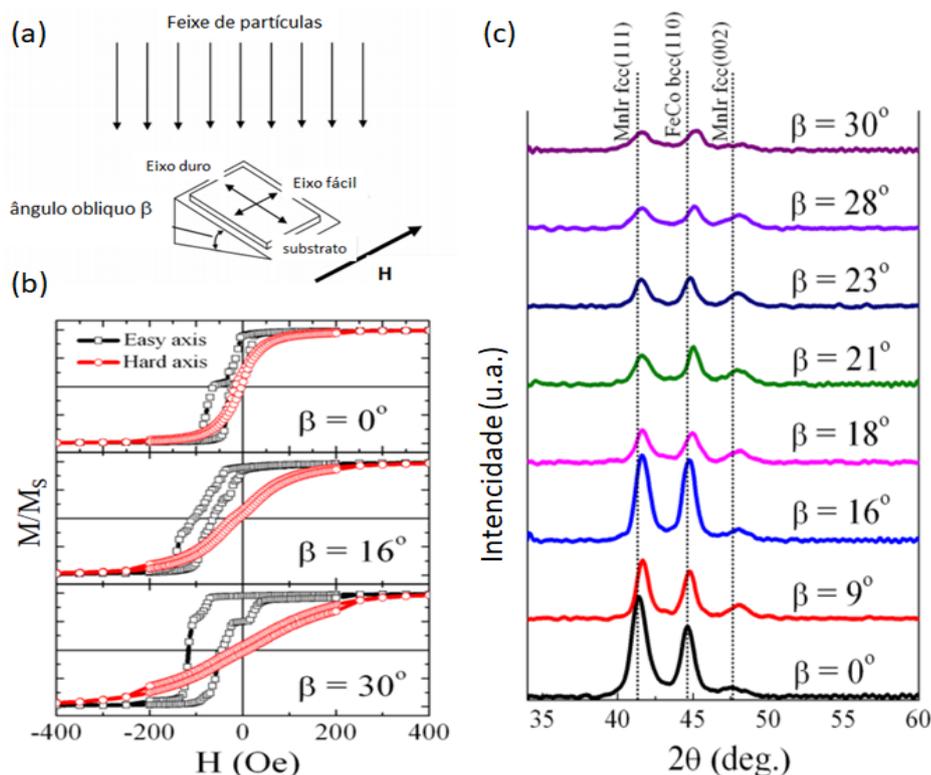


Figura 2.15 - (a) Esquema de deposição oblíqua ($\beta = \pi/2 - \theta$), (b) laços de histereses para FeCo/IrMn depositado em $\beta = 0^\circ$, 16° e 30° medidos em temperatura ambiente, com o campo magnetico aplicado nos eixo fácil e duro. (c) difração de raios-X das multicamadas de FeCo/IrMn em vários ângulos oblíquos [19].

Adicionalmente, Bueno et al. [63] relataram um procedimento de crescimento por *Sputtering* de bicamadas do tipo Si(100)/Cu(6 nm)/Py(12 nm)/Ir₂₀Mn₈₀(5 nm) com presença do efeito de EB também aplicando campo magnético externo na configuração de deposição oblíqua. Os autores ajustaram a direção do campo de anisotropia unidirecional (H_{EB}), mantendo a direção de anisotropia uniaxial do Py.

Phuoc et al. [20] também estudaram a influência do ângulo de deposição oblíqua $\beta (= \pi/2 - \theta)$ e o efeito de EB em bicamadas de NiFe(125nm)/IrMn(15nm) crescidas na presença de um campo magnético externo de 200 Oe (ver Figura 2.16). Eles demonstraram experimentalmente que a deposição oblíqua modifica significativamente a magnitude dos parâmetros que definem o efeito de EB (H_{EB} e H_C). Por exemplo, descobriram que o campo de anisotropia uniaxial (H_U) foi significativamente aumentado com o aumento do ângulo de deposição oblíqua β devido às estruturas colunares inclinadas formadas.

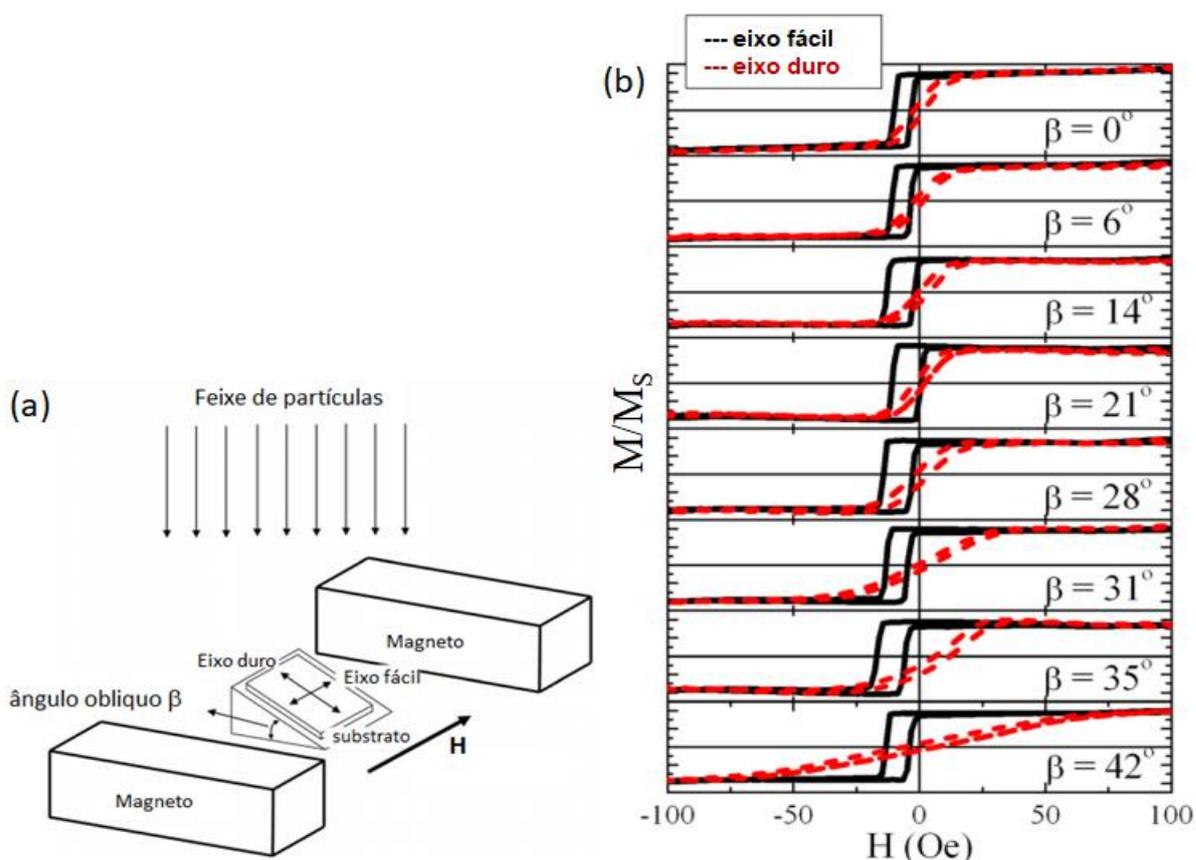


Figura 2.16 - (a) esquema de deposição oblíqua com campo magnético aplicado ao longo do eixo fácil do sistema. (b) laços de histereses medidos em temperatura ambiente ao longo dos eixos fácil e difícil para o sistema NiFe(125nm)/IrMn(15nm) crescidas em diferentes ângulos oblíquos [20].

Na Figura 2.16(b) temos vários laços $M(H)$ dos filmes de NiFe/IrMn depositados em diferentes ângulos de deposição oblíqua (β) e medidos à temperatura ambiente, com o campo aplicado no plano, ao longo do eixo fácil (definido pela anisotropia uniaxial da deposição oblíqua) e de difícil magnetização [vide Figura 2.16(a)]. Enquanto os laços $M(H)$ tomados no eixo fácil apresentam-se deslocados para a direção negativa de campos (devido ao campo de H_{EB}), os laços $M(H)$, tomados ao longo do eixo duro, são curvas inclinadas devido às altas anisotropias presentes no sistema Py/IrMn. Adicionalmente, observamos que os laços $M(H)$ tomados ao longo do eixo duro se tornam mais inclinados à medida que o ângulo de deposição oblíquo β cresce, mas em todos os casos espera-se que a anisotropia unidirecional (K_{EB} que dá origem H_{EB}) é colinear com a anisotropia uniaxial (K_U que dá origem ao H_U) induzida pela deposição oblíqua.

Em outro trabalho publicado, Phuoc et al. [21] também observaram que os laços $M(H)$ para o sistema de NiFe(150nm)/IrMn(80nm) são modificados com a variação do ângulo de deposição β (vide Figura 2.17 lado esquerdo) e a competição entre as anisotropias de forma (uniaxial - K_U definida no eixo- x) com a anisotropia unidirecional K_{EB} (eixo- y) estabelecida pela aplicação de um campo magnético de 100 Oe (aplicado no eixo- y) durante a deposição, conforme mostramos na Figura 2.20 (a), lado direito. Podemos notar na Figura 2.17 que para os ângulos $\beta = 0^\circ$ e 27° , os laços de $M(H)$ tomados ao longo da direção x são definidos somente pela anisotropia de forma (K_U), enquanto os laços $M(H)$ realizados ao longo da direção y são definidos pela anisotropia unidirecional (K_{EB}). Entretanto para valores de $\beta > 27^\circ$, notamos que os laços $M(H)$, ao longo das direções x e y apresentam competições entre as anisotropias de forma (dos grãos colunares) e a unidirecional.

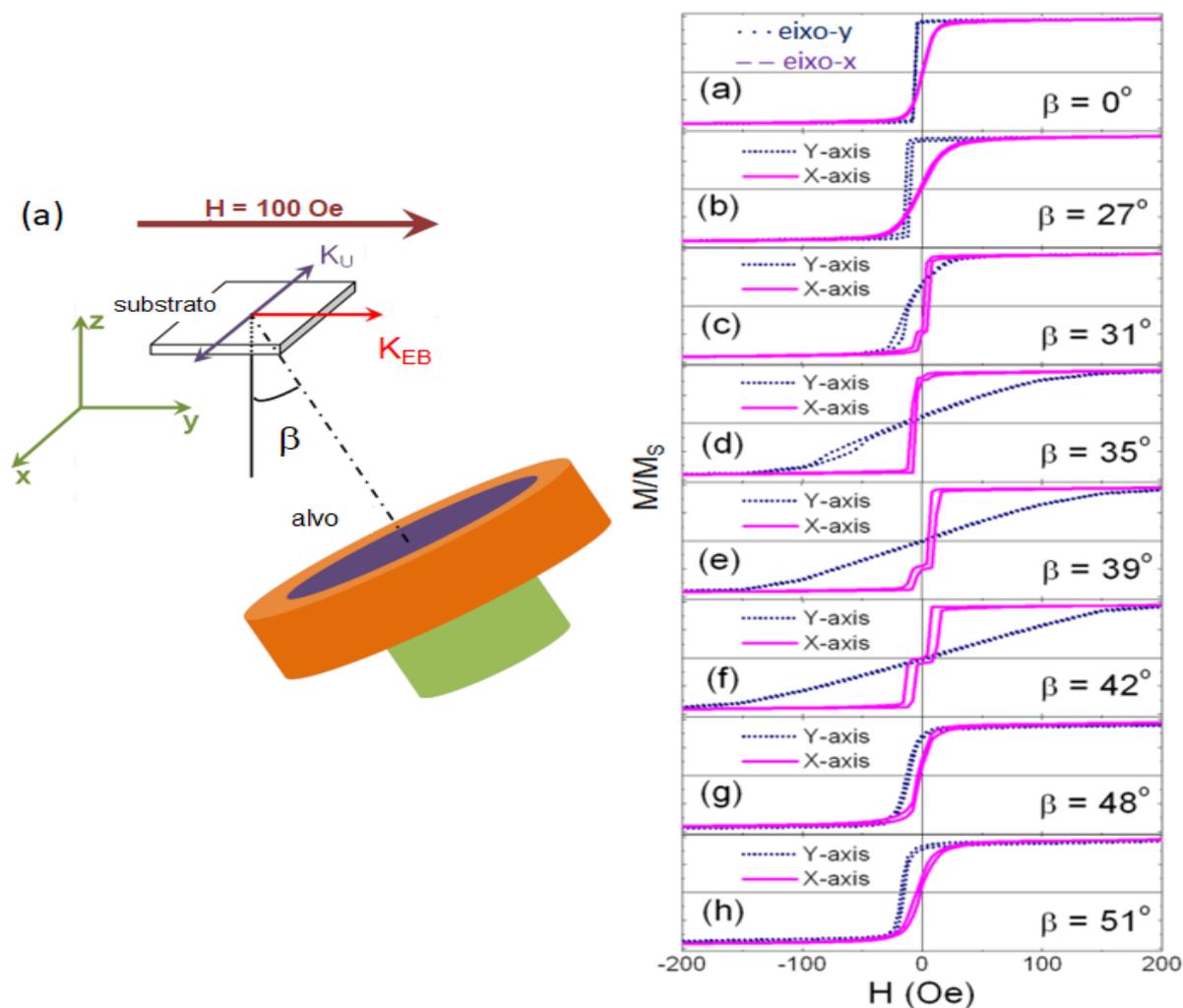


Figura 2.17 - (a) Lado esquerdo: temos o esquema de deposição oblíqua com o K_{EB} estabelecido devido ao campo magnético aplicado ao longo do eixo-y, e a anisotropia uniaxial K_U no eixo-x para a deposição oblíqua. No lado direito (a)-(g) são representados os laços $M(H)$ medidos ao longo da direção do eixo-x e do eixo-y [21].

Como realizaremos as deposições das amostras com o sistema de *Magnetron Sputtering* na configuração confocal e com um ângulo de deposição oblíqua de $\theta = 32^\circ$, notamos que para ângulos de deposição oblíqua menores do que 30° , a anisotropia uniaxial (K_U), induzida por deposição oblíqua, é de baixa magnitude e, portanto, quem define a anisotropia do sistema é a unidirecional do efeito de EB (Figura 2.17). Para o ângulo oblíquo na faixa de 31° a 45° , a anisotropia uniaxial torna-se maior, e leva a uma supressão do efeito de EB. Quando o ângulo oblíquo é aumentado além de, 45° devido à reorientação da anisotropia uniaxial induzida pela deposição oblíqua, o efeito de EB reaparece ao longo da direção do campo de deposição.

Finalizaremos este capítulo fazendo um breve comentário sobre a questão das competições entre as distintas anisotropias de um sistema VS, entre as quais citamos: uniaxial (K_U devido à forma dos grãos colunares da deposição oblíqua), a unidirecional (K_{EB} gerada da interação dos spins interfaciais das camadas FM e AF), magnetocristalina (K_C devido à configuração atômica do cristal magnético, porém para os filmes policristalinos ela é praticamente nula), rotatória (K_{RA} devido às anisotropias distintas em uma interface do material AF) e de troca (K_{BL} devido a interação de troca entre camadas FM separadas por uma camada não magnética). Enfatizamos também que a complexidade do problema aumenta quando as heteroestruturas do tipo VS são preparadas na configuração de deposição oblíqua. Com isso, vamos estudar as orientações relativas dos eixos de anisotropias e suas contribuições quando preparamos filmes VS do tipo Cu(8nm)/NiFe(10nm)/Cu(5nm)/Co(10nm)/IrMn(8nm) na configuração oblíqua onde manipulamos as orientações dos grãos colunares pelo processo de deposição das camadas. Estudaremos também (i) o efeito da corrugação do espaçador de cobre Cu(5nm), quando depositado parado, e (ii) o efeito da rotação do substrato para maior homogeneização e “redução” da textura colunar quando o espaçador de Cu(5nm) for depositado girando, entre as camadas de NiFe e Co de modo a entendermos melhor o papel da interação de troca entre as camadas FM na reorientação das magnetizações e os campos de anisotropias presentes no sistema.

3. Preparação e Caracterização das Amostras

Neste capítulo, serão abordadas as técnicas experimentais utilizadas para a produção e caracterização das nanoestruturas artificiais (válvulas de spin/multicamadas) desta tese de doutorado. Serão abordados o método de preparação das multicamadas por *Magnetron Sputtering*, as técnicas de caracterização estruturais: difração de raios-X (DRX), difração rasante de raios-X (GIXRD - *Grazing Incidence Diffraction*), refletividade de raios-X (RRX) e microscopia de força atômica (AFM) e as técnicas de caracterização magnéticas: magnetometria de amostra vibrante (VSM - *Vibrating Sample Magnetometer*), MOKE (magnetometria por efeito Kerr), ressonância ferromagnética (FMR - *Ferromagnetic Resonance*) e magnetorresistência pelo método de 4 pontas.

3.1 Magnetron Sputtering

Na produção das nanoestruturas artificiais, foi utilizado o método *Magnetron Sputtering* (pulverização catódica). Esta técnica é amplamente usada na indústria de tecnologia devido à sua alta eficiência e à boa reprodutibilidade dos resultados, propiciando a sua utilização em pesquisas e desenvolvimento de novas tecnologias, e, também na ciência básica das nanoestruturas que tem uma gama enorme de propriedades físicas interessantes devido a sua baixa dimensionalidade e interfaces.

O processo de *Sputtering* consiste na emissão de partículas de um alvo sólido pelo bombardeamento de íons de um plasma. O gás constituinte do plasma pode ser inerte (gases nobres) ou reativo (oxigênio, nitrogênio ou mistura). Gases reativos são usados, por exemplo, para preparar filmes de óxidos e nitretos, fazendo uso de alvos metálicos. Entre os gases inertes para formar o plasma do processo de *Sputtering*, o argônio (*Ar*) é o mais usado, devido a sua abundância e ao baixo potencial de ionização e ao custo comercial relativamente baixo. Durante a interação dos íons Ar^+ (do plasma) com a superfície do alvo (material que se deseja produzir o filme), vários fenômenos ocorrem, dependendo da energia cinética (E_K) adquirida pelos íons Ar^+ até o momento da colisão com o material do alvo. Então, os íons de Ar^+ do plasma podem: (i) ser retroespalhados pela superfície do alvo; (ii) provocar ejeção de elétrons secundários dos átomos do alvo; (iii) ser implantados no alvo, criando defeitos no

mesmo; (iv) ou ainda ejetar átomos do alvo; sendo este último o nosso processo de interesse ($E_K > 4H$, onde H é a entalpia de formação do alvo) [64]. Na Figura 3.1 estão ilustrados alguns desses processos.

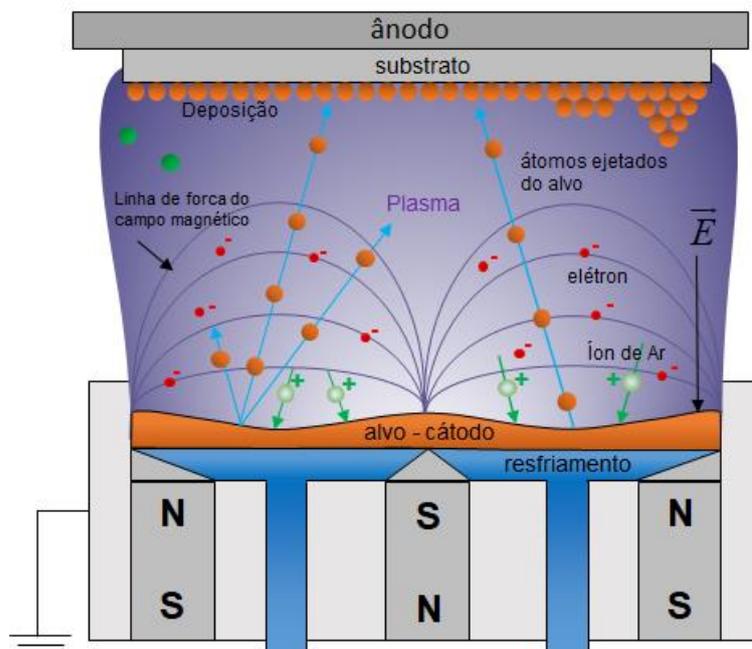


Figura 3.1- Esquema de uma fonte *magnetron sputtering*, contendo o alvo do material do qual se deseja formar o filme, o substrato e os átomos iniciando a deposição, os ímãs permanentes que direcionam o plasma (feixe de íons Ar) para o alvo estão esquematizados [65].

O substrato é escolhido de modo que suas propriedades reduzam (ou amplifiquem) sua influência sobre o crescimento e as propriedades dos filmes, dessa forma a propiciar e desenvolver aplicações tecnológicas [2,39]. Em geral, se usa um semiconductor, sendo o silício (Si) um dos substratos mais utilizados, pois é abundante e base da microeletrônica atual (transistores etc). Quando um pedaço de substrato de Si (usamos dimensões médias de $10 \times 10 \times 0,5 \text{ mm}^3$), é colocado na direção do feixe de partículas ejetadas do alvo, uma deposição deste feixe de átomos acontecerá, formando uma película (ou filme) do material, que tem sua espessura controlada pelo tempo de exposição ao feixe de átomos ejetados do alvo. Este tempo é tal que, para uma determinada taxa de evaporação ($\sim 0,04 \text{ nm/s}$), propicie um filme nanométricos com espessuras entre 1 e 100 nm , acima desta região, em geral, as propriedades dos materiais são governadas pelo volume (*bulk*) e não por efeitos de superfícies.

Nesta Tese, usamos o sistema *Magnetron Sputtering* modelo ATC ORION-8 da empresa AJA International (Figura 3.2), instalado no Laboratório de Espectroscopia Mössbauer e Magnetometria (LEMAG) da Universidade Federal do Espírito Santo

(UFES), foi usado para preparar as nanoestruturas artificiais (multicamadas). Nesse equipamento é possível depositar camadas finas e homogêneas, com baixíssima rugosidade superficial/interfacial devido à baixa pressão de trabalho (P_T) de 2,0 *mTorr*.



Figura 3.2 - Foto do equipamento *Magnetron Sputtering* instalado no LEMAG.

O *Sputtering Orion-8* possui sete *Magnetrons*, onde são colocados os alvos dos materiais. Essas *Magnetrons* são montadas na base da câmara principal de deposição com a configuração confocal (inclinadas de 32°) relativamente à normal do porta-substrato, que, por sua vez, conectado a um motor de passo que gira com uma velocidade constante, mas que também pode ser variada entre 0 a 40 *rpm*. Maiores detalhes do sistema de *Sputtering* são encontrados em outros trabalhos do grupo do LEMAG [64,66]. A altura do substrato em relação as *magnetrons* foi mantida em 38 *cm*, conforme sugestão do fabricante para melhor homogeneidade e taxas de deposição uniformes. O controle de posicionamento do porta-substrato é feito manualmente. O porta-substrato pode ser aquecido até 850 °C e mantido na temperatura escolhida durante a deposição dos filmes. Todas as deposições realizadas neste trabalho ocorreram em temperatura ambiente (substrato refrigerado por um circuito de água gelada (*chiller*) mantida em 20 °C). Na câmara principal de deposição há um sistema de bombeamento, com bombas mecânica (marca *Adixen* Série *ACP15*) e turbo-molecular (da marca *Pfeiffer Vacuum TMU521P*), que bombeia

a uma pressão residual da ordem de $2,0 \times 10^{-8} \text{ Torr}$ (chamada de pressão de base, P_B). Os filmes finos foram preparados quando o vácuo atingiu valor menor ou igual a $4,0 \times 10^{-8} \text{ Torr}$.

Para não modificar substancialmente os gases constituintes da câmara de deposição, entre as trocas consecutivas dos substratos, no *Sputtering* Orion-8 há uma antecâmara acoplada, conhecida como *Load Lock Chamber*, também de ultra alto vácuo (*Ultra-High-Vacuum* - UHV: vácuo de $2,0 \times 10^{-7} \text{ Torr}$ obtido em poucas horas após sua abertura para substituição do filme preparado pelo substrato novo). Um sistema de medida do gás residual da câmara de deposição (RGA: *Residual Gas Analyzer*) é eventualmente usado para verificar os constituintes dos gases residuais da câmara de deposição. Esse procedimento garante que todos os filmes são preparados com uma atmosfera residual controlada. Durante a preparação dos filmes, não foram notadas mudanças significativas dos gases residuais, mesmo após trocas de alvos e aberturas da câmara de deposição para verificação de curto-circuito entre o alvo e o *Magnetron*. Maiores detalhes do processo de controle do gás residual da câmara de deposição podem ser obtidos na Ref. [66]. Finalmente, a deposição dos filmes finos é feita via computador, através do sistema de controle *Phase II-J*, que permite ao usuário operar manualmente ou no modo automático. Neste último, o usuário consegue detalhar os parâmetros a serem utilizados durante a deposição. Ou seja, permite programar o tempo da deposição de cada camada, o acionamento da abertura e o fechamento dos obturadores (*shutters*), o controle da pressão de trabalho (P_T) através do monitoramento do fluxo do gás (Ar), a velocidade do motor de passo do porta-amostra, a temperatura do substrato e o acionamento do plasma por meio dos *Magnetrons*, que estão ligados por meio das fontes DC e/ou RF. Esse modo (automático) de operação do sistema *Sputtering* é feito com a montagem de um arquivo denominado de sequência de operação, estas sequências podem ser construídas de acordo com as espessuras desejadas (estimadas pela taxa de deposição previamente determinada por difração de raios-X), o número de repetições das camadas que se deseja produzir as nanoestruturas, assim como a escolha da potência (P), tensão (V) ou a corrente (I) utilizada no *magnetron* entre outras características dos filmes finos desejados.

3.1.2 - Detalhes da Limpeza do Substrato de Si

A limpeza do substrato de Si seguiu metodologia previamente estabelecida no LEMAG [64,66,67]. O processo consistiu na limpeza com solventes orgânicos na seguinte sequência:

- O substrato de Si(100), em forma de um disco de diâmetro 10 *cm* (*wafer*), foi cortado em pedaços com dimensões de aproximadamente $10 \times 10 \text{ mm}^2$ (tamanho do substrato adequado para realizar as caracterizações físicas propostas neste trabalho). Durante o corte do substrato foi feita uma marcação paralela a direção [110] do Silício *wafer*. Esta marca é importante para ser a referência na preparação das amostras e na caracterização das anisotropias magnéticas por VSM, MOKE e FMR;
- O processo de limpeza inicia com a inserção dos substratos em um Becker com uma solução de água e detergente neutro. Após 15 minutos no ultrassom, os pedaços de substratos eram removidos e submergidos em outro recipiente contendo acetona P.A., e submetidos novamente, ao ultrassom por mais 15 minutos;
- Por fim, uma última limpeza fazendo uso ultrassom é feita com álcool isopropílico P.A. por 15 minutos. Após as limpezas com ultrassom, os substratos são colocados em um Becker com álcool isopropílico P.A. e mantidos neste banho até sua devida utilização. Antes preparação do porta-amostras para deposição, o substrato é removido do banho de álcool e, sua superfície é jateada por um fluxo de gás de nitrogênio ionizado (pressão de trabalho de 100 *Psi* produzido pelo equipamento *Ion-Tech*) para limpeza remoção de gotas e possíveis poeiras aderidas em suas superfícies. A contaminação por poeira do ambiente sobre o substrato de Si foi significativamente reduzida através destes procedimentos, destacando que todo o manuseio dos substratos foi realizado com luvas de látex sem pó e pinças de aço inox.

3.1.3 - Preparação para Deposição das Camadas

Os alvos utilizados para a preparação das nanoestruturas, têm pureza acima de 99,95%, os quais, por sua vez, são inseridos nos *Magnetrons* adequados (alvos de materiais ferromagnéticos dispostos na configuração dos ímãs de confinamento do plasma para alvos magnéticos). Como dito anteriormente, os substratos, por sua vez, são inseridos ou retirados pela antecâmara (*Load Lock*), sem quebrar o vácuo da

câmara principal. O processo de limpeza dos alvos chamado de *pré-sputtering* é feito para a limpeza da superfície do alvo. É necessário que o substrato esteja na câmara de deposição para evitar que o alvo seja contaminado pela atmosfera da *Load Lock* que possui um vácuo com qualidade inferior. Durante o *pré-sputtering* os obturadores dos *Magnetrons* ficavam fechados, impedindo que qualquer material alcançasse o substrato. Após a limpeza dos alvos e a recuperação da pressão de base de $4,0 \times 10^{-8} \text{ Torr}$, a câmara principal é preenchida com gás Ar ultrapuro (99,999% – 5N) a uma pressão de $2,0 \times 10^{-3} \text{ Torr}$ (P_T), que era obtida com o controle do fluxo de Ar e da abertura parcial da válvula gaveta semiautomática que separa a câmara principal da bomba turbo molecular. Os principais parâmetros para a preparação dos filmes finos deste trabalho estão dispostos na Tabela 3.1

Tabela 3.1 - Parâmetros experimentais usados durante a preparação dos filmes finos deste trabalho.

Pressão de Base	$P_B = 4,0 \times 10^{-8} \text{ Torr}$
Pressão de Trabalho	$P_T = 2,0 \times 10^{-3} \text{ Torr}$
Distância do alvo-substrato	$d = 38 \text{ cm}$
Temperatura do substrato	$T_s = 293 \text{ K}$ (20° C)
Fluxo de argônio (Ar)	$F_x = 20 \text{ sccm}$
Ângulo oblíquo fixo (θ)	$\theta = 32^\circ$

3.1.4 - Escolha dos Materiais para a Construção das Válvulas de Spin

Os materiais padrão usados nos sistemas de válvulas spin (VS) podem ser divididos em três categorias diferentes: ferromagnético (FM), não magnético (NM) e antiferromagnético (AF). A VS tem duas camadas ferromagnéticas chamadas de FM1 e FM2, a primeira é mais suscetível a mudança de campo magnético externo, sendo chamada de “camada livre” (*free layer*). A camada FM2 interage com a camada antiferromagnética adjacente devido ao efeito de *Exchange Bias* (EB), sendo está chamada de “camada presa” (*pinned layer*). Como material FM1, a liga binária $\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}$, conhecida como *permalloy* (Py), é uma das mais usadas na indústria devido ao fato de ser um magneto mole [1]. Para a camada FM2, foi escolhido o cobalto (Co), porque apresenta uma magnetização de saturação diferente do Py, possibilitando a separação das absorções ressonantes nas medidas de FMR durante toda a

dependência angular. Cabe dizer que o Co em filmes finos (espessuras de alguns nanômetros) tem sido reportado com estrutura cúbica de face centrada (FCC)[1]. Um dos critérios para seleção do espaçador não magnético (NM) é a alta condutividade; entre os metais mais utilizados se destacam Ag, Au e Cu, Rh, Ru, onde o Cu se destaca devido ao seu bom custo-benefício, adicionado ao fato de sua estrutura apresentar estrutura FCC e seu parâmetro de rede $a_{Cu} = 0,361 \text{ nm}$ não ser muito maior que os dos materiais mais empregados na fabricação das multicamadas Py ($a_{Py} = 0,357 \text{ nm}$), Co ($a_{Co} = 0,354 \text{ nm}$) e IrMn ($a_{IrMn} = 0,378 \text{ nm}$) [1,68]. Essas condições causam uma baixa tensão interfacial entre as camadas Cu/Py, IrMn/Cu e Cu/Co. A camada semente (*buffer*), crescida sobre o substrato de Si, é uma parte padrão para o crescimento de qualquer válvula de spin. Sua principal função é induzir uma textura (111) no empilhamento das diferentes camadas (Py, Co, IrMn) da válvula de spin deste trabalho [64]. Por exemplo, a textura (111) da fase FCC foi reportada com fator importante para o aumento do efeito GMR em sistemas de válvulas de spin [69]. Como camada antiferromagnética (AF), as ligas Fe₅₀Mn₅₀ (FeMn) e Ir₂₀Mn₈₀ (IrMn) são as mais usadas, com predominância da liga IrMn devido ao valor de sua temperatura de Neel (T_N) ser bem acima da temperatura ambiente ($T_N = 690 \text{ K}$ para o IrMn) e sua temperatura de bloqueio de $T_B = 540 \text{ K}$ [1], liga esta que também possui maior resistência à corrosão. Foram adotadas as espessuras de 10 nm para as camadas FM1 e FM2, essa quantidade de material foi escolhida para satisfazer a sensibilidade das técnicas de caracterização utilizadas. Para a camada antiferromagnética, foi adotada a espessura de 8 nm de IrMn, que é suficiente para estabilizar a anisotropia unidirecional [29]. Estudos anteriores realizados no LEMAG, concluíram que para espessuras da ordem de 8 nm o efeito das tensões devido ao descasamento da rede cristalina são reduzidos [28,64]. Finalmente, a espessura do espaçador de Cu, levou em consideração que espessuras inferiores a 5 nm poderiam ter *pinholes* (buracos), responsáveis por acoplar magneticamente as camadas FM1 e FM2. Nessa espessura de 5 nm do Cu espaçador, conforme reportado na literatura [33], o acoplamento de troca entre as camadas FM1 e FM2 é relativamente baixo.

Na Tabela 3.2 estão dispostas as taxas de deposições de cada um dos materiais depositados (Py, Cu, Co e IrMn) e a potência, tensão e a corrente em suas respectivas *magnetrons*.

Tabela 3.2 - Taxas de deposição dos alvos utilizadas na preparação dos filmes

Alvos	Pureza (%)	Potência (W)	Tensão (V)	Corrente (mA)	Taxa (nm/s)
Cu	99,99	36	363	100	0,053 ± 0,001
Py=Ni ₈₁ Fe ₁₉	99,95	72	356	200	0,038 ± 0,002
Co	99,99	66	326	200	0,040 ± 0,002
Ir ₂₀ Mn ₈₀	99,95	35	349	100	0,037 ± 0,001

Uma estimativa prévia das taxas de deposição é feita com uma balança de Cristal de Quartzo. É possível mover o Cristal de Quartzo para o foco da deposição ou aproximá-lo do porta-amostra durante o crescimento do filme para monitorar a taxa de deposição. Este cristal, após a calibração, é utilizado eventualmente para conferir as taxas de deposição durante a produção das amostras. Determinada a taxa de deposição pelo cristal de quartzo para cada material, filmes de 50 nm de espessura foram preparados para uma melhor calibração da taxa de deposição para cada material (Py, Cu, Co e IrMn), determinadas por refletividade de raios-X (RRX), onde então se verificou efetivamente a taxa de deposição de cada material (Tabela 3.2). Tomando a razão entre a espessura desejada e a taxa de deposição (obtida por RRX) de um dado material é obtido o tempo de deposição do filme.

3.1.5 - Crescimentos das Válvulas de Spin na Geometria de *Sputtering* Oblíquo

As Válvulas de Spin (VS), preparadas e caracterizadas nesta tese de doutorado, têm o seguinte arranjo básico de empilhamento das camadas: Si(100)/Cu(8nm- φ_i)/Py(10nm- φ_i)/Cu(5nm- φ_i)/Co(10nm- φ_i)/IrMn(8nm- φ_i)/Cu(3nm- φ_i), onde φ_i é o ângulo azimutal de rotação do crescimento colunar da camada relativo a referência da direção [110] do substrato de silício (marca previamente definida durante o corte). Essa rotação φ_i das camadas individuais (Cu, Py, Co e IrMn) relativa à marcação do substrato de Si é definida conforme Figura 3.3 (vide a base da câmara de deposição - vista de cima). Nessa figura é também possível notar o ângulo $\alpha = 51,4^\circ$ entre as sete *Magnetrons*, o ângulo azimutal φ_i e o ângulo oblíquo $\theta = 32^\circ$, que cada uma das *Magnetrons* faz relativamente ao centro do substrato.

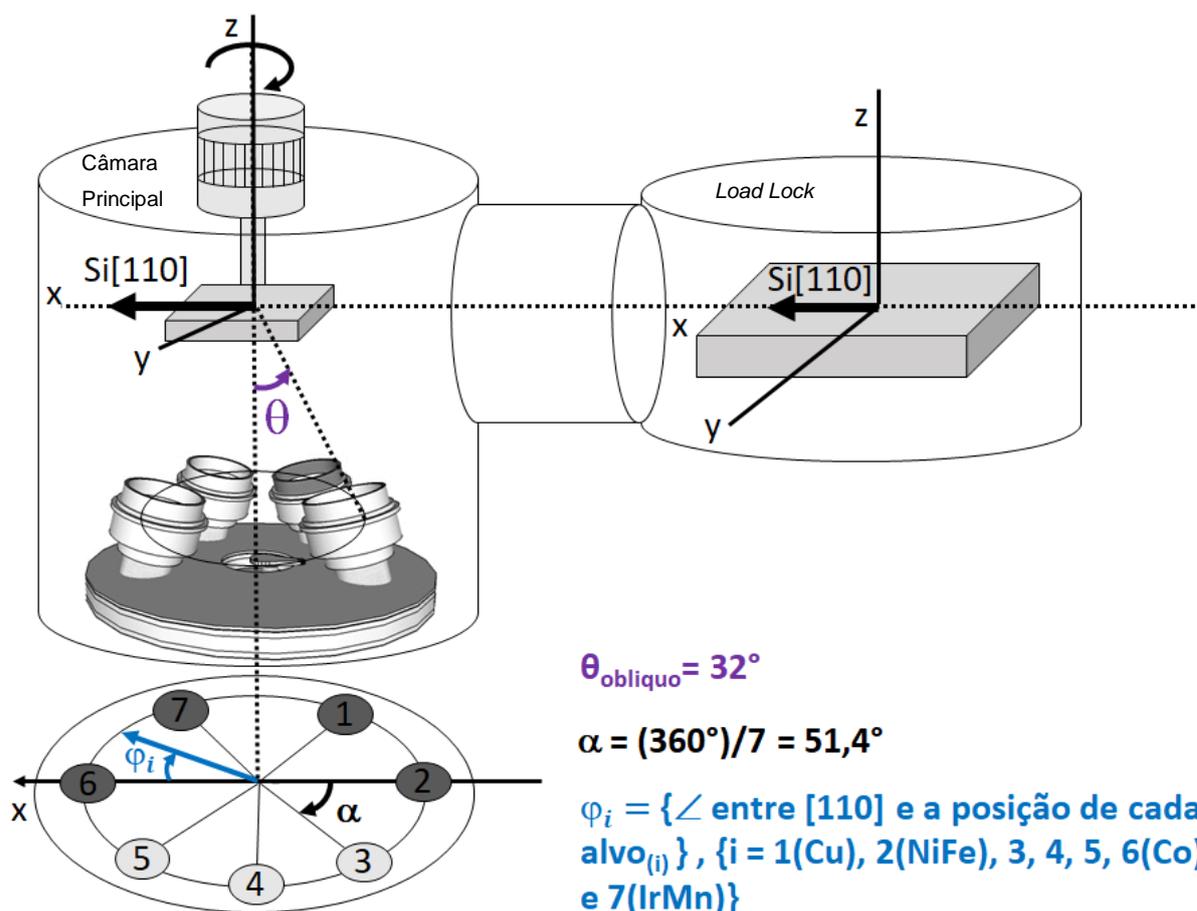


Figura 3.3 - Esquema da geometria da deposição oblíqua por *Sputtering* Orion-8 da AJA Internacional. O ângulo oblíquo θ do *Sputtering* Orion-8 é de 32° . O ângulo φ_i é o ângulo azimutal que a direção [110] do Si faz com um arbitrário magnetron.

Definidos esses parâmetros geométricos da câmara de deposição, a direção [110] do silício foi primeiramente orientada em um alvo de referência (no caso alvo #6). Com o auxílio do goniômetro (acoplado ao eixo de rotação do substrato), desenvolvido neste trabalho, qualquer ângulo azimutal φ_i de orientação para a deposição de cada material pode ser obtido (vide esquema mostrado na Figura 3.4). Em outras palavras, considerando que (i) o porta-substrato foi mantido parado durante a deposição de cada camada, que (ii) o ângulo oblíquo de deposição sempre será de $\theta = 32^\circ$ e que (iii) o único ângulo modificável foi o azimutal (φ_i), as camadas individuais tiveram suas morfologias definidas pela deposição oblíqua. Conseqüentemente, devido a suas anisotropias de forma, as direções do eixo uniaxial das camadas individuais da VS ficaram previamente estabelecidas conforme esquematizado na Figura 3.4. O arranjo das anisotropias, mostrado na Figura 3.4 é para um ângulo arbitrário φ entre as direções de anisotropia do Py e Co da VS- φ .

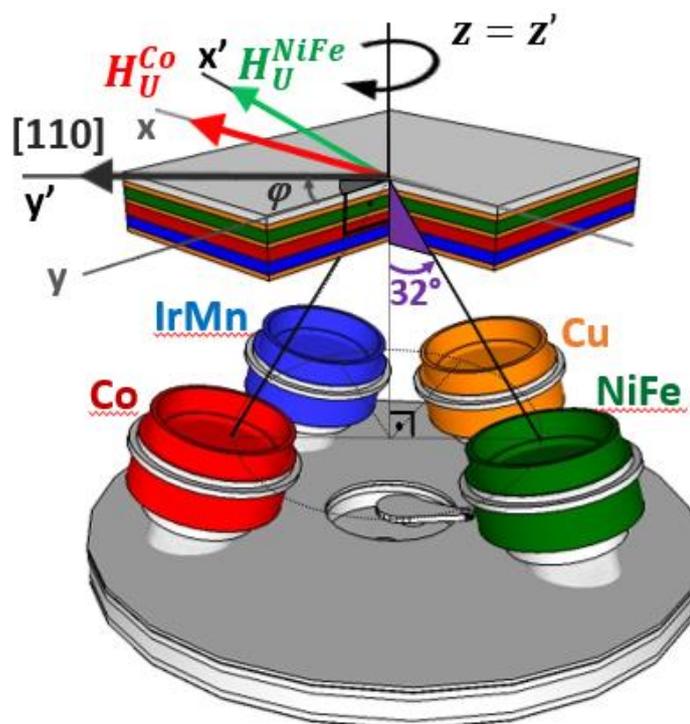


Figura 3.4 - Configuração da geometria de deposição oblíqua por *sputtering*. Esquema para escolha arbitrária de um ângulo azimutal φ onde será preestabelecido o ângulo φ entre a direção da anisotropia uniaxial da camada de Py e a de Co.

Mais detalhadamente, o crescimento por etapas das camadas individuais seguiu a seguinte metodologia: alinhada à direção [110] do substrato de Si com relação ao alvo desejado, realizamos a deposição do material com a espessura desejada (alvo parado durante a deposição). Em seguida, com uso do goniômetro e conhecendo a posição do segundo alvo (*Magnetron*) a ser depositado, o porta-substrato foi girado até parar sobre o novo *Magnetron*. Se a orientação da morfologia era coincidente com a da camada já depositada, uma nova deposição era realizada. Caso contrário, o porta-substrato era rodado de um ângulo φ , portanto, é possível que as estruturas colunares das camadas adjacentes sejam coincidentes ($\varphi = 0^\circ$) ou arbitrárias ($\varphi \neq 0^\circ$). Em seguida, o procedimento de rotação do porta-substrato sobre os diferentes alvos foi repetido até que todas as camadas fossem depositadas, seguindo o esquema mostrado na Figura 3.5. Aqui duas VS particulares serão detalhadas: a $VS-\varphi = 0^\circ$ (Figura 3.5(a)) e a $VS-\varphi = 90^\circ$ (Figura 3.5(b)). Durante o crescimento da $VS-\varphi = 0^\circ$, a marcação do Si foi orientada da mesma forma ($\varphi = 0^\circ$) sobre os diferentes alvos (*Magnetrons*). Ou seja, todas as camadas individuais tinham suas morfologias colunares crescidas na mesma direção, logo o ângulo azimutal entre as camadas foi nulo ($\varphi = 0^\circ$) vide Figura 3.5(a).

Por outro lado, para a $VS-\varphi = 90^\circ$, as camadas de Py e a camada de Cu sobre o substrato de Si, tinham a mesma morfologia (alinhamento) de crescimento colunar ($\varphi = 0^\circ$). Entretanto, as camadas posteriores de Cu (separadora), Co e IrMn foram rotacionadas de 90° relativamente a orientação do zero para cada alvo, dado pela marcação do substrato de Si, vide Figura 3.5.(b). Com este procedimento, foi possível preparar uma VS com direções de anisotropias uniaxial e unidirecional não colineares. Usando este procedimento experimental um amplo intervalo de variação angular entre os eixos de anisotropias das camadas FM pode ser produzido, fato inovador deste trabalho devido a geometria da câmara de deposição adicionado aos procedimentos aqui estabelecidos.

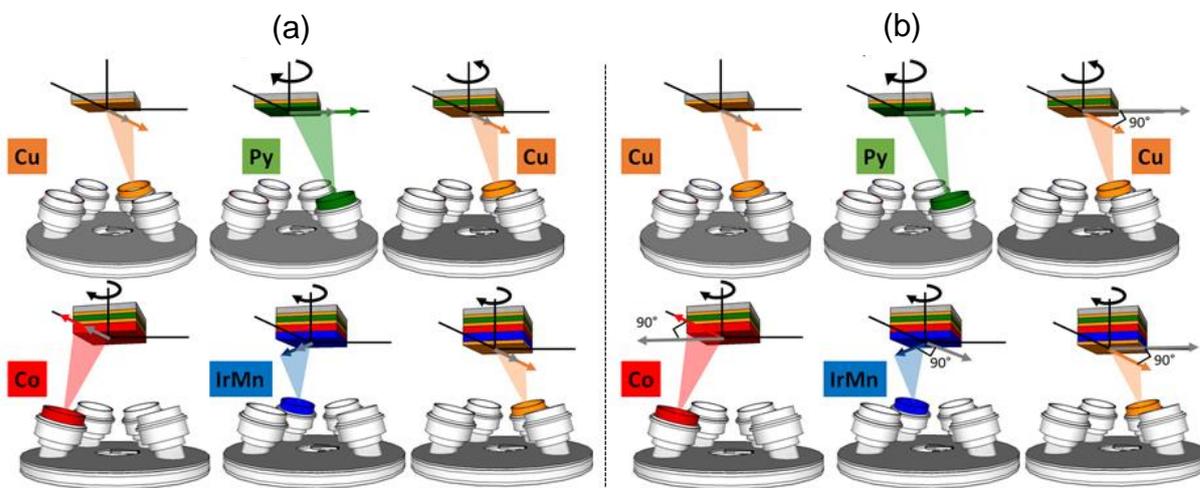


Figura 3.5 - Deposição por etapas das camadas seguindo a ordem Cu(3nm), Py(10nm), Cu(5nm), Co(10nm), IrMn(8nm) e Cu(3nm) para duas válvulas de spin: (a) $VS-\varphi = 0^\circ$ e (b) $VS-\varphi = 90^\circ$; segundo a nomenclatura de referência dos ângulos azimutais (vide Tabela 3.3).

Conforme já mencionado, a ideia desta tese de doutorado foi produzir dois conjuntos de VS. O primeiro conjunto de VS (Conjunto I) apresenta-se com todas as camadas individuais depositadas sob influência do efeito de sombreamento, ou seja, com o porta-substrato parado gerando morfologias colunares em todas as camadas individuais da VS. No segundo conjunto de VS (Conjunto II), toda a metodologia do Conjunto I foi repetida, exceto para o crescimento da camada espaçadora de Cu(5nm). Neste caso (Conjunto II), a deposição da camada de Cu foi realizada com a rotação do porta-substrato a uma velocidade angular de 40 rpm . Com esta rotação, durante a deposição de Cu, a morfologia colunar foi perdida [30]. A comparação entre os resultados dos Conjuntos I e II de VS nos permite estudar o papel da morfologia e

da rugosidade interfacial nas propriedades magnéticas, estruturais e de transporte elétrico das VS.

3.1.6 - Conjunto I: Cobre Espaçador e as outras Camadas Fixas

No Conjunto I (através da deposição oblíqua), os eixos de anisotropias das camadas ferromagnéticas ficaram preestabelecidos e indiretamente o eixo de anisotropia unidirecional (EB). Todas as camadas foram depositadas com o porta-substrato parado, com a finalidade de que as morfologias interfaciais das camadas se propagassem. Esse conjunto de nanoestruturas artificiais teve os ângulos azimutais φ_i , das camadas individuais, variando segundo as condições dispostas na Tabela 3.3 e esquematizadas na Figura 3.6. Na Figura 3.6 são destacadas as possíveis direções dos eixos de anisotropias do Py e Co, assim como o eixo de anisotropia unidirecional (EB), representado na camada do IrMn de forma ilustrativa, porém esta anisotropia é estabelecida na interface do sistema Co/IrMn.

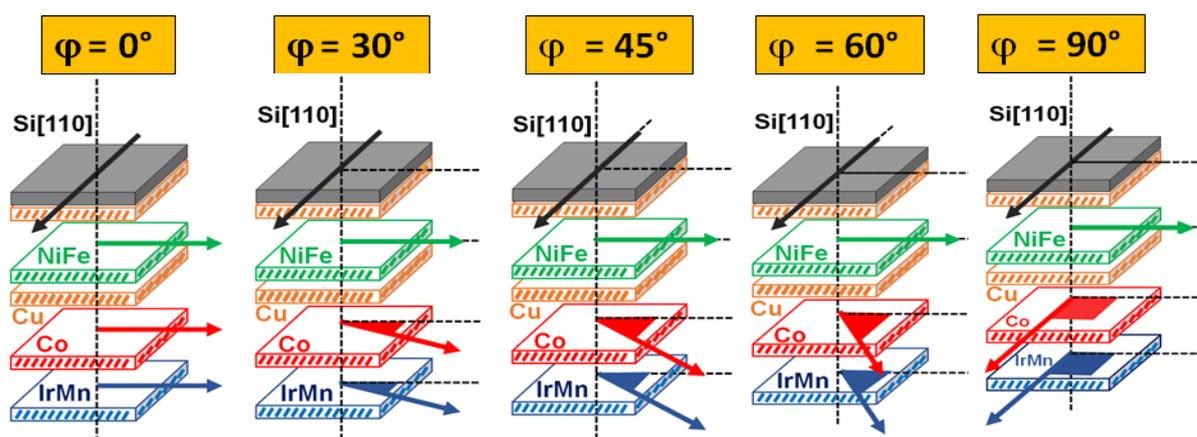


Figura 3.6 - Diagrama da textura de grãos colunares das camadas depositadas paradas e os eixos de anisotropias das camadas ferromagnéticas (Py e Co) e da anisotropia unidirecional, representada na camada de IrMn. Nas figuras está realçada a textura colunar devido ao efeito de *self-shadowing* (efeito de sombreamento na deposição oblíqua).

Tabela 3.3 - Ângulos azimutais das camadas para estabilização das possíveis direções de anisotropias de forma de cada camada magnética para Conjunto I de amostras (todas camadas depositadas paradas).

Nome da amostra	$VS-\varphi = 0^\circ$	$VS-\varphi = 30^\circ$	$VS-\varphi = 45^\circ$	$VS-\varphi = 60^\circ$	$VS-\varphi = 90^\circ$
Camada/ângulo azimutal	φ (°)	φ (°)	φ (°)	φ (°)	φ (°)
Cu(8nm)	0	0	0	0	0
Py(10nm)	0	0	0	0	0
Cu(5nm)	0	30	45	60	90
Co(10nm)	0	30	45	60	90
IrMn(8nm)	0	30	45	60	90
Cu(3nm)	0	30	45	60	90

3.1.7 - Conjunto II: Cobre Espaçador - Cu(5nm) Depositado com 40 rpm e as outras Camadas Depositadas com Porta-Substrato Fixo.

Com intuito de reduzir a rugosidade superficial e quebrar a continuidade da morfologia entre as camadas de Py e Co do processo de deposição, foi crescido um conjunto de VS com o espaçador de Cu(5nm) girando com velocidade de 40 rpm. As nanoestruturas artificiais do Conjunto II estão apresentadas na Tabela 3.4 e as orientações das anisotropias representadas na Figura 3.7.

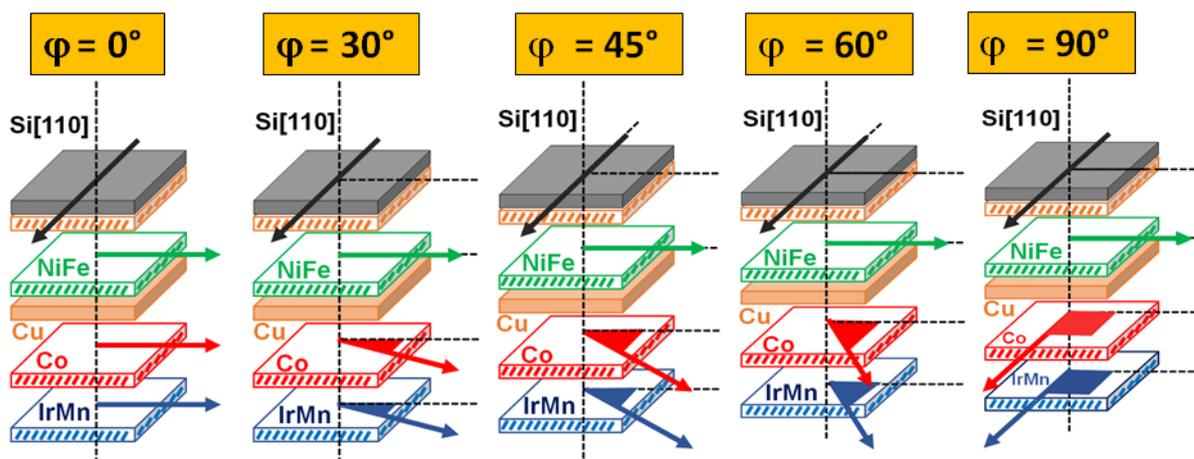


Figura 3.7 - Representação dos eixos de anisotropias das camadas magnéticas para o espaçador de Cu(5nm) depositado girando ($\omega = 40 \text{ rpm}$). Na figura está realçada a quebra de morfologia devido à deposição girando do espaçador de Cu(5nm), entretanto as outras camadas ainda apresentam textura colunar devido ao efeito de self-shadowing para a estabilização dos eixos de anisotropias.

Devido à deposição com o porta-substrato girando, o espaçador de Cu teve sua morfologia mais homogênea e praticamente sem estrutura colunar dos grãos cristalinos [30]. Os eixos de anisotropias das camadas ferromagnéticas e do efeito de

EB (anisotropia unidirecional) foram preparados de forma a ficar equivalente às amostras do Conjunto I (vide representação na Figura 3.7).

Tabela 3.4 - ângulos azimutais das camadas para estabilização das possíveis direções de anisotropias de forma de cada camada magnética para Conjunto II de amostras (todas camadas depositadas paradas). Cu(5nm) depositado com substrato girando $\omega = 40 \text{ rpm}$.

Nome da Amostra	$VS-\varphi = 0^\circ$	$VS-\varphi = 30^\circ$	$VS-\varphi = 45^\circ$	$VS-\varphi = 60^\circ$	$VS-\varphi = 90^\circ$
Camada/Ângulo Azimutal	$\varphi (^\circ)$				
Cu(8nm)	0	0	0	0	0
Py(10nm)	0	0	0	0	0
Cu(5nm)	$\omega = 40 \text{ rpm}$				
Co(10nm)	0	30	45	60	90
IrMn(8nm)	0	30	45	60	90
Cu(3nm)	0	30	45	60	90

Vale salientar que as camadas *buffer* de Cu(8nm) e a camada ferromagnética de Py(10nm) para ambos os Conjuntos (I e II) sempre foram depositadas com $\varphi = 0^\circ$.

3.2 - Difração de raios-X: Altos Ângulos ($\theta-2\theta$)

Os raios-X, que são radiações eletromagnéticas com comprimento de onda (λ) da ordem de décimos de nanômetros, são frequentemente usados para estudar a simetria e/ou estrutura cristalina dos materiais (arranjo atômico da matéria) por meio de análise dos padrões de difração ou difratogramas. As medidas de difração de raios-X (DRX) foram realizadas, em temperatura ambiente, no difratômetro da *Rigaku Ultima IV* (Figura 3.8(a)). Esse equipamento possui um goniômetro horizontal, um detector para medida da intensidade dos raios-X, um tubo de Raios-X de cobre (Cu) que, com filtro de Ni (absorção da linha K_β), opera com radiação da linha K_α do Cu [λ médio $[(K_{\alpha1} + K_{\alpha2})/2]$ foi de $0,15418 \text{ nm}$]. Os padrões de difração de raios-X (DRX) foram tomados em varredura angular na faixa de $20^\circ \leq \theta \leq 60^\circ$. Devido à configuração de Bragg-Brentano ($\theta-2\theta$), somente os planos cristalinos paralelos ao plano dos filmes finos são observados (planos paralelos ao do substrato), conforme esquematizado na Figura 3.8(b).

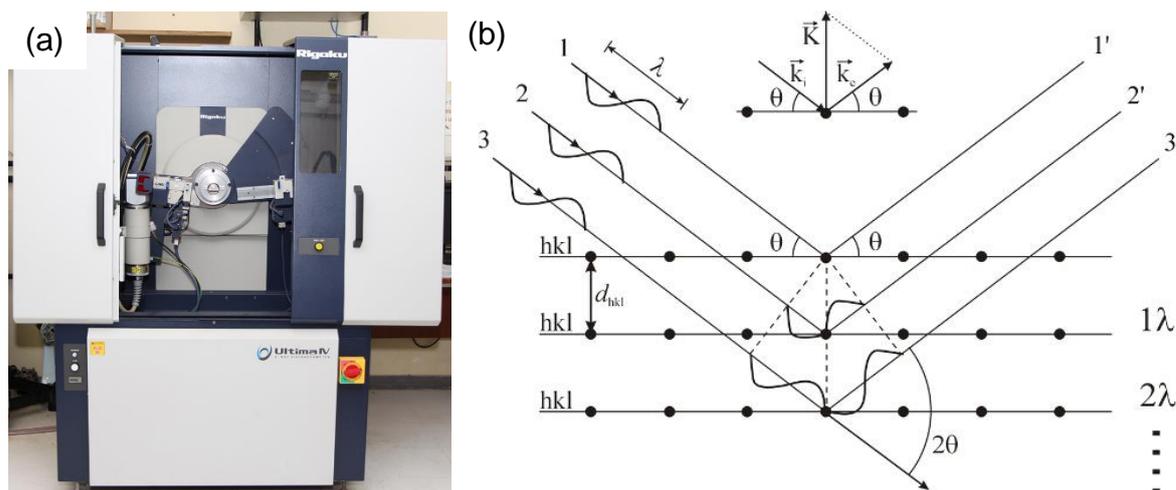


Figura 3.8 – (a) Equipamento de raios-X utilizado da marca *Rigaku* modelo *Ultima IV*. Diagrama da difração de Bragg, geometria θ - 2θ (Bragg-Brentano) e a diferença de caminho óptico entre os dois feixes incidentes [68].

Com a análise dos padrões de DRX foi possível estudar: (i) tensões residuais nas redes cristalinas devido ao não casamento dos parâmetros de redes nos crescimentos de camadas consecutivas e efeitos de temperatura [68], (ii) as fases cristalinas de cada camada crescida, entre outros fatores. Outro parâmetro físico importante foi o tamanho de grão cristalino, que está relacionado a largura à meia altura (FWHM - *Full Width at Half Maximum*) dos picos de Bragg de uma dada fase. A largura do pico de difração (em um dado valor de ângulo θ) é inversamente proporcional ao tamanho do grão e este parâmetro (tamanho de grão) pode ser calculado usando a Equação de Scherrer (limite máximo para validade dessa expressão é um tamanho de grão de 100 nm [68]) que, por sua vez, está acoplado com a espessura do filme, é dada por [68].

$$L_{gr\tilde{a}o} = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta_B} \quad \text{Equação (3.1)}$$

onde K é o fator de forma ($K = 0,9$ para grãos esféricos), $\beta =$ (FWHM) é largura à meia altura do pico em radianos e θ_B é o ângulo de Bragg do pico difratado. No caso da existência de mais de um pico de difração para a fase no padrão de DRX (não é o caso de filmes com crescimento orientados) é recomendado usar o método de Williamson-Hall [70]. Por outro lado, para estudos dos filmes finos existe uma melhor configuração de detecção que elimina a contribuição do sinal do substrato das nanoestruturas, que é a técnica GIXRD - *Grazing Incidence X-ray Diffraction* [71].

3.2.1 - Diferenças entre GIXRD e DRX Convencional

A diferença da técnica GIXRD e o DRX $\theta-2\theta$ (Bragg-Brentano) é que o feixe incidente é mantido fixo em um ângulo rasante α (entre $0,5^\circ$ e 5°) relativamente ao plano do filme fino e o detector é movimentado na faixa angular desejada para obtenção do padrão de DRX. Com a GIXRD é possível detectar grãos em várias orientações dentro do filme fino, incluindo aquelas inclinadas com relação à superfície da amostra/substrato. Quanto mais rasante (relativo ao plano da amostra) for o ângulo de incidência α , maior será a resposta do material do filme, ou seja, o padrão de DRX fica dominado pela resposta do material do filme, reduzindo assim a contribuição do substrato ao máximo (proporciona um estudo do perfil das camadas [71]), conforme sugere o esquema mostrado na Figura 3.9.

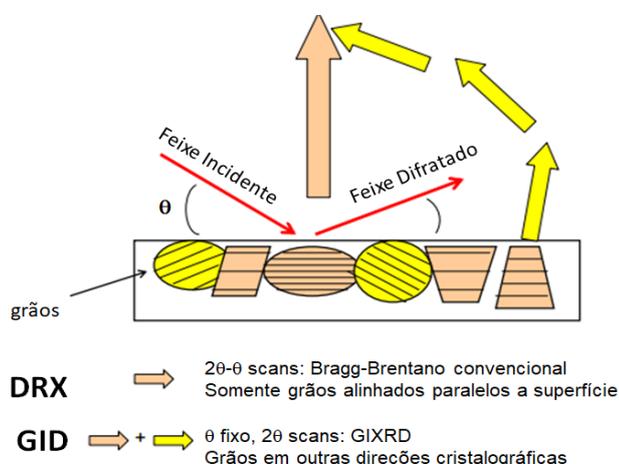


Figura 3.9 - Diferença da contribuição dos sinais das orientações dos grãos constituintes de um sistema. Na análise convencional de raios-X ($\theta-2\theta$), as reflexões paralelas ao plano do filme são observadas, enquanto na análise de raios-X rasantes (GIXRD) outras contribuições não paralelas também estão presentes no padrão de difração.

Assim, enquanto a análise convencional de difração $\theta-2\theta$ acoplado detecta somente grãos com orientação paralela ao plano de incidência da superfície da amostra (possui sinal dos artefatos do substrato), na geometria de GIXRD a referência para o ângulo de difração não é mais a superfície da amostra, mas sim o próprio conjunto de planos que dá origem à difração do pico e outras informações relevantes estão presentes. A configuração do GIXRD foi estabelecida com o ângulo incidente da fonte de $\theta_f = 0,8^\circ$, ângulo posterior ao ângulo crítico θ_c do pico das curvas obtidas por refletividades de raios-X (RRX).

3.2.3 - Refletividade de Raios-X (RRX)

A difratometria de raios-X de ângulos rasantes ($2\theta \leq 15^\circ$), devido suas características é chamada de Refletividade de Raios-X (XRR, do inglês *X-Ray Reflectivity*). Esse é um método bastante usado para se determinar propriedades de crescimentos de filmes finos e/ou multicamadas (nanoestruturas artificiais), ou seja, determinar espessuras (t) das camadas individuais, as rugosidades interfaciais (σ) das camadas adjacentes e possíveis graus de interdifusão atômica nas interfaces adjacentes (estas propriedades são obtidas com ajustes dos padrões de XRR experimentais). Por exemplo, na Figura 3.10 é exibido um padrão de XRR específico, mostrando como as propriedades (densidade, rugosidade e espessura da camada) podem ser determinadas e onde elas influenciam na forma do padrão. Para ajustes das curvas de RRX usamos o programa Dyna do instituto Néel [72].

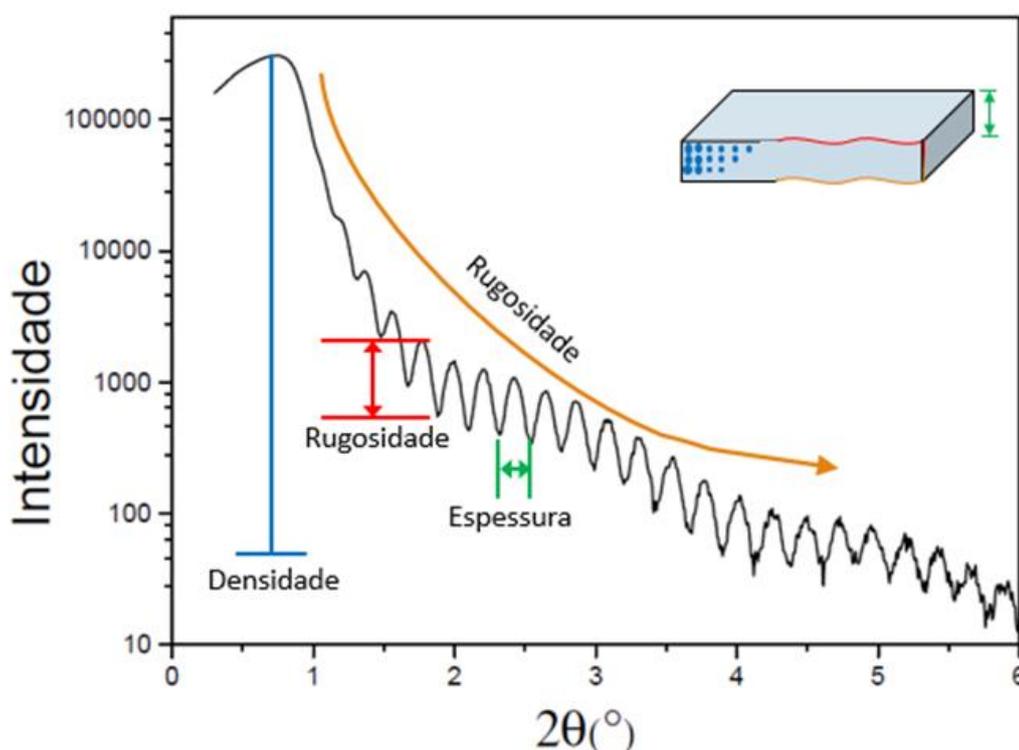


Figura 3.10 - Curva de refletividade de raios-X (padrão XRR) para um filme com especificação dos principais parâmetros obtidos da técnica de RRX. Todos os padrões de XRR obtidos neste trabalho foram ajustados usando o programa *Dyna* [72]. Assim, foram determinados quantitativamente os valores das espessuras e rugosidades interfaciais das camadas individuais, a camada formada devido ao processo de interdifusão, etc [71,73].

3.3 - Microscopia de Força Atômica (AFM)

A microscopia de Força Atômica é uma técnica que consiste na utilização do efeito piezoelétrico para medir pequenas forças que aparecem quando os átomos ou moléculas se aproximam um do outro, daí surge o nome de Microscopia de Força Atômica (AFM – *Atomic Force Microscopy*).

A Microscopia de Força Atômica usa um cantilever flexível como um tipo de mola para medir a força entre a ponta (sonda) e a amostra. A ideia básica do AFM consiste no fato de que as forças presentes locais atrativas ou repulsivas entre a ponta e a amostra são convertidas em uma deflexão ou curvatura do cantilever. O cantilever é fixado a uma parte rígida do substrato que é anexado ao microscópio, e dependendo se a interação na ponta é atrativa ou repulsiva, o cantilever será defletido para mais perto ou longe da superfície da amostra. A detecção da deflexão do cantilever é feita através de um feixe de laser que é refletido na parte superior do cantilever em direção a um fotodiodo. Uma pequena mudança do ângulo de deflexão do cantilever é convertida em um sinal de intensidade (voltagem) no sensor, mais detalhes podem ser encontrados na literatura [74,75]. O sistema de detecção é mostrado na Figura 3.11(a) e um esquema representativo do microscópio SPM-9600 da marca *Shimadzu* utilizado neste trabalho está descrito na Figura 3.11(b) [76].

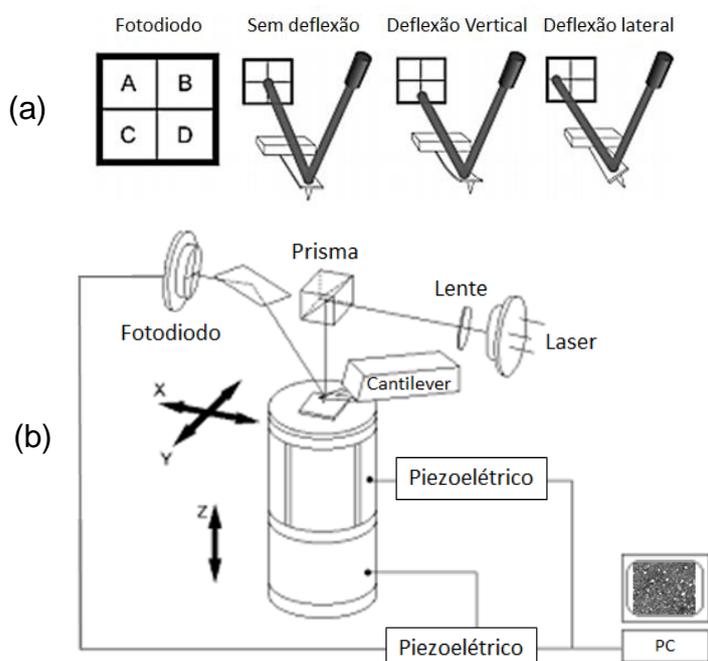


Figura 3.11 – (a) Ilustração de detecção do fotodiodo para as deflexões verticais e horizontais do cantilever. (b) esquema simplificado do microscópio AFM SPM-9600 [76].

3.4 - Caracterização Magnética das Válvulas de Spin

3.4.1 - Magnetômetro de Amostra Vibrante (VSM)

Magnetômetro de amostra vibrante (VSM) é um dos principais métodos de estudo das propriedades magnéticas de materiais [1,3,77]. Seu princípio básico de operação se deve ao fluxo magnético variável induzido em bobinas de captação. A tensão induzida, dependente do tempo, é dada por:

$$V_{bobina} = \frac{d\phi}{dt} = \frac{d\phi}{dz} \frac{dz}{dt} \quad \text{Equação (3.2)}$$

Na Equação (3.2), ϕ é o fluxo magnético envolvido pela bobina de captação, z é a posição vertical da amostra em relação ao centro das bobinas captadoras e t é o tempo. Para uma posição de amostra oscilante sinusoidal, a tensão gerada na bobina é dada por:

$$V_{bobina} = m(2\pi f C)[A \sin(2\pi f t)] \quad \text{Equação (3.3)}$$

Onde C é uma constante de acoplamento, m é o momento magnético da amostra e A e f são respectivamente a amplitude e a frequência de oscilação da amostra dentro das bobinas. As bobinas de captação são dispostas em série e enroladas em sentidos opostos resultando em uma região de máximo gradiente entre suas ligações - gradiômetro. A aquisição de dados de momento magnético envolve a medição do coeficiente da resposta de tensão senoidal da bobina de detecção (a sensibilidade do VSM é cerca de $\sim 10^{-5} \text{ emu}$). Na Figura 3.12 há uma representação do módulo VSM acoplado no *PPMS-Evercool-II* (*Physical Properties Measurement System*) instalado no LEMAG. Todas as medidas $M(H)$ foram realizadas a 300 K.



Figura 3.12 - Fotos do equipamento *PPMS-EverCool-II* da empresa *Quantum-Design* e do módulo VSM usado neste trabalho. O sistema é constituído por um ciclo fechado de Hélio. A amostra é presa em um suporte de quartzo que está anexada a uma haste de fibra de carbono. Essa haste é presa por pino magnético no motor do VSM. A amostra fica termalizada na temperatura escolhida, as medidas podem ser feitas na faixa de temperatura entre 2 K e 1000 K , e nesta tese foi escolhida a temperatura de 300 K .

Para realizar as medidas de magnetização, laços $M(H)$, a amostra é primeiramente posicionada no porta-amostra (quartzo) do VSM, com o ângulo relativo à direção do campo DC do PPMS previamente estabelecido (ângulos de $\theta = 0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ e 90°), conforme esquema mostrado na Figura 3.13.

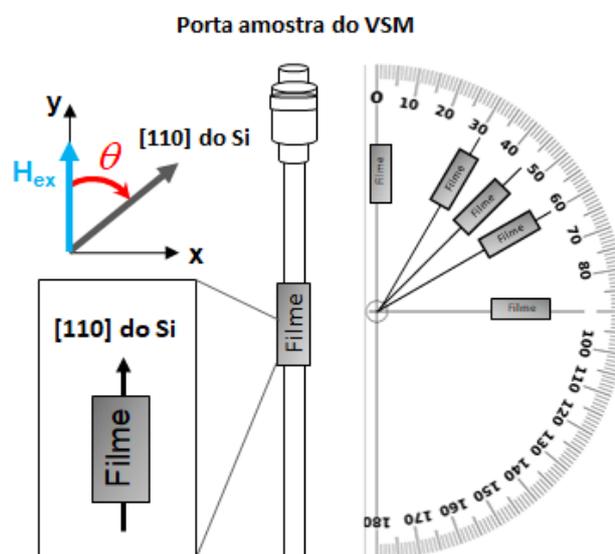


Figura 3.13 - Esquema da montagem das VS no suporte do VSM e alguns ângulos de medida da referência $[110]$ do Si com relação ao campo magnético externo aplicado (esquema para o Conjunto I de amostras).

Vale salientar que as bordas de todas as amostras são retiradas com auxílio de um cortador de diamante, pois durante a deposição das camadas há um acúmulo de material nessas extremidades, esse material presente nas extremidades, faz surgir sinais espúrios, e uma vez que a técnica de VSM mede todos os sinais magnéticos presentes na amostra, eliminamos desta forma qualquer contribuição que não é proveniente das válvulas de spin.

Em seguida, o porta-amostra é rosqueado em uma haste longa de fibra de carbono que, por sua vez, é inserida na câmara de amostra do PPMS (*probe*) e acoplada na parte superior a um transdutor de velocidade. Esse transdutor oscila periodicamente no tempo, com seu centro de oscilação posicionado no centro vertical de uma bobina de captação do gradiômetro. A posição e a amplitude precisas da oscilação são controladas a partir do módulo do motor VSM, utilizando uma leitura do sinal do codificador linear ótico do transporte do motor linear VSM. A tensão induzida na bobina captação é amplificada e detectada no módulo de detecção VSM. O módulo de detecção VSM usa o sinal do codificador de posição como referência para a detecção síncrona. Esse sinal é obtido a partir do módulo do motor VSM, que interpreta os sinais brutos do motor linear de transporte do VSM. O módulo de detecção VSM detecta os sinais em fases do codificador e da tensão amplificada das bobinas de captação (*pick-up coil*). Esses sinais são calculados e enviados pelo barramento CAN para o aplicativo VSM em execução no PC.

Com o procedimento de medida da amostra (Figura 3.13), é possível determinar qualitativamente as direções dos eixos de anisotropias das diferentes camadas, e os valores dos diferentes campos de saturação (M_S) e campos coercivos (H_C) das VS [3]. Por exemplo, na Figura 3.14 há uma representação esquemática de um laço $M(H)$ característico de uma VS específica ($VS-\varphi = 0^\circ$), com destaque para os dois laços dos materiais ferromagnéticos Py e Co, assim como a existência da anisotropia unidirecional (EB). Vale lembrar que as diferentes anisotropias contidas na VS, mudam a forma do laço e complicam bastante as análises, pois o método de VSM não é um método material seletivo, como é o caso da Ressonância Ferromagnética (FMR – *Ferromagnetic Resonance*), que será discutido posteriormente.

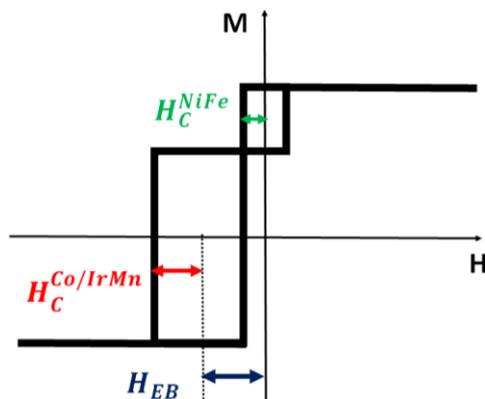


Figura 3.14 - Representação de uma medida $M(H)$ de uma válvula de spin (VS) na direção paralela aos eixos uniaxiais e unidirecional. Devido a configuração da VS, sabendo da existência da interface Co/IrMn que resulta em um deslocamento em campo para o ciclo de histerese neste ensaio, é possível identificar o laço correspondente as camadas livre e presa.

3.4.2 - MOKE - Magnetometria por Efeito Kerr Magneto-Óptico

Outro método de caracterização tão importante quanto o VSM, talvez mais relevante no caso dos filmes finos, é o MOKE. Esse método de superfície (algumas centenas de nanômetros de profundidade) também tem sido usado para a determinação de estruturas dos domínios magnéticos, a densidade de spin dos estados e a dinâmica de transição da fase magnética [1,78].

O magnetômetro Kerr se baseia no efeito Kerr magneto óptico [79,80], que é a mudança do estado de polarização da luz refletida por uma amostra variar seu estado de magnetização. A luz incidente interage com o meio eletrônico e sua reflexão traz informação da perturbação feita pelo campo magnético externo no tensor permissividade elétrica do material. O tensor possui informação do índice de refração, da constante magneto óptica (*Voigt*) e do estado de magnetização do material, sendo possível quantificá-lo completamente de acordo com a técnica Kerr utilizada [79–81].

O experimento utiliza um laser de HeNe estabilizado em intensidade para produzir um feixe de luz no vermelho (650 nm), que passa por um polarizador, na sequência é modulado por um modulador fotoelástico (PEM) e incide sobre a superfície da amostra montada dentro de um eletroímã Figura 3.15. A amostra reflete o feixe de luz incidente, que atravessa um segundo polarizador rodado de 90° em relação ao primeiro, isto minimiza a intensidade de luz detectada por um fotodiodo. Quando o eletroímã varia a magnetização da amostra, a polarização da luz refletida sofre uma rotação (rotação Kerr) alterando sua elipsidade (elipsidade Kerr). Portanto,

resulta em uma variação da intensidade de luz que é transformada em sinal elétrico pelo fotodiodo e enviada a um divisor de intensidade AC/DC. A intensidade AC do sinal é ligada ao amplificador *lock-in* digital que irá detectar somente a luz modulada inicialmente pelo PEM (50 kHz para rotação Kerr e 100 kHz para elipsidade Kerr). Através da interface *LabView*, o programa MOKE comunica com o conversor A/D e D/A da placa DAQ (GPIB), medindo para cada campo magnético externo aplicado a variação da intensidade do sinal do fotodetector, que é proporcional a magnetização da amostra. A magnetização é obtida localmente na região da área iluminada pelo laser (1 mm²) da amostra, sendo difícil obter seu valor quantitativo, pois pode variar a penetração da luz dependendo da rugosidade da superfície e do substrato utilizado e, com isso, a estimativa do volume de material que contribui para o seu valor total. Entretanto, é possível estudos de magnetometria vetorial (separação das componentes m_x , m_y e m_z), obtenção do índice de refração complexo do meio e da constante magneto-óptica [81,82]. Se for feito um estudo por espessura da amostra, é possível determinar a constante de anisotropia magnética efetiva K_{eff} com suas componentes de superfície e volume, assim como separar a resposta de cada camada magnética fazendo um estudo em relação ao ângulo de incidência do laser [83–86].

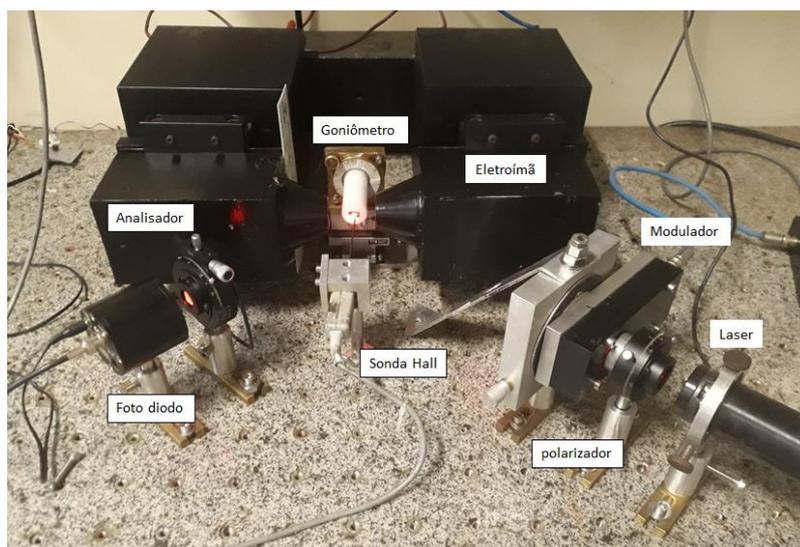


Figura 3.15 -Montagem do aparato de L-MOKE para medidas dos laços M(H) do Conjunto II. Uma varredura angular de 0° a 360° foi realizada neste estudo com o auxílio de um goniômetro.

Conforme esquematizado na Figura 3.16, dependendo da geometria formada pelo plano de incidência e reflexão da luz com a direção da magnetização, o método de MOKE pode ser definido como configuração (a) Polar (P), onde a magnetização está perpendicular à superfície da amostra e ao plano de incidência da radiação, (b)

longitudinal, onde a magnetização está paralela à superfície da amostra e ao plano de incidência e (c) transversal onde a magnetização está paralela à superfície da amostra mas perpendicular ao plano de incidência Figura 3.16.

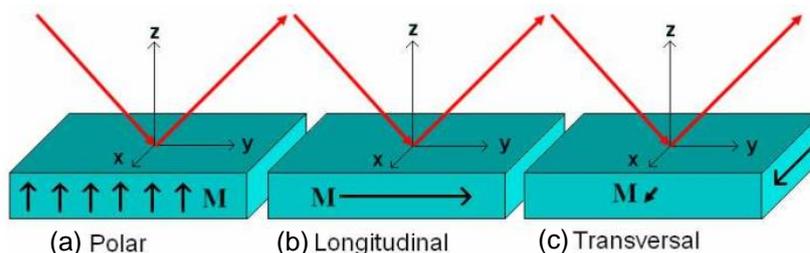


Figura 3.16 - Geometrias de medidas do MOKE – polar (P), longitudinal (L) e transversal (T), respectivamente.[81]

As configurações longitudinais e polares são usadas rotineiramente para detectar os componentes de magnetização no plano ou fora do plano, respectivamente. Em nosso estudo, usamos MOKE na configuração longitudinal, com amostras de $8,0 \times 6,0 \text{ mm}^2$. O campo máximo aplicado durante a obtenção dos laços $M(H)$ foi de 200 Oe (suficiente para a saturação magnética no plano da amostra) e as medidas foram feitas todas à temperatura ambiente ($T = 300 \text{ K}$). Todas as medidas de MOKE foram realizadas no laboratório de Espectroscopia Hiperfina e Física de Superfície do Departamento de Física da UFMG).

3.4.3 - Ressonância Ferromagnética - FMR

O fenômeno de ressonância ferromagnética (FMR) ocorre entre a precessão em fase dos momentos magnéticos de um material FM e uma radiação eletromagnética. A ressonância ferromagnética propicia estudar as diferentes contribuições de anisotropias magnéticas presentes em filmes finos, multicamadas e nanoestruturas magnéticas. Um campo magnético externo aplicado (H_{ap}) em uma direção qualquer, por exemplo, no caso de nanoestruturas artificiais (no plano do filme), fornece um torque nos momentos magnéticos. A interação de *exchange* entre estes momentos, resulta em uma precessão em fase (modo uniforme) da magnetização total (M). Uma perturbação adicional a este sistema é fornecida pela aplicação de um campo oscilante de micro-ondas (H_{RF}) perpendicular ao campo H_{ap} , impulsionando os momentos magnéticos previamente em precessão. Da combinação dos efeitos dos campos H_{ap} e do campo de micro-ondas (H_{RF}) existirá, para uma

frequência fixa da micro-ondas, um valor específico de H_{ap} em que a frequência de precessão da magnetização será igual à da micro-ondas, produzindo assim uma absorção ressonante da radiação, ou seja, estabelecendo a condição de ressonância ferromagnética. O valor do H_{ap} aplicado na amostra que resulta na absorção da radiação é chamado de campo de ressonância ferromagnética e designado por H_R .

Por outro lado, o papel das anisotropias magnéticas (K) presentes nas amostras é alterar o valor H_R . Por exemplo, quando M está ao longo do eixo de fácil magnetização o valor do campo de ressonância H_R necessário para saturar a amostra e causar uma precessão com frequência igual à da micro-ondas é mínimo ($= H_R^{fácil}$). Agora, se o sistema está “saturado magneticamente” ao longo do eixo duro, e a magnetização M está localizada em um máximo de energia, nesta condição o campo de ressonância obtido será um valor $H_R^{difícil}$, que é superior ao valor $H_R^{fácil}$.

Uma medida de H_R em função do ângulo (ϕ_H) entre o campo H_{ap} e uma determinada direção (marcação [110] do substrato de silício) fornece informações quantitativas e qualitativas a respeito das diferentes contribuições de anisotropias magnéticas presentes na amostra. Em resumo, a análise da dependência angular do campo de ressonância [$H_R(\phi_H)$] determina os diferentes campos de anisotropias existentes nos materiais. Em se tratando de nanoestruturas artificiais de mais de uma camada FM, a técnica de FMR, devido às magnetizações distintas dessas camadas (depende do material), pode ser considerada material seletivo (a absorções individuais de cada camada/material (Py e Co) ocorrem em diferentes valores do H_{ap}).

Para atingir a condição de ressonância ($\omega\hbar = g_J\mu_B H_{ap}$), onde ω é a frequência angular da radiação eletromagnética, \hbar é a constante de Planck dividido por 2π , g_J corresponde ao fator de Landé e μ_B o magnéton de Bohr. Em geral, os experimentos de FMR são realizados na banda X cujo domínio varia de 8 a 12 GHz, para frequências nesta banda os campos necessários para ressonância são alcançados com eletroímãs ($100 Oe < H_R < 15.000 Oe$). Os experimentos de ressonância realizados para análise das amostras deste trabalho utilizaram $\omega = 9,26 GHz$.

É importante lembrar que as bordas de todas as amostras são retiradas com auxílio de um cortador de diamante, pois durante a deposição das camadas há um acúmulo de material nessas extremidades, esse material presente nas bordas, faz surgir sinais espúrios nas medidas de FMR que podem se sobrepor ao sinal de

absorção dos materiais magnéticos, além de que o sinal das bordas se movem de acordo com a rotação da amostra com o campo aplicado.

O experimento consiste em acoplar amostra, cavidade e radiação, de forma que este sistema fique em ressonância, refletindo a menor quantidade de radiação (Ver Figura 3.17). Uma fonte de corrente DC controlada pelo computador fornece uma corrente para as bobinas do eletroímã de forma a criar um campo magnético uniforme na região da amostra e com variação suave e contínua. Quando $H_{ap} \approx H_R$ a amostra absorve a micro-ondas e o acoplamento do sistema é quebrado resultando em uma reflexão de parte da radiação pela cavidade. Esta micro-ondas refletida é detectada por um fotodiodo que retifica o sinal. Este potencial é então filtrado e amplificado por um *lock-in*, e enviado ao computador onde é criado um arquivo relacionado absorção de micro-ondas (em Volts) e o campo magnético aplicado em Oe . Devido a utilização de modulação e *lock-in*, o espectro de ressonância que geralmente é característico de uma curva lorentziana, tem a simetria da derivada da lorentziana.

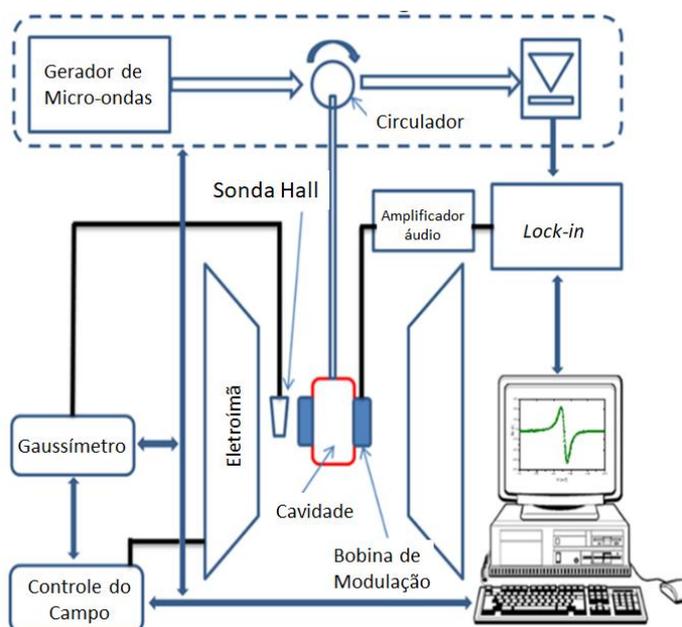


Figura 3.17 - Esquema do equipamento de ressonância ferromagnética com seus principais itens: Eletroímã, gaussímetro, Gerador de micro-ondas (*Klystron*), bobinas de modulação, *lock-in* e uma cavidade ressonante. Um circulador é empregado de tal forma que o micro-ondas é direcionado para o detector e não retorna ao gerador.

Dado espectro de FMR, os parâmetros obtidos são o campo de ressonância (H_R) e a largura de linha do espectro (ΔH). A partir da análise da dependência angular do H_R e da ΔH são obtidos os campos magnéticos efetivos correspondentes as anisotropias e os mecanismos de relaxação da magnetização, respectivamente. Os

espectros de FMR das diferentes amostras foram tomados, alinhando inicialmente a referência da amostra (marcação da direção [110] do Si) com a direção do H_{ap} , com o auxílio de um goniômetro a amostra é rotacionada possibilitando a obtenção da dependência $H_R(\phi_H)$ [87].

A equação que descreve a precessão da magnetização quando um material FM está sob influência de um campo magnético é obtida considerando que: (i) esta magnetização média pode assumir uma multiplicidade de orientações diferentes, (ii) há uma quase-continuidade destas orientações da magnetização em precessão, ou seja, obtida levando-se em conta a teoria clássica para o movimento da magnetização [88]. Então, o movimento de precessão livre (não-amortecido) da magnetização na presença de um campo magnético efetivo H_{eff} é escrito como:

$$\frac{d\vec{M}}{dt} = -\gamma\vec{M} \times \vec{H}_{eff} \quad \text{Equação (3.4)}$$

onde $\gamma = g\mu_B/\hbar$ é o fator giromagnético e H_{eff} é o campo magnético efetivo constituído da soma de todos os campos magnéticos na região interna da amostra. Um dos campos que compõem o H_{eff} é o campo oriundo da anisotropia de *Exchange Bias*, H_{EB} , que pode ser compreendida, como um campo magnético interno ao material favorecendo uma determinada direção e sentido. Da Equação (3.4) é possível demonstrar que o vetor de magnetização tem uma frequência de precessão proporcional ao campo magnético, dada por $\omega = \gamma H_{eff}$ (frequência de Larmor).

A Equação (3.4) não considera as perdas de energia (amortecimento da magnetização), que surgem das interações (interação magnon-magnon, magnon-fônon, spin-rede, elétrons de condução) [66,87]. Utilizaremos nesta tese de doutorado para caracterizar as anisotropias magnéticas presentes na amostra somente a Equação (3.4). Se o foco da pesquisa envolvesse os mecanismos de relaxação da magnetização, a Eq. (3.4) deveria ser modificada, e um termo de amortecimento (*damping*) deve ser adicionado, esta modificação resulta na chamada equação de Landau-Lifshitz-Gilbert [87]

Para análise das curvas de ressonância [$H_R(\phi)$] nas nanoestruturas artificiais do tipo VS, as diferentes contribuições de energias magnéticas do sistema devem ser levadas em conta [87]. Esta equação de energia foi então empregada para determinação dos campos de anisotropias e seus respectivos ângulos relativos a referência [110] do substrato de silício:

$$E(\vec{M}_1, \vec{M}_2, \vec{M}_3) = -\sum_{i=1}^2 \left\{ \vec{H} \cdot \vec{M}_i + \left(2\pi M_i^2 - \frac{2K_{Si}}{t_i} \right) \left(\frac{\vec{M}_i \cdot \hat{n}}{M_i} \right)^2 - K_{Ui} \left(\frac{\vec{M}_i \cdot \hat{u}_i}{M_i} \right)^2 \right\} t_i \\ - J_{EB} \frac{\vec{M}_2 \cdot \vec{M}_3}{M_2 M_3} - \frac{\sigma_W \vec{M}_3 \cdot \hat{x}}{M_3} - K_{ra} \left(\frac{\vec{M}_2 \cdot \vec{H}}{M_2 H} \right)^2 - J_{bl} \frac{\vec{M}_1 \cdot \vec{M}_2}{M_1 M_2}.$$

Equação (3.5)

O primeiro termo da Equação (3.5) corresponde a energia de interação entre o campo magnético e a magnetização, chamado de energia Zeeman. No segundo termo são as energias de forma (desmagnetização) e superficial (Ver Seção 2.3.2), enquanto que o terceiro termo corresponde à contribuição da energia devido à anisotropia uniaxial da camada FM (Ver Seção 2.4). Como as VS fabricadas neste trabalho são compostas de duas camadas FM (Py e Co), a contribuição individual destas anisotropias “intrínsecas” das camadas ferromagnéticas devem ser contabilizadas na energia, justificando o somatório ser limitado para $i = 2$. As contribuições das energias relacionadas ao *Exchange Bias* (Seção 2.3.3), a formação de parede de domínio no AF, a anisotropia rotatória (Seção 2.3.4) e ao acoplamento bilinear entre as camadas ferromagnéticas (Seção 2.1), estão respectivamente representadas do primeiro ao quarto termo da segunda linha da Equação (3.5).

No caso das nanoestruturas artificiais, foram definidos os seguintes ângulos para os eixos de anisotropia, conforme disposto na Figura 3.18. Os índices 1, 2 e 3, correspondem respectivamente as camadas FM1, FM2 e AF, os vetores unitários \hat{u}_i representam a direção dos eixos de anisotropia uniaxial das camadas que compõem a VS.

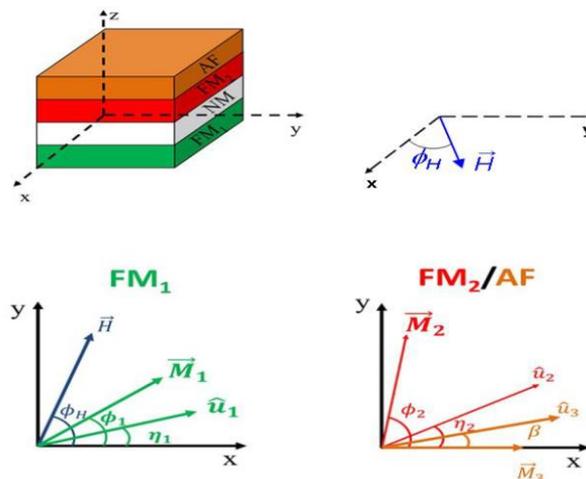


Figura 3.18 - Sistema de referência para o cálculo da dispersão da energia para uma válvula de Spin. O eixo z esta perpendicular à superfície da amostra [89].

O modelo, introduzido por J. Smit e H. G. Beljers [87], consiste em considerar a energia livre magnética total do sistema e minimizar com relação à posição de equilíbrio na presença do campo magnético. Resolve-se a Equação (3.4) para a multicamada, onde o campo magnético efetivo \vec{H}_{eff} é definido como o gradiente da energia magnética livre por unidade de área $[\vec{H}_{eff} = \nabla_{\vec{M}} E(\vec{M}_1, \vec{M}_2, \vec{M}_3)]$ onde a energia magnética é dada pela Equação (3.5) em relação diferentes contribuições de anisotropias. Ao analisar a Equação 3.4 individualmente para as camadas FM1, FM2 e AF, obtém-se um sistema de seis equações, cuja solução resulta em uma relação de dispersão descrita como um polinômio de quatro grau. Este polinômio possui quatro raízes, das quais é possível isolar o campo magnético em função da frequência de micro-ondas, razão giromagnética e dos campos efetivos de anisotropias. Duas destas quatro equações para o campo magnético geram valores positivos para H_R , portanto, estas devem ser utilizadas para o ajuste numérico da dependência angular de $H_R(\phi_H)$ [87]. Da Equação (3.4) e (3.5) foram obtidos os valores campo de anisotropia uniaxial do Py e Co, o valor da interação de *Exchange Bias*, a anisotropia rotatória e o valor da interação de troca entre duas camadas magnéticas, representado pelo campo bilinear.

3.4.4 – Magnetorresistência pelo Método de Quatro Pontas

Desde 1879 foi demonstrado experimentalmente que uma placa sólida fina submetida a uma corrente elétrica e um campo magnético externo (perpendicular ao fluxo de corrente e ao plano da placa) tinha sua resistência elétrica modificada [3] (criação de uma tensão elétrica na borda perpendicular ao movimento das cargas – Efeito Hall). Foi também mostrado que materiais ferromagnéticos submetidos a campos magnéticos (modificação da estrutura de domínio) tinham uma contribuição adicional (< 2% para os FM convencionais) para a magnetorresistência devido à anisotropia aleatória [1,90]. Somente em 1988, estudando multicamadas compostas pelo empilhamento de algumas dezenas de repetições da estrutura Fe/Cr, onde a espessura da camada de Cr foi escolhida de forma que as camadas de Fe tinham inicialmente suas magnetizações apontadas em sentidos opostos (acoplamento bilinear antiferromagnético), que Baibich et al. [4] observaram um significativo

aumento da magnetorresistência [$\Delta\rho/\rho$ ou $\Delta R/R$, onde R é a resistência elétrica e ρ a resistividade]. Como o valor de $\Delta R/R$ era algumas ordens de grandeza superior ao observado nos materiais ferromagnéticos convencionais, deu-se a denominação de magnetorresistência gigante (GMR: *Giant Magnetoresistance*) [4].

Medidas de magnetorresistência foram feitas usando o método de quatro pontas [91]. Esse é um método simples, não destrutivo, muito embora a pressão exercida pelos eletrodos sobre a superfície da amostra possa vir a danificar o material [Figura 3.19(a) e (b)]. Na Figura 3.19 (b) e (c), é apresentado um conjunto de informações adicionais para as medidas de magnetorresistência realizadas no módulo de resistividade elétrica AC instalada no *PPMS-Evercool-II*. Na Figura 3.19(d) e (e) são realçadas as configurações paralelas e transversal entre as direções do campo magnético (H) (sempre fixo e com a direção ao longo do comprimento do *dewar*) e da corrente elétrica I (variável, pois o porta-amostra pode ser rodado relativamente à direção do campo aplicado). Essa variação é obtida com o suporte mostrado na Figura 3.18(b).

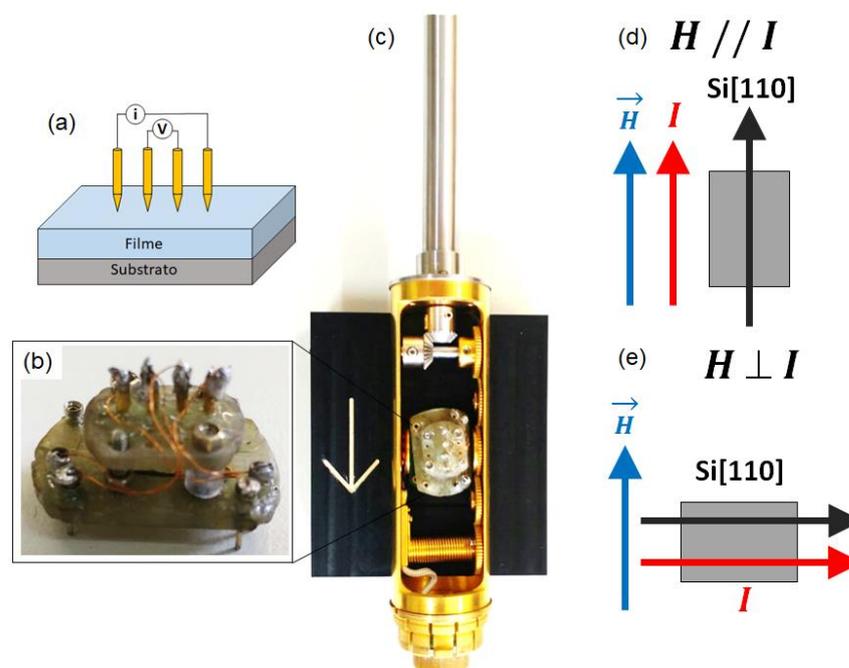


Figura 3.19 - Geometria de medida de GMR. (a) esquema tensão (V) x corrente (i) do método de 4 pontas, (b) e (c) dispositivo de 4 pontas, acoplado no módulo de resistividade do sistema de PPMS. Configuração de medidas longitudinal (d) e transversal (e).

As medidas de magnetorresistência foram realizadas em pedaços de material na forma de paralelepípedos retangulares (filmes finos de dimensões $\sim 10 \times 4 \times 0,5 \text{ mm}^3$). As pontas metálicas são banhadas em ouro, [Figura 3.19 (b) - liga metálica

de cobre níquel banhadas a ouro] e possuem uma mola para ajustar possíveis desníveis e ao mesmo tempo pressionar de forma homogênea a superfície da amostra. O valor da magnetorresistência ($\Delta R/R$) é definido da seguinte maneira:

$$\Delta R = \frac{R(H_0) - R(H_s)}{R(H_s)} \quad \text{Equação (3.11)}$$

onde $R(H_0)$ e $R(H_s)$ são as resistências elétricas em campo nulo e no campo de saturação, respectivamente.

Há várias contribuições para a magnetorresistência em sistemas de válvulas de spins [90]. Aqui serão abordados dois tipos de magnetorresistência:

1. Magnetorresistência Ordinária (ou Lorentz) (MRO): surge da curvatura das órbitas do elétron em um campo aplicado e, conseqüentemente, do aumento do comprimento da trajetória.
2. Magnetorresistência Anisotrópica (AMR): surge da interação do spin do elétron com o momento orbital do átomo (ela é dependente do ângulo entre a magnetização e a direção de corrente elétrica).

Alguns exemplos de curvas de magnetorresistência são apresentados na Figura 3.20 (inferior) e possíveis curvas $M(H)$ (parte superior) correspondentes. Na Figura 3.20(a), as camadas FM estão fortemente acopladas antiparalelamente [92]. Então, o laço $M(H)$ será característico ao obtido para o eixo de difícil magnetização. Isto ocorre devido ao fato que na saturação, todas as magnetizações tem mesma direção e sentido, porém, esta amostra possui um tipo de acoplamento onde as camadas FM estão com os sentidos das suas magnetizações opostas. Então para uma medida de magnetorresistência $\Delta R/R$ (quando o campo magnético é próximo de zero, todas as magnetizações estão em sentidos opostos) é máxima. Ao aumentar o campo, as magnetizações das camadas FMs tendem a se alinhar paralelamente minimizando a magnetorresistência $\Delta R/R$.

No caso de uma tricamada composta por duas camadas FM intercaladas por uma NM Figura 3.20(b), projetadas para que o acoplamento entre elas seja antiferromagnético. O ciclo de histerese das duas camadas fica deslocado em relação a origem do eixo do campo. Uma explicação para tal observação está fundamentada no fato de que o campo magnético efetivo (devido ao acoplamento bilinear) ser

contrário a magnetização de cada camada, resultando num maior campo magnético de saturação para este sistema (fora da saturação as magnetizações estão sempre em direções opostas). A curva de magnetorresistência $\Delta R/R$ da Figura 3.20(b) também acompanha a tendência dos valores de campo coercivo e de saturação da curva $M(H)$.

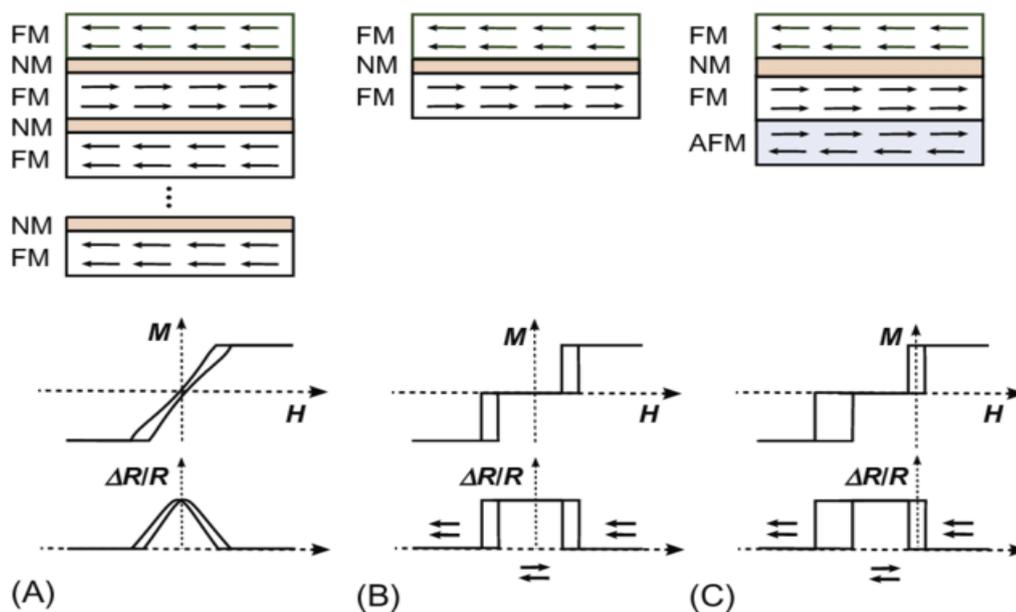


Figura 3.20 - Laços de histerese e respectivas curvas de magnetorresistência de 3 diferentes sistemas magnéticos: (a) sistema de multicamadas com alta anisotropia, (b) dois materiais ferromagnéticos acoplados antiferromagneticamente e (c) sistema de válvula de spin. Adaptado de [92]

Finalmente, no sistema de VS [Figura 3.20 (c)], devido ao efeito de EB em uma das interfaces, o laço $M(H)$ também é composto por duas curvas de histereses. Todavia, um dos laços é centrado na origem do eixo do campo, pois não há interface com o material AF que pudesse gerar o efeito de EB, enquanto que o outro laço é deslocado da origem do eixo de campo devido ao efeito de EB (o termo de troca entre as camadas FM é muito menor do que o termo de EB, logo é simulado como sendo nulo neste caso). Similarmente, a curva de magnetorresistência acompanha a tendência da curva de $M(H)$.

Deste modo para o entendimento do fenômeno de GMR, dois aspectos precisam ser melhores explicados: a) a física do acoplamento entre as camadas e b) a influência do acoplamento entre as camadas no espalhamento de elétrons e, conseqüentemente, nas medidas de resistividade das multicamadas.

4. Resultados Experimentais

Começamos este capítulo lembrando que produzimos dois Conjuntos (I e II) de Válvulas de Spins (VS), previamente justificadas. São eles:

Conjunto I: A deposição de todas as camadas foi realizada com o substrato parado em um ângulo previamente determinado com relação a um dado alvo, ou seja, crescemos grãos colunares orientados nas VS pois aplicamos o método de deposição oblíqua (OAD) com o ângulo de $\theta = 32^\circ$ (ângulo oblíquo entre o feixe de vapor de átomos e à normal ao plano do substrato). Adicionalmente, modificamos a orientação colunar dos grãos, variando no plano, o ângulo azimutal - φ_i . Na Figura 4.1 (Adaptada das Figuras 3.6 e 3.7) temos uma síntese das amostras fabricadas com anisotropias induzidas para diferentes ângulos φ_i . Note que a diferença fundamental entre os dois conjuntos está relacionada à textura granular da camada de Cu que foi induzida no conjunto I e, minimizada no conjunto II devido a rotação do porta-amostras.

Conjunto II: Válvulas de Spins similares as do Conjunto I, exceto pelo fato de que realizamos a deposição da camada do espaçador de cobre (5 nm) com o substrato, girando com uma velocidade angular $\omega = 40 \text{ rpm}$.

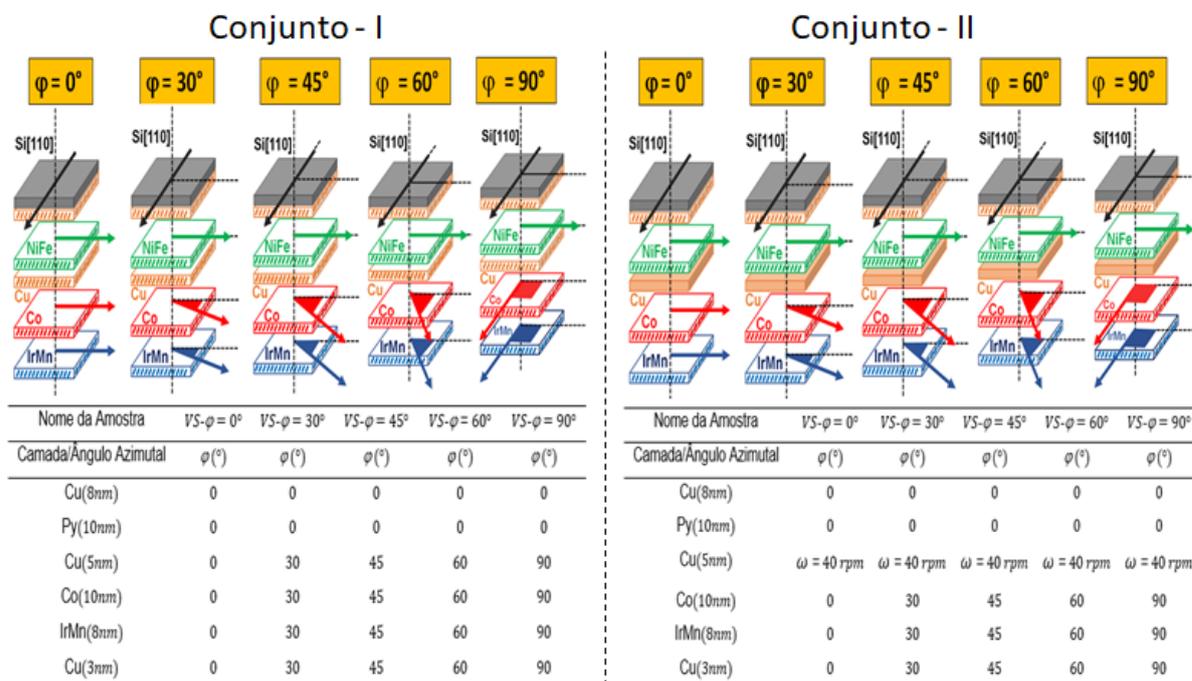


Figura 4.1 - Representação dos eixos de anisotropias uniaxiais das camadas de Py e Co e *Exchange Bias* nominais induzidas no processo de deposição oblíqua (OAD) para os Conjuntos I e II. Preparamos as camadas de Cu (*buffer*) e Py para um $\varphi = 0^\circ$ por OAD, enquanto as demais camadas que compõe as VS tem orientação variada e indicada na figura.

Este capítulo está dividido em 4 seções onde trataremos os resultados dos dois Conjuntos I e II. Especificamente na Seção 4.1, abordaremos os resultados que nos propiciaram o entendimento das características (i) estruturais usando as técnicas experimentais de Difração de Raios-X (DRX), Difração de Raios-X com Incidência Rasante (GIXRD), Refletometria de Raios-X (RRX) e (ii) morfológicas com medidas de Microscopia de Força Atômica (AFM). Nas Seções 4.2 e 4.3, abordaremos os resultados que proporcionam o entendimento das propriedades magnéticas das válvulas de spins (VS) desta tese. Entre as técnicas experimentais, usamos as magnetometrias VSM e MOKE abordadas na Seção 4.2. Na seção 4.3 discutimos a caracterização por Ressonância Ferromagnética (FMR), como o permalloy (Py) e o cobalto (Co) tem campos de ressonância distintos, as absorções das camadas ferromagnéticas não apresentam sobreposição de sinal, facilitando a interpretação dos resultados. Por fim, na Seção 4.4, analisaremos os dados de magnetorresistência (MR).

4.1 - Análise Estrutural e Morfológica das Válvulas de Spins

4.1.1 - Conjunto I: Análise Estrutural por Difração de Raios-X Rasante (GIXRD)

As heteroestruturas (Válvulas de Spin) são sistemas físicos complexos devido aos empilhamentos consecutivos de camadas de vários materiais. As questões de interdifusão atômica, rugosidades interfaciais, quebra de simetria, entre outros fatores estão intrinsicamente presentes. No caso das VS deste trabalho, há um aumento da complexidade em razão dos efeitos de rugosidade induzidos pela falta de casamento das orientações entre os grãos colunares de cada camada. Dessa forma, resolvemos analisar a estrutura cristalina e a rugosidade camada por camada dos materiais que constituem as VS. Esta análise envolverá três etapas, partiremos do sistema mais simples, onde as camadas da VS são depositadas com os grãos colunares tendo mesma orientação (grãos em fase), ou seja, usamos a configuração do ângulo azimutal para $\varphi = 0^\circ$. Para minimizar o efeito do sinal do substrato de Si na medida de difração de raios-X [71], e maximizarmos o efeito de textura cristalina das camadas magnéticas com espessura de 10 nm, realizamos primeiramente medidas usando a

técnica de difração GIXRD. Vale ressaltar que é realizado um alinhamento do difratômetro, para cada amostra e para cada tipo de medida (DRX, GIXRD e RRX).

- **Etapa 1:** Crescimento do Py(10nm) sobre a camada semente (*buffer*) de Cu(8nm).

Primeiramente depositamos o sistema Si(100)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Py(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\varphi=0^\circ$). O ângulo azimutal $\varphi_i = 0^\circ$ representa que a direção [110] do substrato de silício (Si) está apontada para os respectivos *magnetrons* de Cu e Py durante a deposição de cada camada. Devido ao efeito de *self-shadowing* (auto-sombreamento), este procedimento induz grãos colunares na mesma direção com corrugações superficiais paralelas. Apresentamos na Figura 4.2, o difratograma GIXRD desse sistema Si(100)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Py(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\varphi=0^\circ$). Notamos um pico de difração na posição angular ($2\theta = 44,0^\circ$), similar ao esperado para a fase FCC do Py ($2\theta = 44,3^\circ$). Assim garantimos que a camada de Py de 10 nm tem estrutura cristalina FCC induzida pela camada de Cu FCC de 8 nm. O pequeno deslocamento (para ângulos menores) da posição angular do pico do filme Py de 10 nm relativo ao seu valor de *bulk*, pode ser associado há dois efeitos: (i) ao descasamento do parâmetro de rede (*misfit*) entre o Py e Cu e/ou, (ii) ao processo de deposição oblíqua que induz tensões internas devido aos grãos colunares.

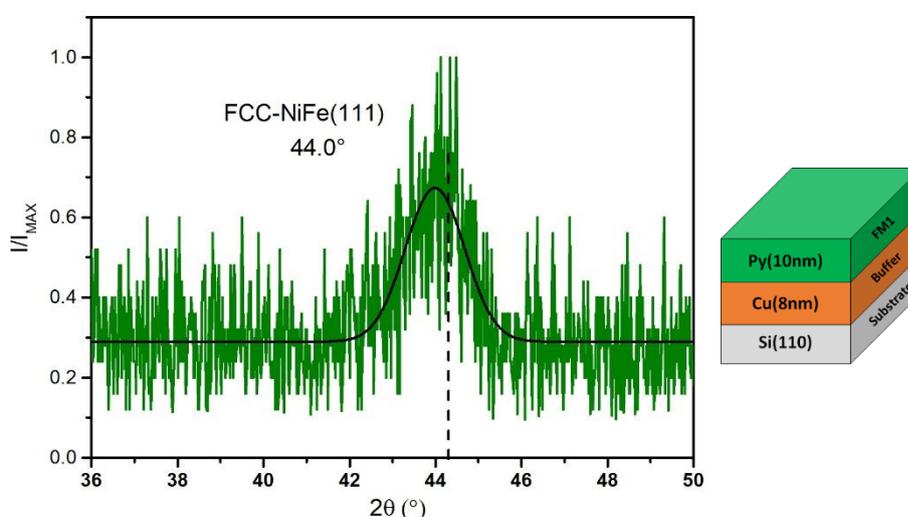


Figura 4.2 - Difratograma GIXRD do sistema Si(100)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Py(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\varphi=0^\circ$). A linha preta representa o ajuste teórico por gaussiana, enquanto a linha tracejada vertical sugere o pico angular esperado para a difração da camada Py bulk sem tensão. No lado direito, apresentamos o esquema do empilhamento das camadas.

Etapa 2: Crescimento do Co(10nm) sobre a camada espaçadora de Cu(5nm).

Mostramos na Figura 4.3 o difratograma GIXRD do sistema Si(100)/Cu(5nm- $\varphi=0^\circ$)/Co(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\varphi=0^\circ$). Como no caso da camada de Py sobre Cu, também investigamos que o crescimento de 10 nm de Co sobre a camada de Cu de 5 nm (mesma espessura da camada espaçadora da VS). Verificamos que o Co encontra-se na fase FCC texturizada na direção (111) com posição angular de difração ($2\theta = 43,8^\circ$) é inferior àquela esperada ($2\theta = 44,2^\circ$) para fase FCC do Co *bulk*.

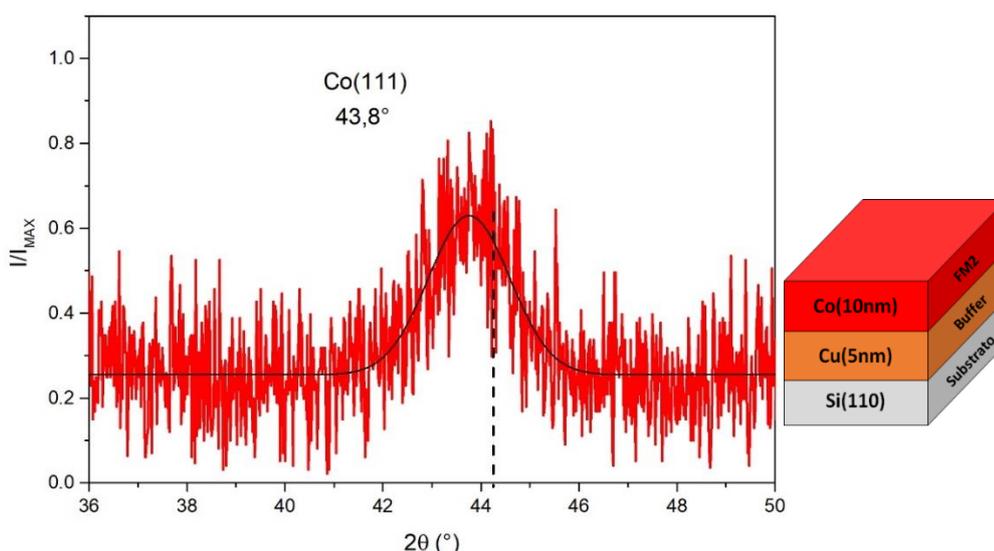


Figura 4.3 - Difratograma GIXRD do sistema Si(100)/Cu(5nm- $\varphi=0^\circ$)/Co(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\varphi=0^\circ$). A linha preta representa o ajuste teórico por gaussiana, enquanto a linha tracejada vertical sugere o pico angular esperado para a difração da camada Co *bulk* sem tensão interna. No lado direito, apresentamos o esquema do empilhamento das camadas.

Destas observações, podemos inferir que tanto a camada de Py quanto a de Co crescidas sobre Cu apresentam uma aumento do parâmetro de rede, o que provoca uma tensão residual interfacial com a camada de Cu [diferença entre os parâmetros de rede do Cu e do Co (ou Py)].

Etapa 3: Crescimento do sistema com *Exchange Bias* - a bicamada de Co/IrMn

Para a bicamada FM/AF composta por Si(100)/Cu(5nm- $\varphi=0^\circ$)/Co(10nm- $\varphi=0^\circ$)/IrMn(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\varphi=0^\circ$), observamos que as camadas de Co e IrMn

apresentam texturização com a difração do pico de Bragg (111) da fase FCC do IrMn(8nm) e do Co(10nm), conforme identificada na Figura 4.4.

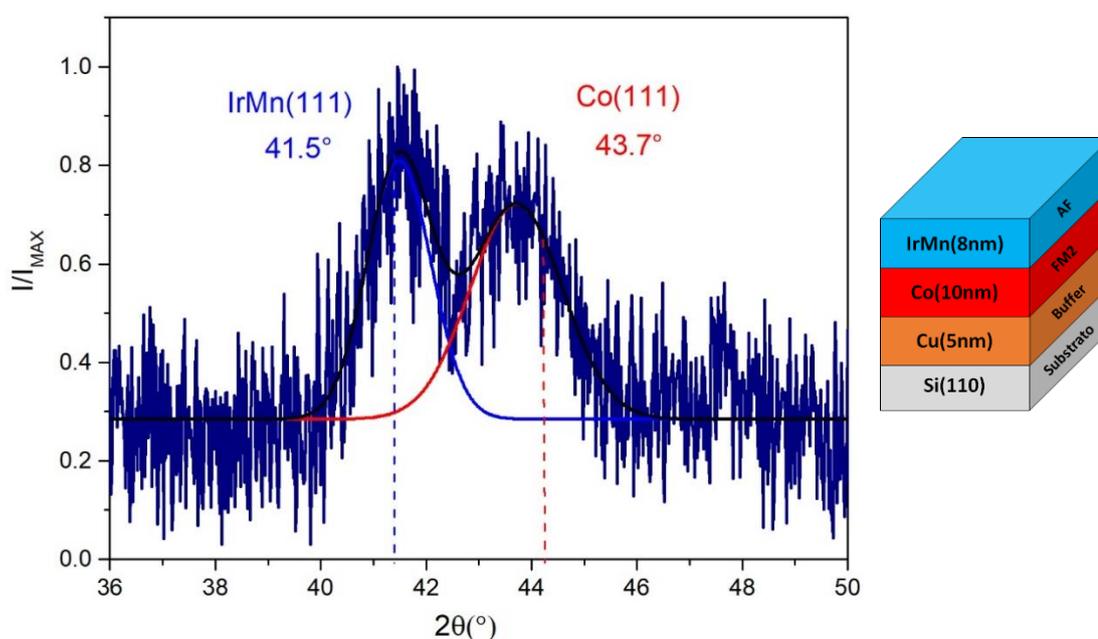


Figura 4.4 - Difratoograma GIXRD do sistema com *Exchange Bias*: Si(100)/Cu(5nm- $\varphi=0^\circ$)/Co(10nm- $\varphi=0^\circ$)/IrMn(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\varphi=0^\circ$). As linhas tracejadas azul e vermelha representam as posições angulares onde deveríamos encontrar os picos de difração das camadas de IrMn e Co *bulk* respectivamente. No lado direito apresentamos o esquema do empilhamento das camadas.

Os picos de difração (111) nos difratogramas de GIXRD, evidenciam os crescimentos das camadas de Cu, Py, Co, IrMn na fase FCC, mas com as posições angulares ligeiramente deslocadas para ângulos menores (exceto o IrMn que possui deslocamento para ângulos maiores), indicando um maior parâmetro de rede no plano maior que o esperado. Na Tabela 4.1 apresentamos uma síntese dos parâmetros estruturais obtidos das análises de GIXRD para as amostras descritas nas 3 etapas.

Tabela 4.1 - Parâmetros estruturais obtidos das Difrações de raios-X por GIXRD das Etapas 1, 2 e 3. Onde θ_B é a posição angular do pico de difração, *FWHM* sua largura meia altura, *a* é o parâmetro de rede, $\Delta a/a$ o desvio relativo (deformação) entre o parâmetro rede do filme e o do *bulk* ($a_{Py} = 0,3545 \text{ nm}$; $a_{Co} = 0,3544 \text{ nm}$ e $a_{IrMn} = 0,3778 \text{ nm}$) e *L* o tamanho de grão obtido da equação de Scherrer (tamanho de grão perpendicular ao plano do substrato). Os valores das incertezas são mostrados dentro dos parênteses.

Amostras	Picos	θ_B (°)	<i>FWHM</i> (°)	<i>a</i> (nm)	$\Delta a/a(\%)_{bulk}$	<i>L</i> (nm)
Py (10 nm)	Py(111)	43,99(4)	1,6(1)	0,3565(3)	0,6	6,2(3)
Co (10 nm)	Co(111)	43,76(4)	1,9(1)	0,3583(3)	1,1	5,0(2)
Co(10 nm)/IrMn(8 nm)	IrMn(111)	41,49(5)	1,4(1)	0,3770(4)	0,0	7,1(5)
Co(10 nm)/IrMn(8 nm)	Co(111)	43,71(5)	2,1(2)	0,3587(4)	0,9	4,7(2)

Por um lado, estimamos teoricamente os desvios relativos dos parâmetros de redes $[\frac{\Delta a}{a}(\%)_{misfit}]$, que é proporcional à tensão interna nas camadas], provocadas pelos diferentes valores dos descasamentos dos parâmetros de redes das interfaces Py, Co com Cu utilizando direções cristalográficas das fases FCC destes materiais (Equação 4.1-Ver Figura 4.5). Por outro lado, também calculamos os desvios relativos utilizando os parâmetros obtidos pelo GIXRD destas amostras $\frac{\Delta a}{a}(\%)_{bulk}$. Em particular, usamos os valores dos a_{filme} obtidos por meio da Lei de Bragg ($\lambda = 2d_{hkl} \text{sen}\theta_B$) e a_{bulk} conhecidos para cada material. Na Equação (4.2), a_{inf} e a_{sup} são os parâmetros de redes de duas interfaces adjacentes de materiais distintos usando os valores obtidos por GIXRD.

$$\frac{\Delta a}{a}(\%)_{misfit} = \left(\frac{a_{inf} - a_{sup}}{a_{inf}} \right) \times 100 \quad \text{Equação (4.1)}$$

$$\frac{\Delta a}{a}(\%)_{bulk} = \left(\frac{a_{filme} - a_{bulk}}{a_{bulk}} \right) \times 100 \quad \text{Equação (4.2)}$$

Na Figura 4.5, fazemos uma sugestão do arranjo das camadas da VS. No lado direito da Figura 4.5, apresentamos os valores teóricos para os desvios relativos dos parâmetros de redes $\Delta a/a(\%)$ em que assumimos o crescimento sugerido pelas medidas de GIXRD, mas usamos os valores dos parâmetros de rede *bulk* tabelados. Para os desvios relativos utilizando parâmetros de rede tabelados (lado direito da Figura 4.5), as maiores deformações (6% de descasamento relativo) acontecem para as camadas semente de Cu sobre o substrato de Si (Si/Cu) e para a camada de IrMn sobre a de Co (Co/IrMn). Nas demais interfaces as deformações não passam de 2%. Isso demonstra que os crescimentos das camadas de Py e Co sobre Cu teriam baixa tensão interfacial, favorecendo a “epitaxia” para o crescimento perpendicular ao plano do substrato. Estes resultados corroboram com os encontrados pelo GIXRD, exceto o determinado para o IrMn/Co que apresentou um valor muito abaixo do esperado (Tabela 4.1). A baixa tensão interfacial Co/IrMn adicionada a presença do seu pico (111), leva-nos a inferir que foi estabilizada a fase FCC do AF com as propriedades desejadas, ou seja, apresenta anisotropia antiferromagnética orientada e estável [64]. Com relação ao crescimento “epitaxial” (coerente), observamos que os tamanhos de grãos cristalinos (perpendicular ao plano do filme) correspondem aproximadamente a metade da espessura esperada para as camadas de Py e Co, enquanto que a camada

de IrMn tem seus grãos com espessura iguais a espessura nominal de sua camada (da direção [001]) (vide dados na Tabela 4.1).

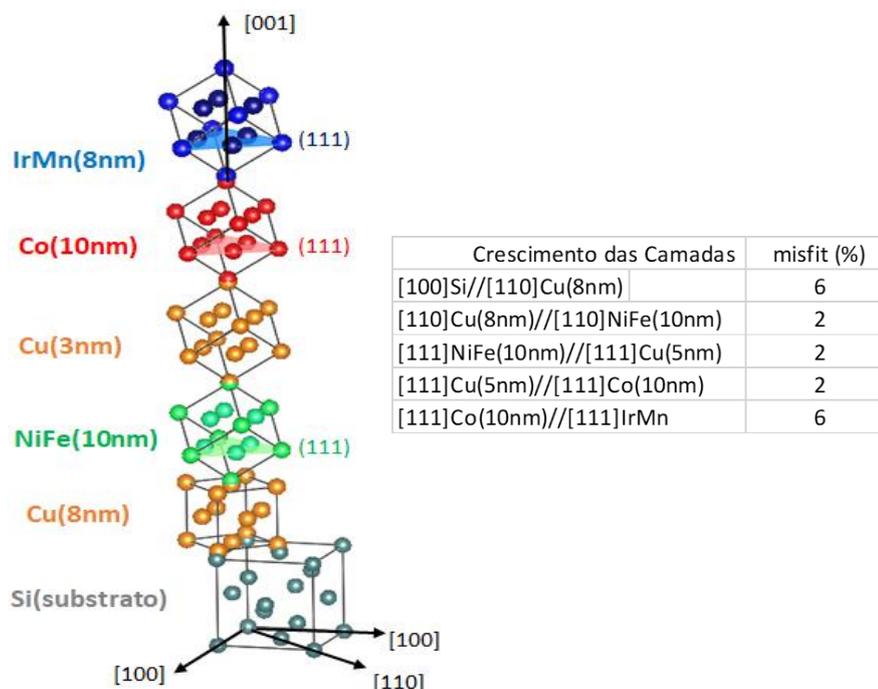


Figura 4.5 - Representação dos empilhamentos tomando como base o substrato de Si, onde apresentamos as direções $X[100]$, $Y[010]$ e $Z[001]$ e os planos de difração (111) das camadas de Py, Co e IrMn. Lado direito: Tabela mostrando os valores dos desvios relativos dos parâmetros de redes $[\Delta a/a(\%) = \text{misfit}]$ entre as diferentes interfaces no caso de materiais *bulk*.

Etapa 4: Crescimento das VS do Conjunto I: $VS-\varphi_i = 0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ e 90°

Na Figura 4.6, apresentamos os padrões de difratogramas GIXRD das VS crescidas para diferentes ângulos φ_i (= azimutal de orientação) ou melhor, diferentes orientações dos grãos colunares. De um modo geral, escrevemos o sistema da seguinte maneira: Si(110)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Py(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(5nm- φ_i)/Cu(3nm- φ_i)/Co(10nm- φ_i)/IrMn(8nm- φ_i)/Cu(3nm- φ_i), com valores de φ_i iguais a $0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ e 90° (Ver Figura 4.1). Na Figura 4.6 notamos que a textura cristalográfica (111) das camadas individuais investigadas nas Etapas 1, 2 e 3 (“amostras padrão”), reproduzem nas VS independentemente dos valores de φ . Ressaltamos que os picos de Bragg das camadas do Py e do Co encontram-se superpostos devido à proximidade dos valores dos parâmetros de rede.

Assumindo as condições mencionadas, a camada de Co se encontra tensionada devido ao seu maior parâmetro de rede (pico de Bragg deslocado para

posições angulares menores). Das amostras do Conjunto I, as que foram fabricadas com φ igual a 45° e 90° , apresentam tensão interna, contradizendo o que havia sido verificado para a “amostra padrão” (Ver Tabela 4.1). Para as demais amostras (φ igual a 0° , 30° e 60°), onde foi verificado o crescimento da camada de IrMn com uma menor deformação, que pode estar relacionada ao aumento do parâmetro de rede da camada de Co. Apresentamos na Tabela 4.2 os parâmetros estruturais, calculados com os padrões GIXRD da Figura 4.6.

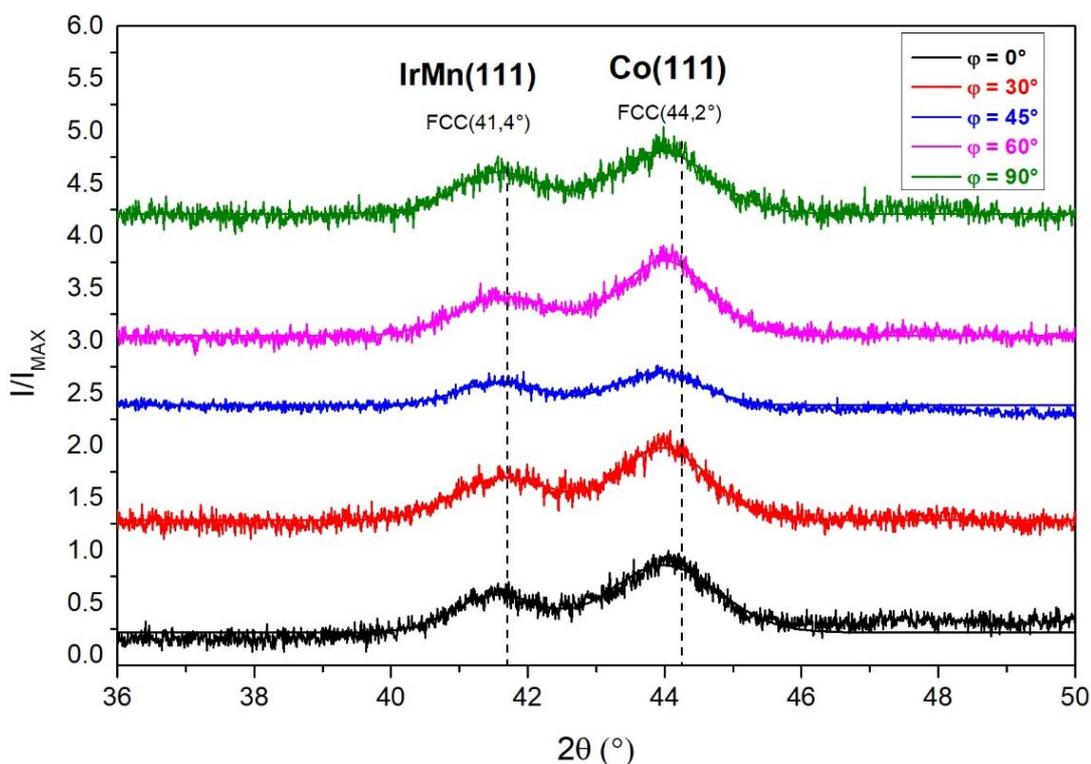


Figura 4.6 - Padrões de difrações de GIXRD das VS: Si(110)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Py(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(5nm- φ_i)/Co(10nm- φ_i)/IrMn(8nm- φ_i)/Cu(3nm- φ_i), $\varphi_i = 0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ e 90° . As linhas sólidas representam os ajustes através de curvas gaussianas. As linhas verticais tracejadas indicam as posições angulares esperadas para as camadas de Co e IrMn.

Tabela 4.2 - Parâmetros estruturais obtidos das difrações de raios-X por GIXRD. Onde θ_B é o pico de Bragg da difração, $FWHM$ a largura meia altura do pico, a é o parâmetro de rede, e $\Delta a/a(\%)_{bulk}$ a diferença do parâmetro rede do filme em relação ao bulk ($a_{IrMn} = 0,3778 \text{ nm}$ e $a_{Co} = 0,3544 \text{ nm}$) e L é o tamanho de grão obtido da equação de Scherrer. Os valores das incertezas são mostrados dentro dos parênteses.

Amostras	Picos	θ_B (°)	$FWHM$ (°)	a (nm)	$\Delta a/a(\%)_{bulk}$	L (nm)
$\varphi = 0^\circ$	IrMn(111)	41,54(2)	1,47(6)	0,3765(2)	-0,3	6,9(2)
	Co(111)	43,99(2)	1,89(4)	0,3565(1)	0,6	5,2(1)
$\varphi = 30^\circ$	IrMn(111)	41,67(2)	1,76(8)	0,3754(2)	-0,6	5,6(1)
	Co(111)	43,97(1)	1,59(3)	0,3566(1)	0,6	6,3(1)
$\varphi = 45^\circ$	IrMn(111)	41,76(2)	1,42(7)	0,3746(2)	5,7	7,2(2)
	Co(111)	44,09(2)	1,68(5)	0,3557(1)	-5,8	6,0(1)
$\varphi = 60^\circ$	IrMn(111)	41,68(2)	1,72(7)	0,3753(2)	-0,7	5,7(1)
	Co(111)	44,00(2)	1,55(2)	0,3565(1)	0,6	6,5(1)
$\varphi = 90^\circ$	IrMn(111)	41,58(2)	1,52(6)	0,3762(2)	6,1	6,6(2)
	Co(111)	43,94(1)	1,73(4)	0,3569(1)	-5,5	5,8(1)

4.1.2 - Conjunto I: Análise Estrutural por Difração de Raios-X Convencional (DRX)

Na Figura 4.7 apresentamos os padrões de Difração de Raios-X (DRX) convencionais (configuração $\theta-2\theta$) para as VS- φ_i : Si(110)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Py(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(5nm- φ_i)/Co(10nm- φ_i)/IrMn(8nm- φ_i)/Cu(3nm- φ_i), $\varphi_i = 0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ e 90° do Conjunto I. Estes padrões DRX são similares aos padrões de GIXRD (Figura 4.6), exceto pelo fato de que os padrões de DRX têm mais ruído (linha de base menos definida). Para esclarecer, fizemos as medidas de GIXRD para garantir que estávamos medindo por DRX convencional as mesmas propriedades, ou seja, não estávamos perdendo informações devido ao baixo sinal dos padrões de DRX convencionais. De tal modo que verificamos que as VS do Conjunto I possuem textura (111) para as camadas IrMn e Co. Também é possível verificar visualmente que a camada de Co se encontra tensionada para todas as amostras, embora, o mesmo não seja possível de afirmar para o IrMn devido a razão sinal/ruído. Enfatizamos mais uma vez, que não detectamos os picos de difração das fases FCC do Cu e do Py devido suas posições angulares similares aquela da fase FCC do Co.

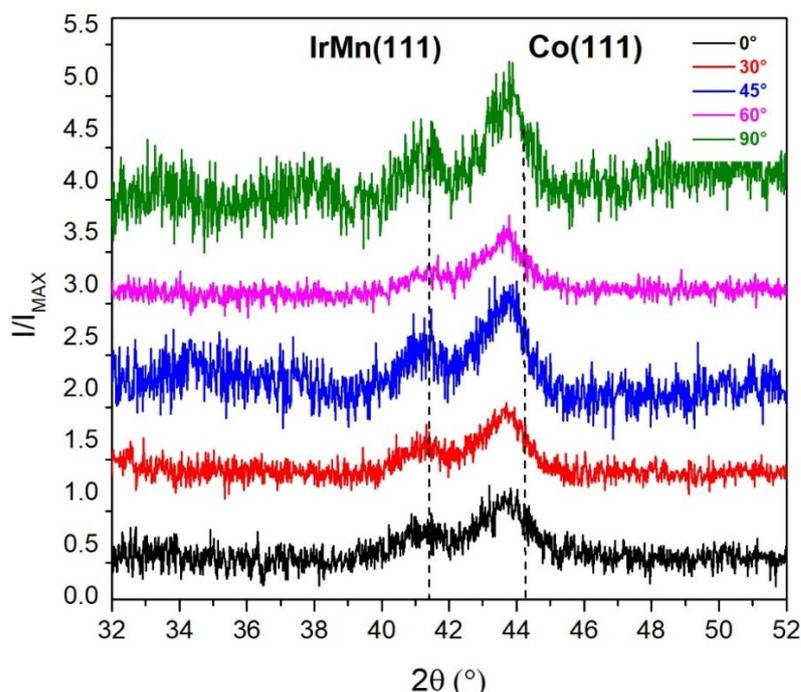


Figura 4.7 b- Padrões de Difração de raios-x (DRX) convencionais (θ - 2θ) para as $VS-\varphi_i$: Si(110)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Py(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(5nm- φ_i)/Co(10nm- φ_i)/IrMn(8nm- φ_i)/Cu(3nm- φ_i), $\varphi_i = 0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ e 90° . As linhas pontilhadas pretas representam as posições angulares dos picos de Co e IrMn no bulk sem tensão.

Na Tabela 4.3, disponibilizamos os parâmetros estruturais obtidos através das medidas de Difração de Raios-X convencional (DRX) para todas as amostras do Conjunto I. Os parâmetros estruturais obtidos por GIXRD e DRX são similares.

Tabela 4.3 - Parâmetros estruturais obtidos das difrações de raios-X por DRX do Conjunto I. θ_B é a posição angular do pico de difração, $FWHM$ é a largura meia altura do pico, a é o parâmetro de rede, $\Delta a/a$ é o desvio relativo entre os parâmetros redes do filme e seu valor de *bulk* ($a_{IrMn} = 0,3778$ nm; $a_{Co} = 0,3544$ nm) e L é o tamanho de grão obtido da equação de Scherrer. Os valores das incertezas são mostrados dentro dos parênteses.

Amostras	Picos	θ_B (°)	$FWHM$ (°)	a (nm)	$\Delta a/a$ (%) _{bulk}	L (nm)
$\varphi = 0^\circ$	IrMn(111)	41,13(6)	1,7(2)	0,3801(5)	0,6	5,7(4)
	Co(111)	43,64(3)	1,8(1)	0,3592(2)	1,4	5,4(2)
$\varphi = 30^\circ$	IrMn(111)	41,32(5)	1,7(2)	0,3784(5)	0,2	5,8(3)
	Co(111)	43,62(2)	1,5(1)	0,3594(2)	1,4	6,6(2)
$\varphi = 45^\circ$	IrMn(111)	41,29(6)	1,5(2)	0,3787(5)	0,2	6,7(5)
	Co(111)	43,58(3)	1,4(1)	0,3597(2)	1,5	7,2(3)
$\varphi = 60^\circ$	IrMn(111)	41,45(7)	1,4(2)	0,3774(6)	-0,1	7,3(7)
	Co(111)	43,59(2)	1,4(1)	0,3597(2)	1,5	7,7(2)
$\varphi = 90^\circ$	IrMn(111)	41,25(6)	1,3(2)	0,3791(5)	0,3	7,8(7)
	Co(111)	43,70(3)	1,5(1)	0,3588(2)	1,2	6,6(2)

4.1.3 - Conjunto I: Análise de Rugosidade por Refletividade de Raios-X (RRX)

Objetivando determinar possíveis rugosidades e/ou interdifusões atômicas nas distintas interfaces das VS, preparamos primeiramente uma sequência de amostras para análise de camada por camada (CPC) na condição $\varphi = 0^\circ$ (sistema mais simples) e as analisaremos usando o método de Refletividade de Raios X (RRX). Num segundo momento, usaremos estes dados para analisar o aumento relativo na rugosidade nas VS depositadas com grãos colunares não alinhados. Então, em primeira aproximação, assumiremos que as interdifusões/rugosidades específicas entre as interfaces das amostras CPC podem ser consideradas similares as encontradas nas VS do Conjunto I. Em outras palavras, atribuiremos, com esta aproximação, que todo aumento da rugosidade interfacial nas VS (para diferentes valores de φ) ocorra devido a falta de orientação entre os grãos colunares provenientes da rotação azimutal do processo de deposição. Na Figura 4.8, apresentamos os padrões de RRX para os seguintes sistemas depositados com $\varphi = 0^\circ$:

- (a) Si(110)/Cu(8nm)
- (b) Si(110)/Cu(8nm)/Py(10nm)
- (c) Si(110)/Cu(8nm)/Py(10nm)/Cu(5nm)
- (d) Si(110)/Cu(8nm)/Py(10nm)/Cu(5nm)/Co(10nm)
- (e) Si(110)/Cu(8nm)/Py(10nm)/Cu(5nm)/Co(10nm)/IrMn(8nm).

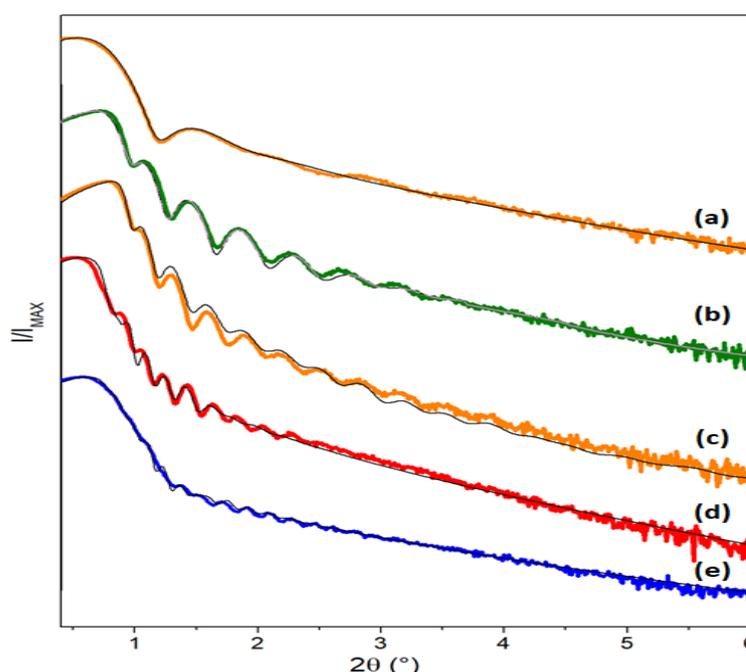


Figura 4.8 - Padrões Refletividade de Raios-X (RRX) das diferentes configurações que compõem as VS deste trabalho. Todas as camadas depositadas seguindo as condições do Conjunto I (deposição oblíqua) e para uma orientação em fase entre as orientações dos grãos colunares ($\varphi = 0^\circ$). As linhas sólidas pretas correspondem aos ajustes dos padrões RRX usando o programa Dyna.

Na Tabela 4.4, organizamos os resultados obtidos dos ajustes dos padrões de RRX da Figura 4.8 usando o *software Dyna (Dynamic x-ray reflectivity)*[72]. Para efeitos didáticos e melhor visualização, construímos a Figura 4.9 representando os valores das espessuras e rugosidades das camadas obtidas pelos ajustes dos padrões RRX do sistema CPC. Notamos que as rugosidades das camadas de Cu (*buffer*) e Py oscilam à medida que o empilhamento das camadas se aproxima da configuração da VS. As rugosidades das camadas de Cu (espaçador), Co e IrMn tendem a ficar constantes. Estes resultados nos levam a inferir que a interface FM/AF sofre poucas variações de uma amostra para outra. Este resultado é muito interessante porque o fenômeno de *Exchange Bias* é intrínseco da interface FM/AF. Todavia, devido às mudanças nas rugosidades da camada do Cu (*buffer*) e conseqüentemente na camada de Py, as propriedades magnéticas do Py podem ser afetadas de uma VS para outra (φ diferentes), amplificando a complexidade do sistema.

Tabela 4.4 - Valores de espessura (t) e rugosidade interfacial (σ) das diferentes camadas que são usadas para construção da $VS-\varphi=0^\circ$ do Conjunto I. Esses valores vêm dos ajustes dos padrões de RRX apresentados na Figura 4.8. Incerteza em t e σ é $0,2\text{ nm}$.

Amostras	Camadas	t (nm)	σ (nm)	
(a)	Substrato	Si(100)	–	0,2
	buffer	Cu(8nm)	9,1	1,4
(b)	Substrato	Si(100)	–	0,1
	buffer	Cu(8nm)	8,8	0,7
	FM1	Py(10nm)	9,5	1,2
(c)	Substrato	Si(100)	–	0,3
	buffer	Cu(8nm)	7,5	1,4
	FM1	Py(10nm)	9,9	3,0
	espaçador	Cu(8nm)	6,0	1,6
(d)	Substrato	Si(100)	–	0,2
	buffer	Cu(8nm)	7,1	2,6
	FM1	Py(10nm)	12,5	2,0
	espaçador	Cu(8nm)	8,0	1,7
	FM2	Co(10nm)	13,0	2,3
(e)	Substrato	Si(100)	–	0,2
	buffer	Cu(8nm)	10,0	3,0
	FM1	Py(10nm)	13,0	3,9
	espaçador	Cu(8nm)	8,5	2,2
	FM2	Co(10nm)	13,0	1,5
	AF	IrMn(8nm)	7,0	2,3

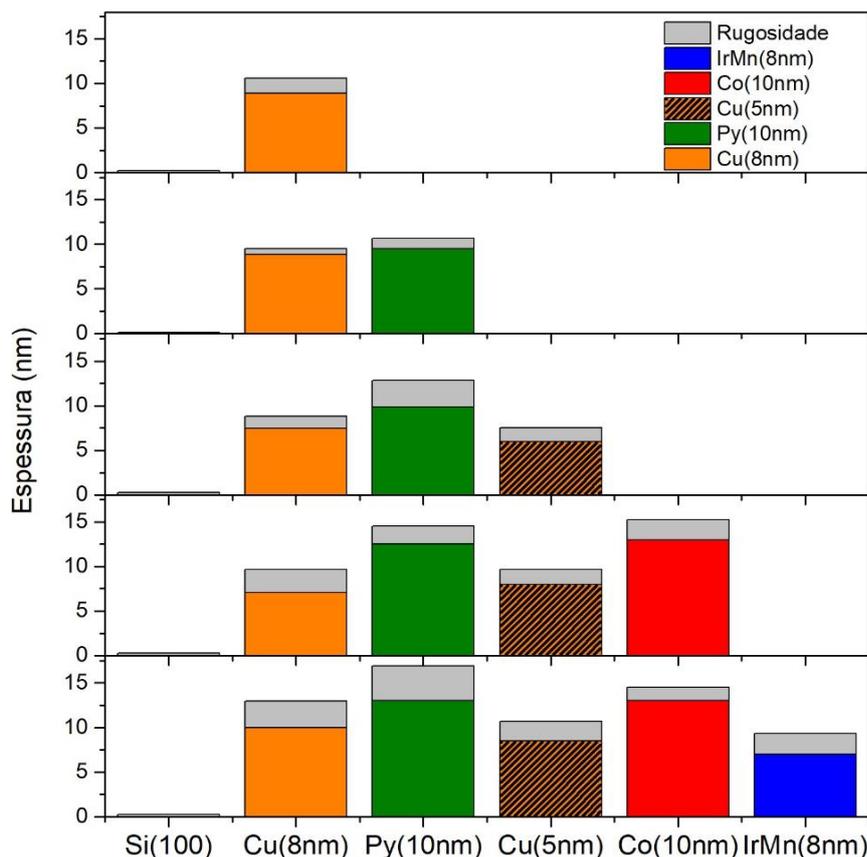


Figura 4.9 - Valores das espessuras nominais (eixo horizontal) e real (vertical) para cada material que foi depositado seguindo a roteiro do Conjunto I das VS deste trabalho. As camadas são Cu(8nm)- Laranja, Py(10nm)-Verde, Cu(5nm)-Laranja-Listrado, Co(10nm)-Vermelho e IrMn(8nm)-Azul. A rugosidade interfacial é representada na cor cinza. Estes valores, obtivemos usando o programa Dyna [72].

4.1.4 - Conjunto I: Análise Morfológica - Microscopia de Força Atômica (AFM)

Na Figura 4.10, apresentamos as imagens de AFM da sequência de amostras para análise de camada por camada (CPC) na condição $\varphi = 0^\circ$ (sistema mais simples estudado por RRX na seção anterior). Podemos visualizar a morfologia da superfície das camadas que compõem a VS na Figura 4.10(a) o Py (10nm), na Figura 4.10(b) o Cu(5nm), na Figura 4.10(c) o Co(10nm) e na Figura 4.10(d) o IrMn(8nm). As imagens AFM foram tratadas e analisadas pelo *software Gwyddion*. Podemos observar como a sucessiva deposição de camadas altera a morfologia superficial das camadas preparadas. Executamos este estudo visando buscar informações diretas da corrugação induzida pelo efeito de *self-shadowing* devido as camadas serem

depositadas de forma oblíqua. Entretanto, não conseguimos observar os grãos alongados com clareza, mas notamos que os filmes são compostos por aglomerados percolados de grãos.

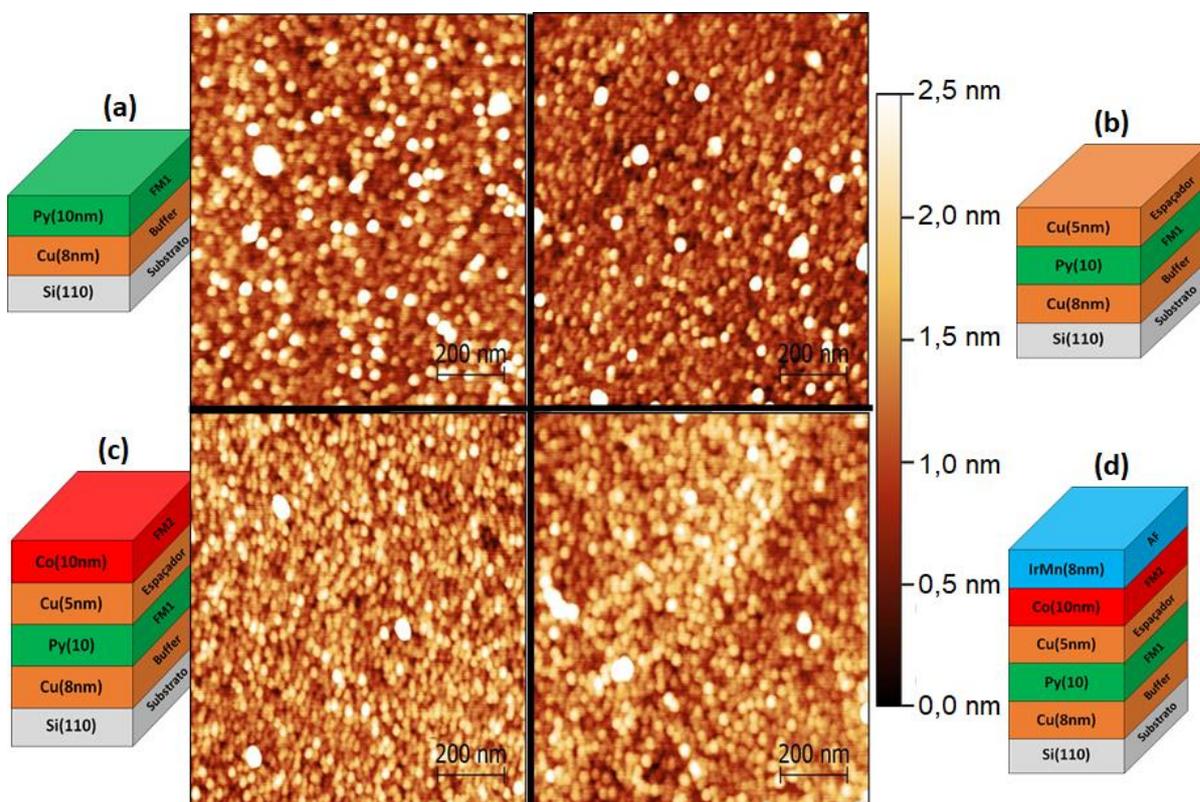


Figura 4.10 - Imagens de Microscopia de Força Atômica (AFM) das superfícies dos filmes (a) Py (10nm); (b) Cu(5nm); (c) Co(10nm) e (d) IrMn(8nm). Todas as imagens têm $1 \times 1 \mu m^2$, a barra horizontal tem escala de 200 nm corresponde à região assinalada, ressaltando que as alturas dos grãos (partículas) para fora do plano com valor máximo de $2,5 \text{ nm}$ (pontos mais claros).

Para melhor evidenciar as morfologias/rugosidades, tamanhos e formatos das estruturas (partículas/grãos) apresentadas na Figura 4.10, resolvemos reapresentar as respectivas imagens 3D (Figura 4.11) destas superfícies. Como podemos notar novamente, os filmes são contínuos, dentro da precisão da medida, e as estruturas formadas geram uma rugosidade considerável. Em particular, a camada de Py (Figura 4.11(a)) e apresenta picos de materiais quase da ordem da espessura nominal. Por outro lado, há uma tendência de redução destas rugosidades (estruturas granulares) para as camadas sucessivas de Co (Figura 4.11(c)) e IrMn (Figura 4.11(d)).

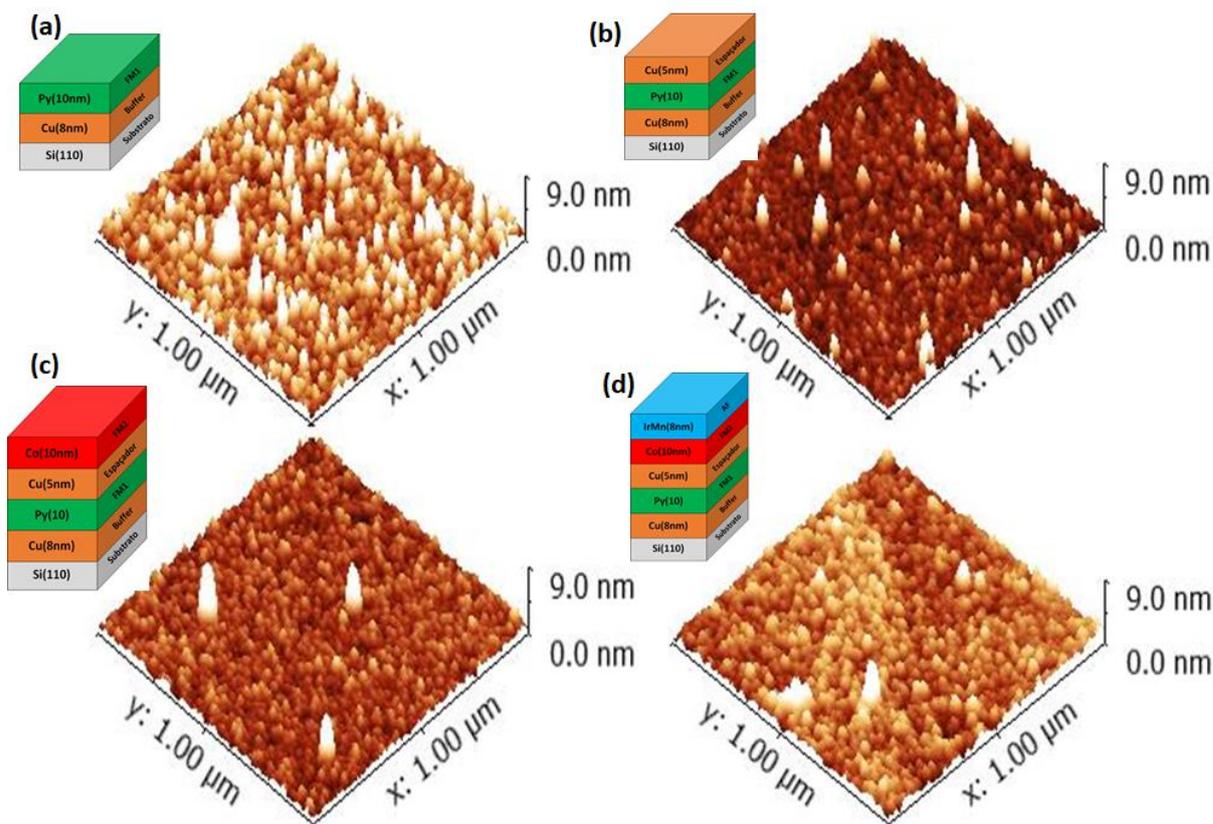


Figura 4.11 - Imagens de Microscopia de Força Atômica (AFM) das superfícies dos filmes (a) Py(10nm); (b) Cu(5nm); (c) Co(10nm) e (d) IrMn(8nm). Todas as imagens têm $1 \times 1 \mu m^2$.

Os parâmetros morfológicos, obtidos através das análises das imagens de AFM são organizados na Tabela 4.5. Há uma tendência de redução da rugosidade quadrática média R_q a medida que as camadas são depositadas. Verificamos que o raio (r) dos grãos tende a permanecer constante para as superfícies do Py, Cu e Co, isto é esperado porque todas as camadas são depositadas com mesma inclinação. A camada de IrMn é a única que se diferencia das demais com relação aos valores de R_q e r .

Tabela 4.5 - Dados obtidos das análises das imagens de AFM. R_a e R_q são respectivamente a rugosidade média e a média quadrática e r é o raio médio do grão (partícula).

Amostras	$R_a(nm)$	$R_q(nm)$	$r(nm)$
Cu(8nm)/Py(10nm)	0,41	0,59	13,8
Cu(8nm)/Py(10nm)/Cu(5nm)	0,34	0,57	13,9
Cu(8nm)/Py(10nm)/Cu(5nm)/Co(10nm)	0,35	0,56	13,5
Cu(8nm)/Py(10nm)/Cu(5nm)/Co(10nm)/IrMn(8nm)	0,34	0,48	14,3

Dos resultados até agora apresentados, inferimos que o crescimento da camada de Py sobre o *buffer* de Cu possui alta rugosidade (herdada pela camada de Cu). De fato, alta rugosidade da camada *buffer* de Cu é indesejada porque pode influenciar na morfologia/propriedades da camada de Py, mas não pode ser controlado neste trabalho de modo a ter um valor constante entre as diferentes VS. Por outro lado, como as rugosidades não são absurdamente altas e as espessuras das camadas de Py serem próximas as espessuras nominais (nas diferentes amostras CPC), estaremos assumindo, como dito acima, que esta interface *buffer*-Cu/Py não terá um papel de modificar substancialmente as propriedades da VS. Determinamos também experimentalmente, em diferentes amostras CPC, que as camadas de Co e IrMn crescem com estrutura cristalina FCC, há uma baixa tensão interna e reduzida rugosidade superficial entre as interfaces Cu/Co e Co/IrMn, favorecendo um robusto efeito de EB na interface Co/IrMn. Sendo assim, estes fatos levam-nos a assumir que estas características são dos sistemas (não de amostra particular) e portanto, serão encontradas nas VS.

4.1.5 - Conjunto I: Análise das Rugosidades por Refletividade de Raios-X (RRX)

As medidas de refletividade de raios-X para as válvulas de spin do Conjunto I estão mostradas na Figura 4.12 Os ângulos $\varphi = 0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ e 90° correspondem ao ângulo azimutal entre as direções de deposição entre a camada FM1 e as demais camadas.

De uma análise qualitativa, observamos que o número e as intensidades das oscilações (franjas de Kiessig) dos padrões de RRX das amostras $VS-\varphi$ diminuem à medida que φ aumenta, resultando em um descasamento entre as orientações dos grãos colunares e da corrugação da superfície produzidos pela deposição oblíqua. Então, conforme já discutimos a $VS-\varphi = 0^\circ$ (Figura 4.12) apresenta maior coerência entre os grãos colunares, pois todo efeito de sombra é paralelo e conseqüentemente induz uma menor rugosidade interfacial. Desta forma, existe a propagação coerente das rugosidades através do sucessivo crescimento das camadas. Entretanto, para as amostras $VS-\varphi = 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ e 90° há uma quebra da continuidade da propagação das morfologias colunares, levando a um aumento da rugosidade, conforme visto na Figura 4.12 com a redução das franjas de Kiessig.

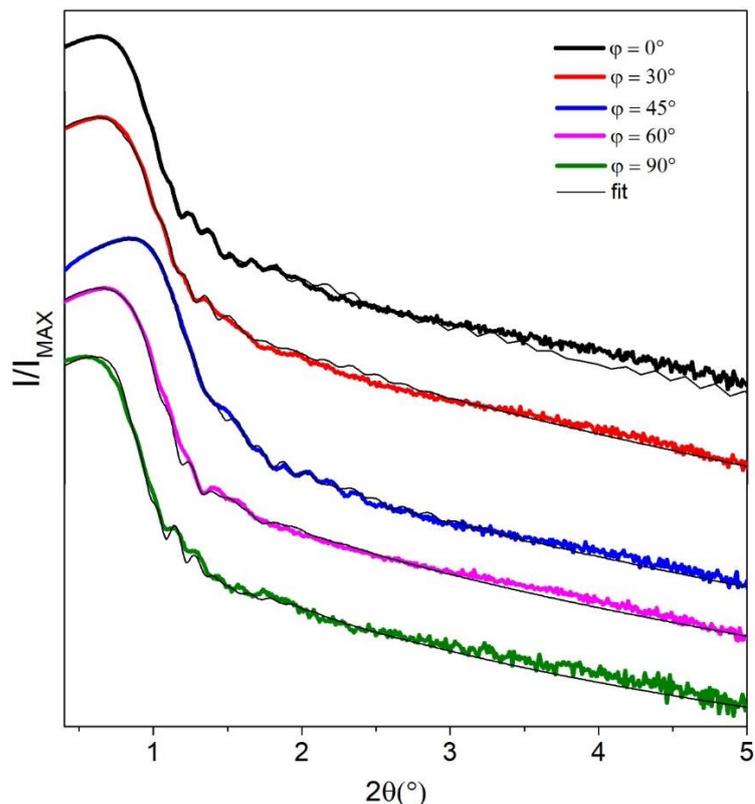


Figura 4.12 - Padrões de RRX para as $VS-\varphi$, onde $\varphi = 0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ e 90° do conjunto I. As linhas sólidas correspondem aos ajustes dos dados experimentais usando o programa Dyna, com parâmetros previamente determinados nas análises dos padrões de RRX das amostras CPC.

Com os ajustes de RRX construímos na Figura 4.13 (a) e (b) um histograma para evidenciar a diferença entre as espessuras (t) e rugosidades (σ) de cada camada nas diferentes $VS-\varphi$. Os dados dos ajustes são mostrados na Tabela 4.6.

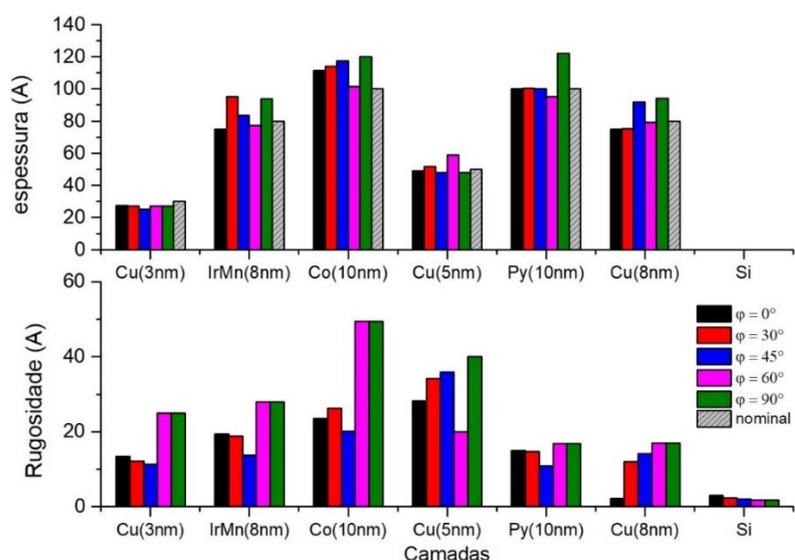


Figura 4.13 - Valores de espessuras (t) e rugosidade interfaciais (σ) obtidos do ajuste dos padrões RRX das $VS-\varphi$. Cada coluna representa uma dada camada de uma dada amostra ($VS-\varphi$), tal que as cores: preta para a $VS-\varphi = 0^\circ$, a vermelha para $VS-\varphi = 30^\circ$, a azul para $VS-\varphi = 45^\circ$, a magenta para $VS-\varphi = 60^\circ$ e a verde para $VS-\varphi = 90^\circ$, a cor cinza representa a espessura nominal.

Tabela 4.6 - Valores de espessuras (t) e rugosidades interfaciais (σ) obtidos dos ajustes de RRX das amostras do Conjunto I: $VS-\varphi = 0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ e 90° (ajustes feitos com o Programa Dyna).

Nome Camada	$\varphi = 0^\circ$		$\varphi = 30^\circ$		$\varphi = 45^\circ$		$\varphi = 60^\circ$		$\varphi = 90^\circ$	
	t(nm)	σ (nm)	t(nm)	σ (nm)	t(nm)	σ (nm)	t(nm)	σ (nm)	t(nm)	σ (nm)
Cu(3nm)	2,7	1,3	2,7	1,2	2,5	1,1	2,7	2,5	2,7	2,5
IrMn(8nm)	7,5	1,9	9,5	1,9	8,3	1,4	7,7	2,8	9,4	2,8
Co(10nm)	11,1	2,4	11,4	2,6	11,7	2,0	10,1	5,0	12,0	5,0
Cu(5nm)	4,9	2,8	5,2	3,4	4,8	3,6	5,9	2,0	4,8	4,0
Py(10nm)	10,0	1,5	10,1	1,5	10,0	1,1	9,5	1,7	12,2	1,7
Cu(8nm)	7,5	0,2	7,5	1,2	9,2	1,4	7,9	1,7	9,4	1,7
Si(100)	-	0,3	-	0,2	-	0,2	-	0,2	-	0,2

Enquanto as espessuras calculadas encontram-se próximas aos valores nominais das espessuras das camadas das $VS-\varphi$ (considerando uma incerteza de 10% nos valores calculados), a rugosidade interfacial tende a aumentar à medida que o número de camadas aumenta (efeito cumulativo da rugosidade). Adicionalmente, há de se observar que devido ao desalinhamento entre os grãos colunares ao rodar os empilhamentos Cu/Py relativamente ao Cu/Co/IrMn há um crescimento da rugosidade nas interfaces Cu/Co e Co/IrMn, acentuada no caso das $VS-\varphi = 60$ e 90° . Então, a rotação dos grãos colunares, que provoca um aumento das rugosidades interfaciais mencionadas, terá um papel importante nos acoplamentos de troca entre Py e Co e no campo de EB da interface Co/IrMn.

Cabe frisarmos que os efeitos qualitativos das rugosidades interfaciais são bem reproduzíveis (tendência dos efeitos são comprovados), mas quantitativamente não há uma sistemática. A explicação é relativamente simples, pois os valores destas rugosidades dependem dos seus crescimentos individuais das camadas que, por sua vez, mudam de amostra para amostra por vários fatores.

4.1.6 - Conjunto II: Análise Estrutural por Difração de Raios-X Rasante (GIXRD)

No Conjunto II, reduzimos o número de amostras para estudo das interfaces CPC, pois assumimos que todos os efeitos que observamos no Conjunto I teriam as mesmas tendências, exceto aqueles associados à interface Cu/Co onde a depositamos a camada de Cu rodando a uma velocidade angular de 40 *rpm*. Este procedimento, conforme previamente demonstrado [30] gera grãos sem corrugação (grãos não alongados na direção perpendicular ao feixe de partículas no plano da

amostra). Na Figura 4.14, apresentamos o padrão de GIXRD da heteroestrutura $\text{Si}(100)/\text{Cu}(5\text{nm}-\omega = 40\text{rpm})/\text{Co}(10\text{nm}-\varphi=0^\circ)$ e $\text{Si}(100)/\text{Cu}(5\text{nm}-\varphi=0^\circ)/\text{Co}(10\text{nm}-\varphi=0^\circ)$ dos Conjuntos II (curva preta) e I (curva vermelha), respectivamente. Notamos que a intensidade do sinal do plano de Bragg (111) da fase FCC do Co é significativamente aumentado Conjunto II (deposição do *buffer* de Cu girando). Esta observação confirma que o efeito de *self-shadowing* é anulado na camada de Cu [30] e que os grãos crescem mais uniformes.

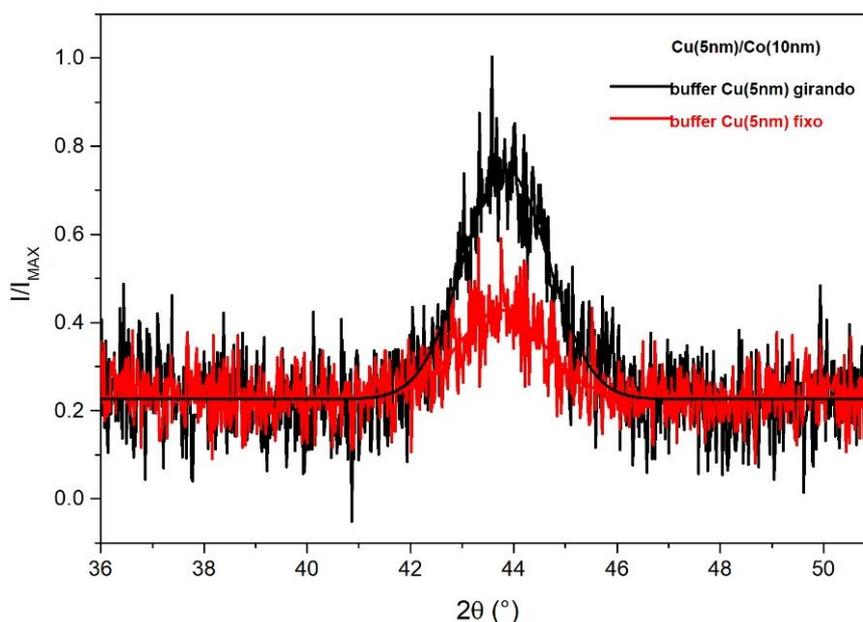


Figura 4.14 - Padrões de GIXRD das heteroestruturas $\text{Si}(100)/\text{Cu}(5\text{nm})/\text{Co}(10\text{nm})$ preparadas com a camada de Cu sendo crescida com rotação do substrato (curva vermelha) e parado (curva preta).

Como as camadas de Cu (parado ou girando) modificam as coerências dos planos atômicos das camadas de Co adjacentes, e estas podem influenciar no campo uniaxial (H_U) do cobalto e no campo de *Exchange Bias* (H_{EB}), preparamos e investigamos as respectivas heteroestruturas $\text{Si}(100)/\text{Cu}(5\text{nm}-\varphi=0^\circ)/\text{Co}(10\text{nm}-\varphi=0^\circ)/\text{IrMn}(8\text{nm}-\varphi=0^\circ)$, cujos resultados dos padrões GIXRD apresentamos na Figura 4.15. Diferentemente das camadas de Co, onde as intensidades dos padrões mudaram, para o sistema $\text{Si}(100)/\text{Cu}(5\text{nm})/\text{Co}(10\text{nm})/\text{IrMn}(8\text{nm})$ não há diferença entre as intensidades e nas posições angulares dos picos de difração dos padrões GIXRD quando depositamos a camada de Cu fixa ($\varphi = 0^\circ$) (curva preta) ou girando (curva vermelha). Em ambas as heteroestruturas observamos os picos de Bragg das fases FCC do Co e do IrMn com textura cristalina (111); sendo que o pico de Bragg (200) do IrMn também se encontra presente.

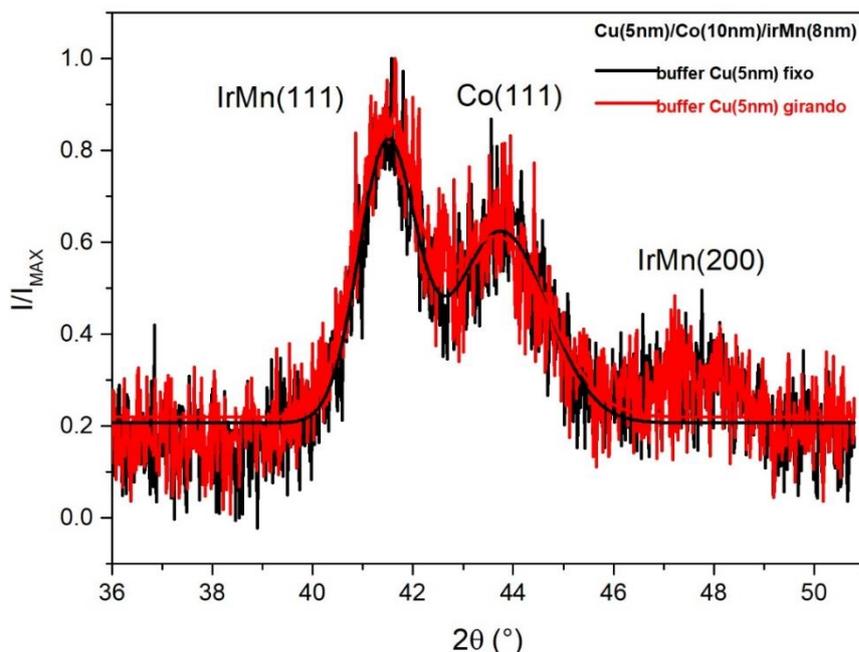


Figura 4.15 - Padrões GIXRD da heteroestrutura Si(100)/Cu(5nm)/Co(10nm)/IrMn(8nm), com a camada espaçadora 5 nm de Cu depositada parada (preta) e girando (vermelha).

Apresentamos na Tabela 4.7 os principais parâmetros estruturais obtidos dos ajustes dos padrões GIXRD (Figuras 4.14 e 4.15) das amostras que preparamos girando o substrato enquanto depositávamos a camada espaçadora de Cu.

Tabela 4.7 - Parâmetros estruturais obtidos dos ajustes dos padrões GIXRD com o cobre (5nm) espaçador girando. Onde θ_B é o pico de Bragg da difração, $FWHM$ a largura meia altura do pico, a é o parâmetro de rede, e $\Delta a/a$ a diferença do parâmetro rede do filme em relação ao bulk ($a_{Py} = 0,3545 \text{ nm}$; $a_{Co} = 0,3544 \text{ nm}$ e $a_{IrMn} = 0,3778 \text{ nm}$) e L é o tamanho de grão obtido da equação de Scherrer. Os valores das incertezas são mostrados dentro dos parênteses.

Buffer Cu(5nm)	Amostras	Picos	θ_B (°)	$FWHM$ (°)	a (nm)	$\Delta a/a$ (%)	L (nm)
Cu($\varphi = 0^\circ$)	Cu(5nm)/Co(10nm)	Co(111)	43,76(4)	1,9(1)	0,3583(3)	1,1	5,0(2)
Cu($\omega = 40 \text{ rpm}$)	Cu(5nm)/Co(10nm)	Co(111)	43,85(2)	1,9(1)	0,3576(2)	0,9	5,0(1)
Cu($\varphi = 0^\circ$)	Co(10nm)/IrMn(8nm)	IrMn(111)	41,48(2)	1,3(1)	0,3770(4)	-0,2	7,7(5)
Cu($\varphi = 0^\circ$)	Co(10nm)/IrMn(8nm)	Co(111)	43,76(4)	2,2(1)	0,3583(4)	1,1	4,4(2)
Cu($\omega = 40 \text{ rpm}$)	Co(10nm)/IrMn(8nm)	IrMn(111)	41,45(6)	1,4(1)	0,3773(2)	-0,1	7,3(2)
Cu($\omega = 40 \text{ rpm}$)	Co(10nm)/IrMn(8nm)	Co(111)	43,66(2)	1,0(1)	0,3591(5)	1,3	11,1(9)

Como exemplo, apresentamos na Figura 4.16 o padrão GIXRD da $VS-\varphi = 45^\circ$ do Conjunto II, os parâmetros estruturais obtidos estão disponibilizados na Tabela 4.8. Então, comparando os valores dos parâmetros e o perfil dos padrões correspondentes das $VS-\varphi = 45^\circ$ preparadas com Cu girando (Conjunto II) ou não (Conjunto I), concluímos que os efeitos globais estruturais são similares. Verificamos, por exemplo,

que os crescimentos das fases FCC do Co e IrMn para o Conjunto II também são dominados pelos picos (111) do Co e do IrMn.

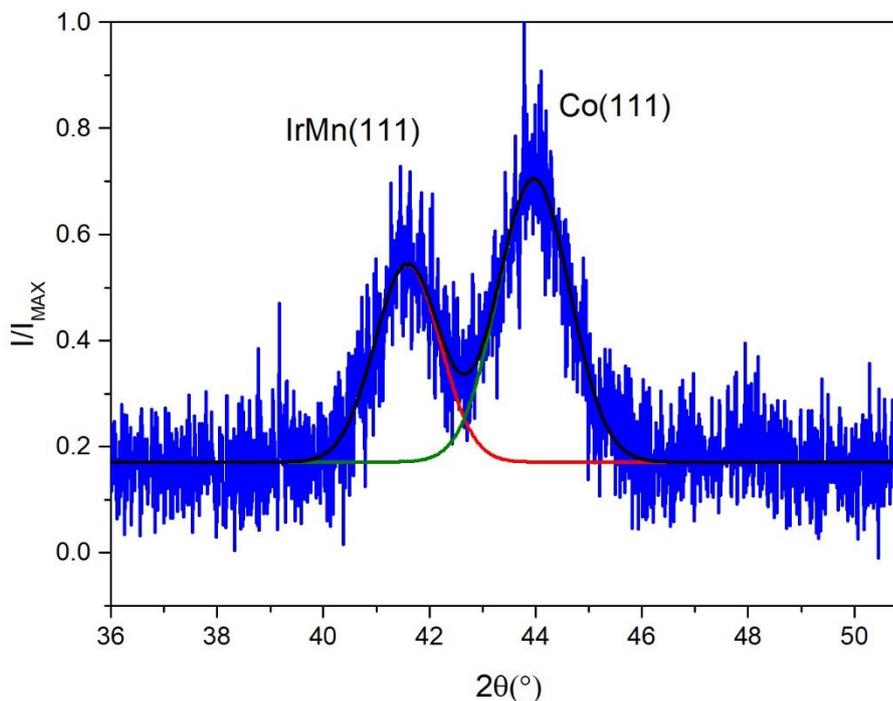


Figura 4.16 - Padrão GIXRD para a heteroestrutura $VS-\varphi = 45^\circ$ do Conjunto II (deposição da camada espaçadora de Cu(5nm) girando).

Tabela 4.8 - Parâmetros estruturais obtidos das difrações de raios-X por GIXRD para a $VS-\varphi = 45^\circ$ do Conjunto II. Onde θ_B é o pico de Bragg da difração, $FWHM$ a largura meia altura do pico, a é o parâmetro de rede, e $\frac{\Delta a}{a}$ é a diferença do parâmetro rede do filme em relação ao bulk ($a_{Co} = 0,3544 \text{ nm}$ e $a_{IrMn} = 0,3778 \text{ nm}$) e L é o tamanho de grão obtido da equação de Scherrer.

Amostras	Picos	θ_B (°)	$FWHM$ (°)	a (nm)	$\Delta a/a$ (%)	L (nm)
$\varphi = 45^\circ$	IrMn(111)	41,58(2)	1,45(4)	0,3765(2)	-0,3	7,0(2)
$\varphi = 45^\circ$	Co(111)	43,96(2)	1,59(3)	0,3567(1)	0,7	6,3(1)

4.1.7 - Conjunto II: Análise Estrutural por Difração de Raios-X Convencional

Na Figura 4.17, apresentamos os padrões DRX das VS do Conjunto II (espaçador de 5nm de Cu depositado girando o substrato). Verificamos que as características destes padrões são similares às aquelas observadas nos padrões do Conjunto I (Figura 4.7), onde há uma textura cristalográfica no crescimento das camadas de Co e IrMn. Ou seja, camadas de Co e IrMn com estrutura cristalina FCC e picos de difração de Bragg relativo ao plano (111).

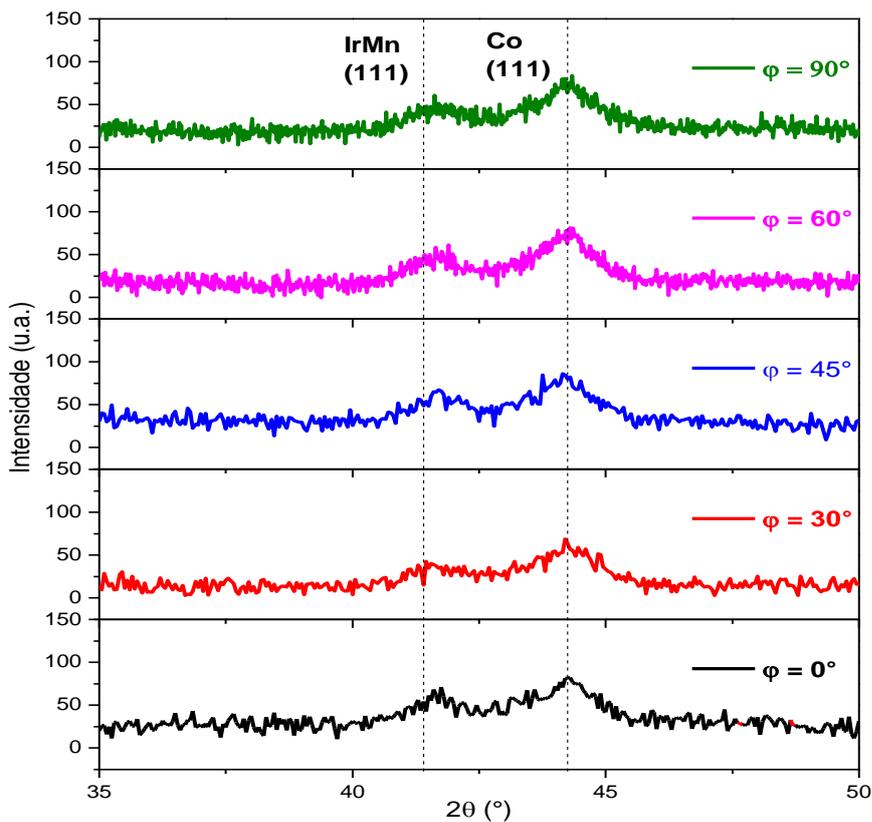


Figura 4.17 - Padrões de DRX ($\theta-2\theta$) das VS- $\varphi = 0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ e 90° do Conjunto II (espaçador de Cu(5nm) depositado com substrato girando).

Os parâmetros estruturais obtidos dos ajustes dos padrões DRX das VS do Conjunto II (Figura 4.17) organizamos na Tabela 4.9. Cabe mencionarmos que a posição angular do pico (111) do Co do Conjunto II ($2\theta = 44,15^\circ$) é menos deslocada para esquerda do que a do Conjunto I ($2\theta = 44,25^\circ$) no caso, por exemplo, da VS- $\varphi = 0^\circ$. Se tomarmos como verdade esta pequena diferença entre os deslocamentos angulares observados nas VS dos Conjuntos I e II, inferimos que o espaçador de Cu rodando reduziu as tensões internas interfaciais (vide dados nas Tabelas 4.4 e 4.9); fato que melhora o crescimento da camada de Co.

Tabela 4.9 - Parâmetros estruturais obtidos dos ajustes de DRX das VS do Conjunto II. θ_B é a posição angular do pico de difração de Bragg, $FWHM$ é a largura meia altura do pico, a é o parâmetro de rede, e $\Delta a/a$ é a diferença do parâmetro rede do filme em relação ao bulk ($a_{IrMn} = 0,3778 \text{ nm}$; $a_{Co} = 0,3544 \text{ nm}$) e L é o tamanho de grão obtido da equação de Scherrer.

Amostras	Picos	θ_B (°)	$FWHM$ (°)	a (nm)	$\Delta a/a$ (%)	L (nm)
$\varphi = 0^\circ$	IrMn(111)	41,70	1,37	0,3752(4)	-0,7	7,5(4)
$\varphi = 0^\circ$	Co(111)	44,15	1,75	0,3553(3)	0,3	5,7(2)
$\varphi = 30^\circ$	IrMn(111)	41,73	1,30	0,3748(4)	-0,8	7,9(4)
$\varphi = 30^\circ$	Co(111)	44,12	1,58	0,3555(2)	0,3	6,4(2)
$\varphi = 45^\circ$	IrMn(111)	41,71	1,41	0,3751(2)	-0,7	7,2(2)
$\varphi = 45^\circ$	Co(111)	44,17	1,53	0,3552(1)	0,2	6,6(1)
$\varphi = 60^\circ$	IrMn(111)	41,76	1,46	0,3747(3)	-0,8	6,9(2)
$\varphi = 60^\circ$	Co(111)	44,21	1,69	0,3548(1)	0,1	5,9(1)
$\varphi = 90^\circ$	IrMn(111)	41,81	1,61	0,3742(6)	-0,9	6,2(4)
$\varphi = 90^\circ$	Co(111)	44,21	1,60	0,3548(2)	0,1	6,3(1)

4.1.8 - Conjunto II: Análise das Rugosidades por Refletividade de Raios-X (RRX)

As amostras do Conjunto II diferenciam das do Conjunto I por ter sua camada separadora de Cu depositada com velocidade angular de 40 *rpm*, enquanto as demais são depositadas em repouso. Portanto para ajustar este conjunto de amostras utilizaremos as informações obtidas de todas as amostras padrões CPC caracterizadas até agora. Qualitativamente, os padrões RRX do Conjunto II apresentam mais oscilações (franjas de Kiessig) do que os respectivos padrões de RRX do Conjunto I (Figura 4.12), indicando que as VS crescidas com Cu espaçador não tendo seus grãos colunares têm menores rugosidades interfaciais (vide exemplo, a VS- $\varphi = 0^\circ$). Assim, grãos cristalinos não orientados no espaçador reduz a rugosidade da VS.

Na Tabela 4.10, organizamos os resultados dos ajustes dos padrões RRX (Figura 4.18) e didaticamente na Figura 4.19, onde buscamos representar os valores das espessuras e as rugosidades de cada uma das camadas nas VS do Conjunto II (VS- $\varphi = 0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ e 90°).

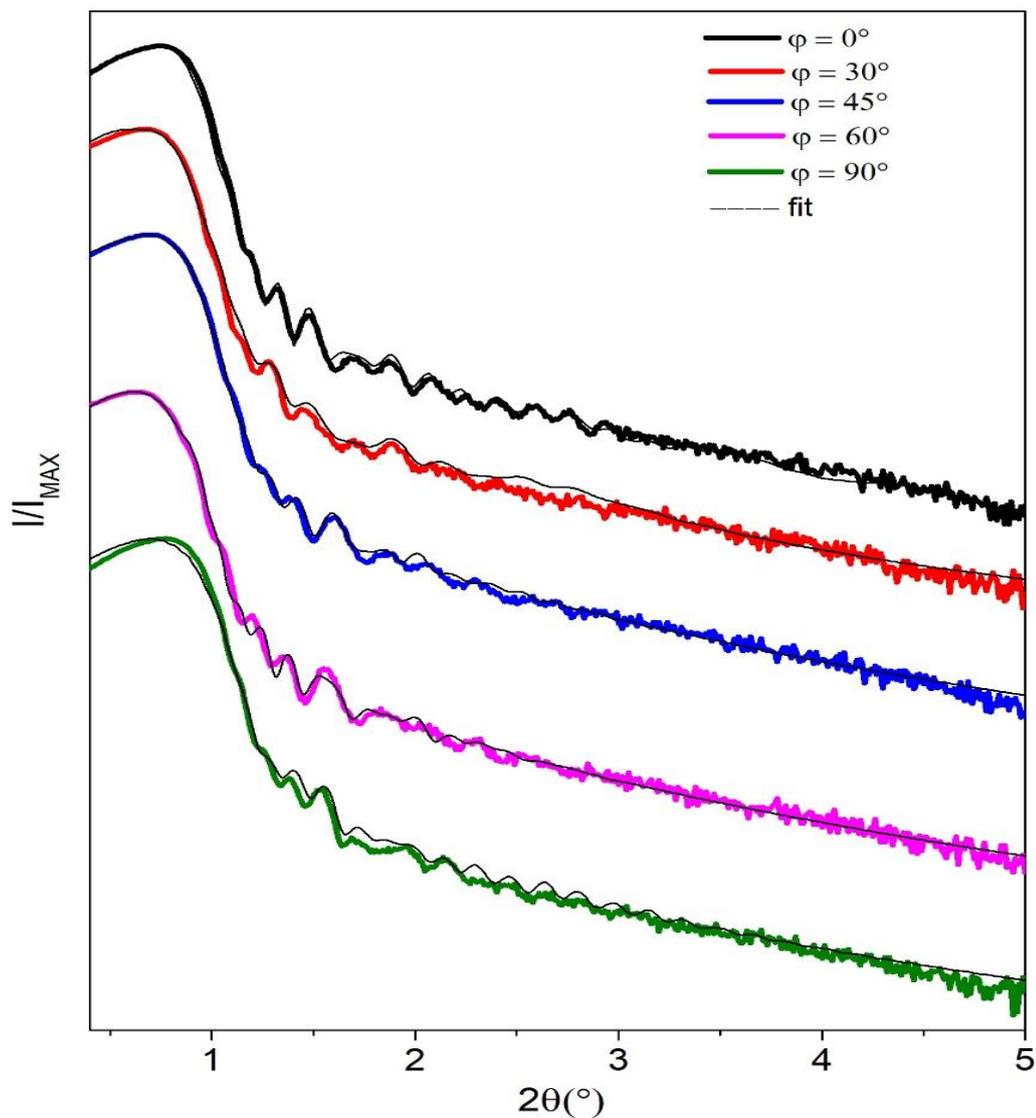


Figura 4.18 - Padrões RRX para as $VS-\varphi = 0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ e 90° do Conjunto II. A linha sólida preta é resultado do ajuste usando o programa Dyna.

Tabela 4.10 - Valores de espessura (t) e rugosidade interfacial (σ), obtidos dos ajustes de RRX através do programa Dyna para o Conjunto II de amostras.

Nome Camada	$\varphi = 0^\circ$		$\varphi = 30^\circ$		$\varphi = 45^\circ$		$\varphi = 60^\circ$		$\varphi = 90^\circ$	
	t(nm)	σ (nm)	t(nm)	σ (nm)	t(nm)	σ (nm)	t(nm)	σ (nm)	t(nm)	σ (nm)
Cu(3nm)	3,0	1,2	2,9	1,1	3,0	1,5	2,9	1,8	2,7	1,1
IrMn(8nm)	8,2	0,0	8,0	0,0	9,0	1,7	9,2	2,8	9,0	1,2
Co(10nm)	12,5	1,4	12,3	1,3	12,5	1,8	12,5	1,7	12,5	2,0
Cu(5nm)	5,9	2,0	6,0	2,5	5,9	2,9	6,0	2,5	6,1	3,1
Py(10nm)	10,9	1,5	12,0	1,0	12,2	1,5	10,6	1,5	12,5	1,2
Cu(8nm)	7,0	1,4	8,7	1,2	7,1	2,9	9,4	1,7	7,9	1,5
Si(100)	-	1,1	-	2,6	-	0,2	-	0,2	-	0,2

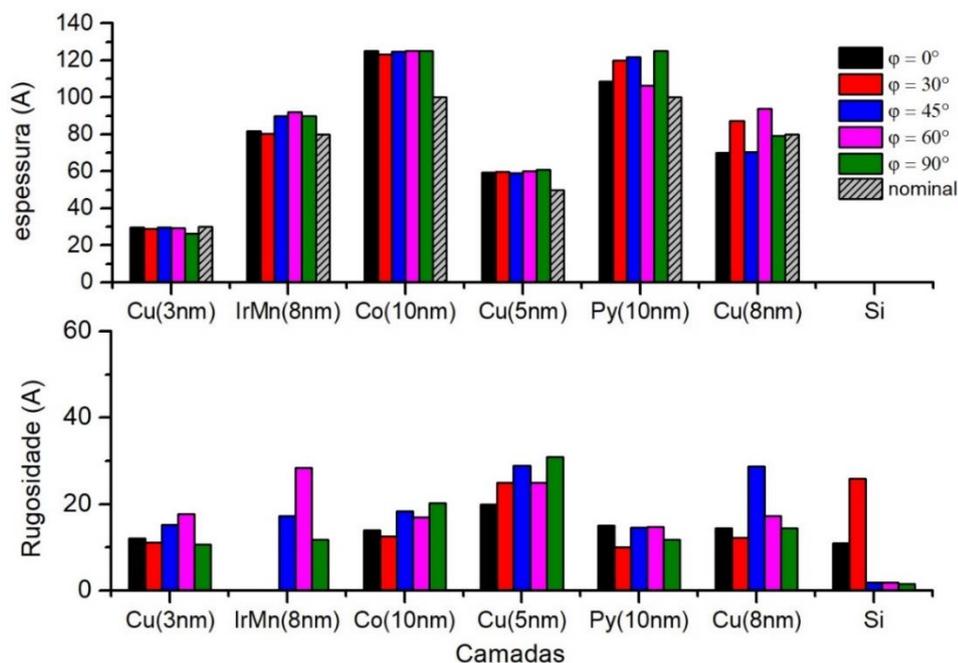


Figura 4.19 - Valores de espessuras (t) e rugosidade interfaciais (σ) obtidos do ajuste através do programa Dyna. Cada coluna representa uma amostra. Estão representadas as cinco válvulas de spin do Conjunto II, $VS-\phi = 0^\circ$ (preta), 30° (vermelha), 45° (azul), 60° (magenta) e 90° (verde)

Podemos notar que a deposição do cobre espaçador girando no Conjunto II reduz a rugosidade interfacial (σ) devido a uniformização da deposição em todas as direções. Como sua rugosidade interfacial é menor, a morfologia induzida nas próximas camadas também será efetivamente reduzida. Podemos notar isso nas rugosidades do Co(10nm) e do IrMn(8nm) que também reduzem em relação ao Conjunto I.

4.2 - Análise Magnética das Heteroestruturas por Magnetometria

Como feito na Seção 4.1, dividimos também esta seção em: Seção 4.2.1 para o Conjunto I das VS e onde medimos somente as curvas de $M(H)$ obtidas pelo método VSM, enquanto na Seção 4.2.2, apresentamos as curvas $M(H)$ do Conjunto II obtidas com a técnica de MOKE.

4.2.1 - Conjunto I: Análise Magnética por VSM

Conforme discutimos na Seção 4.1, as estruturais cristalinas das camadas de Py(10nm), Co(10nm) e IrMn(8nm) apresentam cristalização nas respectivas fases FCC. Desse modo, procedemos para o estudo das propriedades magnéticas globais, executando medidas de laços de histereses magnéticas [laços/curvas $M(H)$], com ênfase na investigação das anisotropias magnéticas presentes, inclusive a anisotropia de forma estabelecida pela deposição oblíqua. Em particular, enfatizamos que buscamos entender os efeitos globais das diferentes anisotropias realizando um conjunto de medidas $M(H)$ em diferentes direções no plano do filme. Este tipo de procedimento (rotação da amostra) permite estudar a dependência angular das anisotropias, possibilitando averiguar as direções dos eixos de fácil magnetização para as VS [93].

Usamos em todas as caracterizações realizadas a direção [110] do substrato de Si (previamente determinada) como uma referência padrão de direção. Cabe lembrarmos que a deposição oblíqua de nossos filmes induz uma anisotropia de forma, onde o eixo de fácil magnetização das camadas ferromagnéticas (FM) está no plano do filme, e perpendicular à direção do feixe de deposição. Com isto, a direção nominal do eixo de fácil magnetização da camada de Py estará rodada de 90° em relação à direção [110] do substrato de Si (Ver Figura 4.20). Portanto, estabelecemos uma nova referência rodada de 90° em relação da direção [110] do Si, quando aplicamos H nesta direção $\theta = 0^\circ$, esperamos um laço $M(H)$ praticamente quadrado para a camada FM do Py e com baixo valor de campo coercivo (H_c), por ser um filme magneto mole com anisotropia uniaxial de forma induzida pela deposição oblíqua. Tomamos as curvas $M(H)$ do Conjunto I para os valores de $\theta = 0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ e 90° . Os resultados destas medidas, apresentamos nas Figuras 4.20 e 4.21 para as amostras $VS-\varphi = 0^\circ$ (todas as camadas com os grãos cristalinos orientados em fase) e $VS-\varphi = 90^\circ$ (camadas Cu/Py com mesma orientação, mas com as camadas Cu/Co/IrMn/Cu rotacionadas de 90° no plano do filme em relação a direção [110] do Si).

As demais curvas $M(H)$ das outras $VS-\varphi \neq 0^\circ$, disponibilizamos no Apêndice A.1 [Figuras A.1 ($VS-\varphi = 30^\circ$), A.2 ($VS-\varphi = 45^\circ$), A.3 ($VS-\varphi = 60^\circ$)]. Aqui, discutiremos mais especificamente os casos extremos: $VS-\varphi = 0^\circ$ e $VS-\varphi = 90^\circ$. Nas

Figuras 4.20 e 4.21, as setas verdes e vermelhas referem-se às anisotropias de forma induzidas das camadas de Py e Co (vide esquemas nos lados direitos inferiores destas figuras), respectivamente, enquanto esquematizamos também as diferentes rotações das amostras relativo ao campo aplicado (seta azul) sempre na mesma direção nas partes superior destas figuras.

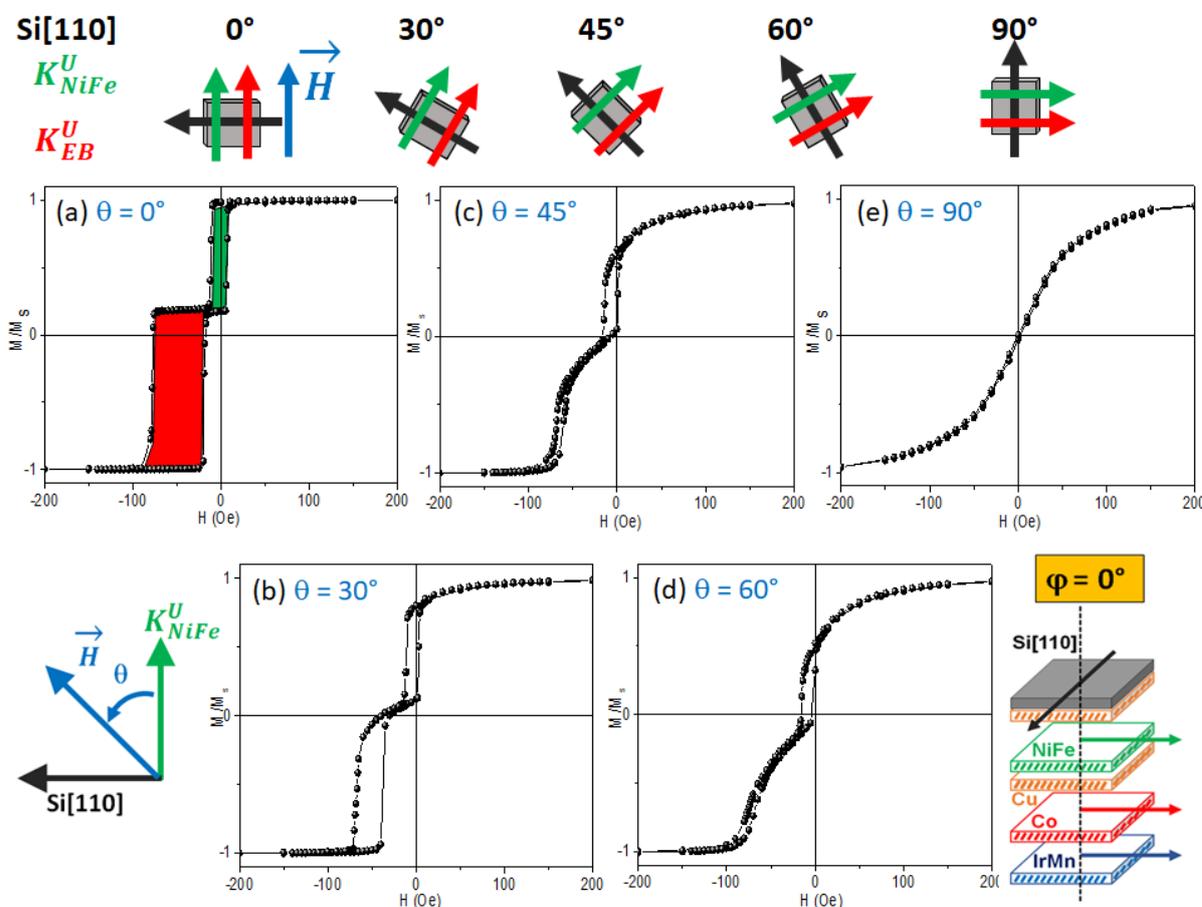


Figura 4.20 - Laços $M(H)$ da $VS-\varphi = 0^\circ$ obtidos para diferentes ângulos θ (definido no texto), conforme indicado na figura (a) $\theta = 0^\circ$, (b) $\theta = 30^\circ$, (c) $\theta = 45^\circ$, (d) $\theta = 60^\circ$ e (e) $\theta = 90^\circ$. As setas verdes e vermelhas representam as direções das anisotropias do Py e Co, enquanto as azuis a direção de campo aplicado H . No lado direito inferior, esquema mostrando o arranjo das camadas e direções das anisotropias das camadas e interfaces. $VS-\varphi = 0^\circ$: Si(110)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Py(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(5nm- $\varphi=0^\circ$)/Co(10nm $\varphi=0^\circ$)/IrMn(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\varphi=0^\circ$).

Quando o campo H está paralelo à direção nominal das anisotropias das camadas de Py e Co ($\theta = 0^\circ$), a curva $M(H)$ da $VS-\varphi = 0^\circ$ é composta de dois laços quadrados: o primeiro centrado na origem da curva ($H = 0$ Oe), enquanto o segundo está deslocado em relação a este eixo (para campos negativos). Considerando (i) o caráter magneticamente mole de filmes de Py e (ii) a existência da interface Co/IrMn com efeito de EB, o primeiro laço deve-se a camada de Py e o segundo a interface

Co/IrMn. Concluímos então que ambos os eixos de anisotropias do Py, Co e da anisotropia unidirecional (H_{EB}) estão paralelos. Por outro lado, na curva $M(H)$ obtida para $\theta = 90^\circ$ [Figura 4.20(e)] observamos um comportamento do eixo duro com histerese praticamente nula. Neste caso, medimos a curva $M(H)$ paralela a direção [110] do Si, que corresponde ao campo magnético aplicado simultaneamente perpendicular aos eixos uniaxiais do Py e do Co e ao unidirecional do EB. Para o intervalo de $\theta = 30^\circ, 45^\circ$ e 60° , há uma competição das anisotropias das camadas Py e Co (e/ou Co/IrMn) com o alinhamento das magnetizações com a direção do H , levando a uma maior complexidade das curvas de $M(H)$. Nestes ângulos θ intermediários, a dinâmica das rotações dos momentos magnéticos das camadas FM torna a análise complexa, mas notamos uma redução acentuada das quadraturas das curvas $M(H)$ à medida que o valor do ângulo θ aumenta.

As curvas $M(H)$ da $VS-\varphi = 90^\circ$ da Figura 4.21 também apresentam dois laços consecutivos, mas possuem comportamento contrário aos observados nas curvas $M(H)$ da $VS-\varphi = 0^\circ$ (Ver Figura 4.20) obtidas nas condições extremas para o campo magnético aplicado com $\theta = 0^\circ$ e 90° . A curva $M(H)$ da $VS-\varphi = 90^\circ$ obtida para a configuração $\theta = 0^\circ$ tem um laço quadrado (parte superior) e outro laço com característica de um eixo duro. Por outro lado, A curva $M(H)$ da $VS-\varphi = 90^\circ$ obtida em $\theta = 90^\circ$ tem o primeiro laço com características de eixo duro (parte superior) e o segundo laço, deslocado ao longo do eixo de campo H , com forma mais quadrada. Como para $\theta = 0^\circ$, a anisotropia uniaxial da camada do Py é paralela ao campo H , e, por sua vez, defasada de 90° para $\theta = 90^\circ$, os laços superiores descritos devem-se a camada de Py, enquanto que os laços inferiores da Figura 4.21 devem-se a camada de Co (ou Co/IrMn), devido a assinatura do efeito de *Exchange Bias*. Para o intervalo de ângulos $\theta = 30^\circ, 45^\circ$ e 60° , temos a competição das anisotropias uniaxiais do Py, Co e unidirecional da interface Co/IrMn com a direção de H , levando novamente a curvas $M(H)$ complexas.

Estes resultados que apresentamos nas Figuras 4.20 e 4.21 nos leva a inferir que as direções das anisotropias magnéticas do Py e do Co poderiam ser preestabelecidas no processo de deposição. Porque verificamos há defasagem de aproximadamente 90° entre os eixos fáceis de magnetização das camadas Py(10nm- $\varphi=0^\circ$) e Co(10nm- $\varphi=90^\circ$)/IrMn(8nm- $\varphi=90^\circ$) na $VS-\varphi = 90^\circ$ quando comparada com a $VS-\varphi = 0^\circ$. Todavia, salientamos que os resultados de FMR, que discutiremos mais

à frente, trarão contribuições adicionais quantitativas sobre as reais orientações e as intensidades dos diferentes campos de anisotropias magnéticas observadas.

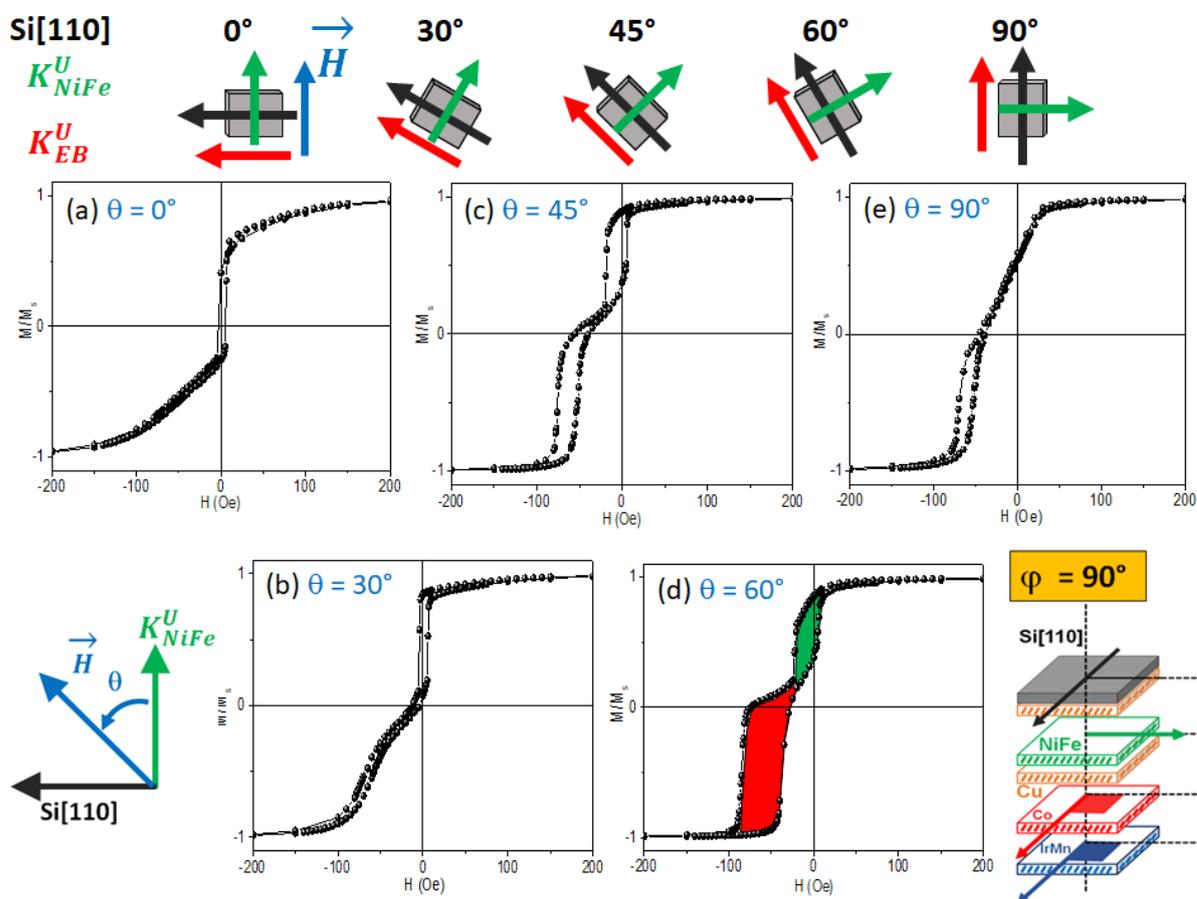


Figura 4.21 - Laços $M(H)$ da $VS-\varphi=90^\circ$ obtidos para diferentes ângulos θ (definido no texto), conforme indicado na figura (a) $\theta=0^\circ$, (b) $\theta=30^\circ$, (c) $\theta=45^\circ$, (d) $\theta=60^\circ$ e (e) $\theta=90^\circ$. As setas verdes e vermelhas representam as direções das anisotropias do Py e Co, enquanto as azuis a direção de campo aplicado H . No lado direito inferior, esquema mostrando o arranjo das camadas e direções das anisotropias das camadas e interfaces. $VS-\varphi=90^\circ$: Si(110)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Py(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(5nm- $\varphi=90^\circ$)/Co(10nm- $\varphi=90^\circ$)/IrMn(8nm- $\varphi=90^\circ$)/Cu(3nm- $\varphi=90^\circ$).

Para as curvas $M(H)$ das $VS-\varphi = 30^\circ$, $VS-\varphi = 45^\circ$ e $VS-\varphi = 60^\circ$ (Apêndice A.1), obtivemos também dependências angulares similares das anisotropias magnéticas conforme giramos as amostras relativas ao campo H (ou seja, vimos laços quadrado em certos valores equivalentes entre φ e θ). Entretanto, do ponto de vista global das propriedades magnéticas obtidas das curvas $M(H)$, podemos verificar que a $VS-\varphi = 30^\circ$ (Figura A.1) possui um comportamento das anisotropias similar ao encontrado para a $VS-\varphi = 0^\circ$, enquanto a $VS-\varphi = 60^\circ$ (Figura A.3) está mais próxima do comportamento que observamos para a $VS-\varphi = 90^\circ$.

Na Tabela 4.11 estão apresentadas as estimativas dos valores dos campos coercivos das camadas de Py (H_C^{Py}) e do Co ($H_C^{Co/IrMn}$), o campo de EB (H_{EB}) da interface Co/IrMn e o campo de deslocamento do Py (H_{dh}^{Py}) devido a um possível acoplamento bilinear. Esta estimativa seguiu o esquema da Figura 4.22.

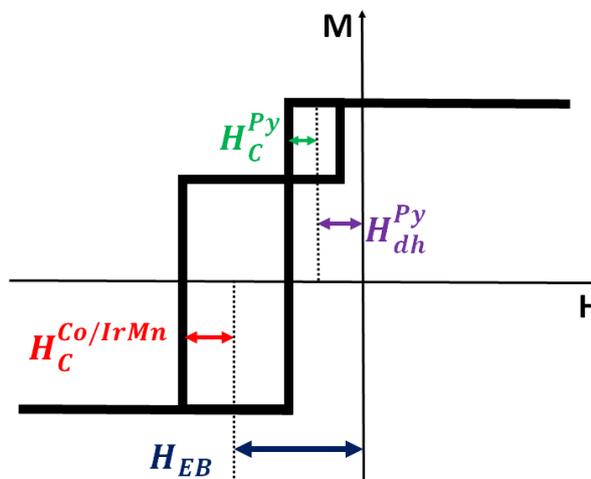


Figura 4.22 - Representação de um laço $M(H)$ para definição dos parâmetros magnéticos H_C^{Py} , $H_C^{Co/IrMn}$, H_{EB} e H_{dh}^{Py} para uma heteroestrutura com duas fases magnéticas distintas e com *Exchange Bias*.

Na Figura 4.23, representamos o comportamento das grandezas físicas em função de θ da Tabela 4.11 para as diferentes $VS-\varphi$. A primeira característica geral observada nos parâmetros das amostras $VS-\varphi$ é que tanto o comportamento de H_{dh}^{Py} quanto o H_C^{Py} parecem ser independentes do valor do ângulo θ nas diferentes $VS-\varphi$. Enquanto a grandeza H_{dh}^{Py} tem seu valor praticamente nulo para a maioria das $VS-\varphi$ [exceto para as $VS-\varphi = 30^\circ$ e $VS-\varphi = 60^\circ$ (H_{dh}^{Py} não nulo e negativo)], os valores de H_C^{Py} são da ordem daqueles medidos para um magneto mole convencional [1,3]. Além disso, há uma tendência de um pequeno aumento nos valores de $H_C^{Co/IrMn}$ à medida que θ aumenta para as diferentes $VS-\varphi$ (talvez devido ao efeito conjugado da EB que também afeta o valor de H_C). As grandes mudanças nos valores destes parâmetros, que apresentamos na Figura 4.23, ocorrem no comportamento dos H_{EB} das $VS-\varphi$. Observamos ainda que os valores máximos de H_C^{Py} e $H_C^{Co/IrMn}$ estão defasados em relação ao ângulo azimutal φ das amostras e os valores máximos para as $VS-\varphi = 45^\circ$, $VS-\varphi = 60^\circ$ e $VS-\varphi = 90^\circ$ ocorrem próximos das posições angulares de $\theta = 30^\circ$, 45° e 60° .

Tabela 4.11 - Valores dos campos coercivo para o Py (H_C^{Py}), para a bicamada com *Exchange Bias*, Co/IrMn ($H_C^{Co/IrMn}$), e campo de *Exchange Bias* (H_{EB}), para as VS- $\varphi=0^\circ$, VS- $\varphi=30^\circ$, VS- $\varphi=45^\circ$, VS- $\varphi=60^\circ$ e VS- $\varphi=90^\circ$ do Conjunto I em função do ângulo θ do campo magnético (H) aplicado. Incerteza dos campos é $\Delta H = 2 Oe$.

VS - φ_i	Campos (Oe)	$\theta = 0^\circ$	$\theta = 30^\circ$	$\theta = 45^\circ$	$\theta = 60^\circ$	$\theta = 90^\circ$
$\varphi = 0^\circ$	H_C^{Py}	9	7	7	6	1
$\varphi = 30^\circ$	H_C^{Py}	10	6	6	2	2
$\varphi = 45^\circ$	H_C^{Py}	5	10	8	3	3
$\varphi = 60^\circ$	H_C^{Py}	8	13	15	9	4
$\varphi = 90^\circ$	H_C^{Py}	4	5	12	13	1
$\varphi = 0^\circ$	$H_C^{Co/IrMn}$	29	15	4	3	1
$\varphi = 30^\circ$	$H_C^{Co/IrMn}$	24	6	4	4	2
$\varphi = 45^\circ$	$H_C^{Co/IrMn}$	19	28	17	7	3
$\varphi = 60^\circ$	$H_C^{Co/IrMn}$	10	29	33	16	4
$\varphi = 90^\circ$	$H_C^{Co/IrMn}$	4	5	12	24	9
$\varphi = 0^\circ$	H_{EB}	-49	-52	-64	-63	-1
$\varphi = 30^\circ$	H_{EB}	-64	-75	-73	-56	-1
$\varphi = 45^\circ$	H_{EB}	-56	-54	-56	-65	-5
$\varphi = 60^\circ$	H_{EB}	-92	-75	-72	-76	-94
$\varphi = 90^\circ$	H_{EB}	-2	-62	-64	-61	-62
$\varphi = 0^\circ$	H_{dh}^{Py}	-2	-4	-7	-7	0
$\varphi = 30^\circ$	H_{dh}^{Py}	-18	-17	-20	-23	0
$\varphi = 45^\circ$	H_{dh}^{Py}	-5	-8	-8.9	1	0
$\varphi = 60^\circ$	H_{dh}^{Py}	-25	-29	-33	-30	0
$\varphi = 90^\circ$	H_{dh}^{Py}	2	1	-8	-10	-5

Destes complexos laços $M(H)$ obtidos em diferentes valores de θ e para as distintas VS- φ , inferimos que a diferença de coerência dos grãos colunares para as amostras VS- $\varphi = 45^\circ$, VS- $\varphi = 60^\circ$ e VS- $\varphi = 90^\circ$ induz anisotropias que estão competindo entre si e que, por sua vez, modificaram as anisotropias preestabelecidas (eixos fáceis determinados pelo ângulo azimutal φ) durante os crescimentos das VS. Como dito, este desfasamento entre as diferentes anisotropias das VS- φ e suas causas, discutiremos mais detalhadamente usando os resultados obtidos com a técnica de material seletivo FMR.

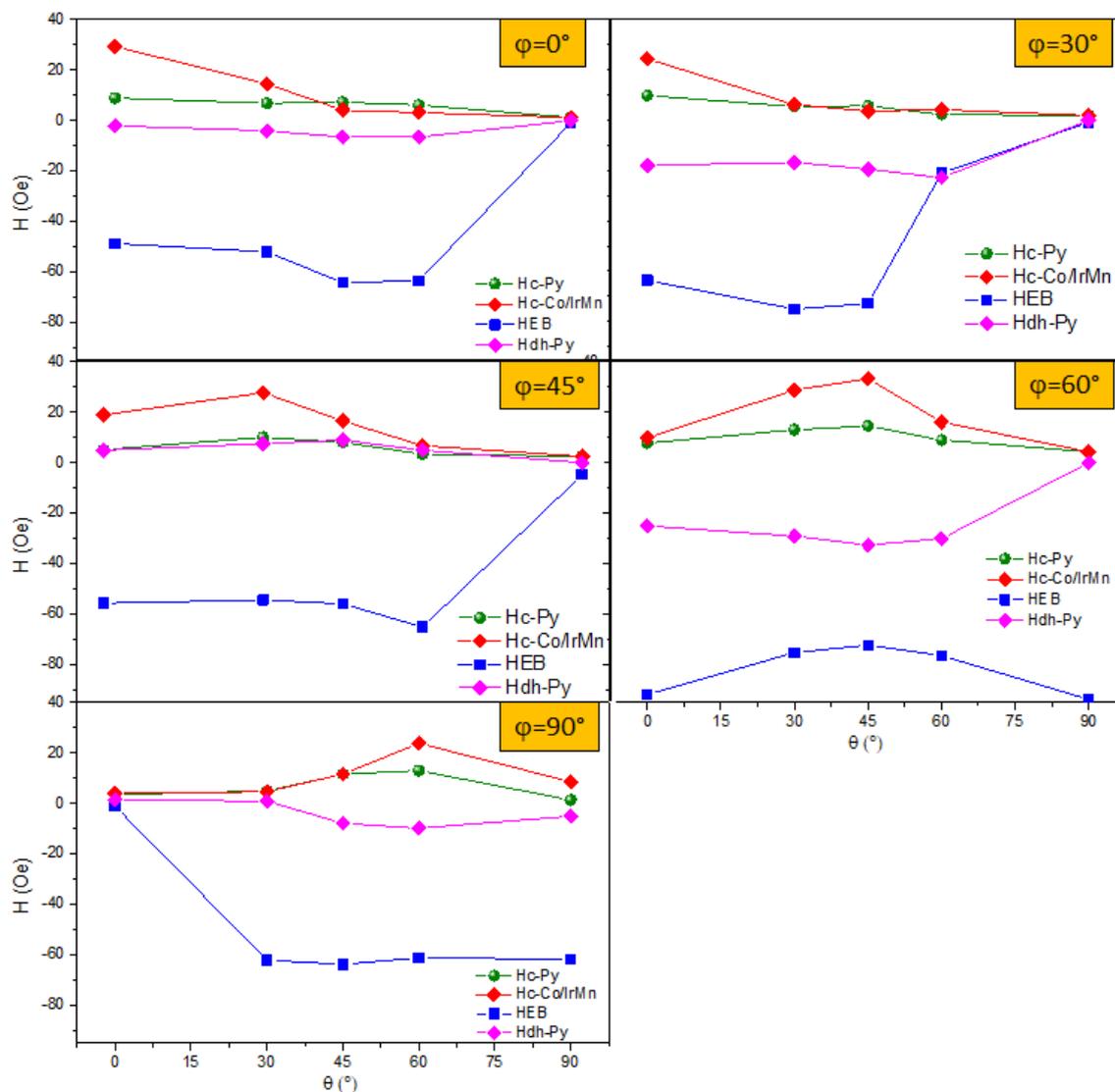


Figura 4.23 - Comportamentos dos campos coercivos para o Py (H_C^{Py} -verde), e para a bicamada Co/IrMn com *Exchange Bias*, ($H_C^{Co/IrMn}$ -vermelho), o campo de *Exchange Bias* (H_{EB} -azul) e o H_{dh}^{Py} -magenta para as VS- $\varphi=0^\circ$, VS- $\varphi=30^\circ$, VS- $\varphi=45^\circ$, VS- $\varphi=60^\circ$ e VS- $\varphi=90^\circ$ do Conjunto I em função do ângulo $\theta = 0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ e 90° do campo magnético (H) aplicado.

4.2.2 - Conjunto II: Análise Magnética por MOKE

Realizamos medidas de magnetometria Kerr (MOKE) nas VS do Conjunto II e em filmes de Py e Co depositados sobre Cu. Usamos a referência da direção [110] do substrato de Si tal que $\theta = 0^\circ$ para o eixo de fácil do Py (rodado de 90° em relação à direção [110] do Si) e $\theta = 90^\circ$ para o eixo de difícil (correspondendo a direção [110] do Si). Diferentemente das medidas magnéticas por VSM (Conjunto I) onde variamos θ para alguns valores ($\theta = 0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ e 90°), com auxílio de um goniômetro foi possível girar entre 0° até 360° relativo à direção $\theta = 0^\circ$, obtivemos curvas $M(H)$ para

o estudo da dependência angular das anisotropias magnéticas dos diferentes filmes (amostras controle e $VS-\varphi$). Começando pelos filmes de camadas de materiais FM (amostras controles), tomamos curvas $M(H)$ para valores de θ no intervalo de 0° até 360° , mas apresentamos os resultados aqui da variação angular entre 0° e 120° para as amostras controles: Si(110)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Py(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(5nm- $\varphi=0^\circ$) [Figura 4.24(a)] e Si(110)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Co(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(5nm- $\varphi=0^\circ$) [Figura 4.24(b)]. A dependência angular completa (0° até 360°) mostramos no Apêndice A2.

Observamos claramente das Figuras 4.24 (a) e (b) que a forma da quadratura dos laços obtidos para $\theta = 0^\circ$ reduz à medida que o valor de θ aumenta. Concluímos que nos filmes FM os eixos de fácil magnetização das camadas de Py e Co realmente estão na direção preestabelecida produzida durante a deposição oblíqua e pelo efeito de auto sombreamento (*self-shadowing effect*). Na região angular entre 80° e 90° é possivelmente dizer que são os eixos de difícil magnetização respectivamente para os filmes de Py e Co, ou seja, para filmes puros podemos estabilizar a direção da magnetização pela anisotropia de forma estabelecida pela deposição oblíqua. Este resultado dos filmes FM puros pode ser estendido para as heteroestruturas dos Conjuntos I e II. Assim, se a direção da magnetização preestabelecida durante o crescimento não estiver dentro dos valores previamente ajustados, teremos que analisar outros fatores, mas certamente este estudo nos ajudará a entender contribuições para as anisotropias magnéticas das heteroestruturas $VS-\varphi$.

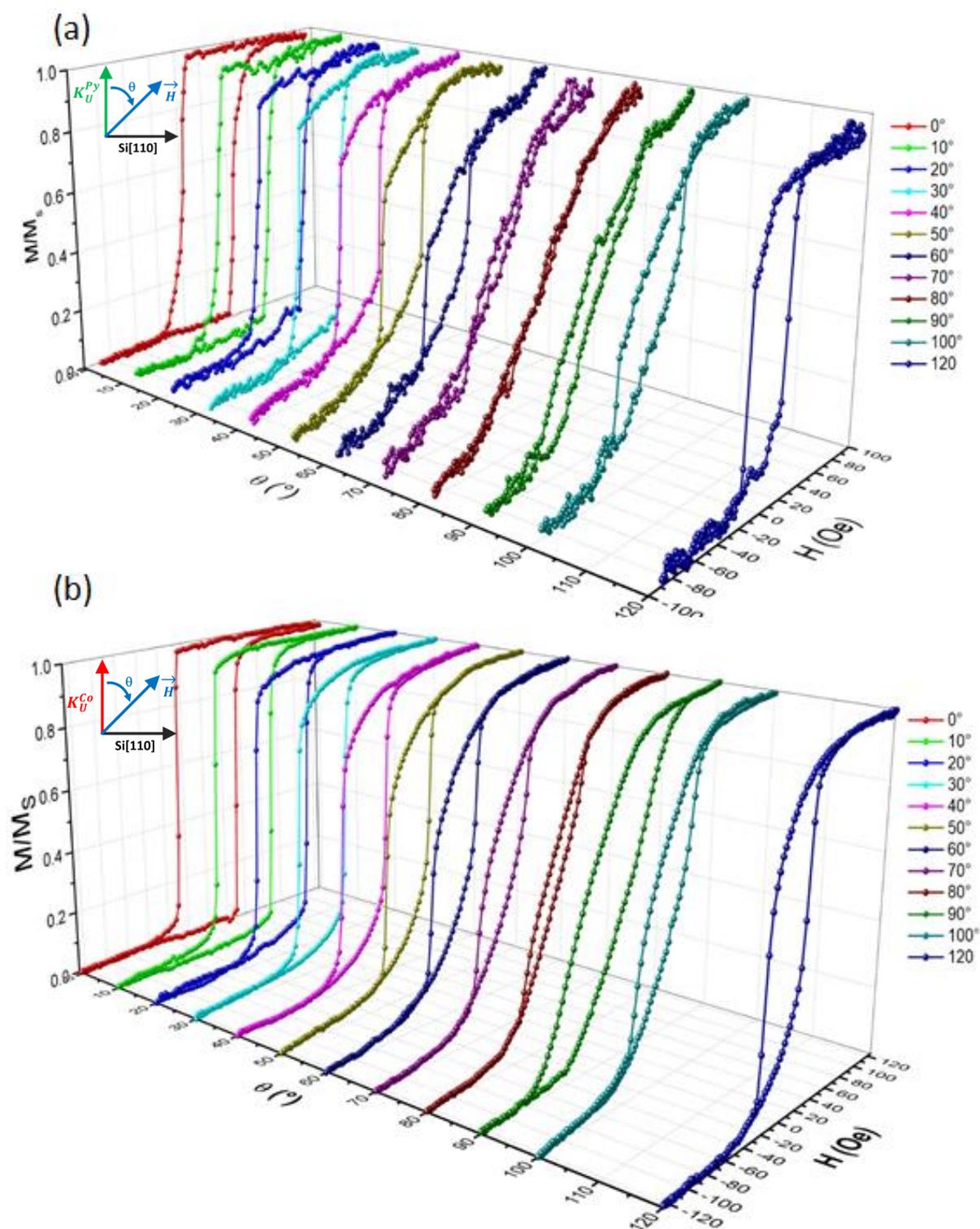


Figura 4.24 - Dependência angular no intervalo angular de 0° até 120° das curvas $M(H)$ das amostras (a) Si(110)/Cu(8nm- $\phi=0^\circ$)/Py(10nm- $\phi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\phi=0^\circ$), (b) laços $M(H)$ para o sistema de Si(110)/Cu(8nm- $\phi=0^\circ$)/Co(10nm- $\phi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\phi=0^\circ$). As setas indicam as direções nominais das anisotropias de formas das camadas de Py (verde) e Co (vermelho) e a direção do campo H (azul).

Uma análise mais compatível para melhor entender as anisotropias é através da dependência angular do campo coercivo (H_C) e da magnetização de remanência (M_R), usando a representação polar. As Figuras 4.25 e 4.26 correspondem destas grandezas para os filmes Si(110)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Py(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(5nm- $\varphi=0^\circ$) e Si(110)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Co(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(5nm- $\varphi=0^\circ$), respectivamente.

A construção da representação polar requer que obtenhamos, por exemplo, valores dos campos coercivos H_C^{Py} e H_C^{Co} e o valor de magnetização de remanência normalizada pelo valor da saturação (M_R/M_S) para cada posição angular θ até completar o ciclo angular das curvas $M(H)$; neste caso, das Figuras 4.24 (a) e (b). Na Figura 4.25 os raios dos círculos representam intensidade dos campos coercivos H_C^{Py} (verde) e H_C^{Co} (vermelho) representados no eixo da escala a esquerda do gráfico, enquanto os valores da magnetização normalizada (M_R/M_S) representamos na escala vertical direita do gráfico (na cor preta), e a posição da amostra com relação ao campo H (ângulo θ) indexamos na escala da borda do círculo (escala angular no sentido horário). Quando medimos no ângulo $\theta = 0^\circ$ (Figura. 4.25) estamos nos eixos fácil dos sistemas Py e Co, pois os valores de H_C^{Py} , H_C^{Co} e M_R/M_S são altos. Todavia, para $\theta = 90^\circ$, H_C^{Py} e H_C^{Co} são próximo de zero, e a magnetização remanente é baixa, indicando que estamos no eixo duro do Py. As medidas de MOKE demonstram que a direção do eixo de fácil magnetização é estabelecida perpendicular à direção [110] do substrato de Si, ou seja, confirma que a anisotropia de forma é estabelecida no plano do filme e perpendicular ao feixe de vapor da deposição. É importante dizer que no caso de texturização (111) de fases FCC a contribuição de anisotropia magnética é nula (isotrópica), assim toda a anisotropia observada na representação polar, que é uniaxial, deve-se a anisotropia de forma do crescimento oblíquo (efeito de auto sombreamento).

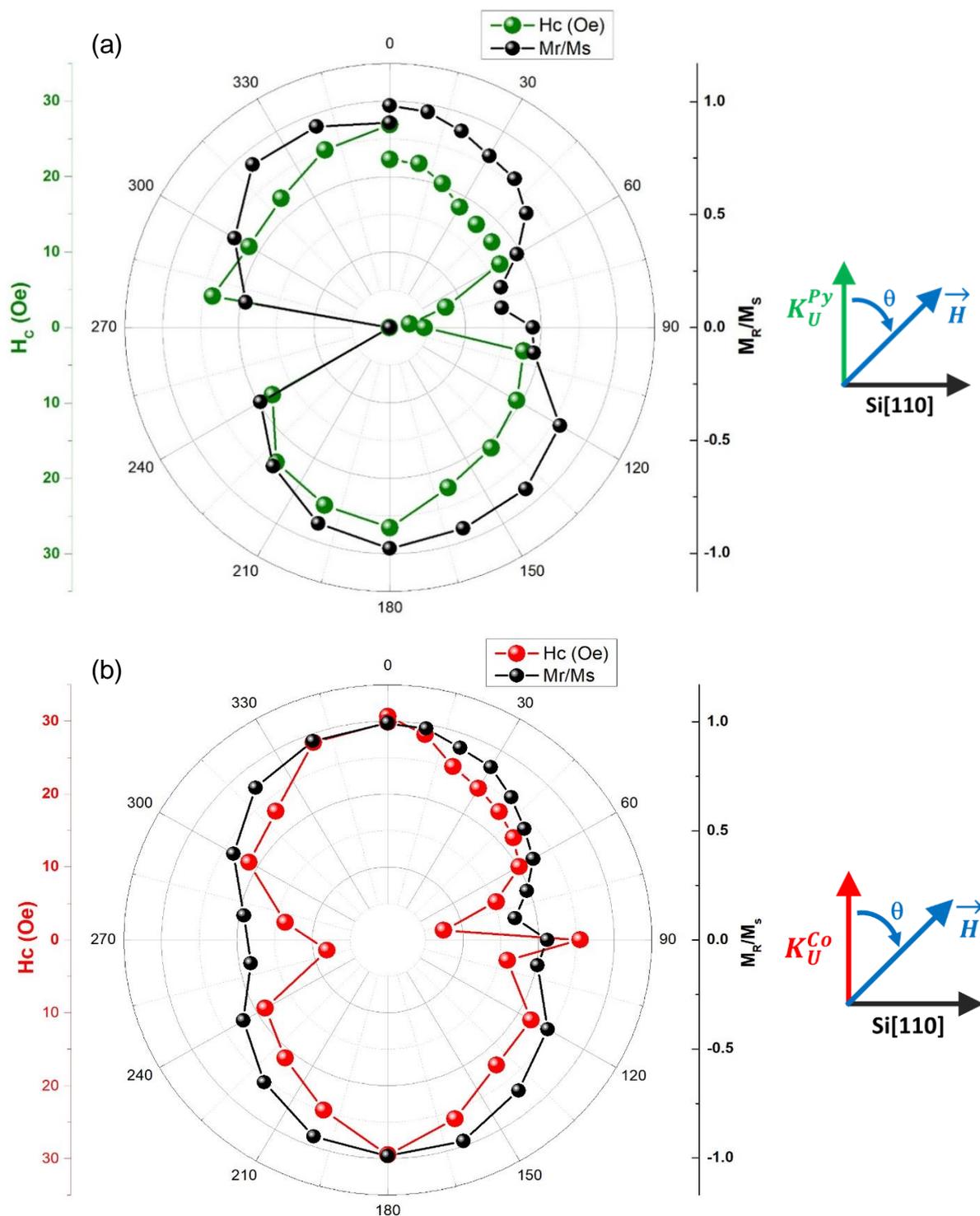


Figura 4.25 - Representação polar da dependência do campo coercivo, do Py(10nm) e do Co(10nm), respectivamente em (a) e (b), e o valor da magnetização de remanência normalizada (M_R/M_S). Nos gráficos (a) e (b) os raios dos círculos representam as intensidades dos valores H_c^{Py} , H_c^{Co} e (M_R/M_S) em função do ângulo θ do campo aplicado.

Para as VS do Conjunto II as medidas de $M(H)$ foram tomadas no intervalo para θ entre 0° e 360° . Na Figura 4.26 apresentamos as curvas $M(H)$ para as VS- $\varphi = 0^\circ$ (a) e VS- $\varphi = 90^\circ$ (b), no Apêndice A.2 disponibilizamos os laços $M(H)$ para as demais VS [$VS-\varphi = 30^\circ$, $VS-\varphi = 45^\circ$ e $VS-\varphi = 60^\circ$], assim como as respectivas representações polares.

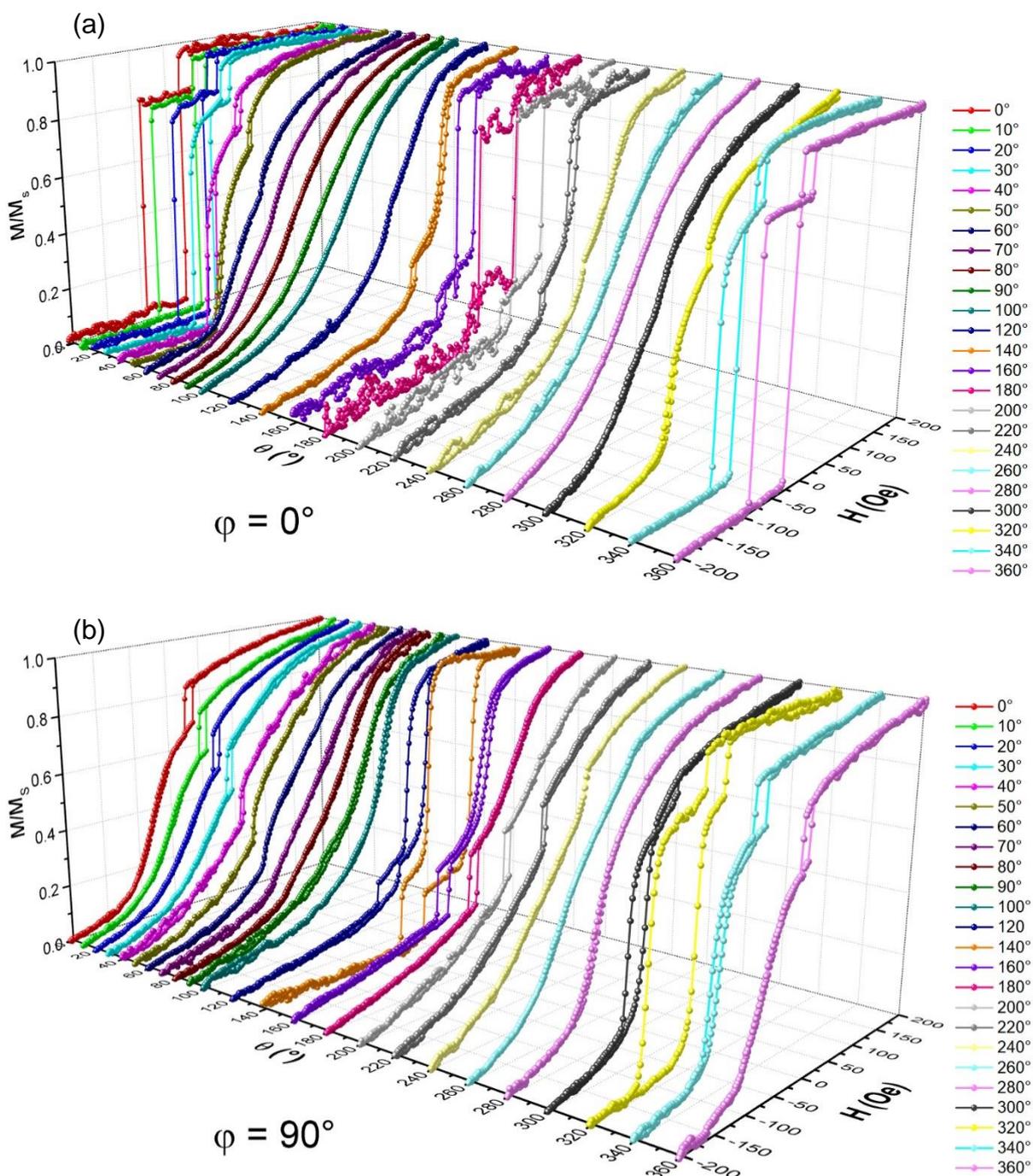


Figura 4.26 - Curvas $M(H)$ obtidas por MOKE em dependência angular no intervalo angular de 0° até 360° : (a) VS- $\varphi = 0^\circ$ e (b) VS- $\varphi = 90^\circ$.

De imediato, observamos que as curvas $M(H)$ obtidas por MOKE do Conjunto II exibem comportamento similares às curvas $M(H)$ obtidas por VSM do Conjunto I. Em geral, verificamos também que as direções dos eixos de fácil magnetização para as camadas de Py e Co obedecem a predeterminações pela deposição oblíqua, ou seja, na Figura 4.26 (a) temos praticamente o eixo fácil em $\theta = 0^\circ$ e o eixo difícil em $\theta = 90^\circ$ para ambas as camadas de Py e Co/IrMn devido a configuração de crescimento da VS- $\varphi = 0^\circ$. Enquanto que na Figura 4.26 (b) para a VS- $\varphi=90^\circ$, temos o eixo fácil e difícil defasados de 90° . Concluímos assim que em primeira ordem a morfologia do espaçador de Cu (Conjunto I – grãos orientados e Conjunto II – grãos sem orientação) não influencia nos efeitos globais observados com as medidas de magnetometria.

Novamente, construímos figuras de representações polares a partir das curvas $M(H)$ das VS do Conjunto II e as disponibilizamos nas Figuras 4.27 (a) para a VS- $\varphi = 0^\circ$ e (b) para a VS- $\varphi = 90^\circ$. Observamos destas figuras que os máximos dos campos coercivos para o Py H_C^{Py} e Co/IrMn $H_C^{Co/IrMn}$, representados pelas setas verdes e vermelhas pontilhadas, não estão totalmente alinhados e com direções previamente estabelecidas. Para estas VS (VS- $\varphi = 0^\circ$ e VS- $\varphi = 90^\circ$), há uma rotação $\Delta\theta \sim 10^\circ$ para a direção da magnetização da camada de Co relativamente à magnetização da camada de Py ($\theta = 0^\circ$). Adicionalmente, os eixos de fácil magnetização das VS- $\varphi = 0^\circ$ e VS- $\varphi = 90^\circ$ ocorrem em ângulos distintos e defasados de maneira diferente. Em particular, na VS- $\varphi = 0^\circ$ as direções de fácil magnetização do Py e Co/IrMn são praticamente paralelas (máximos coincidentes), mas na VS- $\varphi = 90^\circ$ há uma contribuição adicional nas energias magnéticas do sistema que faz com que a anisotropia unidirecional do EB (Co/IrMn) venha a competir com a anisotropia de forma da camada de Co, levando a orientações em direções não preestabelecidas. Da Figura 4.27 (b), inferimos um valor médio de 60° entre as magnetizações para a VS- $\varphi = 90^\circ$. Este comportamento será mais bem entendido com os resultados de FMR a ser apresentado mais adiante.

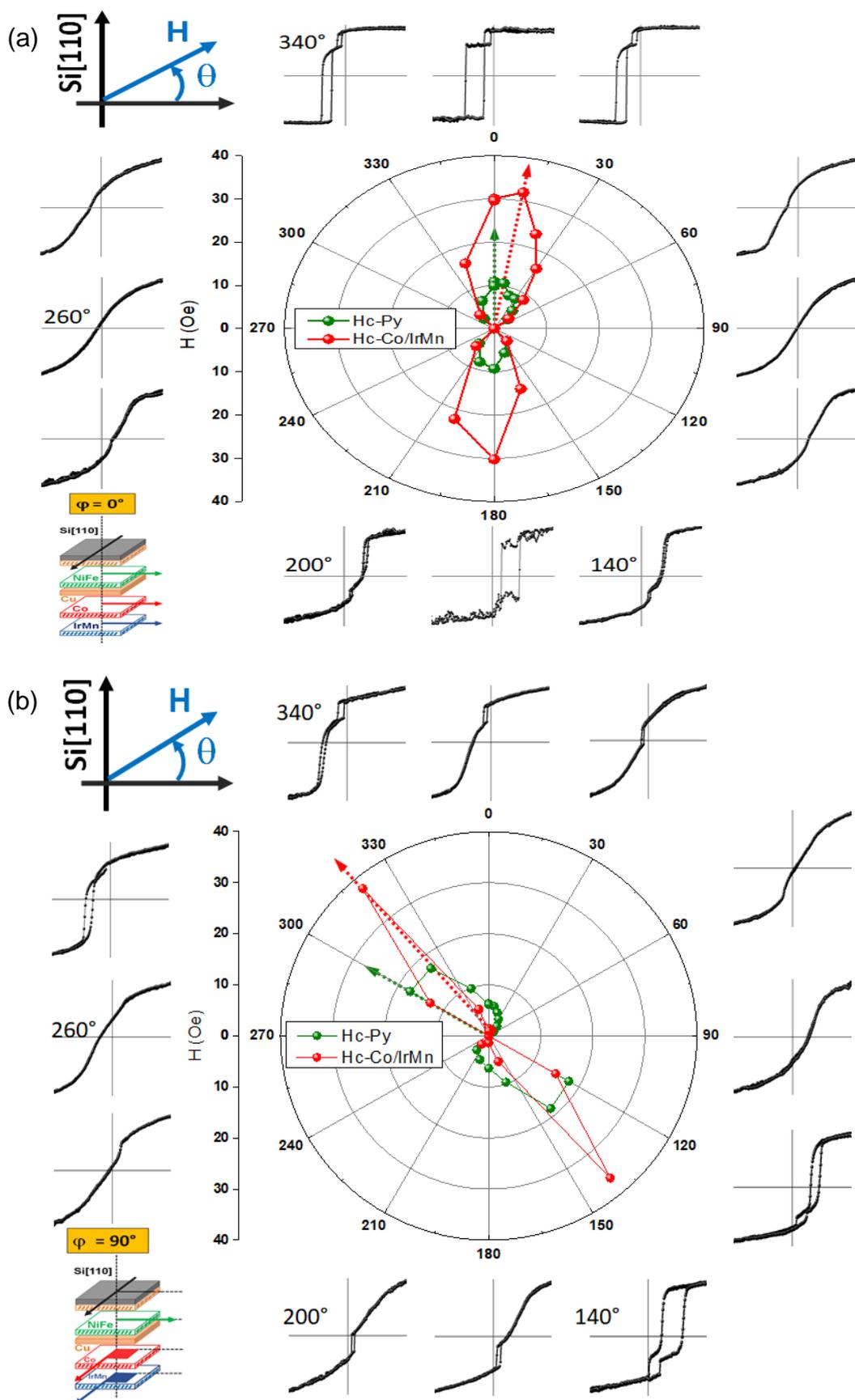


Figura 4.27 - Dependência Polar do campos coercivos H_c^{Py} , H_c^{Co} das amostras (a) $VS-\phi = 0^\circ$ e (b) $VS-\phi = 90^\circ$ no intervalo angular de 0° até 360° .

Do estudo das dependências polares das $VS-\varphi = 30^\circ$, $VS-\varphi = 45^\circ$ e $VS-\varphi = 60^\circ$ (Apêndice A2), inferimos também que há uma defasagem sistemática dos eixos de anisotropias. Até o presente momento, não consideramos que nas VS dos Conjuntos I e II, as camadas FM de Py e Co tinham interações de trocas distintas pela morfologia da camada espaçadora de Cu. Buscando entender melhor esta contribuição magnética, montamos uma nova representação polar das VS do Conjunto II [Figuras 4.28 (a) e (b)] tomando as dependências angulares dos campos coercivos H_C^{Py} , $H_C^{Co/IrMn}$ junto com os campos de *Exchange Bias* H_{EB} e o deslocamento horizontal do sinal do Py, H_{dh}^{Py} , para as $VS-\varphi = 0^\circ$ e $VS-\varphi = 90^\circ$ respectivamente. Observamos que os valores de H_{EB} seguem a direção dos valores máximos do campo coercivo, $H_C^{Co/IrMn}$, sugerindo que o eixo uniaxial do Co e o eixo da anisotropia unidirecional são praticamente paralelos. Entretanto, verificamos diferentes alinhamentos efetivos para os eixos de anisotropias das camadas FM de Py e Co distintas daquelas previamente estabelecidas.

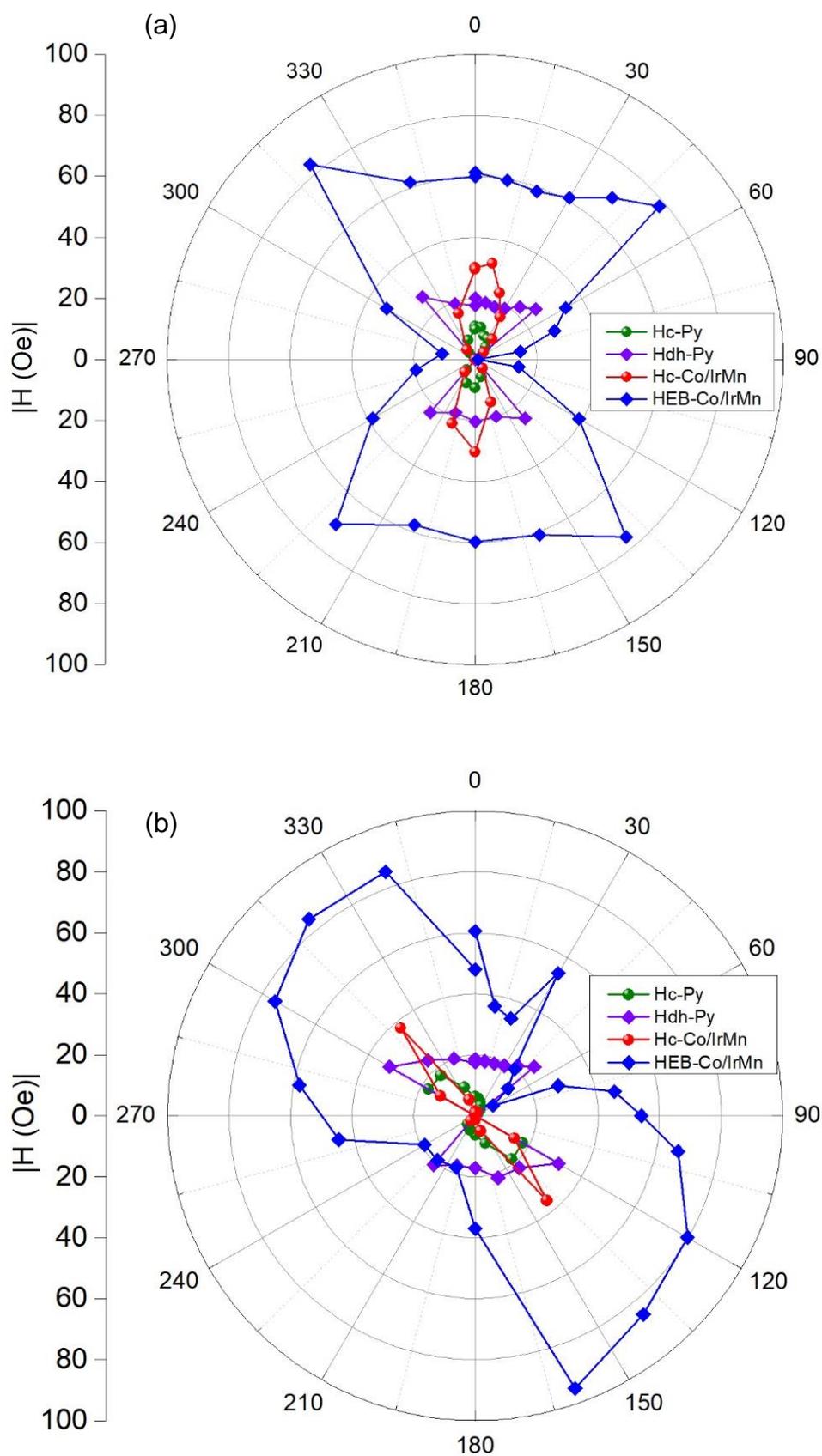


Figura 4.28 - Dependência Polar do campos coercivos H_C^{Py} , H_C^{Co} em conjunto com os campos de H_{EB} H_{ah}^{Py} das amostras (a) $VS-\phi=0^\circ$ e (b) $VS-\phi=90^\circ$ no intervalo angular de 0° até 360° .

4.3 - Análises de Ressonância Ferromagnética (FMR)

Utilizamos a técnica de ressonância ferromagnética (FMR) para investigar as anisotropias magnéticas presentes nas VS dos Conjuntos I e II. Ajustamos as dependências angulares do campo de ressonância [$H_R(\phi_H)$] no plano dos filmes, buscando minimizar a energia magnética total do sistema. Determinamos quantitativamente os campos magnéticos efetivos das anisotropias e suas direções relativas a direção de referência [110] do substrato de Si. Esta análise é essencial para averiguarmos a influência da metodologia de deposição na indução de anisotropia magnéticas em direções preestabelecidas, onde buscamos projetar válvulas de spin com direções não colineares de anisotropias. Os espectros de FMR foram obtidos à temperatura ambiente (300 K), usando um espectrômetro *Varian* com uma cavidade retangular de módulo TE102 operando na banda X ($f = 9,26 \text{ GHz}$) com um *Klystron* de 500 mW.

4.3.1 - Dependência Angular dos Campos de Ressonância - $H_R(\phi_H)$

Na Figura 4.29, apresentamos os espectros de FMR para filmes simples [4.29(a) - Py e 4.29(b) - Co], para a bicamada FM/AF [4.29(c) - Co/IrMn], por fim, na Figura 4.29(d) mostramos a VS- $\phi = 0^\circ$. Os filmes simples e a bicamada são chamados de amostras controle (a, b e c), porque é através da análise destas amostras que determinarmos os campos uniaxiais individuais para o Py e Co, o campo de EB, a anisotropia rotatória, e as magnetizações efetivas. Estas grandezas foram usadas como valores de entrada nos ajustes das curvas de $H_R(\phi_H)$ das válvulas de spin (VS) dos Conjuntos I e II.

As amostras controle e a VS- $\phi = 0^\circ$ tem as seguintes estruturas:

- (a) Si(100)/Cu(8nm- $\phi=0^\circ$)/Py(10nm- $\phi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\phi=0^\circ$), ou simplificado Py(10nm)
- (b) Si(100)/Cu(8nm- $\phi=0^\circ$)/Co(10nm- $\phi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\phi=0^\circ$), ou Co(10nm)
- (c) Si(100)/Cu(8nm- $\phi=0^\circ$)/Co(10nm- $\phi=0^\circ$)/IrMn(8nm- $\phi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\phi=0^\circ$), ou Co(10nm)/IrMn(8nm)
- (d) Si(100)/Cu(8nm- $\phi=0^\circ$)/Py(10nm- $\phi=0^\circ$)/Cu(5nm- $\phi=0^\circ$)/Co(10nm- $\phi=0^\circ$)/IrMn(8nm- $\phi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\phi=0^\circ$) ou VS- $\phi = 0^\circ$.

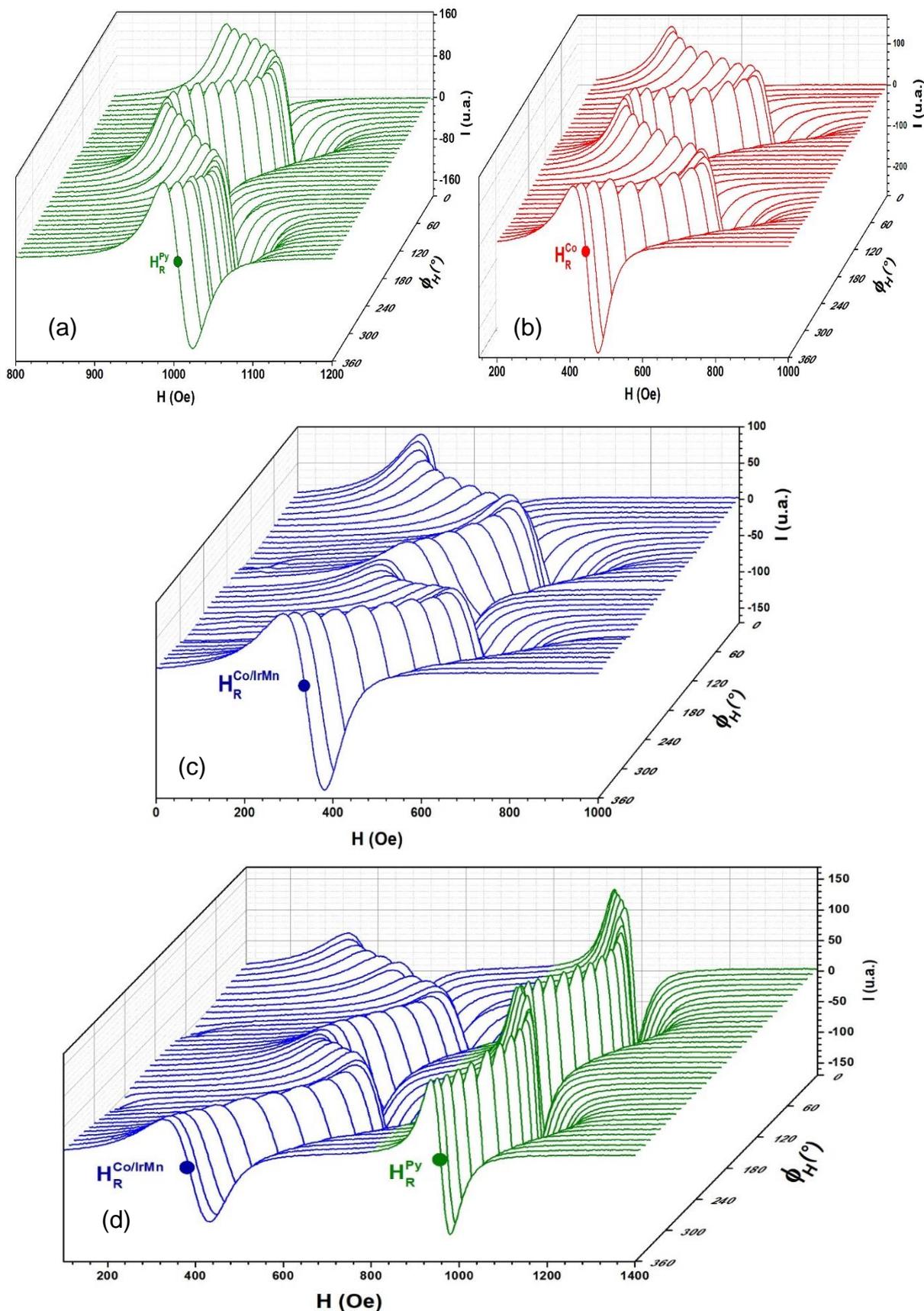


Figura 4.29 - Espectros de FMR para os filmes de (a) Py(10nm), (b) Co(10nm), (c) Co(10 nm)/IrMn(8nm) e da (d) $VS-\varphi = 0^\circ$. Nessas figuras, os eixos são: X é o valor angular de ϕ_H da posição dos filmes relativos à direção do campo H , Y é a intensidade do campo magnético H gerado pelo eletroímã do espectrômetro e Z é a intensidade do sinal da derivada da absorção.

Para a aquisição do primeiro espectro de FMR, posicionamos o plano do filme com a direção de referência [110] do Si (previamente marcada na parte de trás do filme) apontando perpendicular à direção do campo aplicado H , ou seja, a direção do campo H está paralela ao eixo de fácil magnetização do Py e está no plano do filme. Para cada posição angular ϕ_H obtemos um espectro de FMR, ou seja, tomamos o espectro de FMR fixando o filme em um dado valor do ângulo ϕ_H e variando a intensidade do campo magnético aplicado H e registramos a condição de ressonância ($\omega_{ext} = \gamma H$), onde ω_{ext} é a frequência da radiação eletromagnética produzida pela fonte de micro-ondas Klystron (9,26 GHz) e H o campo magnético aplicado. Com auxílio de um goniômetro, giramos a amostra para outro ângulo ($\phi_H + 10^\circ$) e tomamos um novo espectro de FMR até completar um ciclo de rotação da amostra no plano (ϕ_H tomado de 0° até 360° com passo de 10°). Ao término da dependência angular, obtivemos, para cada espectro de FMR, o seu campo H_R (máxima absorção) e a largura de linha (ΔH – distância de pico a pico na derivada da absorção). Dessa forma, obtivemos o comportamento angular do campo de ressonância $H_R(\phi_H)$ para cada uma das amostras controle e para as VS dos Conjuntos I e II.

Em medidas de FMR, quanto maior for o valor da magnetização de saturação (M_S) menor será o campo H_R e vice-versa. Notamos que o valor de H_R^{Py} é ligeiramente acima de $1 kOe$ para $\phi_H = 0^\circ$ [Figura 4.29 (a)], enquanto o Co tem valor de H_R^{Co} de $0,4 kOe$ para $\phi_H = 0^\circ$ [Figura 4.29(b)]. Note que os campos de ressonância para os filmes simples são iguais para ϕ_H igual a 0° e 180° (característica uniaxial). Por outro lado, observando a dependência angular dos espectros de FMR na amostra controle Co/IrMn [Figura 4.29(c)], observamos a assinatura do fenômeno de EB, que é caracterizada por um diferente valor de $H_R^{Co/IrMn}$ para ϕ_H igual a 0° e 180° , ou seja, nesta mesma direção a amostra possui campos diferentes de ressonância para H aplicado nos sentidos opostos. Não houve a necessidade da utilização dos protocolos tradicionais para induzir tal efeito, ou seja, as deposições das amostras ocorreram sem a aplicação de campo magnético [22,93] ($H_{in-situ} = 0 Oe$), também não foi realizado o processo tradicional de resfriamento com campo (FC - *Field Cooling Protocol*). Conforme mencionamos no Capítulo 2, a deposição oblíqua induz uma anisotropia uniaxial no filme de cobalto que, por sua vez, leva à intensa magnetização remanente [22,93]. Esta última característica é a responsável pela indução do efeito de EB, quando depositamos o IrMn sobre o filme de Co.

Na Figura 4.29 (d), apresentamos a dependência angular dos espectros de FMR da $VS-\varphi = 0^\circ$ do Conjunto I. Conforme mencionamos, a técnica de FMR é designada como material seletivo, devido ao campo de ressonância ser diferente para cada material magnético. Portanto, os espectros de FMR têm, neste caso, dois sinais bem definidos para as VS (Conjuntos I e II) devido às contribuições da camada de Py e do Co, ou seja, cada camada magnética apresenta a sua própria dependência angular $H_R(\phi_H)$. Como já estabelecido do estudo das amostras padrão, os campos de ressonância com menores valores (absorções em azul) correspondem as ressonância da bicamada FM/AF, enquanto as absorções (em verde) que ocorrem para maiores valores de H_R condizem a absorção do *permalloy*. Continuando a análise qualitativa dos espectros de absorção para a amostra $VS-\varphi = 0^\circ$, onde todas as camadas são depositas com a morfologia granular orientada na mesma direção (coerente). Notamos que os valores mínimos de H_R^{Py} e $H_R^{Co/IrMn}$ coincidem para $\phi_H = 0^\circ$ e $\phi_H = 360^\circ$. Isto é uma evidência de que os eixos uniaxiais destas camadas estão paralelos. Esse resultado corrobora com as análises das medidas de magnetização ($M(H)$) apresentadas na Secção 4.2 para a $VS-\varphi = 0^\circ$. Observamos a presença do efeito do EB, nos dados da Figura 4.29 (d), onde notamos que $H_R^{Co/IrMn}(\phi_H = 180^\circ) > H_R^{Co/IrMn}(\phi_H = 0^\circ)$, o comportamento simétrico destas absorções [$H_R^{Co/IrMn}(0 < \phi_H < 180^\circ)$ semelhante ao $H_R^{Co/IrMn}(180^\circ < \phi_H < 360^\circ)$] sugerem que o eixo unidirecional também está paralelo ao eixo uniaxial do cobalto.

No Apêndice B, apresentamos os espectros de FMR tomados para as outras amostras do Conjunto I, ou seja, $VS-\varphi = 30^\circ$, $VS-\varphi = 45^\circ$, $VS-\varphi = 60^\circ$ e $VS-\varphi = 90^\circ$ (nesse apêndice, também disponibilizamos os espectros de FMR das amostras do Conjunto II, mas não faremos uma discussão pormenorizada aqui).

A discussão mais detalhada da defasagem entre os eixos de anisotropia, é obtida com o tratamento teórico quantitativo dos dados das curvas $H_R(\phi_H)$ das VS dos Conjuntos I e II. Nas Figuras 4.30 e 4.31, mostramos então a dependência angular do campo H_R para todas as amostras $VS-\varphi = 0^\circ$, $VS-\varphi = 30^\circ$, $VS-\varphi = 45^\circ$, $VS-\varphi = 60^\circ$ e $VS-\varphi = 90^\circ$ para os Conjuntos I e II, respectivamente. Lembramos que cada ponto das curvas $H_R(\phi_H)$ destas figuras corresponde a um espectro de FMR em uma posição angular ϕ_H .

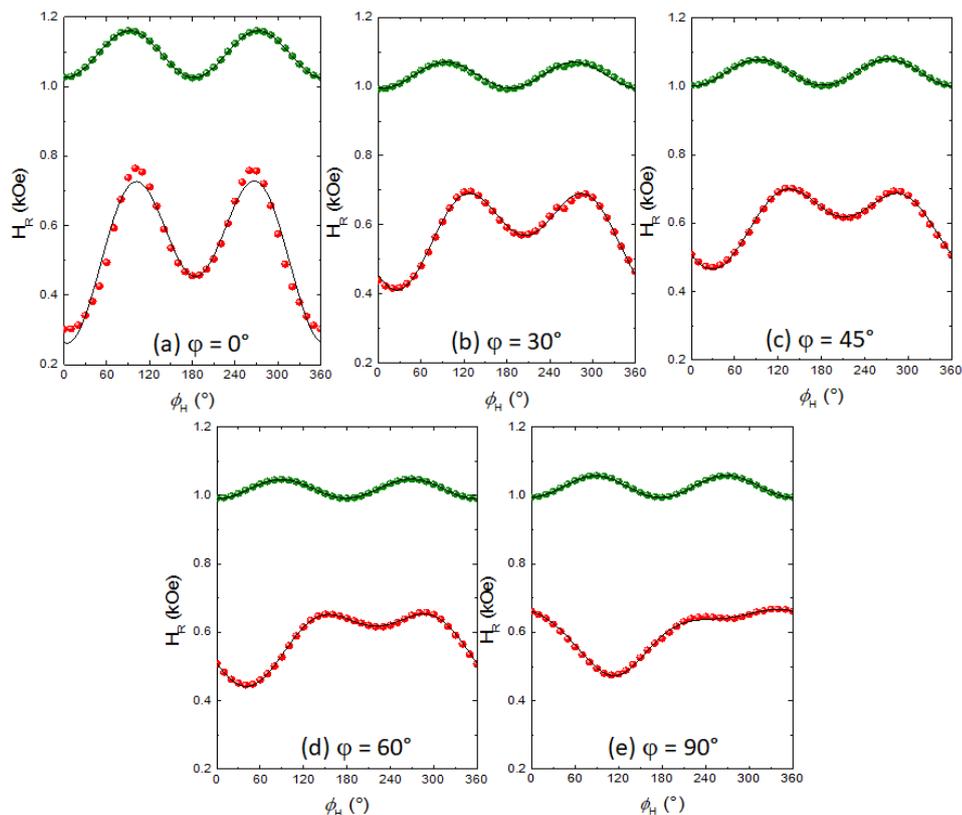


Figura 4.30 - Dependência angular do campo de ressonância no plano $H_R(\phi_H)$ para as amostras: VS - $\varphi = 0^\circ$ (a), 30° (b), 45° (c), 60° (d) e 90° (e) do Conjunto I. Os pontos verdes representam os dados para a camada de Py, enquanto os vermelhos os dados da camada de Co. As linhas sólidas representam o resultado dos ajustes que minimizam a energia magnética total das VS.

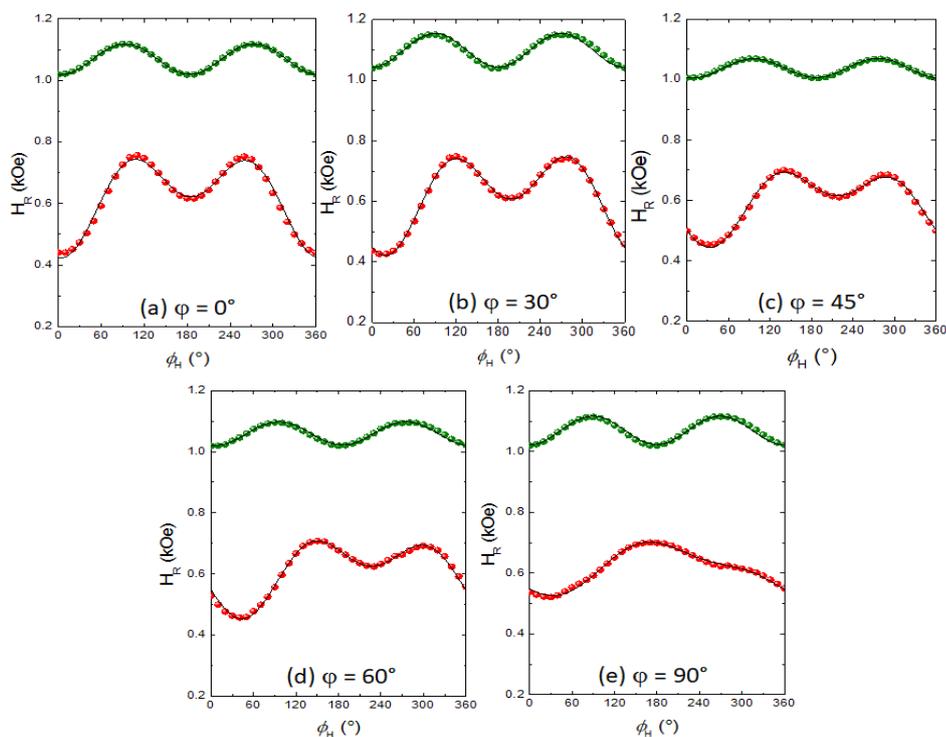


Figura 4.31 - Dependência angular do campo de ressonância no plano $H_R(\phi_H)$ para as amostras: VS - $\varphi = 0^\circ$ (a), 30° (b), 45° (c), 60° (d) e 90° (e) do Conjunto II. Os pontos verdes representam os dados para a camada de Py, enquanto os vermelhos os dados da camada de Co. As linhas sólidas representam o resultado dos ajustes que minimizam a energia magnética total das VS.

O procedimento para a realização dos ajustes numéricos de $H_R(\phi_H)$ foi descrito na Seção 3.4.3. Este método calcula numericamente o campo de ressonância em função dos campos uniaxiais (H_U) de cada camada, das magnetizações efetivas ($4\pi M_{eff}$), do campo de *Exchange Bias* (H_{EB}), do campo de anisotropia rotatória (H_{RA}) e do campo de troca bilinear (H_{BL}). Usando esse procedimento, apresentamos nas Figuras 4.30 e 4.31 as linhas pretas contínuas que representam os ajustes numéricos das dependências angulares $H_R(\phi_H)$ para as VS dos Conjuntos I e II. Os resultados desses ajustes das curvas $H_R(\phi_H)$ estão apresentados na Tabela 4.12.

Tabela 4.12 - Valores dos parâmetros obtidos dos ajustes do FMR, campos uniaxiais H_U^{Py} e H_U^{Co} , campo de *Exchange Bias* (H_{EB}), campo de anisotropia rotatória (H_{RA}) e os respectivos ângulos de eixos de anisotropia ϕ_U^{Py} , ϕ_U^{Co} e ϕ_{EB} para as VS dos Conjuntos I e II. Incerteza para os campos e os ângulos dos eixos de anisotropia são $\Delta H = 2 \text{ Oe}$ e $\Delta \phi = 5^\circ$ respectivamente.

	VS	H_U^{Py} (Oe)	H_U^{Co} (Oe)	H_{BL} (Oe)	H_{EB} (Oe)	H_{RA} (Oe)	ϕ_U^{Py} ($^\circ$)	ϕ_U^{Co} ($^\circ$)	ϕ_{EB} ($^\circ$)
Conjunto I	$\varphi = 0^\circ$	71	189	0	95	76	2	8	5
Conjunto II	$\varphi = 0^\circ$	51	108	23	95	-47	3	9	3
Conjunto I	$\varphi = 30^\circ$	39	102	7	78	-8	5	51	24
Conjunto II	$\varphi = 30^\circ$	59	117	7	89	-25	-1	35	30
Conjunto I	$\varphi = 45^\circ$	41	77	0	76	-29	2	59	35
Conjunto II	$\varphi = 45^\circ$	34	85	44	83	-40	5	67	44
Conjunto I	$\varphi = 60^\circ$	30	62	11	87	-13	-2	81	51
Conjunto II	$\varphi = 60^\circ$	41	82	31	91	-32	5	87	49
Conjunto I	$\varphi = 90^\circ$	34	19	39	70	-49	-1	120	109
Conjunto II	$\varphi = 90^\circ$	51	20	25	71	-53	-1	134	132

Os parâmetros obtidos para os dois conjuntos de amostras estão plotados na Figura 4.32. em função do ângulo azimutal φ , que é responsável por rotacionar as anisotropias do Co/IrMn em relação ao Py. Observamos que há oscilações nas intensidades das H_U^{Py} , H_U^{Co} , H_{EB} , H_{RA} e H_{BL} à medida que φ aumenta. Em geral, o comportamento das anisotropias é similar, há uma tendência de redução das intensidades das grandezas H_U^{Py} , H_U^{Co} , e H_{EB} à medida que φ cresce, porém o campo H_{BL} tende a crescer. O campo efetivo devido a anisotropia rotatória H_{RA} apresenta um comportamento oscilante similar nos dois conjuntos, exceto para a amostra VS- $\varphi = 0^\circ$. A estimativa do H_{RA} é feita considerando que a magnetização efetiva do Py ($4\pi M_{eff}^{Py} = 9,44 \text{ kG}$) e do Co ($4\pi M_{eff}^{Co} = 18,15 \text{ kG}$) obtida para os filmes simples, é

a mesma para todas as VS. Este é o procedimento padrão para o ajuste da anisotropia rotatória para filmes cujas as espessuras das camadas FM e AF são bem definidas [29]. Como todas as VS são fabricadas por deposição oblíqua, que induz uma corrugação na superfície alterando a interface FM/AF, isto induziu em nossas amostras um acoplamento antiferromagnético entre o H_{RA} e a magnetização do Co (exceto para a amostra $VS-\varphi = 0^\circ$).

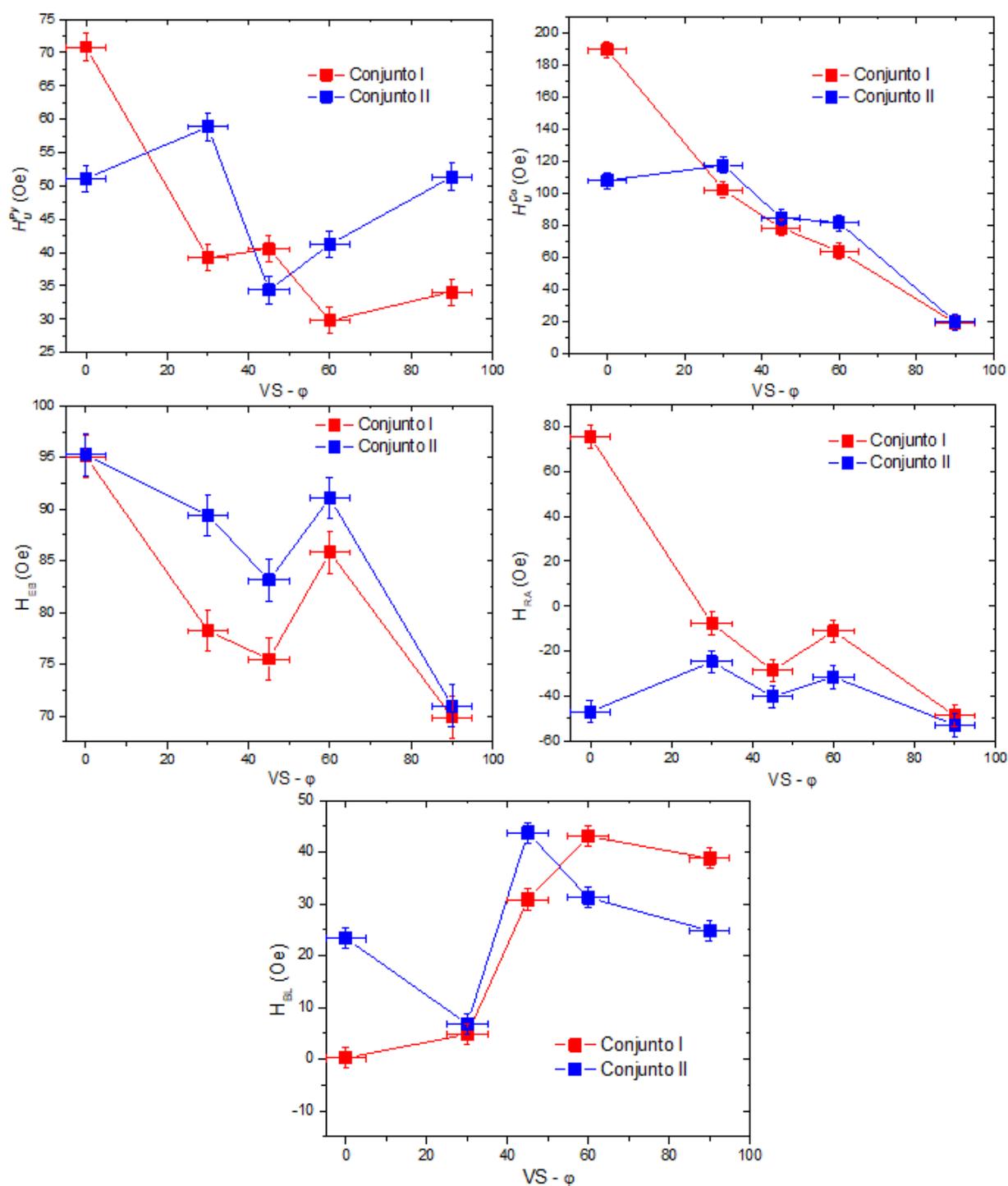


Figura 4.32 - Comportamento dos campos uniaxiais H_U^{py} e H_U^{Co} , do *Exchange Bias* (H_{EB}), da anisotropia rotatória (H_{RA}) e do campo bilinear (H_{BL}) para as VS dos Conjuntos I e II.

O campo efetivo devido ao acoplamento Bilinear depende da composição química e da espessura da camada separadora, portanto, era esperado que os valores de H_{BL} para todas as VS fossem aproximadamente constantes. Esta variação do H_{BL} deve estar relacionada mudança nas interfaces Py/Cu/Co. Percebe-se que o fato do Cu separador ser depositado de forma estática ou dinâmica não afeta o H_{BL} . Aparentemente, o responsável pela mudança do acoplamento Bilinear e, conseqüentemente da interface Py/Cu/Co é o valor de φ , que desacopla (desalinha) as corrugações superficiais do Py e do Co induzidas pela deposição oblíqua.

A ação proposital provocada pela rotação da camada separadora, interfere diretamente nas intensidades dos campos H_U^{Co} e H_{EB} . O campo uniaxial do Co é dependente do alongamento dos grãos, uma vez que o eixo uniaxial está perpendicular a direção de deposição no plano do filme. Este alongamento é máximo para $\varphi = 0^\circ$, ou seja a camada de Co tem sua morfologia coerente com a camada espaçadora de Cu, refletindo em um maior valor para o campo H_U . Percebe-se que a tentativa de induzir campos efetivos uniaxiais não colineares resulta em uma diminuição do campo H_U^{Co} [Ver Figura 4.32(b)]. Percebemos também que esta dificuldade em desalinhar as direções de eixo fácil é parcialmente minimizada com a rotação do porta-amostra durante a deposição da camada espaçadora de Cu, pois o campo H_U^{Co} é maior nas VS do conjunto II para $\varphi \neq 0^\circ$. Este fato é bastante interessante porque o grande objetivo deste trabalho é projetar válvulas de spin com direções dos eixos uniaxiais bem definidas. Por fim, como a rotação do porta-amostra contribui para aumentar o valor de H_U^{Co} , sendo esta anisotropia a responsável por induzir o campo H_{EB} , para o Conjunto II de VS com $\varphi \neq 0$ existe uma melhor estabilização da anisotropia unidirecional.

Nas Figuras 4.33 e 4.34, apresentamos as orientações dos eixo uniaxial (ϕ_U^{Co}) e unidirecional ϕ_{EB} relativas a direção perpendicular do eixo fácil da camada livre (ϕ_U^{Py}). Note que $\Delta\phi_H$ foi de 10° durante as dependências angulares do campo de ressonância [$H_R(\phi_H)$], portanto existe uma incerteza nestas direções de $\pm 5^\circ$. Dessas figuras, notamos que para a amostra VS- $\varphi = 0^\circ$, possuem eixos de anisotropia em fase para ambos os Conjuntos (I e II), ou seja, $\phi_U^{Py} = 2^\circ$, $\phi_U^{Co} = 8^\circ$ e $\phi_{EB} = 5^\circ$ para o Conjunto I, enquanto os valores são $\phi_U^{Py} = 3^\circ$, $\phi_U^{Co} = 9^\circ$ e $\phi_{EB} = 3^\circ$ para o Conjunto II. No entanto, para as VS com $\varphi \neq 0^\circ$, a defasagem média, definida pela diferença entre as direções efetivas dos eixos de anisotropias das camadas de Co e Py, aumenta à

medida que o ângulo φ das VS cresce (vide Figura 4.33). Em particular, se considerássemos somente as contribuições uniaxiais de forma induzidas pela deposição oblíqua das camadas Py e Co, esperaríamos uma defasagem entre os eixos de anisotropia determinada pelo ângulo φ , ou seja, $\varphi = \phi_U^{Co} = \phi_{EB}$. No entanto, medimos deslocamentos diferentes do esperado ($\phi_U^{Co} \neq \phi_{EB} \neq \varphi$) para os Conjuntos I e II que, por sua vez, atribuímos principalmente às diferentes morfologias da camada de Cu dos Conjuntos I e II.

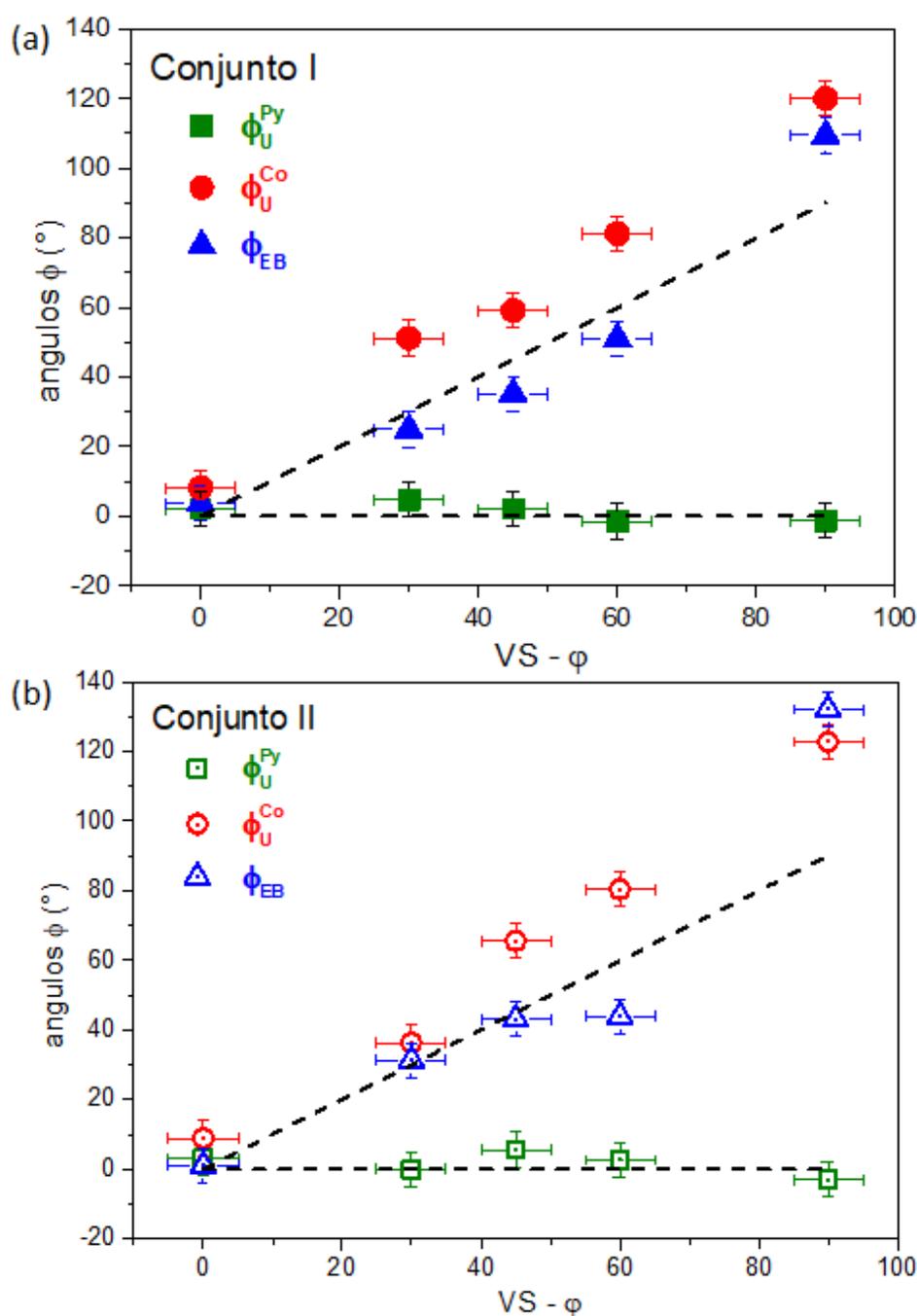


Figura 4.33 - Dependência angular dos eixos de anisotropia para Py (ϕ_U^{Py}), Co (ϕ_U^{Co}) e EB (ϕ_{EB}) para o Conjunto I-(a) e II-(b) conforme preestabelecidos na deposição oblíqua (representada pela linha preta pontilhada) para as amostras VS- $\varphi=0^\circ$, VS- $\varphi=30^\circ$, VS- $\varphi=45^\circ$, VS- $\varphi=60^\circ$ e VS- $\varphi=90^\circ$.

Atribuímos que as diferenças entre os valores ϕ , ϕ_U^{Co} e ϕ_{EB} também pode ser influenciada por outras contribuições anisotrópicas (campo de anisotropia rotatória (H_{RA}), campo H_{BL} , etc) e/ou por uma possível reorientação dos spins do Co (efeito de rotação induzido pela ação do campo H_{BL} que tende a alinhar as magnetizações do Co e Py) [93]. Por outro lado, enfatizamos que existe uma tendência de alinhamento entre os eixos uniaxial do Co e o unidirecional.

Em resumo, com base nos resultados do FMR, montamos um esquema das orientações das magnetizações, em um gráfico X-Y (Figura 4.34), para distinguirmos as diferentes orientações dos campos de anisotropias das VS dos Conjuntos I e II. Enquanto que nas medidas de magnetização (VSM – Conjunto I e MOKE – Conjunto II), exceto para as $VS-\phi = 0^\circ$ e $VS-\phi = 90^\circ$ e para direções bem específicas do campo aplicado H , os laços $M(H)$ eram complexos e difíceis de serem interpretados, com as medidas de FMR e as respectivas análises dos dados experimentais, fomos capazes de separar as principais contribuições e, fazer uma proposta efetiva do comportamento das direções e intensidades dos diferentes campos de anisotropia das VS. Observamos o papel direto da morfologia da camada espaçadora de Cu sobre os campos de anisotropias das VS com de Py e Co. Também verificamos que a rotação desta camada separadora propicia um melhor desacoplamento entre as corrugações induzidas pela deposição oblíqua, contribuindo para melhorar o processo de estabilização de *Exchange Bias* (maiores valores de H_{EB}) e também para otimizar e projetar VS com eixos de anisotropia não colineares [93].

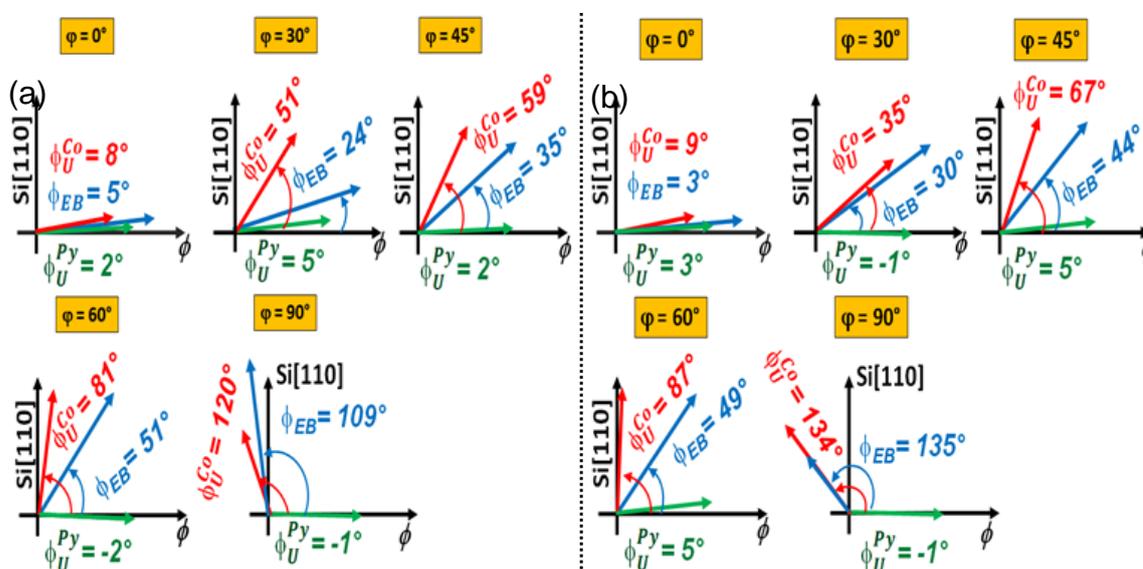


Figura 4.34 - Ângulos dos eixos de anisotropias ϕ para Py, Co e EB plotados em função da direção [110] do silício para o Conjunto I (a) e Conjunto II (b) das amostras $VS-\phi = 0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ e 90° .

4.4 - Análise de Magnetorresistência (MR) para o Conjunto I e II

Nesta seção, discutiremos somente os dados da magnetorresistência ($\Delta R/R$) das $VS - \varphi = 0^\circ$ e $VS - \varphi = 90^\circ$, pois essas amostras são as que possuem as máximas defasagens entre as direções das magnetizações relativas do Py e do Co. Lembramos que, em multicamadas, o efeito de magnetorresistência gigante (GMR) é máximo quando as magnetizações tem sentidos opostos. Disponibilizamos as demais curvas $\Delta R/R$, no Apêndice C. Como discutido no Capítulo 2, as principais contribuições para a $\Delta R/R$ em nosso sistema são: GMR e AMR (magnetorresistência anisotrópica).

Na Figura 4.35, apresentamos o comportamento da curva $\Delta R/R$ para a $VS - \varphi = 0^\circ$ do Conjunto II nas geometrias de medidas: (a) campo H e corrente elétrica i paralelos ($H \parallel i \parallel [110]$ do Si) e (b) campo H perpendicular à direção da corrente elétrica i [$H \perp (i \parallel [110])$ do Si]. Em (c) e (d), repetimos as curvas de MOKE para as geometrias $H \parallel [110]$ do Si e $H \perp [110]$ do Si, respectivamente.

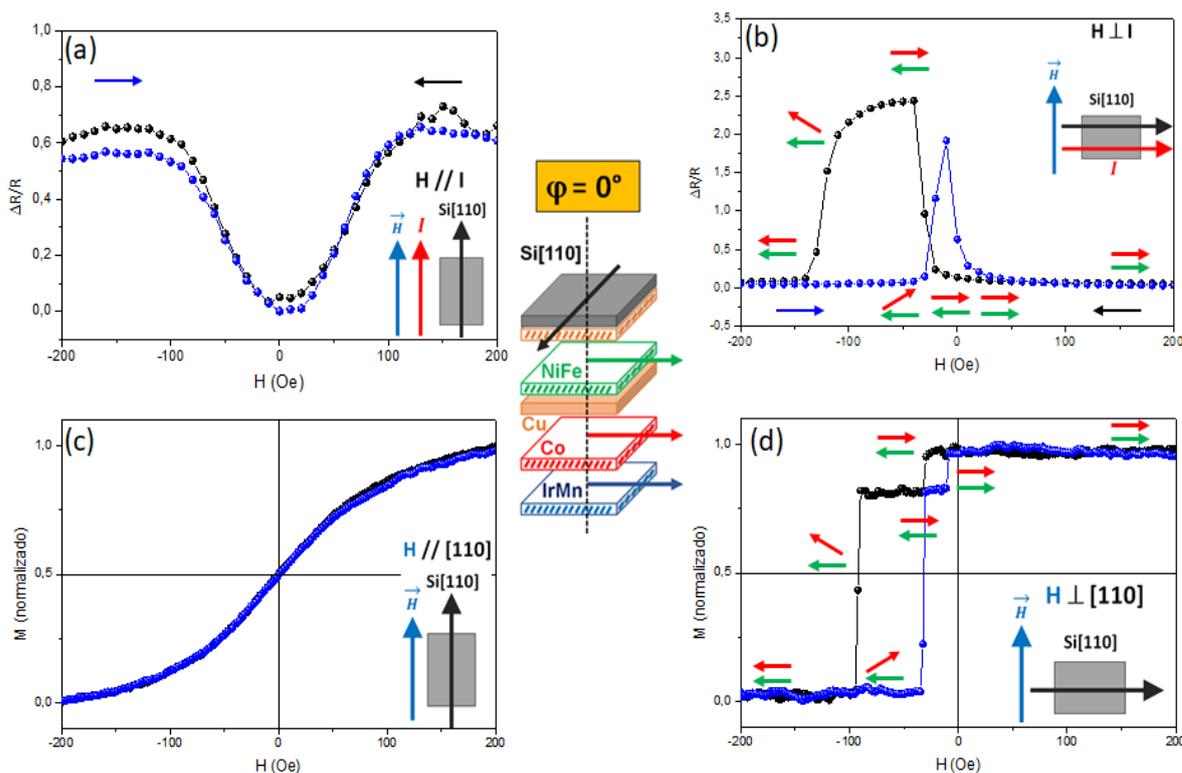


Figura 4.35 - Curvas de $\Delta R/R$ para a $VS - \varphi = 0^\circ$ (direção da magnetização do Py está paralelo à magnetização do Co) obtidas em duas geometrias de medidas (a) $H \parallel i \parallel [110]$ Si e (b) $H \perp (i \parallel [110])$ Si. Em (c) e (d), temos as curvas de MOKE para a geometria $H \parallel [110]$ Si e $H \perp [110]$ Si, respectivamente.

As curvas $\Delta R/R$ [Figura 4.35 (a)] praticamente não apresentam histereses quando aplicamos o campo H na direção de difícil magnetização [Figura 4.35(c)] das camadas de Py e Co na $VS - \varphi = 0^\circ$. O formato da curva $\Delta R/R$ é tipo uma parábola (concavidade voltada para cima), com variação entre o máximo e mínimo de 0,6 %. Embora haja as contribuições GMR e AMR, a dominante nesta configuração de campo H e corrente elétrica i é a da AMR. Por outro lado, quando aplicamos o campo H na direção de fácil do Py e do Co [Figura 4.35 (b) $H \perp (i \parallel [110] \text{ do Si})$] para a $VS - \varphi = 0^\circ$, há uma clara histerese na curva $\Delta R/R$ devido ao ciclo de campo H , conforme as setas indicando as orientações relativas das magnetizações ao longo de todo o ciclo de varredura do campo H entre $\pm 200 \text{ Oe}$ (valor de H que satura completamente as magnetizações do Py e do Co [Figura 4.35 (d)]). O valor $\Delta R/R$ máximo é aproximadamente de 2,5%. Esse valor é próximo dos reportados na literatura para sistemas similares [31–33,94].

Para o caso da $VS - \varphi = 90^\circ$ (magnetizações do Py e do Co aproximadamente perpendiculares), a curva de $\Delta R/R$ possui uma variação assimétrica em função do campo H [Figura 4.36 (a)]. Explicamos tal “oscilação” no comportamento de $\Delta R/R$, assumindo as contribuições da GMR e AMR. O sinal da GMR diminui com o aumento da intensidade do campo H , enquanto a AMR aumenta na configuração da medida [95]. Para a condição, em que o campo H é perpendicular à direção da corrente elétrica e esse campo H encontra-se paralelo ao eixo fácil do Py e perpendicular ao eixo do Co, a curva $\Delta R/R$ possui um pico em campos magnéticos negativos, com certa histerese magnética e cujo valor é reduzido para 1,5 % relativamente ao valor de 2,5 % observado para a $VS - \varphi = 0^\circ$, ambas as medidas foram realizadas na mesma configuração de campo H e corrente elétrica i .

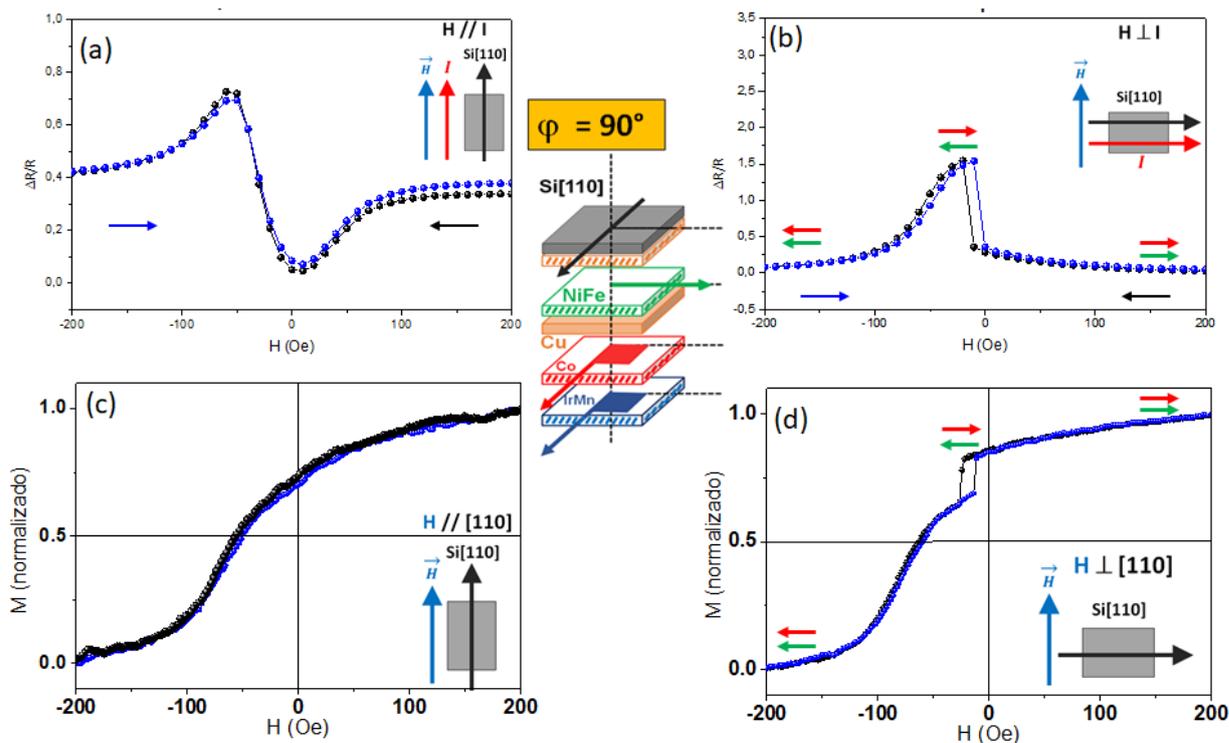


Figura 4.36 - Curvas de $\Delta R/R$ para a $VS-\phi=90^\circ$ (direção da magnetização do Py está perpendicular à magnetização do Co) obtidas em duas geometrias de medidas (a) $H//i//[110]Si$ e (b) $H \perp i//[110]Si$. Em (c) e (d), temos as curvas de MOKE para a geometria $H//[110]Si$ e $H \perp [110]Si$, respectivamente.

Na Figura 4.37, apresentamos os valores específicos de magnetorresistência ($\Delta R/R$) para as $VS - \phi = 0^\circ, VS - \phi = 30^\circ, VS - \phi = 45^\circ, VS - \phi = 60^\circ$ e $VS - \phi = 90^\circ$ dos Conjuntos I e II para as geometrias de medidas (a) $H // i // [110]$ do Si e (b) $H \perp (i // [110])$ do Si), respectivamente. Observamos da Figura 4.37(a) que, quando estamos no eixo duro magnético do Py e com a direção da magnetização do Co dependente de ϕ (coincidente em $\phi = 0^\circ$), observamos, para ambos os conjuntos de VS, que os valores de $\Delta R/R$ são praticamente constantes em função de ϕ (ângulo de rotação do crescimento dos grãos das camadas de Co e IrMn). Adicionalmente, os valores de $\Delta R/R$, nessa configuração, são menores (máximo de 0,8 %) do que os valores obtidos na configuração oposta (H perpendicular à corrente elétrica i), que são de 2,5 % [Figura 3.37(b)]. Por outro lado, na geometria de medida em que o campo H está na direção do eixo fácil do Py (corrente elétrica i perpendicular ao campo H), há uma diminuição dos valores de $\Delta R/R$ a medida que o valor de ϕ aumenta para as VS dos Conjuntos I e II.

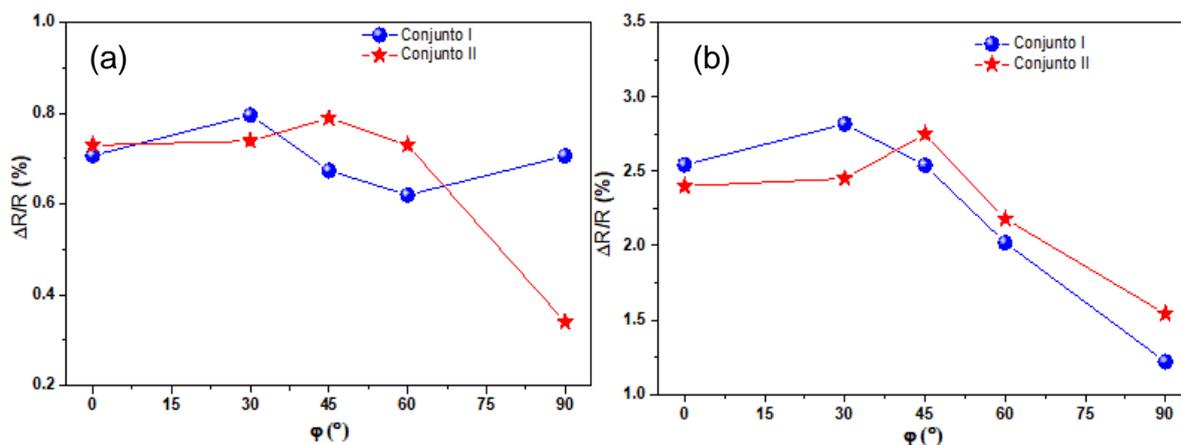


Figura 4.37 - Comportamentos dos valores $\Delta R/R$ em função ϕ de crescimento das camadas Co e IrMn para as VS dos Conjuntos I e II (VS- $\phi=0^\circ$, VS- $\phi=30^\circ$, VS- $\phi=45^\circ$, VS- $\phi=60^\circ$ e VS- $\phi=90^\circ$) para as medidas de magnetorresistência nas geometrias (a) $H \parallel i \parallel [110]Si$ e (b) $H \perp i \parallel [110]Si$.

Dos resultados e das análises apresentadas neste capítulo, concluímos que podemos controlar, dentro de certo grau de precisão, o ângulo entre as direções de anisotropias das camadas de Py e Co, usando a geometria da deposição oblíqua pelo método de *Sputtering*. Todavia os valores de magnetorresistência mostram que a deposição do cobre espaçador parado ou girando (Conjunto I e II) não afeta muito os valores $\Delta R/R$, embora podemos observar que a redução de $\Delta R/R$ ocorre principalmente pelas diferenças de corrugações criadas pela deposição oblíqua, resultando em maiores valores de $\Delta R/R$ nas VS- $\phi=0^\circ$, VS- $\phi=30^\circ$ e VS- $\phi=45^\circ$ para os dois conjuntos de amostras.

5. Conclusões

Nesta tese de doutorado, comprovamos a hipótese de que a técnica de deposição oblíqua é versátil o suficiente para preparação de heteroestruturas do tipo válvulas de spins (VS) com anisotropias não colineares. Podemos destacar três efeitos muito interessantes nestes dispositivos (VS): a magnetorresistência gigante, o acoplamento magnético bilinear entre as camadas ferromagnéticas [*permalloy* (Py = Ni₈₁Fe₁₉) e cobalto (Co) separadas por cobre (Cu)], e por fim, o *Exchange Bias* (EB), que ocorre devido ao contato atômico entre um material ferromagnético (Co) e um antiferromagnético (Ir₂₀Mn₈₀). Na versão convencional das VS, as direções das magnetizações das camadas ferromagnéticas são determinadas pela sua interação de troca mediada pelo espaçador, gerando somente acoplamentos paralelos (bilinear) e perpendiculares (biquadráticos) entre as magnetizações das camadas ferromagnéticas. O processo de deposição oblíqua, produz grãos colunares com corrugações superficiais, sendo esta, responsável por estabelecer uma anisotropia magnética uniaxial de forma, perpendicular ao feixe de deposição no plano do filme.

Desenvolvemos uma metodologia de fabricação de amostras usando a deposição oblíqua do sistema *Sputtering Orion 8* (geometria confocal dos *magnetrons*), para preparação de VS do tipo Cu(8nm)/Py(10nm)/Cu(5nm)/Co(10nm)/IrMn(8nm), controlando as direções relativas entre os eixos de anisotropia do Py e do Co. O ângulo entre estes eixos de anisotropia é controlado pela associação da deposição oblíqua com a rotação do porta-amostra em ângulos azimutais (φ) antes da deposição de cada camada. Preparamos dois Conjuntos de VS onde mudamos somente a morfologia da camada de Cu(5nm). No Conjunto I todas as camadas foram depositadas com o substrato em repouso e, no Conjunto II a camada de Cu separadora era rotacionada de 40 *rpm*.

Realizamos a caracterização cristalográfica destas heteroestruturas foi feita pela técnica de difração de raios-X (GIXRD e DRX). A análise dos crescimentos das heteroestruturas camada por camada e das VS propriamente ditas $VS-\varphi = 0^\circ$, $VS-\varphi = 30^\circ$, $VS-\varphi = 45^\circ$, $VS-\varphi = 60^\circ$ e $VS-\varphi = 90^\circ$, onde φ é o ângulo de rotação dos grãos colunares das camadas de Cu/Co/IrMn evidencia que crescemos as camadas de Cu(8nm), Py(10nm), Cu(5nm), Co(10nm), e IrMn(8nm) texturizadas na direção dos planos (111), com a fase cúbica de face centrada (FCC) para ambos os

Conjuntos (I e II) de amostras. Portanto, observamos que a texturização cristalográfica não é dependente da rotação da camada espaçadora de Cu(5nm). Esse fato possibilita a comparação das VS dos Conjuntos I e II, ou seja, não há mudança estrutural, mas as rugosidades interfaciais são alteradas, conforme observamos nas análises de refletividade de raios-X (RRX) dos Conjuntos I e II e das amostras controles (Cu/Py, Cu/Co e Cu/Co/IrMn). Demonstramos que o empilhamento de sucessivas camadas propaga as rugosidades para as camadas seguintes, tornando o sistema da VS complexo para uma análise quantitativa. Verificamos o aumento da intensidade das frangas de Kiessig para o Conjunto II, indicando que a rugosidade interfacial diminuiu.

Estudamos as propriedades magnéticas com medidas de dependências angulares das curvas de $M(H)$ em temperatura ambiente, obtidas pelas técnicas de magnetometrias de VSM e MOKE. Usamos principalmente a técnica de FMR para caracterizar de forma quantitativa as anisotropias presentes na amostra. Como a deposição oblíqua estabelece uma morfologia característica de grãos alongados nas camadas ferromagnéticas, conseqüentemente induziu uma direção bem definida para os eixos de anisotropias uniaxiais. Confirmamos que a deposição oblíqua das nanoestruturas controles [Py(10nm), Co(10nm) e Co(10nm)/IrMn(8nm)] estabelece direções dos eixos de anisotropia uniaxiais e o de anisotropia unidirecional. Verificamos que a direção do eixo uniaxial do Py (ϕ_U^{Py}) foi a mesma prevista no projeto de construção para todas as VS- φ_i . O Py foi depositado diretamente sobre a camada *buffer* (Cu), além disso, estes filmes têm suas morfologias granulares (corrugações) alinhadas, potencializadas pelo efeito de *self-shadowing*. Podemos dizer que o eixo uniaxial da camada de Co para as amostras VS- $\varphi = 0^\circ$ está alinhado com o eixo ϕ_U^{Py} dentro da precisão experimental de $\pm 5^\circ$ devido ao posicionamento da amostra no *sputtering* e no FMR. Entretanto, como o sistema estudado é uma VS, onde os efeitos das interações dos acoplamentos bilinear e de *Exchange Bias* estão presentes e correlacionados, observamos uma defasagem da direção estabilizada para a encontrada do eixo uniaxial do Co ($\phi_U^{Co} > \varphi \neq 0^\circ$), para todas as válvulas de spin projetadas com eixos uniaxiais não colineares (VS- $\varphi \neq 0^\circ$). Isto está associado a morfologia da camada espaçadora de Cu e, a competição entre o acoplamento bilinear e o campo uniaxial do Co (H_U^{Co}). A deposição oblíqua também contribuiu para a estabilização do efeito de EB sem a necessidade de protocolos externos (deposição

com campo aplicado ou o resfriamento com campo – FC). Como a camada de Co tem uma direção bem definida de eixo fácil de magnetização e serve de camada semente para o IrMn, durante a deposição da camada AF a interação de *Exchange* na interface tende a orientar a anisotropia antiferromagnética paralela a magnetização do Co. Associamos a diferença entre o eixo uniaxial ϕ_U^{Co} e o eixo unidirecional ϕ_{EB} , a presença do acoplamento bilinear ferromagnético. Este acoplamento tende a alinhar a magnetização do Py com a do Co, sendo esta a responsável pela orientação ϕ_{EB} . Determinamos os valores de campos de anisotropias (H_U^{Py} : uniaxial do Py; H_U^{Co} uniaxial do Co; H_{EB} : unidirecional da EB; H_{BL} : bilinear de troca; H_{RA} : rotatória do IrMn) bem como seus ângulos efetivos direcionais, através de ajustes de curvas de dependência angular do campo de ressonância ferromagnética $H_R(\phi_H)$ obtidos para cada VS. Em geral, além de confirmar que a $VS-\varphi = 0^\circ$ é a que apresenta a menor defasagem dos ângulos das anisotropias, os resultados dos ajustes das curvas $H_R(\phi_H)$ nos permitem inferir que as direções dos eixos de anisotropia do Co e a direção do eixo de anisotropia unidirecional do EB aumentam, conforme aumentamos o ângulo φ das VS para ambos os Conjuntos I e II. Adicionalmente, temos que, com a deposição do espaçador de cobre girando Cu(5nm) (Conjunto II), obtemos valores maiores de H_{EB} nas $VS-\varphi$ ($\varphi = 0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ e 90°), mostrando que uma interface de Cu(5nm)/Co(10nm) menos rugosa possibilitou uma melhor estabilização do efeito de EB.

Demonstramos que as medidas de magnetorresistência ($\Delta R/R$), para as configurações das VS dos Conjuntos I e II ($VS-\varphi = 0^\circ, VS-\varphi = 30^\circ, VS-\varphi = 45^\circ$) produzem valores médios de $\Delta R/R \sim 2,5\%$ na geometria de medida $H \perp (i \parallel [110]Si)$, enquanto para a geometria $H \parallel (i \parallel [110]Si)$, obtemos valores de $\Delta R/R \sim 0,7\%$ que são independentes do ângulo φ das VS. De um modo geral, os valores da MR parecem não depender da morfologia da camada de Cu espaçadora. Um ponto importante que fica para estudos futuros é aprofundar o estudo do efeito da rugosidade induzida pelos grãos colunares sobre os campos de H_{EB} , H_{BL} e H_{RA} e, por sua vez, sobre o efeito de MR para espessuras menores do espaçador e para diferentes tipos de espaçadores (por exemplo, Ru que propicia uma maior magnitude no acoplamento bilinear).

Em síntese, nesta tese de doutorado, conseguimos ajustar o ângulo entre as direções dos eixos de anisotropia das camadas de Py e Co em um intervalo angular

entre 0° a 90° , pré-ajustando as direções dos eixos de anisotropia uniaxial separadamente para cada camada ferromagnética da VS usando a geometria da deposição oblíqua do *Sputtering Orion-8 confocal*. Nos sistemas VS do tipo Cu(8nm)/Py(10nm)/Cu(5nm)/Co(10nm)/IrMn(8nm), a direção do eixo de fácil magnetização do Py é definida com precisão, pois é estabelecida pelo eixo de anisotropia uniaxial, enquanto para a camada de Co há competição entre anisotropia uniaxial do processo de deposição oblíqua, a interação de troca indireta entre Py e Co via Cu e a anisotropia unidirecional (EB) da interface Co/IrMn; as duas últimas são dependentes da morfologia da camada espaçadora de Cu. Essas interações provocam uma reorientação de spins da camada de Co, a qual desalinha a direção da sua magnetização previamente estabelecida pela anisotropia uniaxial do processo de deposição oblíqua. A possibilidade de estabelecer um acoplamento não-colinear entre as camadas FM (Py e Co nesse caso) em sistemas VS propicia aprofundar na física básica envolvida em dispositivos do tipo VS, que tem alto potencial de aplicação tecnológica.

6. Referências Bibliográficas

- [1] Coey, J.M.D.M.D., **Magnetism and Magnetic Materials**, 1st ed., Cambridge University Press, New York, USA, 2010.
- [2] Guimarães, A.P., **Principles of Nanomagnetism**, 1st ed., Springer, New York, USA, 2009.
- [3] Cullity, B.D.; Graham, C.D., **Introduction to Magnetic Materials**, 2nd ed., Wiley-IEEE Press, New Jersey, USA, 2009.
- [4] Baibich, M.N.; Broto, J.M.; Fert, A., **Giant Magnetoresistance of (001)Fe/(001)Cr Magnetic Superlattices**, Phys. Rev. Lett. 61 (1988).
- [5] Meiklejohn, W.H.; Bean, C.P., **New magnetic anisotropy**, Phys. Rev. 102 (1956) 904–913.
- [6] Meiklejohn, W.H., **New Magnetic Anisotropy**, Phys. Rev. 105 (1957).
- [7] Meiklejohn, W.H., **Exchange anisotropy—a review**, J. Appl. Phys. 33 (1962) 1328–1336.
- [8] Meiklejohn, W.H., **Exchange anisotropy—a review**, J. Appl. Phys. 33 (1962) 1328–1336.
- [9] Nogués, J.; Schuller, I.K., **Exchange bias**, J. Magn. Magn. Mater. 192 (1999) 203–232.
- [10] Berkowitz, A.E.; Takano, K., **Exchange anisotropy - a review**, J. Magn. Magn. Mater. 200 (1999) 552–570.
- [11] S. S. P. Parkin, N.M.; Roche, K.P., **Letters.**, Phys. Rev. Lett. 23 (1990) 130.
- [12] Parkin, S.S.P., **Giant Magnetoresistance in Magnetic Nanostructures**, Annu. Rev. Mater. Sci. 25 (1995) 357–388.
- [13] Malozemoff, A., **Random-field model of exchange anisotropy at rough ferromagnetic-antiferromagnetic interfaces**, Phys. Rev. B. 35 (1987) 3679–3682.
- [14] Slonczewski, J.C., **Overview of interlayer exchange theory**, J. Magn. Magn. Mater. 150 (1995) 13–24.
- [15] Barnaś, J., **Intrinsic biquadratic contribution to interlayer coupling in magnetic layered structures**, J. Magn. Magn. Mater. 123 (1993) 21–24.
- [16] Barranco, A.; Borrás, A.; Gonzalez-Elipe, A.R.; Palmero, A., **Perspectives on oblique angle deposition of thin films: From fundamentals to devices**, Prog. Mater. Sci. 76 (2016) 59–153.
- [17] Phuoc, N.N.; Xu, F.; Ong, C.K., **Tuning magnetization dynamic properties of Fe- SiO₂ multilayers by oblique deposition**, J. Appl. Phys. 105 (2009).
- [18] Phuoc, N.N.; Ong, C.K., **Influence of ferromagnetic thickness on dynamic anisotropy in exchange-biased MnIr/FeCo multilayered thin films**, Phys. B Condens. Matter. 406 (2011) 3514–3518.
- [19] Phuoc, N.N.; Chai, G.; Ong, C.K., **Enhancing exchange bias and tailoring microwave properties of FeCo/MnIr multilayers by oblique deposition**, J. Appl. Phys. 112 (2012).
- [20] Phuoc, N.N.; Soh, W.T.; Chai, G.; Ong, C.K., **Investigation of magnetic properties and microwave characteristics of obliquely sputtered NiFe/MnIr bilayers**, J. Appl. Phys. 113 (2013) 0–6.
- [21] Phuoc, N.N.; Ong, C.K., **Non-linear interplay between exchange-bias-induced unidirectional anisotropy and oblique-deposition-induced**

- uniaxial anisotropy**, J. Appl. Phys. 114 (2013) 0–6.
- [22] Phuoc, N.N.; Ong, C.K., **Strain-driven fractional spontaneous exchange bias in ferromagnetic/ antiferromagnetic thin films with composition-graded ferromagnetic layer**, J. Appl. Phys. 115 (2014).
- [23] Tait, R.N.; Smyb, T.; Bretta, M.J., **Modelling and characterization of columnar growth in evaporated films**, 226 (1993) 196–201.
- [24] Zhu, X.; Wang, Z.; Zhang, Y.; Xi, L.; Wang, J.; Liu, Q., **Tunable resonance frequency of FeNi films by oblique sputtering**, J. Magn. Mater. 324 (2012) 2899–2901.
- [25] Li, C.; Chai, G.; Yang, C.; Wang, W.; Xue, D., **Tunable zero-field ferromagnetic resonance frequency from S to X band in oblique deposited CoFeB thin films**, (2015) 1–7.
- [26] Niewehuizen, J.M.; Haanstra, H.B., **Microfractography of thin films**, Philips Tech. Rev. 27 (1966) 87–91.
- [27] Hawkeye, M.M.; Brett, M.J., **Glancing angle deposition: Fabrication, properties, and applications of micro- and nanostructured thin films**, J. Vac. Sci. Technol. A Vacuum, Surfaces, Film. 25 (2007) 1317.
- [28] Castro, I.L.; Nascimento, V.P.; Passamani, E.C.; Takeuchi, A.Y.; Larica, C.; Tafur, M.; et al., **The role of the (111) texture on the exchange bias and interlayer coupling effects observed in sputtered NiFe/IrMn/Co trilayers**, J. Appl. Phys. 113 (2013).
- [29] Rodriguez-Suarez, R.L.; Vilela-Leao, L.H.; Bueno, T.; Oliveira, A.B.; De Almeida, J.R.L.; Landeros, P.; et al., **Critical thickness investigation of magnetic properties in exchange-coupled bilayers**, Phys. Rev. B - Condens. Matter Mater. Phys. 83 (2011).
- [30] Bertelli, T.P.; Bueno, T.E.P.; Krohling, A.C.; Silva, B.C.; Rodríguez-Suárez, R.L.; Nascimento, V.P.; et al., **Magnetic anisotropy of Co thin films: Playing with the shadowing effect, magnetic field and substrate spinning**, J. Magn. Mater. 426 (2017) 636–640.
- [31] Valet, T.; Jacquet, J.C.; Galtier, P.; Coutellier, J.M.; Pereira, L.G.; Morel, R.; et al., **Interplay between oscillatory exchange coupling and coercivities in giant magnetoresistive [Ni 80 Fe 20 /Cu/Co/Cu] multilayers**, Appl. Phys. Lett. 61 (1992) 3187–3189.
- [32] Lottis, D.; Fert, A.; Morel, R.; Pereira, L.G.; Jacquet, J.C.; Galtier, P.; et al., **Magnetoresistance in rf-sputtered (NiFe/Cu/Co/Cu) spin-valve multilayers**, J. Appl. Phys. 73 (1993) 5515–5517.
- [33] Kools, J.C.S., **Effect of energetic particle bombardment during sputter deposition on the properties of exchange-biased spin-valve multilayers**, J. Appl. Phys. 77 (1995) 2993–2998.
- [34] Egry, I.; Ratke, L.; Kolbe, M.; Chatain, D.; Curiotto, S.; Battezzati, L.; et al., **Interfacial properties of immiscible Co-Cu alloys**, J. Mater. Sci. 45 (2010) 1979–1985.
- [35] Kiwi, M., **Exchange bias theory**, J. Magn. Mater. 234 (2001) 584–595.
- [36] Ruderman, M.A.; Kittel, C., **Indirect Exchange Coupling of Nuclear Magnetic Moments by Conduction Electrons**, Phys. Rev. 96 (1954) 99–102.
- [37] Kasuya, T., **A Theory of Metallic Ferro- and Antiferromagnetism on Zener's Model**, Prog. Theor. Phys. 16 (1956) 45–57.
- [38] Yosida, K., **Magnetic Properties of Cu-Mn Alloys**, Phys. Rev. 106 (1957).
- [39] Burstein, E.; Cohen, M.L.; Mills, D.L.; Stiles, P.J., **Nanomagnetism Ultrathin Films, Multilayers and Nanostructures**, Elsevier, Netherlands, USA, 2006.

- [40] Fert, A.; Grünberg, P.; Barthélémy, A.; Petroff, F.; Zinn, W., **Layered magnetic structures: interlayer exchange coupling and giant magnetoresistance**, *J. Magn. Magn. Mater.* 140–144 (1995) 1–8.
- [41] Demokritov, S.O., **Biquadratic interlayer coupling in layered magnetic systems**, *J. Phys. D. Appl. Phys.* 31 (1998) 925–941.
- [42] Demokritov, S.; Wolf, J.A.; Grünberg, P., **Evidence for oscillations in the interlayer coupling of Fe films across Cr films from spin waves and M(H) curves**, *Euro. Phys. Lett.* 15 (1991) 881.
- [43] Demokritov, S.O., **Biquadratic interlayer coupling in layered magnetic systems**, *J. Phys. D. Appl. Phys.* 31 (1999) 925–941.
- [44] Coey, J.M.D., **Magnetism and Magnetic Materials**, 2010.
- [45] Parkin, S.S.P.; Mauri, D., **Spin engineering: Direct determination of the Ruderman-Kittel-Kasuya-Yosida far-field range function in ruthenium**, *Phys. Rev. B.* 44 (1991) 7131–7134.
- [46] Kiwi, M., **Exchange bias theory**, *J. Magn. Magn. Mater.* 234 (2001) 584–595.
- [47] Dieny, B.; Speriosu, V.S.; Parkin, S.S.P.; Gurney, B.A.; Wilhoit, D.R.; Mauri, D., **Giant magnetoresistive in soft ferromagnetic multilayers**, *Phys. Rev. B.* 43 (1991) 1297–1300.
- [48] Gillies, M.F.; Chapman, J.N.; Kools, J.C.S., **Magnetization reversal mechanisms in NiFe/Cu/NiFe/FeMn spin-valve structures**, *J. Appl. Phys.* 78 (1995) 5554–5562.
- [49] Schrag, B.D.; Anguelouch, A.; Ingvarsson, S.; Xiao, G.; Lu, Y.; Trouilloud, P.L.; et al., **Neel “orange-peel” coupling in magnetic tunneling junction devices**, 77 (2000) 2373–2375.
- [50] Kools, J.C.S., **On the Ferromagnetic Interlayer Coupling in Exchange-Biased Spin-Valve Multilayers - Magnetism**, *IEEE Transactions on, IEEE Trans. Magn.* 31 (1995) 3918–3920.
- [51] Kools, J.C.S.; Kula, W.; Mauri, D.; Lin, T., **Effect of finite magnetic film thickness on Néel coupling in spin valves**, *J. Appl. Phys.* 85 (1999) 4466–4468.
- [52] Kano, H.; Kagawa, K.; Suzuki, A., **Substrate temperature effect on giant magnetoresistance of sputtered Co/Cu multilayers**, *Appl. Phys. Lett.* 63 (1993) 2839–2841.
- [53] Honda, S.; Ohmoto, S.; Imada, R., **Giant magnetoresistance in Co/Cu multilayers sputter-deposited**, *J. Magn. Magn. Mater.* 126 (1993) 419–421.
- [54] Grünberg, P.; Bürgler, D.E.; Gareev, R.; Olligs, D.; Buchmeier, M.; Breidbach, M.; et al., **Experiments on the relation between GMR and interface roughness and on the interlayer exchange coupling across semiconductors**, *J. Phys. D. Appl. Phys.* 35 (2002) 2403–2409.
- [55] Körner, M.; Lenz, K.; Liedke, M.O.; Strache, T.; Mücklich, A.; Keller, A.; et al., **Interlayer exchange coupling of Fe/Cr/Fe thin films on rippled substrates**, *Phys. Rev. B - Condens. Matter Mater. Phys.* 80 (2009) 1–6.
- [56] Tang, F.; Liu, D.L.; Ye, D.X.; Zhao, Y.P.; Lu, T.M.; Wang, G.C.; et al., **Magnetic properties of Co nanocolumns fabricated by oblique-angle deposition**, *J. Appl. Phys.* 93 (2003) 4194–4200.
- [57] Hara, K.; Kamiya, M.; Hashimoto, T.; Okamoto, K., **Oblique-incidence anisotropy of the iron films evaporated at low substrate temperatures**, *J. Magn. Magn. Mater.* 73 (1988) 161–166.
- [58] Chen, L.; Lu, T.M.; Wang, G.C., **Incident flux angle induced crystal texture transformation in nanostructured molybdenum films**, *J. Appl. Phys.* 112

- (2012).
- [59] Wang, G.; Dong, C.; Wang, W.; Wang, Z.; Chai, G.; Jiang, C.; et al., **Observation of rotatable stripe domain in permalloy films with oblique sputtering**, *J. Appl. Phys.* 112 (2012) 9–13.
- [60] Phuoc, N.N.; Xu, F.; Ong, C.K., **Tuning magnetization dynamic properties of Fe- SiO₂ multilayers by oblique deposition**, *J. Appl. Phys.* 105 (2009) 0–4.
- [61] Li, C.; Chai, G.; Yang, C.; Wang, W.; Xue, D., **Tunable zero-field ferromagnetic resonance frequency from S to X band in oblique deposited CoFeB thin films**, *Sci. Rep.* 5 (2015) 17023.
- [62] McMichael, R.D.; Lee, C.G.; Bonevich, J.E.; Chen, P.J.; Miller, W.; Jr, W.F.E., **Strong anisotropy in thin magnetic films deposited on obliquely sputtered Ta underlayers** **Strong anisotropy in thin magnetic films deposited on obliquely sputtered Ta underlayers**, 5296 (2000) 5296–5299.
- [63] Rodríguez-Suárez, R.L.; Vilela-Leão, L.H.; Bueno, T.; Mendes, J.B.S.; Landeros, P.; Rezende, S.M.; et al., **Tunable misalignment of ferromagnetic and antiferromagnetic easy axes in exchange biased bilayers**, *Appl. Phys. Lett.* 100 (2012) 242406.
- [64] Merino, I.L.C., Tese de Doutorado: Fenômenos de Exchange Bias e Exchange Spring em Tricamadas NiFe/IrMn/Co: A Influência da Textura Cristalográfica da camada IrMn, UFES, 2013.
- [65] Krohling, A.C., Dissertação Anisotropia unidirecional anômala induzida em bicamadas NiFe/IrMn, UFES, 2015.
- [66] Bertelli, T.P., Tese de Doutorado: Controle das Estruturas Cristalinas e Anisotropias Magnéticas em Filmes à Base de Co e Gd, UFES, 2015.
- [67] Nascimento, V.P., Tese de Doutorado: Estudo das Interfaces nas Multicamadas NiFe/FeMn/NiFe, CBPF - RJ, 2005.
- [68] Cullity, B.D.; Stock, S.R., **Elements of X-ray diffraction, 3rd edition**, 2001.
- [69] Gangopadhyay, S.; Shen, J.X.; Kief, M.T.; Barnard, J.A.; Parked, M.R., **Different Buffer Layers and Substrates** ., *IEEE Trans. Magn.* 31 (1995) 3933–3935.
- [70] Mote, V.; Purushotham, Y.; Dole, B., **Williamson-Hall analysis in estimation of lattice strain in nanometer-sized ZnO particles**, *J. Theor. Appl. Phys.* 6 (2012) 6.
- [71] Birkholz, M., **Thin Film Analysis by X-Ray Scattering**, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Germany, 2006.
- [72] Elzo, M.; Jal, E.; Bunau, O.; Grenier, S.; Joly, Y.; Ramos, A.Y.; et al., **X-ray resonant magnetic reflectivity of stratified magnetic structures: Eigenwave formalism and application to a W/Fe/W trilayer**, *J. Magn. Magn. Mater.* 324 (2012) 105–112.
- [73] Miranda, M.C., Dissertação de Mestrado: Perfil Magnético da Multicamada MgO (001)/ Fe / Ta Perfil Magnético da Multicamada MgO (001)/ Fe / Ta, UFES, 2018.
- [74] Binnig, G.; Quate, C.F., **Atomic Force Microscope**, *Phys. Rev. Lett.* 56 (1986) 930–933.
- [75] Giessibl, F.J., **Advances in atomic force microscopy**, *Rev. Mod. Phys.* 75 (2003) 949–983.
- [76] Eaton, P.; West, P., **Atomic orce Microscopy**, 2010.
- [77] Guimarães, A.P., **Magnetismo e Ressonância Magnética em Sólidos**, 1st ed., EDUSP, São Paulo, Brasil, 2009.
- [78] Gomes, G.F. de M., Dissertação de Mestrado: Estudo in-situ de lmes magnéticos ultra nos por magnetometria Kerr e técnicas de superfície, UFMG,

- 2009.
- [79] **Kerr J.**, *Phil. Mag.* 3. (1877) 321.
 - [80] **Kerr J.**, *Phil. Mag.* 5. (1878) 161.
 - [81] Gustavo, F., Tese de Doutorado: Estudo in-situ de filmes ultrafinos de Fe₃O₄/Pd(100), Fe₃O₄/Ag(100) e γ -Fe₂O₃/Pd(111) por dicroísmo circular magnético de raios-X, UFMG, 2014.
 - [82] Yang, Z.J.; Scheinfein, M.R., **Combined three-axis surface magneto-optical Kerr effects in the study of surface and ultrathin-film magnetism**, *J. Appl. Phys.* 74 (1993) 6810–6823.
 - [83] den Broeder, F.J. a.; Hoving, W.; Bloemen, P.J.H., **Magnetic anisotropy of multilayers**, *J. Magn. Magn. Mater.* 93 (1991) 562–570.
 - [84] Tannous, C.; Gieraltowski, J., **The Stoner-Wohlfarth model of ferromagnetism**, *Eur. J. Phys.* 29 (2008) 475–487.
 - [85] Rodary, G.; Repain, V.; Stamps, R.L.; Girard, Y.; Rohart, S.; Tejeda, A.; et al., **Influence of grain boundaries on the magnetization reorientation transition in ultrathin films**, *Phys. Rev. B - Condens. Matter Mater. Phys.* 75 (2007) 1–4.
 - [86] Takahata, T.; Araki, S.; Shinjo, T., **Magnetism and magnetoresistance of metallic multilayers**, *J. Magn. Magn. Mater.* 82 (1989) 287–293.
 - [87] Bueno, T.E.P., Estudo de bicamadas FM / AF e válvulas de spin por ressonância ferromagnética, UFMG, 2014.
 - [88] Heinrich, B.; Bland, J., **Ultrathin Magnetic Structures II**, 1994.
 - [89] Rodríguez-Suárez, R.L.; Vilela-Leão, L.H.; Bueno, T.; Mendes, J.B.S.; Landeros, P.; Rezende, S.M.; et al., **Tunable misalignment of ferromagnetic and antiferromagnetic easy axes in exchange biased bilayers**, *Appl. Phys. Lett.* 100 (2012) 242406.
 - [90] Nickel, J., **Magnetoresistance Overview**, *Current. Computer P* (1995) HPL-95-60.
 - [91] Chan, J.; Friedberg, P., **Four-point probe manual**, EECS 143 Microfabr. Technol. (2002) 1–3.
 - [92] Radu, F.; Sánchez-Barriga, J., **Ferrimagnetic Heterostructures for Applications in Magnetic Recording**, Elsevier Inc., 2018.
 - [93] Krohling, A.C.; Bueno, T.E.P.; Nascimento, V.P.; Larica, C.; Krambrock, K.; Menzel, D.; et al., **Spin valve heterostructures built using the shadowing effect: Setting NiFe and Co magnetization directions for non-collinear couplings**, *Appl. Phys. Lett.* 111 (2017).
 - [94] Tanuma, T.; Takahashi, S.; Maeda, A.; Kume, M.; Kuroki, K., **Steep MR change in NiFe/Cu/Co trilayers**, *IEEE Trans. Magn.* 31 (1995) 3955–3957.
 - [95] Rizal, C.; Moa, B.; Wingert, J.; Shpyrko, O.G., **Magnetic anisotropy and magnetoresistance properties of Co/Au multilayers**, *IEEE Trans. Magn.* 51 (2015) 1–6.
 - [96] Hsieh, C.T.; Liu, J.Q.; Lue, J.T., **Magnetic force microscopy studies of domain walls in nickel and cobalt films**, 252 (2005) 1899–1909.

Apêndice A

Magnetometria VSM e MOKE

Neste apêndice disponibilizamos um conjunto de medidas magnéticas de VSM e MOKE realizadas nas amostras dos Conjuntos I e II, assim como em algumas amostras controles que preparamos para estudos específicos.

Conjunto I: Dados de magnetometria VSM

Laços de histereses $M(H)$ das amostras $VS-\varphi = 30^\circ, 45^\circ$ e 60° na Figura A.1, A.2 e A.3: as setas preta, verde, vermelha e azul representam a direção [110] do substrato de silício, os eixos uniaxiais do Permalloy = Py ($\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}$), o *Exchange Bias* e a direção do campo magnético respectivamente. Em cada curva $M(H)$ o campo faz um ângulo θ com o eixo uniaxial do Py, variamos o ângulo em cinco posições diferentes $\theta = 0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ e 90° para obter o comportamento angular das anisotropias envolvidas. A figura no canto inferior direito representa o nome da válvula de spin, por exemplo na Figura A.1 temos a $VS - \varphi = 30^\circ$ com as setas representam a pré-estabilização dos eixos de anisotropia.

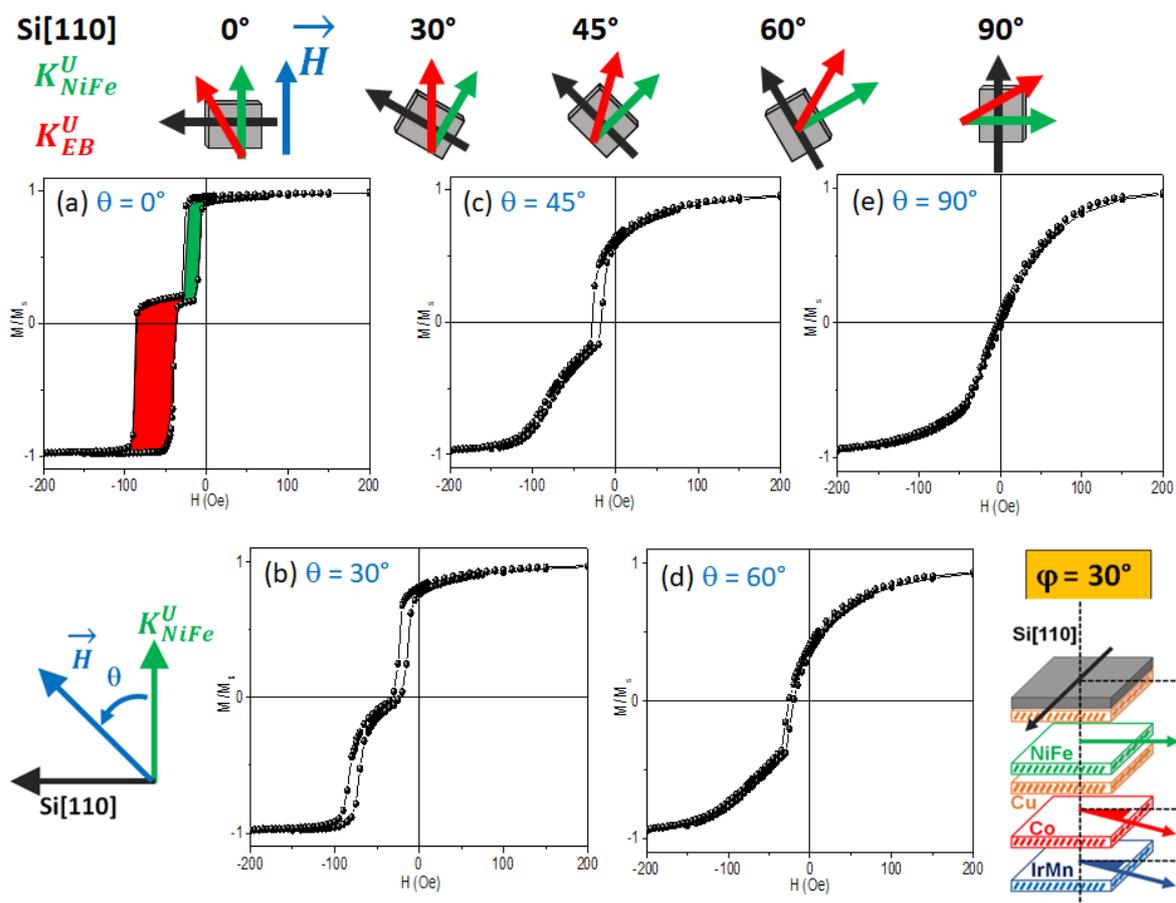


Figura A.1 - Laços $M(H)$ da VS - $\varphi = 30^\circ$ obtidos para diferentes ângulos θ (definido no texto), conforme indicado na figura ($\theta = 0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ e 90°). As setas verdes e vermelhas representam as direções das anisotropias do Py e Co, enquanto as azuis a direção de campo aplicado H . No lado direito inferior, esquema mostrando o arranjo das camadas e direções das anisotropias das camadas e interfaces. VS- $\varphi=0^\circ$: $Si(110)/Cu(8nm-\varphi=0^\circ)/Py(10nm-\varphi=0^\circ)/Cu(5nm-\varphi=30^\circ)/Co(10nm-\varphi=30^\circ)/IrMn(8nm-\varphi=30^\circ)/Cu(3nm-\varphi=30^\circ)$.

Laços $M(H)$ da amostra $VS - \varphi = 45^\circ$:

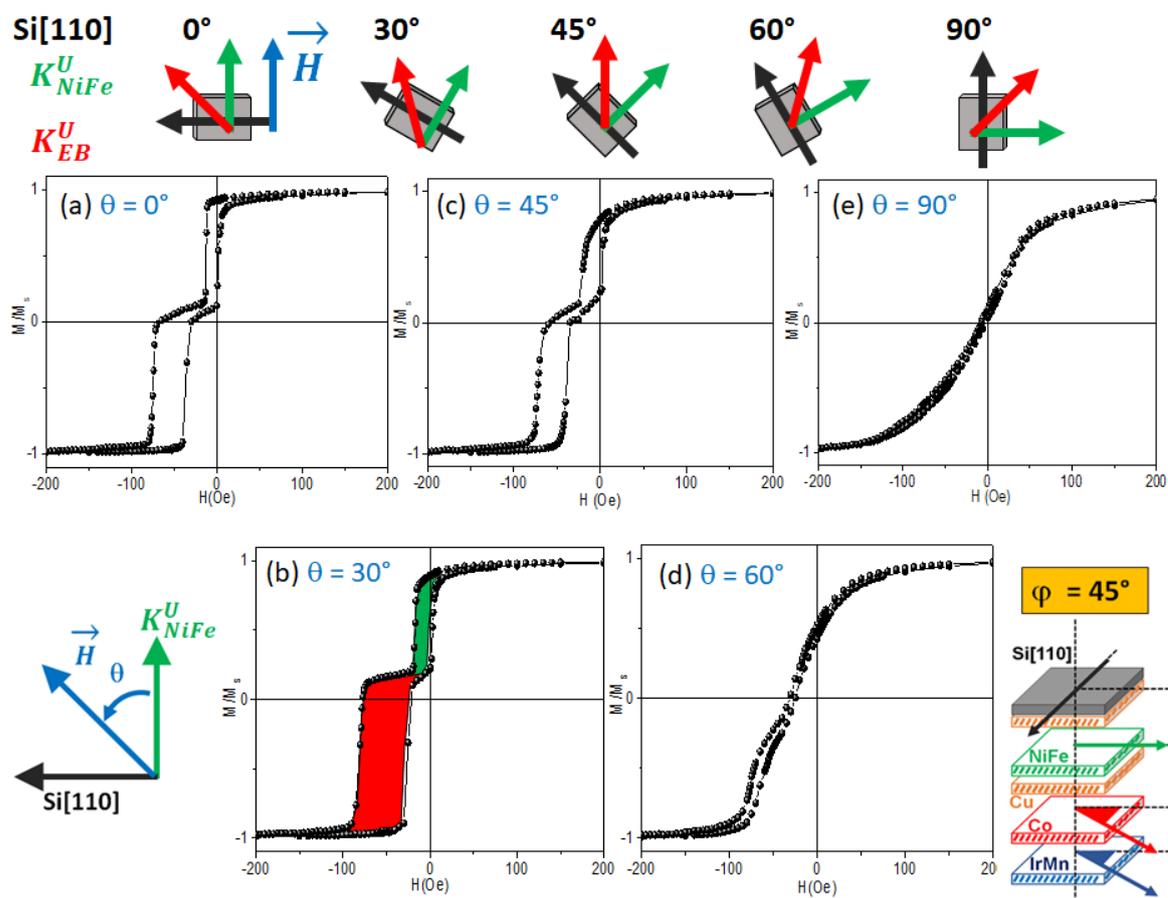


Figura A.2 - Laços $M(H)$ da $VS - \varphi = 45^\circ$ obtidos para diferentes ângulos θ (definido no texto), conforme indicado na figura ($\theta = 0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ e 90°). As setas verdes e vermelhas representam as direções das anisotropias do Py e Co, enquanto as azuis a direção de campo aplicado H . No lado direito inferior, esquema mostrando o arranjo das camadas e direções das anisotropias das camadas e interfaces. $VS - \varphi = 0^\circ: Si(110)/Cu(8nm - \varphi = 0^\circ)/Py(10nm - \varphi = 0^\circ)/Cu(5nm - \varphi = 45^\circ)/Co(10nm - \varphi = 45^\circ)/IrMn(8nm - \varphi = 45^\circ)/Cu(3nm - \varphi = 45^\circ)$.

Laços M(H) da amostra VS – $\varphi = 60^\circ$:

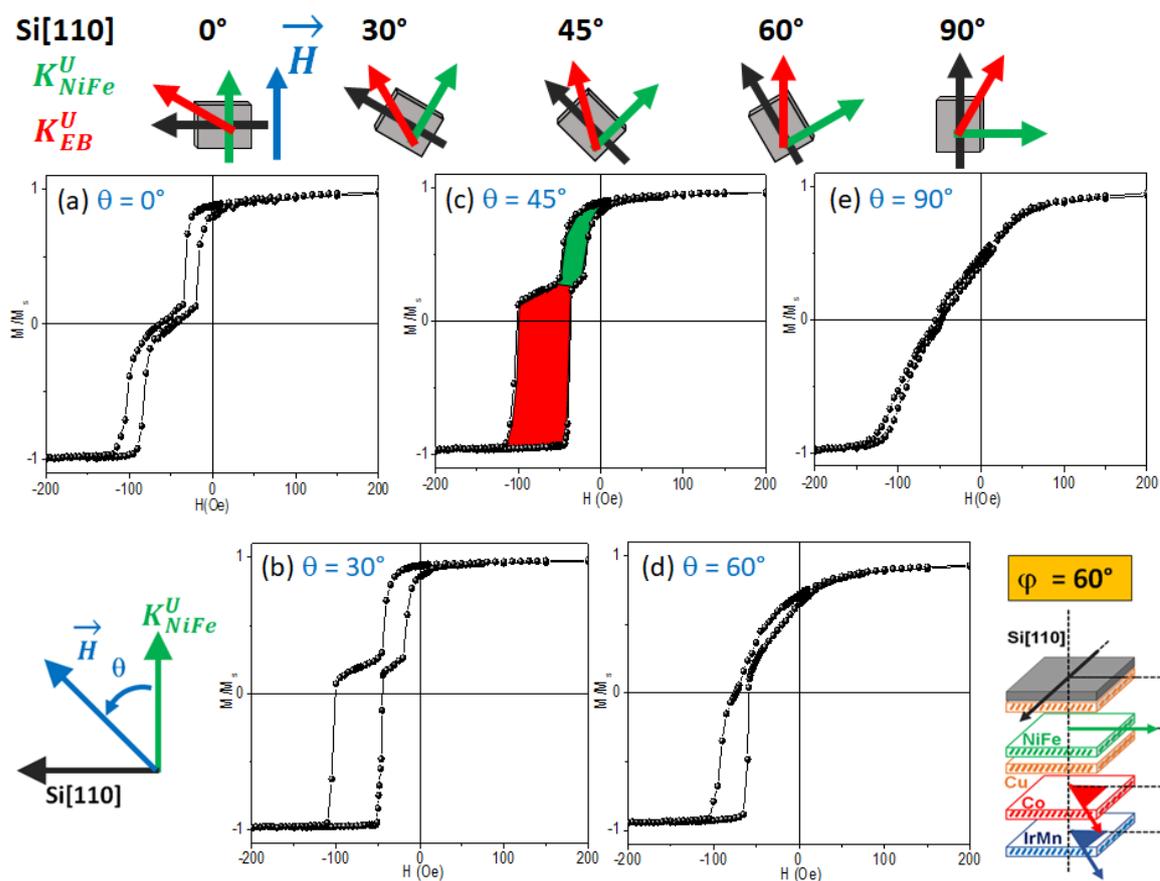


Figura A.3 - Laços M(H) da VS – $\varphi = 60^\circ$ obtidos para diferentes ângulos θ (definido no texto), conforme indicado na figura ($\theta = 0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ e 90°). As setas verdes e vermelhas representam as direções das anisotropias do Py e Co, enquanto as azuis a direção de campo aplicado H . No lado direito inferior, esquema mostrando o arranjo das camadas e direções das anisotropias das camadas e interfaces. VS- $\varphi=0^\circ$:Si(110)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Py(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(5nm- $\varphi=60^\circ$)/Co(10nm- $\varphi=60^\circ$)/IrMn(8nm- $\varphi=60^\circ$)/Cu(3nm- $\varphi=60^\circ$).

Conjunto II: Dados de magnetometria MOKE

Na Figura A.4 temos a dependência angular completa (0° até 360°) dos laços $M(H)$ da do comportamento da histerese magnética da amostra Si(100)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Py(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\varphi=0^\circ$). Em todos as medida de MOKE a posição angular $\theta = 0^\circ$ o campo magnético (H) está perpendicular à direção [110] do silício, porem vale salientar que a posição $\theta = 0^\circ$ o eixo uniaxial esta paralelo a H , assim na posição angular $\theta = 0^\circ$ obtemos o sinal do eixo de fácil magnetização do Py(10nm) = NiFe(10nm). Enquanto que na posição angular $\theta = 90^\circ$ temos sinal do eixo duro do Py.

A seguir na Figura A.5 obtemos a dependência angular da anisotropia magnética da amostra Si(100)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Co(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\varphi=0^\circ$) similar ao sistema de Py(10nm), novamente pela estabilização do eixo de anisotropia uniaxial (forma) da deposição oblíqua obtemos na posição $\theta = 0^\circ$ o eixo de fácil magnetização do Co(10nm), e o eixo duro na região angular $\theta = 90^\circ$.

Dependência angular completa (0° até 360°) dos laços $M(H)$ da anisotropia magnética da amostra Py(10nm):

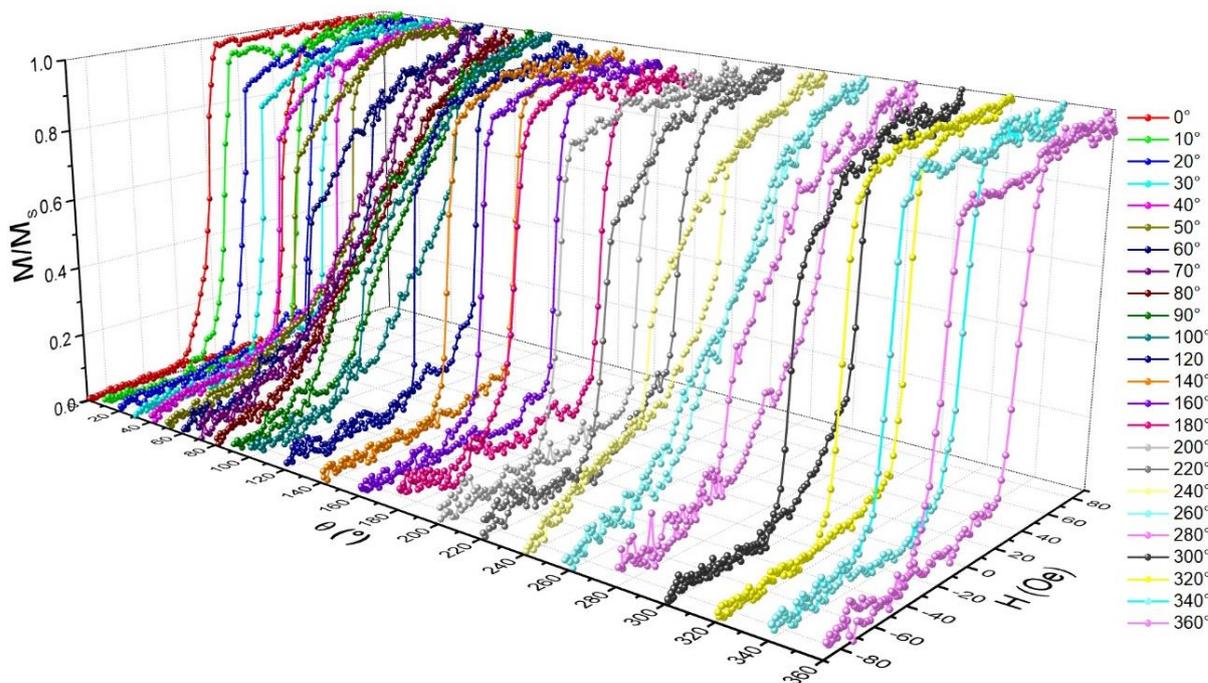


Figura A.4 - Curvas $M(H)$ obtidas por MOKE em dependência angular no intervalo angular de 0° até 360° : amostra controle Si(100)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Py(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\varphi=0^\circ$).

Dependência angular da anisotropia magnética da amostra Co(10nm):

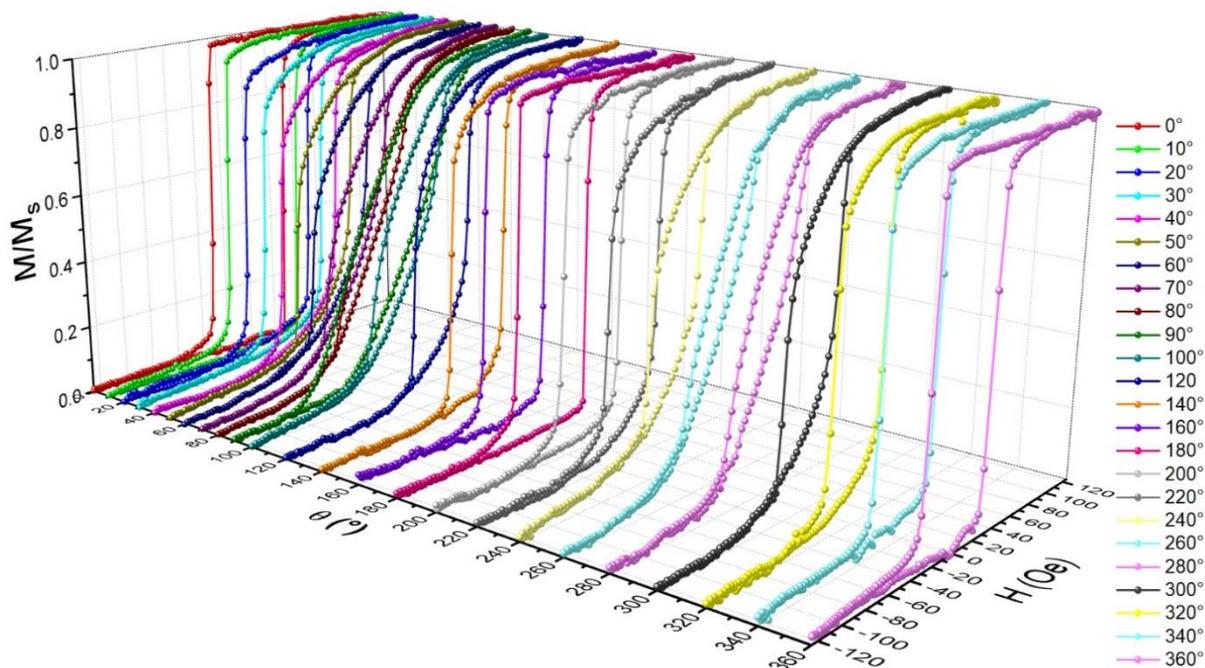


Figura A.5- Curvas $M(H)$ obtidas por MOKE em dependência angular no intervalo angular de 0° até 360° : amostra controle Si(100)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Co(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\varphi=0^\circ$)

Na Figura A.6 obtemos a dependência angular da anisotropia magnética da amostra Si(100)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Co(10nm- $\varphi=0^\circ$)/IrMn(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\varphi=0^\circ$) que possui o efeito de EB somente pela deposição oblíqua, sem a necessidade de protocolos externo para estabilização do efeito, no ângulo de $\theta = 0^\circ$, onde estamos no eixo fácil do sistema Co/IrMn, obtemos valor médio de campo coercivo $H_c = 71 Oe$, e campo de *Exchange Bias* de $H_{EB} = 92 Oe$, enquanto na posição angular de $\theta = 90^\circ$, é a região de difícil magnetização para o sistema Co/IrMn, concluímos que a EB foi estabelecido perpendicular a direção [110] do Si (perpendicular a direção do vapor de deposição), enquanto na posição angular $\theta = 180^\circ$ podemos ver o sinal invertido do EB, com valores equivalente a $\theta = 0^\circ$.

Dependência angular das anisotropias magnéticas da amostra
Co(10nm)/IrMn(8nm):

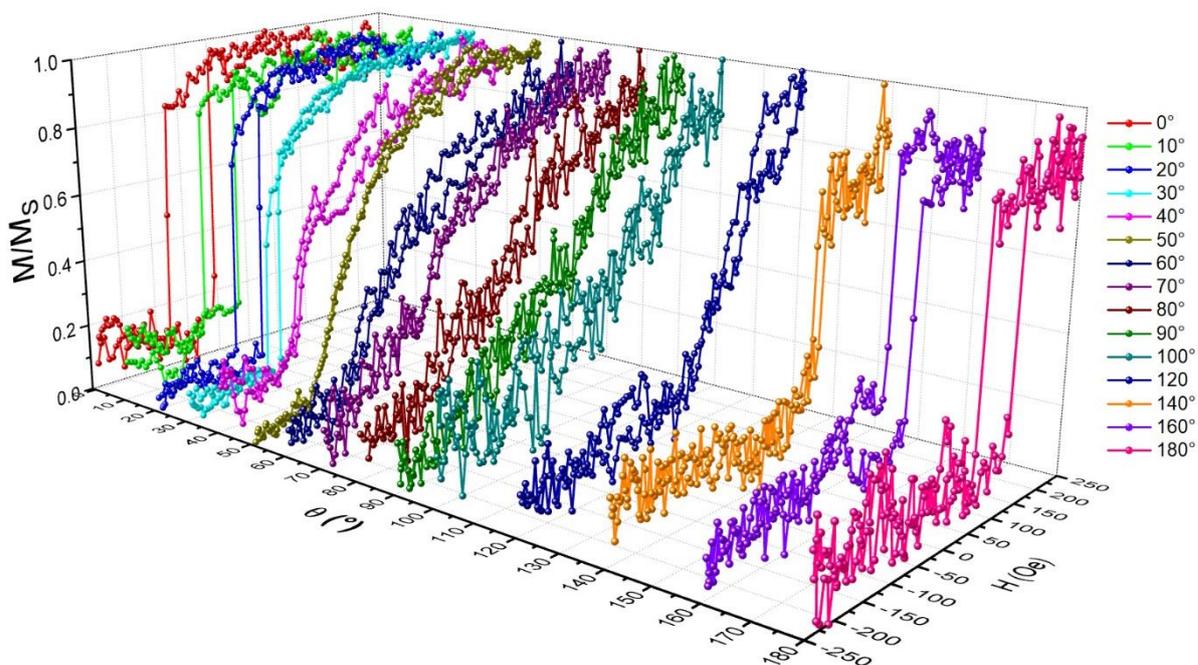


Figura A.6- Curvas $M(H)$ obtidas por MOKE em dependência angular no intervalo angular de 0° até 180° : amostra controle amostra Si(100)/Cu(8nm- $\phi=0^\circ$)/Co(10nm- $\phi=0^\circ$)/IrMn(8nm- $\phi=0^\circ$)/Cu(3nm $\phi=0^\circ$).

Nas figuras A.7(a), A.7(b), A.8(a), A8(b) e A.9 são apresentadas as curvas de $M(H)$ do Conjunto II das amostras $VS-\phi = 0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ e 90° respectivamente.

Conjunto II: Laços $M(H)$ das amostras $VS - \varphi = 0^\circ$ e $VS - \varphi = 30^\circ$:

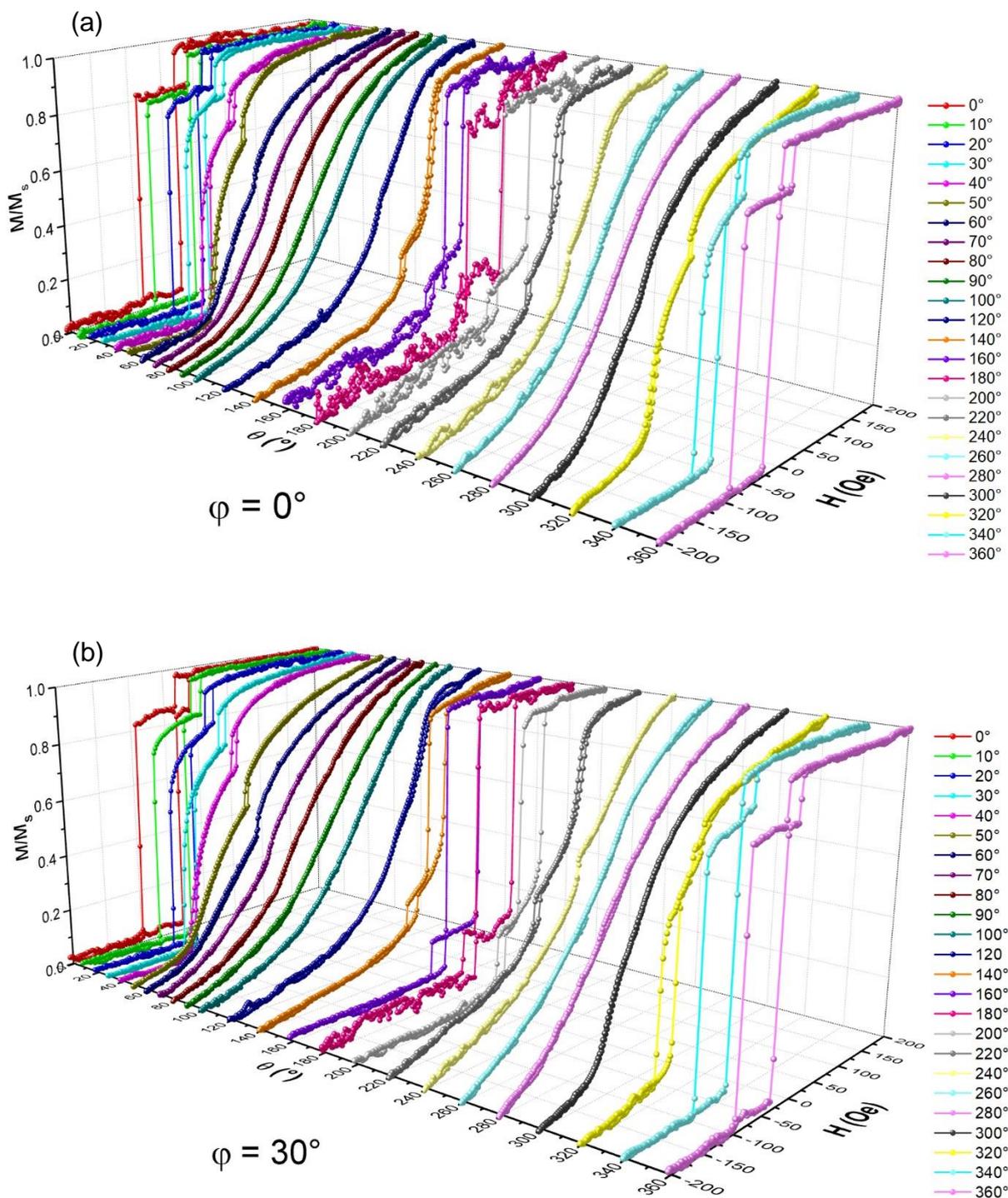


Figura A.7 - Curvas $M(H)$ obtidas por MOKE em dependência angular no intervalo angular de 0° até 360° : $VS - \varphi = 0^\circ$ (a) e $VS - \varphi = 30^\circ$ (b).

Conjunto II: Laços $M(H)$ das amostras $VS - \varphi = 45^\circ$ e $VS - \varphi = 60^\circ$:

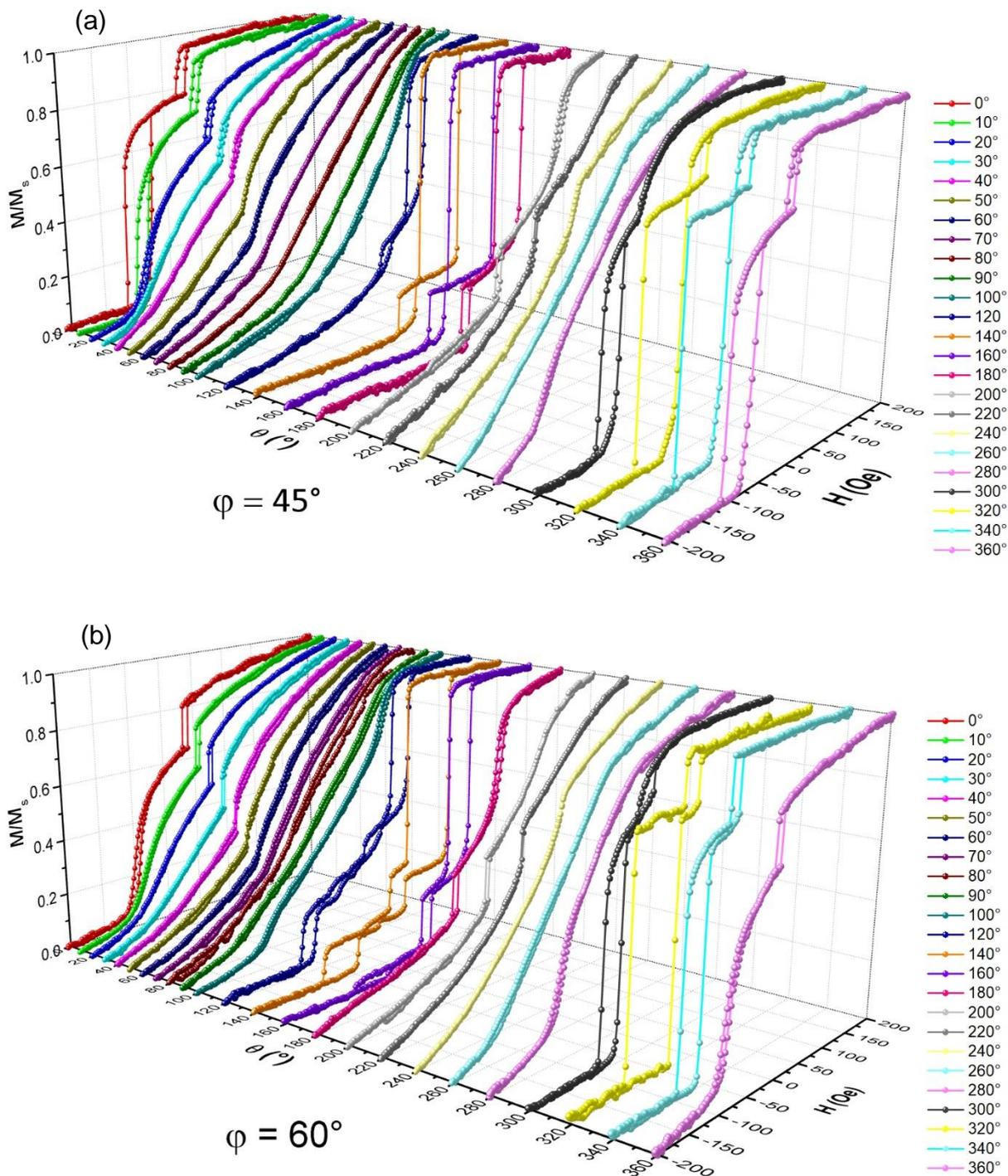


Figura A.8 - Curvas $M(H)$ obtidas por MOKE em dependência angular no intervalo angular de 0° até 360° : $VS-\varphi=45^\circ$ (a) e $VS-\varphi=60^\circ$ (b).

Conjunto II: Laços $M(H)$ da amostra $VS - \varphi = 90^\circ$:

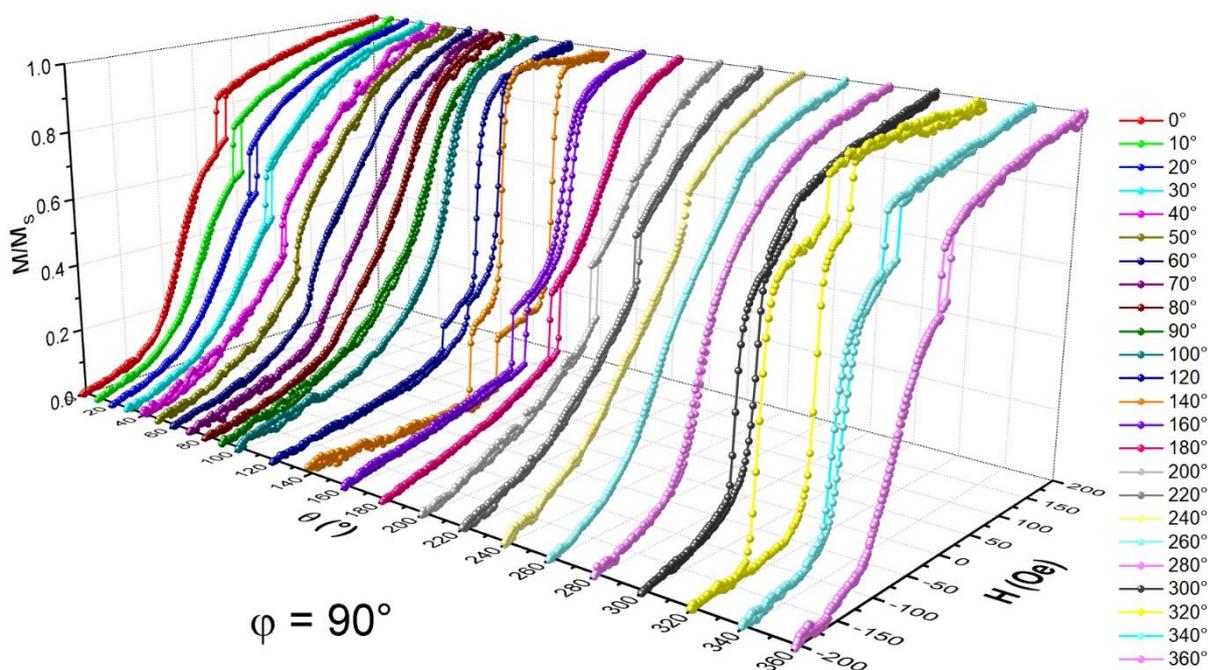


Figura A.9 - Curvas $M(H)$ obtidas por MOKE em dependência angular no intervalo angular de 0° até 360° : $VS - \varphi = 90^\circ$.

Conjunto II: Dependência polar das curvas de $M(H)$ da $VS - \varphi = 0^\circ$:

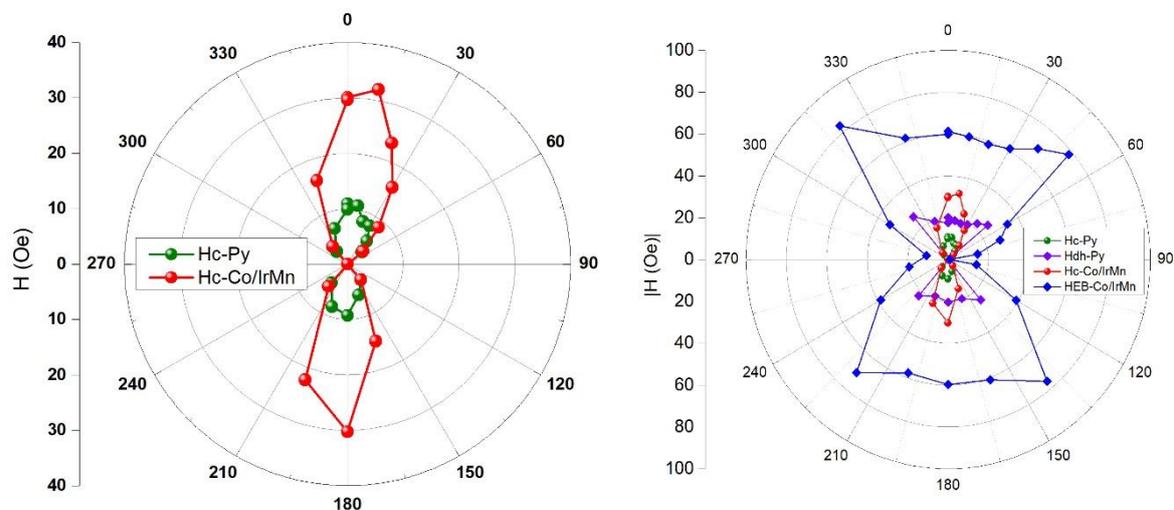


Figura A.10 - Dependência polar dos campos coercivos da amostra $VS - \varphi = 0^\circ$. Em (a) campos coercivos da camada de Py (verde) e da bicamada Co/IrMn (vermelho), em (b) temos os valores dos campos de EB (azul) e do deslocamento do laço do Py (roxo).

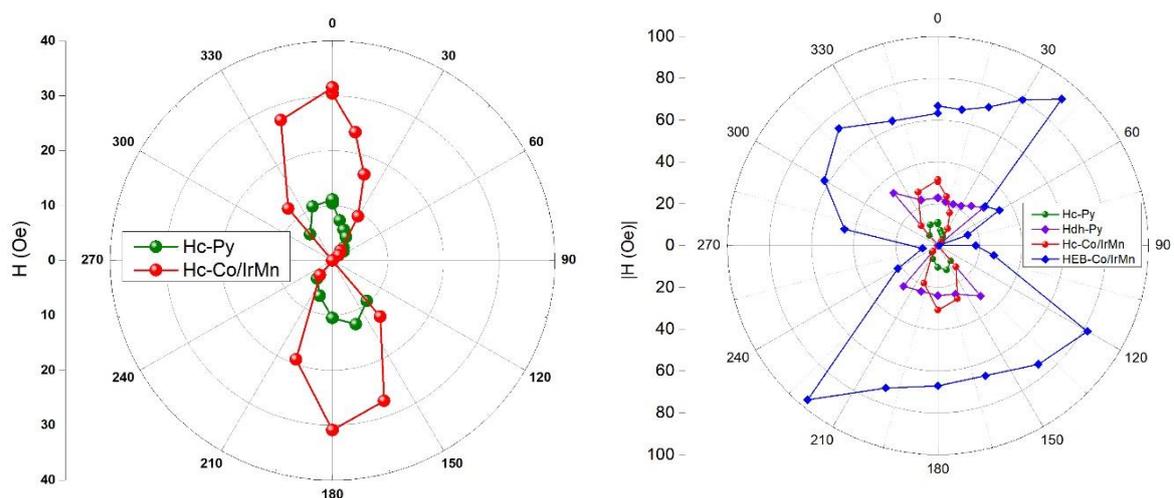


Figura A.11 - Dependência polar dos campos coercivos da amostra $VS - \phi = 30^\circ$. Em (a) campos coercivos da camada de Py (verde) e da bicamada Co/IrMn (vermelho), em (b) temos os valores dos campo de EB(azul) e do deslocamento do laço do Py(rox).o).

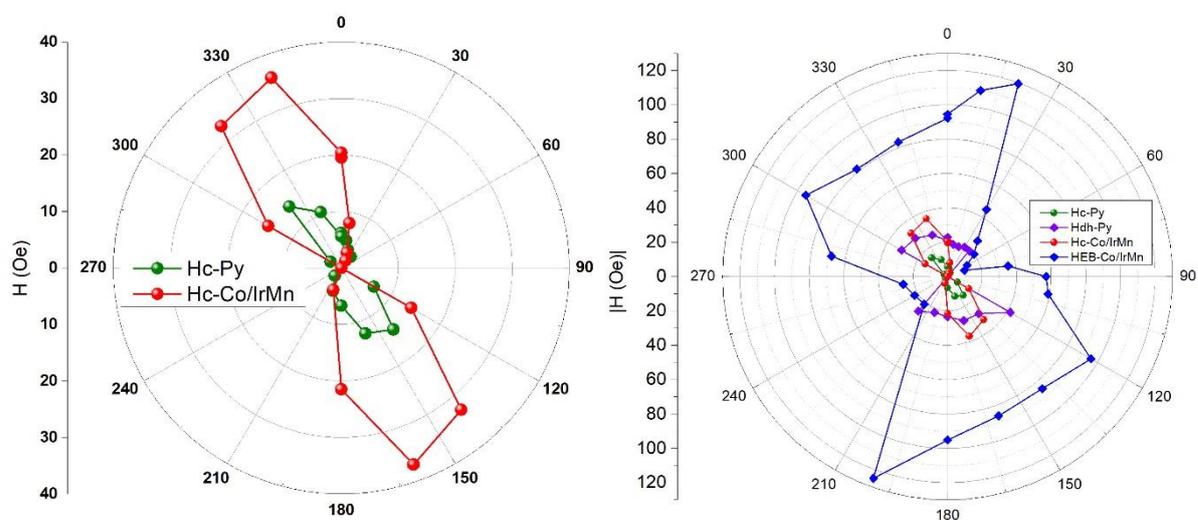


Figura A.12 - Dependência polar dos campos coercivos da amostra $VS - \phi = 45^\circ$. Em (a) campos coercivos da camada de Py(verde) e da bicamada Co/IrMn(vermelho), em (b) temos os valores dos campo de EB(azul) e do deslocamento do laço do Py(rox).o).

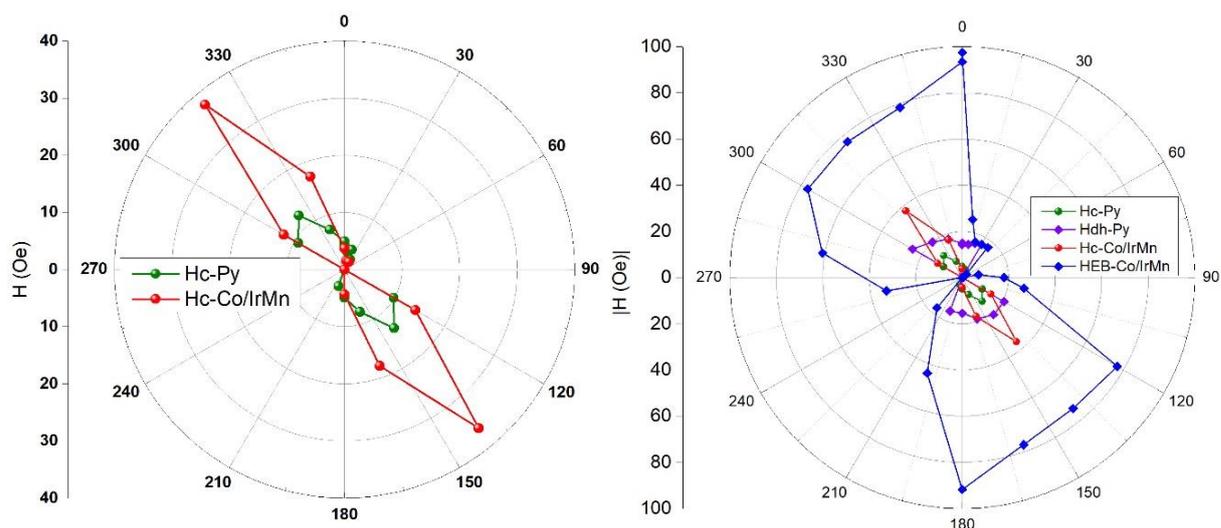


Figura A.13 - Dependência polar dos campos coercivos da amostra $VS - \varphi = 60^\circ$. Em (a) campos coercivos da camada de Py(verde) e da bicamada Co/IrMn(vermelho), em (b) temos os valores dos campo de EB(azul) e do deslocamento do laço do Py(rox).o).

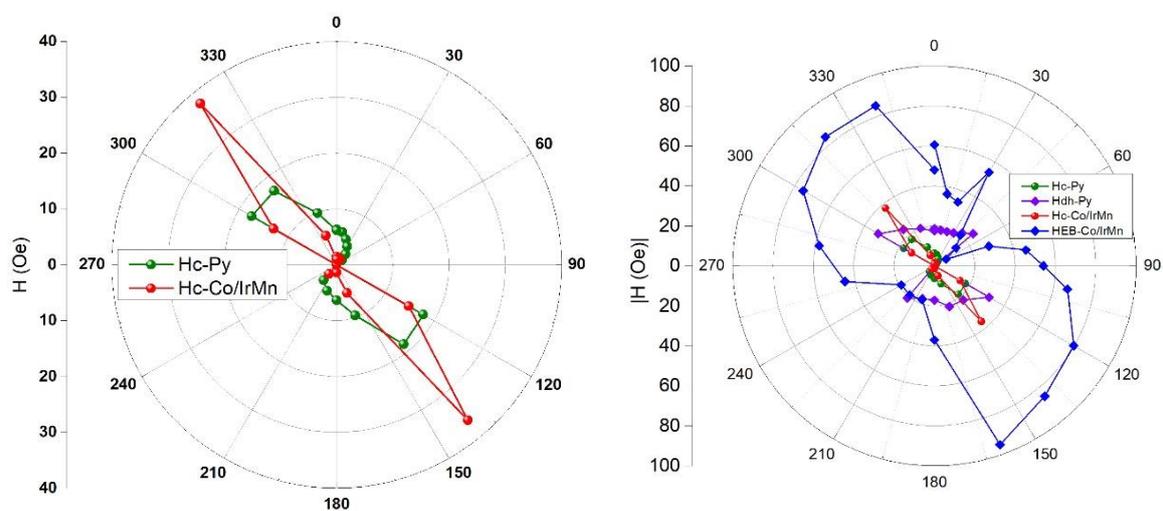


Figura A.14 - Dependência polar dos campos coercivos da amostra $VS - \varphi = 90^\circ$. Em (a) campos coercivos da camada de Py(verde) e da bicamada Co/IrMn(vermelho), em (b) temos os valores dos campo de EB(azul) e do deslocamento do laço do Py(rox).o).

Apêndice B

Medidas de FMR

Conjunto I: dados de FMR

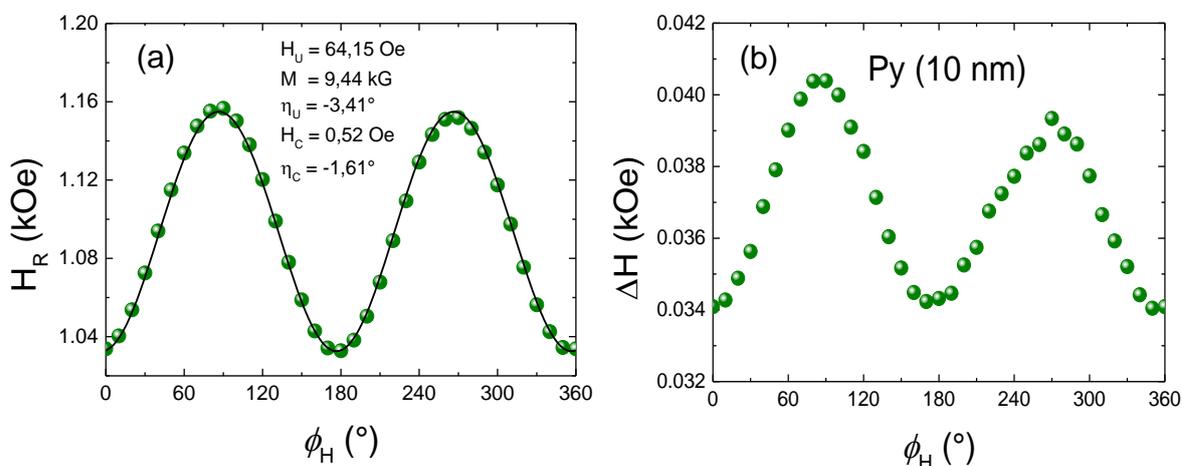


Figura B.1 - (a) Curva de dependência angular do campo de ressonância $H_R(\phi_H)$ e (b) comportamento da largura de linha, $\Delta H(\phi_H)$ para a amostra de Si(100)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Py(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\varphi=0^\circ$) do Conjunto I.

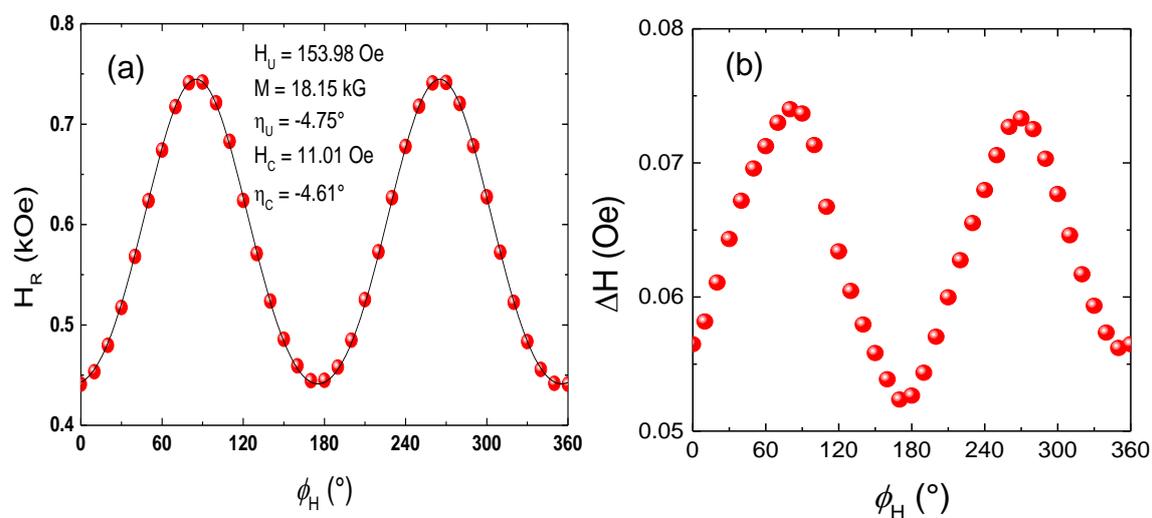


Figura B.2 - (a) Curva de dependência angular do campo de ressonância $H_R(\phi_H)$ e (b) comportamento da largura de linha, $\Delta H(\phi_H)$ para a amostra de Si(100)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Co(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\varphi=0^\circ$) do Conjunto I.

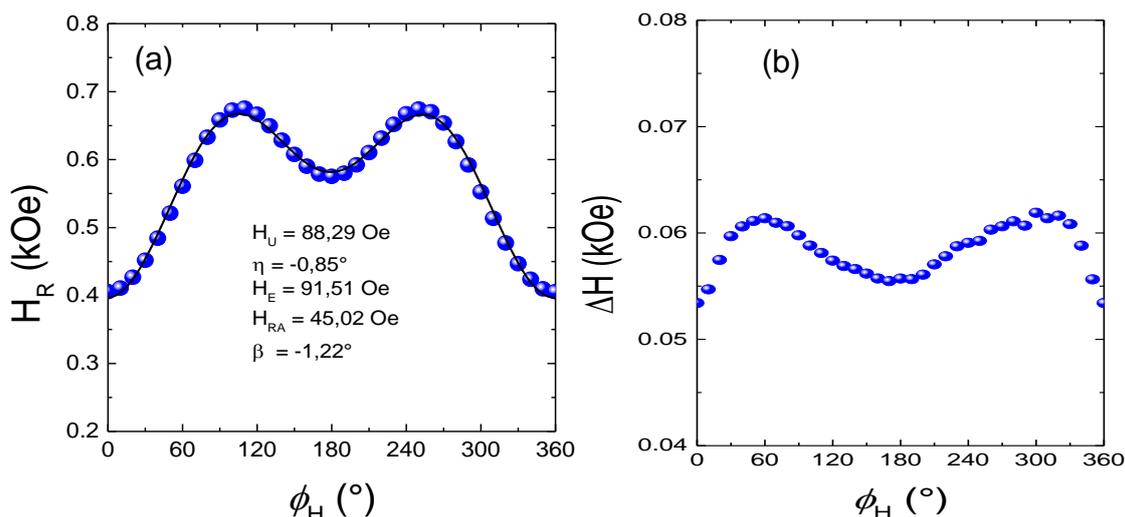


Figura B.3 - (a) Curva de dependência angular do campo de ressonância $H_R(\phi_H)$ e (b) comportamento da largura de linha, $\Delta H(\phi_H)$ para a amostra de Si(100)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Co(10nm- $\varphi=0^\circ$)/IrMn(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\varphi=0^\circ$) do Conjunto I.

Conjunto II: dados de FMR

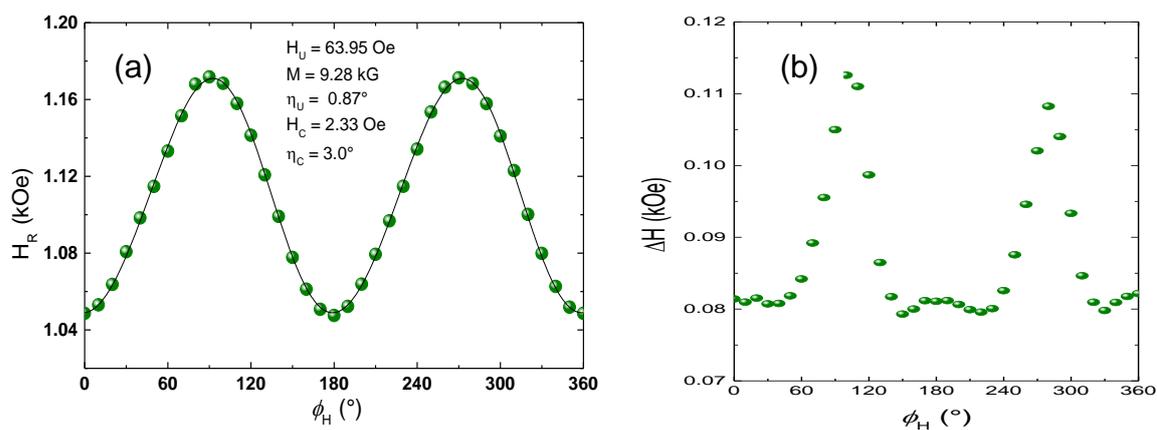


Figura B.4 - (a) Curva de dependência angular do campo de ressonância $H_R(\phi_H)$ e (b) comportamento da largura de linha, $\Delta H(\phi_H)$ para a amostra de Si(100)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Py(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\varphi=0^\circ$) do Conjunto II.

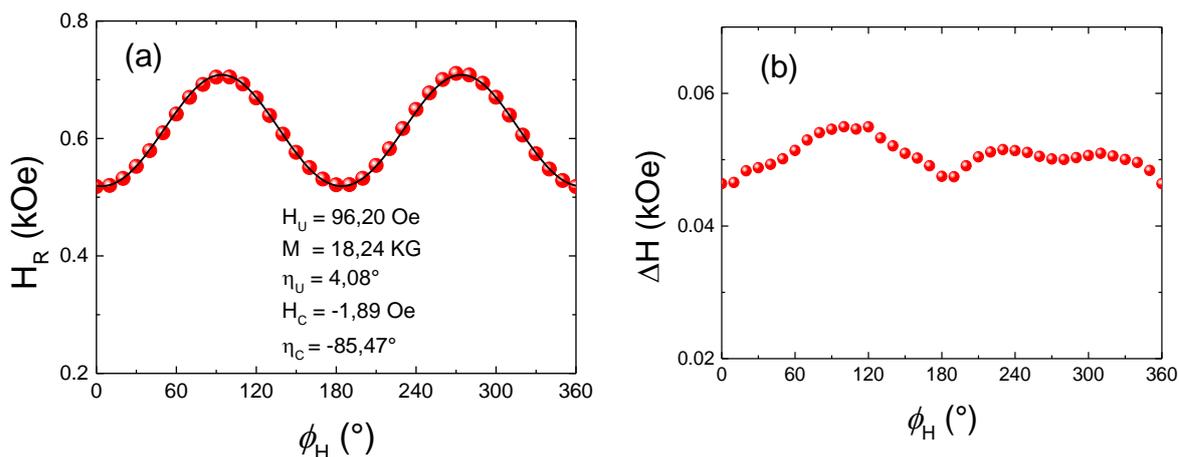


Figura B.5 - (a) Curva de dependência angular do campo de ressonância $H_R(\phi_H)$ e (b) comportamento da largura de linha, $\Delta H(\phi_H)$ para a amostra de Si(100)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Co(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\varphi=0^\circ$) do Conjunto II.

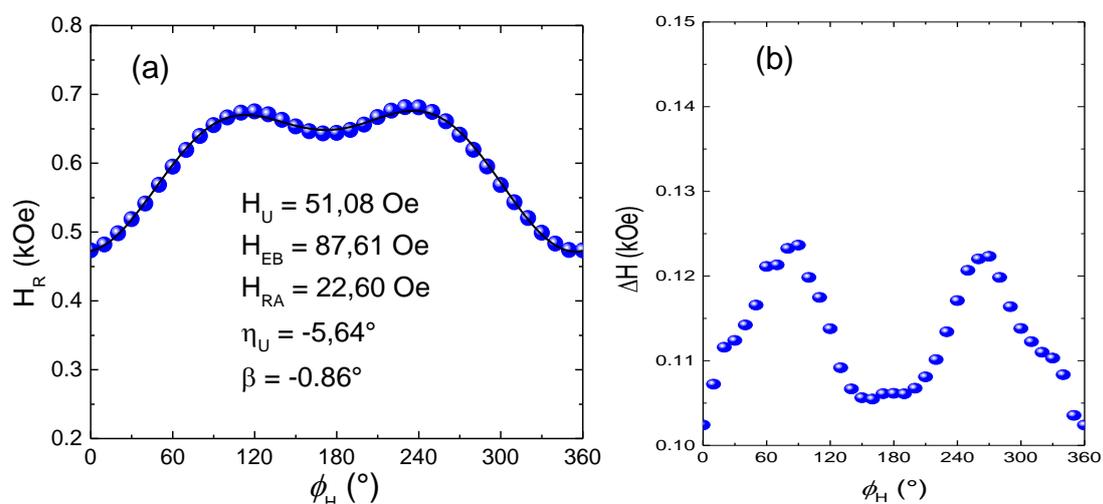


Figura B.6 - (a) Curva de dependência angular do campo de ressonância $H_R(\phi_H)$ e (b) comportamento da largura de linha, $\Delta H(\phi_H)$ para a amostra de Si(100)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Co(10nm- $\varphi=0^\circ$)/IrMn(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(3nm- $\varphi=0^\circ$) do Conjunto II.

Conjunto I: Curvas de Absorção de FMR

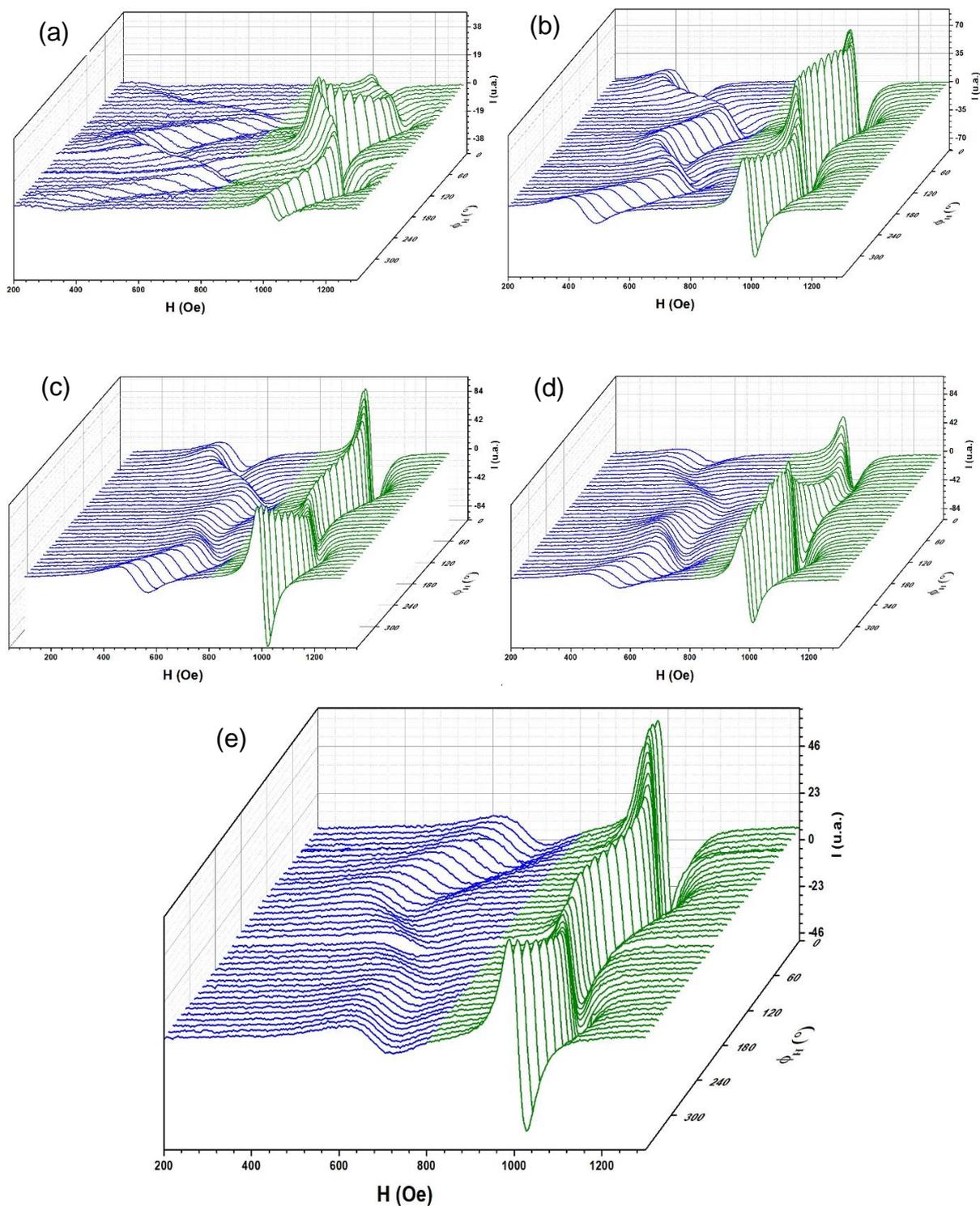


Figura B.7 - Espectros de FMR do Conjunto I para as amostras: (a) $VS-\phi=0^\circ$, (b) $VS-\phi=30^\circ$, (c) $VS-\phi=45^\circ$, (d) $VS-\phi=60^\circ$ e $VS-\phi=90^\circ$. Nestas figuras, os eixos são: X é o valor angular ϕ_H da posição dos filmes relativos a direção do campo H , Y é a intensidade do campo magnético H gerado pelo eletroímã do espectrômetro e Z é a intensidade do sinal da derivada da absorção.

Conjunto II: Curvas de Absorção de FMR

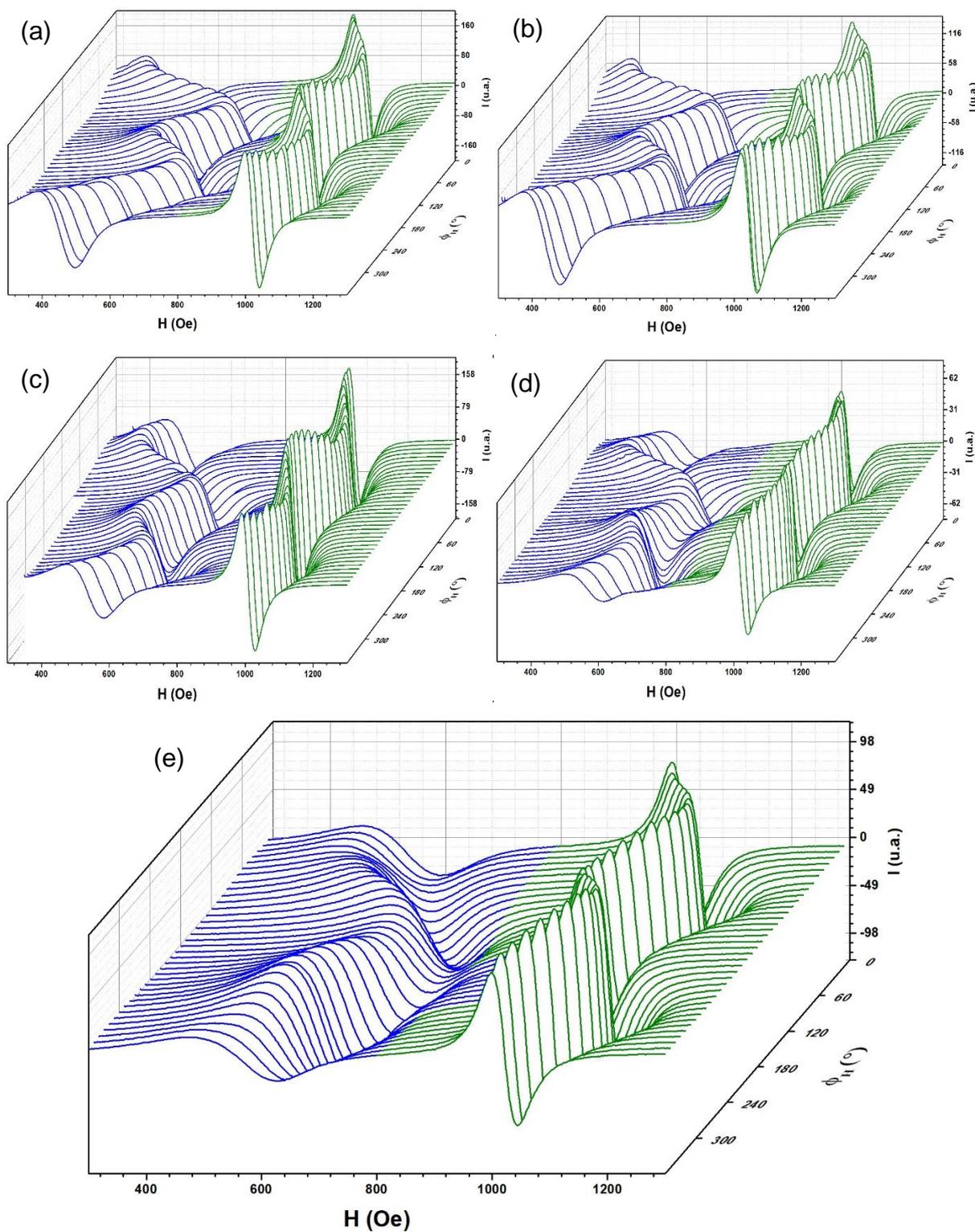


Figura B.8 - Espectros de FMR do Conjunto II para as amostras: (a) $\text{VS-}\phi=0^\circ$, (b) $\text{VS-}\phi=30^\circ$, (c) $\text{VS-}\phi=45^\circ$, (d) $\text{VS-}\phi=60^\circ$ e $\text{VS-}\phi=90^\circ$. Nestas figuras, os eixos são: X é o valor angular ϕ_H da posição dos filmes relativos a direção do campo H , Y é a intensidade do campo magnético H gerado pelo eletroímã do espectrômetro e Z é a intensidade do sinal da derivada da absorção.

Conjunto I: Largura de linha (ΔH) das amostras VS – $\varphi = 0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ e 90° :

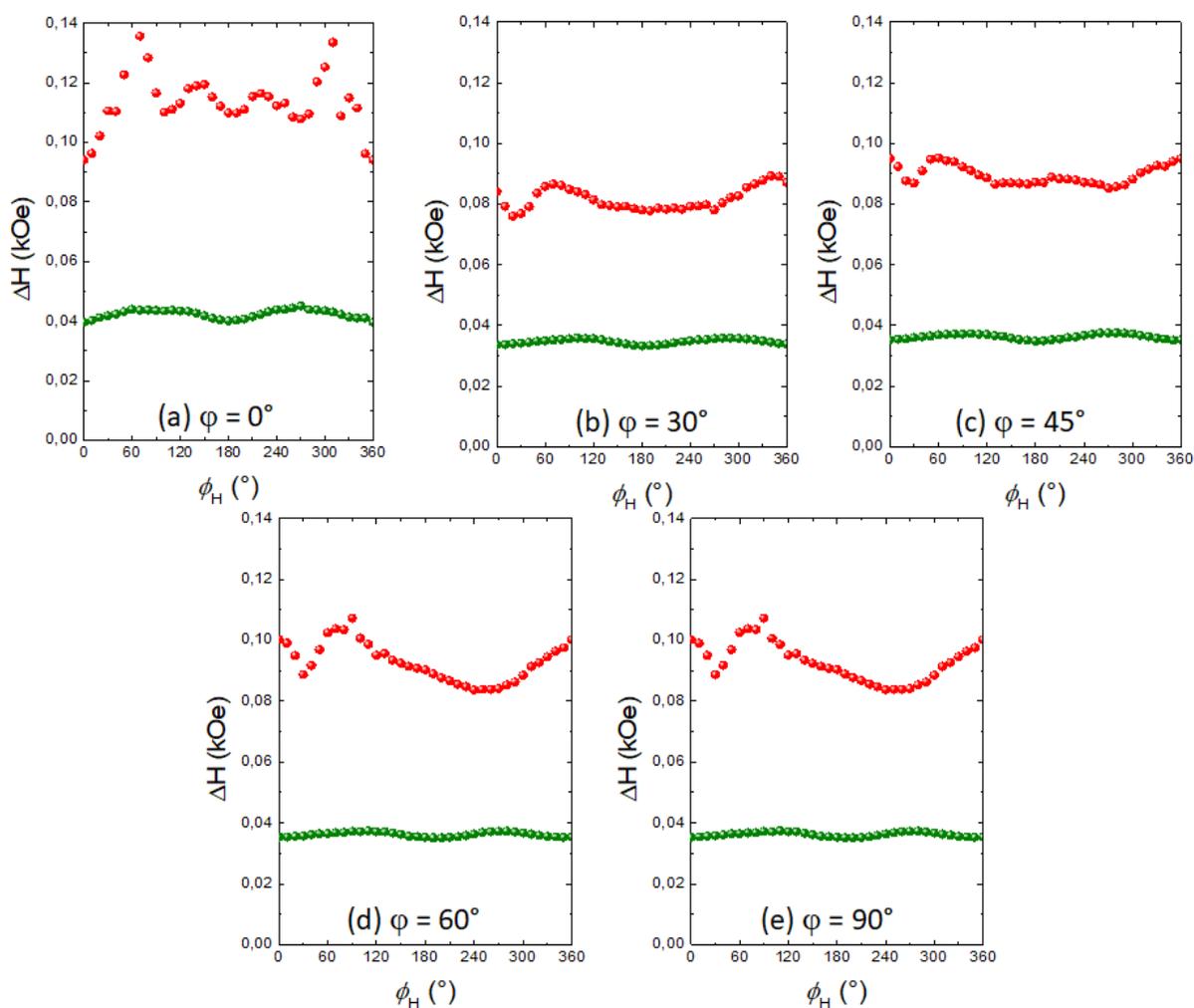


Figura B.9 - (a) Curva de dependência angular das larguras de linhas, $\Delta H(\phi_H)$ para as amostras (a) VS- $\varphi = 0^\circ$, (b) VS- $\varphi = 30^\circ$, (c) VS- $\varphi = 45^\circ$, (d) VS- $\varphi = 60^\circ$ e (e) VS- $\varphi = 90^\circ$ do Conjunto I.

Conjunto II: Largura de linha (ΔH) das amostras $VS - \varphi = 0^\circ, 30^\circ, 45^\circ, 60^\circ$ e 90°

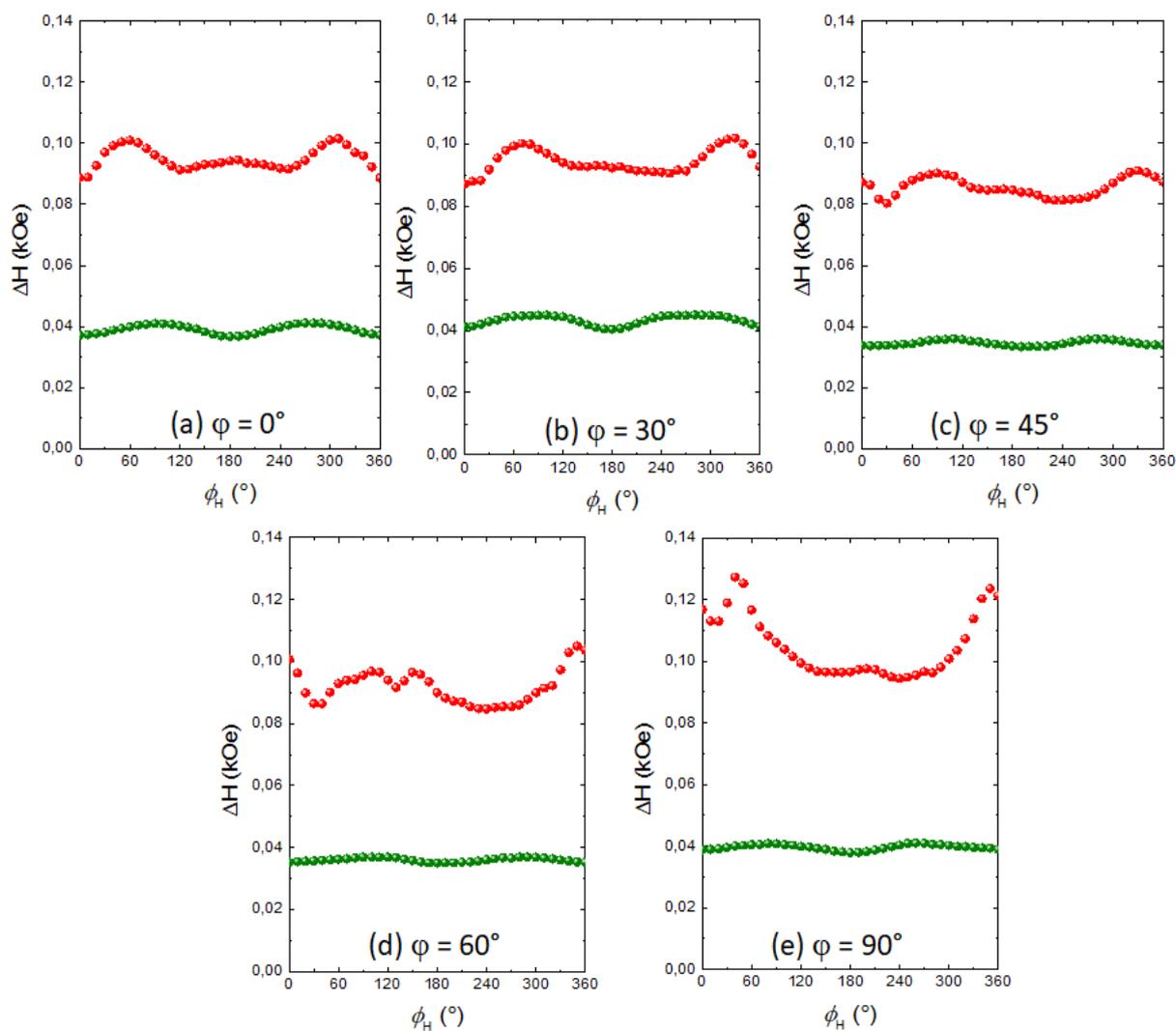


Figura B.10 - (a) Curva de dependência angular das larguras de linhas, $\Delta H(\phi_H)$ para as amostras (a) $VS-\varphi = 0^\circ$, (b) $VS-\varphi=30^\circ$, (c) $VS-\varphi = 45^\circ$, (d) $VS-\varphi = 60^\circ$ e (e) $VS-\varphi = 90^\circ$ do Conjunto II.

Apêndice C

Medidas de Magnetorresistência

Conjunto I: dados de magnetorresistência da amostra $VS - \varphi = 0^\circ$:

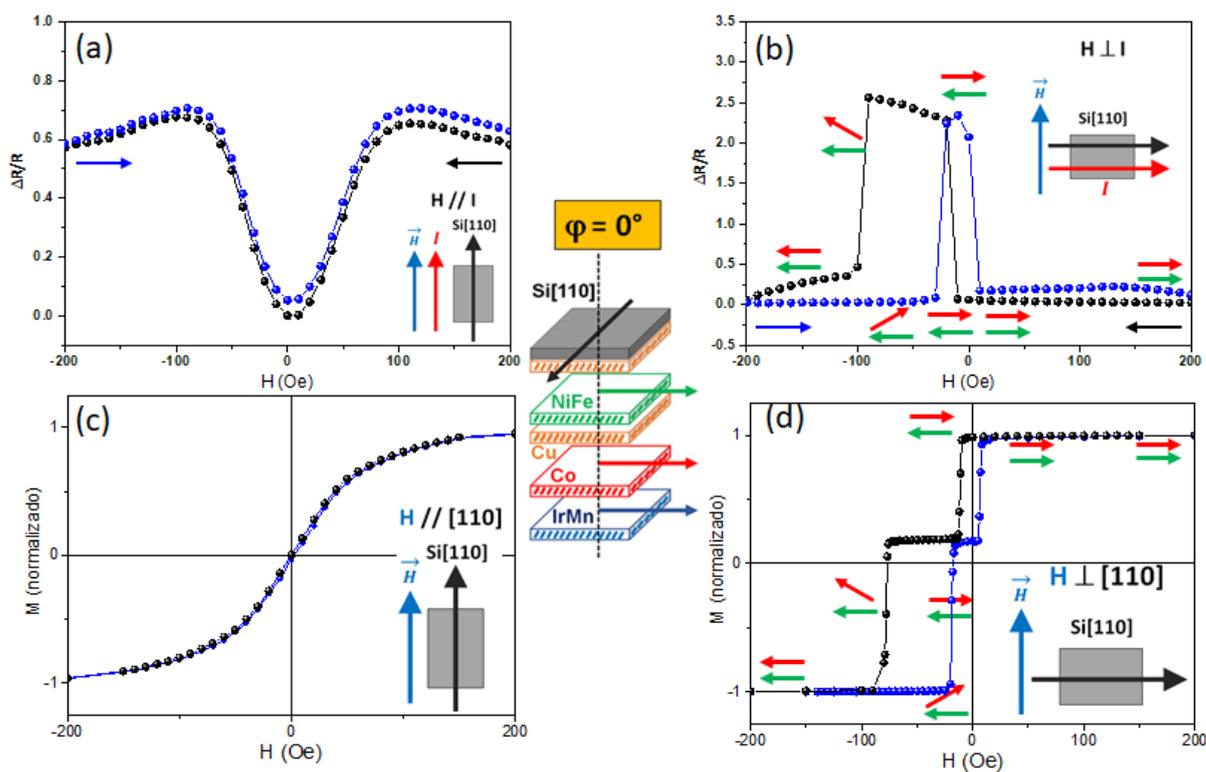


Figura C.1 - Curvas de $\Delta R/R$ para a $VS - \varphi = 0^\circ$ (direção da magnetização do Py está paralelo à magnetização do Co) obtidas em duas geometrias de medidas (a) $H // i // [110]Si$ e (b) $H \perp (i // [110]Si)$. Em (c) e (d), temos as curvas de MOKE para a geometria $H // [110]Si$ e $H \perp [110]Si$, respectivamente do Conjunto I.

Conjunto I: dados de magnetorresistência $VS - \varphi = 30^\circ$:

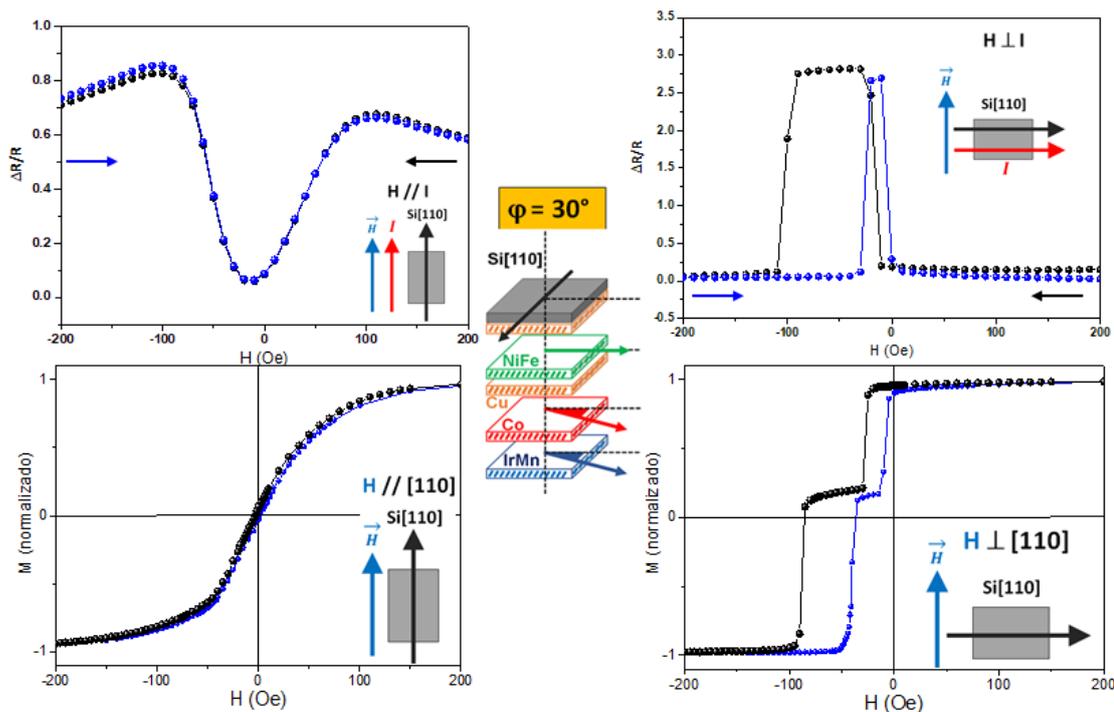


Figura C.2 - Curvas de $\Delta R/R$ para a $VS-\varphi=30^\circ$ (direção da magnetização do Py faz 30° com direção da magnetização do Co) obtidas em duas geometrias de medidas (a) $H//i/[110]Si$ e (b) $H\perp(i/[110]Si)$. Em (c) e (d), temos as curvas de MOKE para a geometria $H//[110]Si$ e $H\perp[110]Si$, respectivamente do Conjunto I.

Conjunto I: dados de magnetorresistência $VS - \varphi = 45^\circ$:

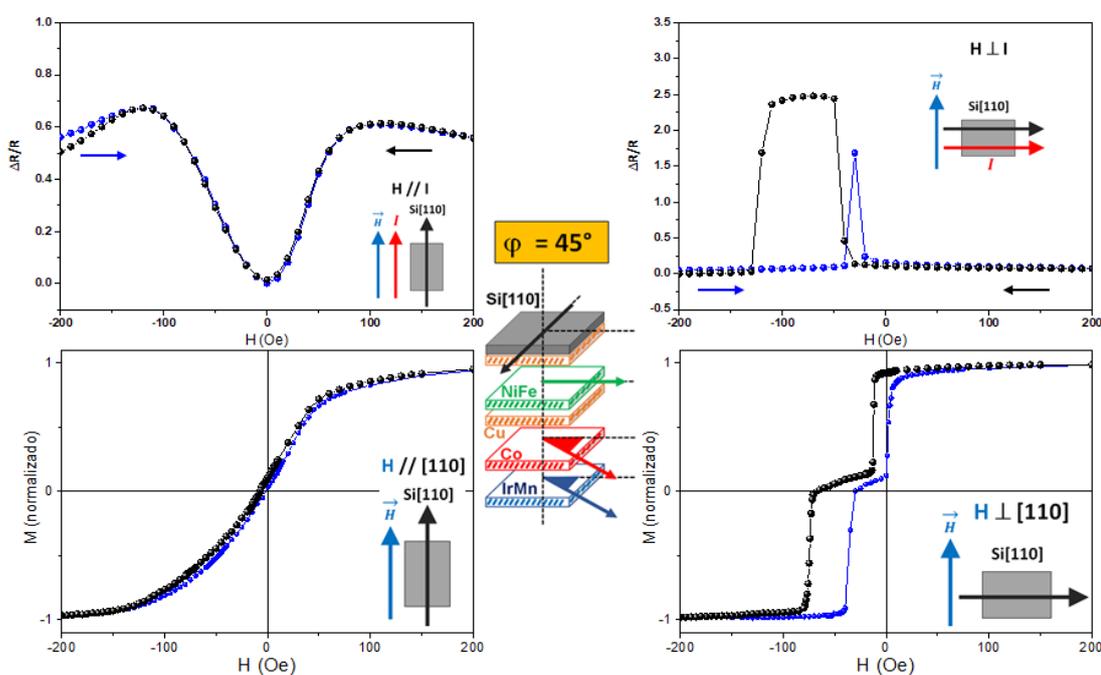


Figura C.3 - Curvas de $\Delta R/R$ para a $VS-\varphi=45^\circ$ (direção da magnetização do Py faz 45° com a direção de magnetização do Co) obtidas em duas geometrias de medidas (a) $H//i/[110]Si$ e (b) $H\perp(i/[110]Si)$. Em (c) e (d), temos as curvas de MOKE para a geometria $H//[110]Si$ e $H\perp[110]Si$, respectivamente do Conjunto I.

Conjunto I: dados de magnetorresistência $VS - \varphi = 60^\circ$:

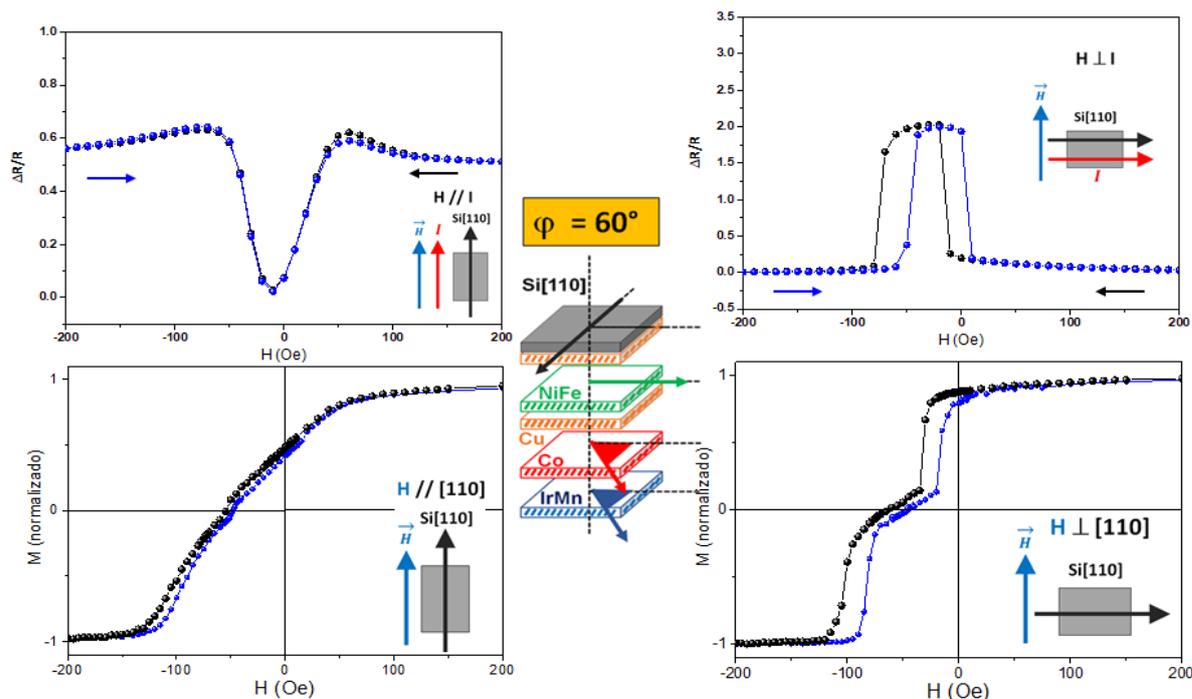


Figura C.4 - Curvas de $\Delta R/R$ para a $VS-\varphi=60^\circ$ (direção da magnetização do Py faz 60° com a direção de magnetização do Co) obtidas em duas geometrias de medidas (a) $H//i/[110]Si$ e (b) $H\perp(i/[110]Si$). Em (c) e (d), temos as curvas de MOKE para a geometria $H//[110]Si$ e $H\perp[110]Si$, respectivamente do Conjunto I.

Conjunto I: dados de magnetorresistência $VS - \varphi = 90^\circ$:

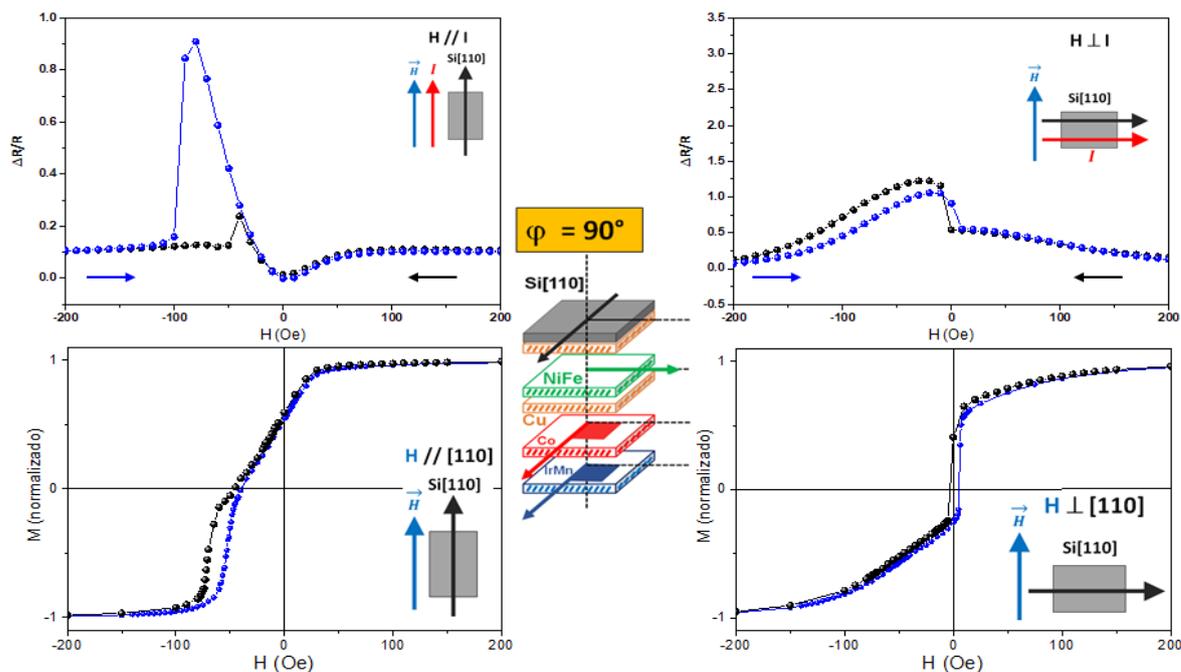


Figura C.5 - Curvas de $\Delta R/R$ para a $VS-\varphi=90^\circ$ (direção da magnetização do Py está perpendicular à magnetização do Co) obtidas em duas geometrias de medidas (a) $H//i/[110]Si$ e (b) $H\perp(i/[110]Si$). Em (c) e (d), temos as curvas de MOKE para a geometria $H//[110]Si$ e $H\perp[110]Si$, respectivamente do Conjunto I.

Conjunto II: dados de magnetorresistência $VS - \varphi = 0^\circ$:

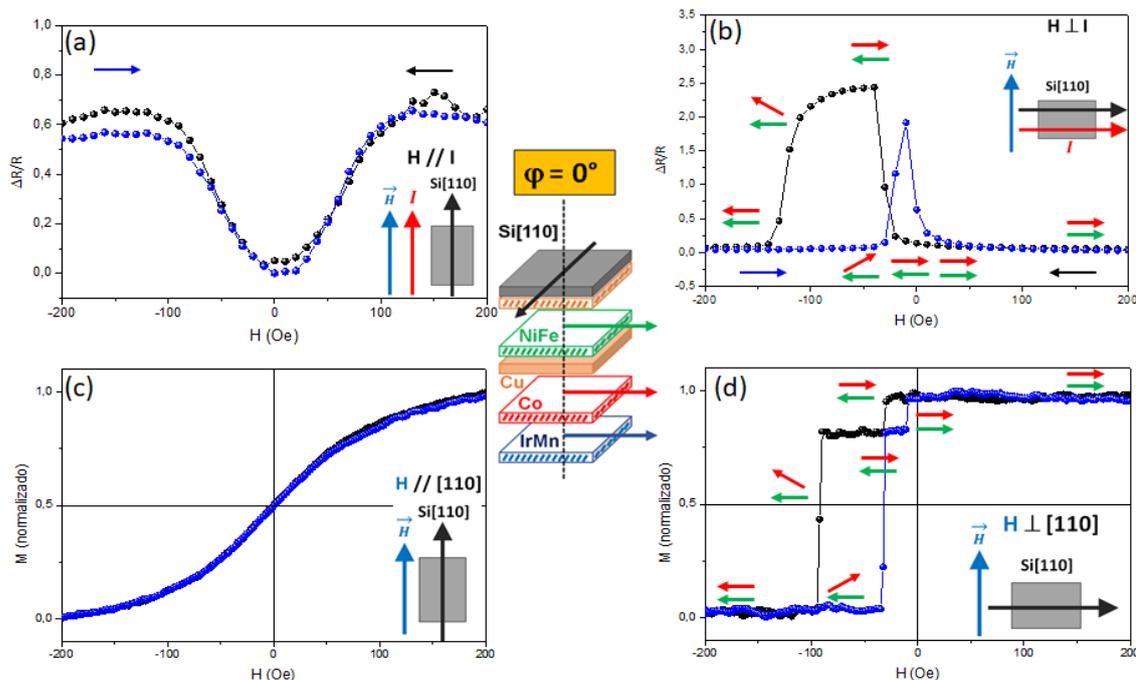


Figura C.6 - Curvas de $\Delta R/R$ para a $VS-\varphi=0^\circ$ (direção da magnetização do Py está paralelo à magnetização do Co) obtidas em duas geometrias de medidas (a) $H//i//[110]Si$ e (b) $H\perp(i//[110]Si)$. Em (c) e (d), temos as curvas de MOKE para a geometria $H//[110]Si$ e $H\perp[110]Si$, respectivamente do Conjunto II.

Conjunto II: dados de magnetorresistência $VS - \varphi = 30^\circ$:

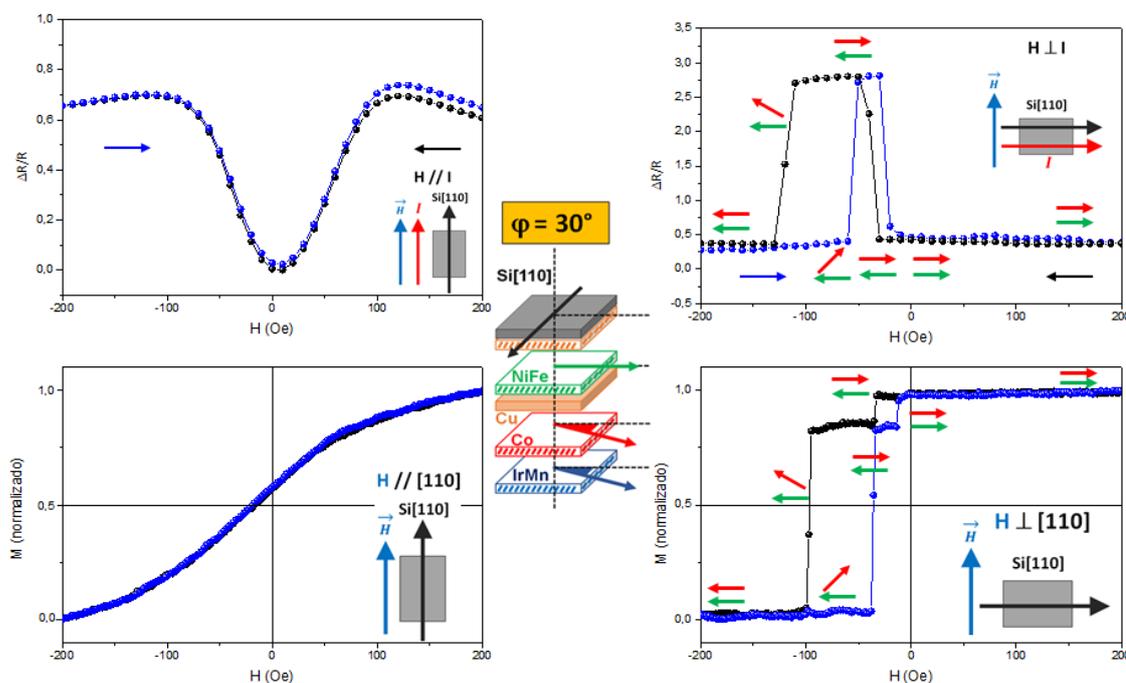


Figura C.7 - Curvas de $\Delta R/R$ para a $VS-\varphi=30^\circ$ (direção da magnetização do Py faz 30° com direção da magnetização do Co) obtidas em duas geometrias de medidas (a) $H//i//[110]Si$ e (b) $H\perp(i//[110]Si)$. Em (c) e (d), temos as curvas de MOKE para a geometria $H//[110]Si$ e $H\perp[110]Si$, respectivamente do Conjunto II.

Conjunto II: dados de magnetorresistência $VS - \varphi = 45^\circ$:

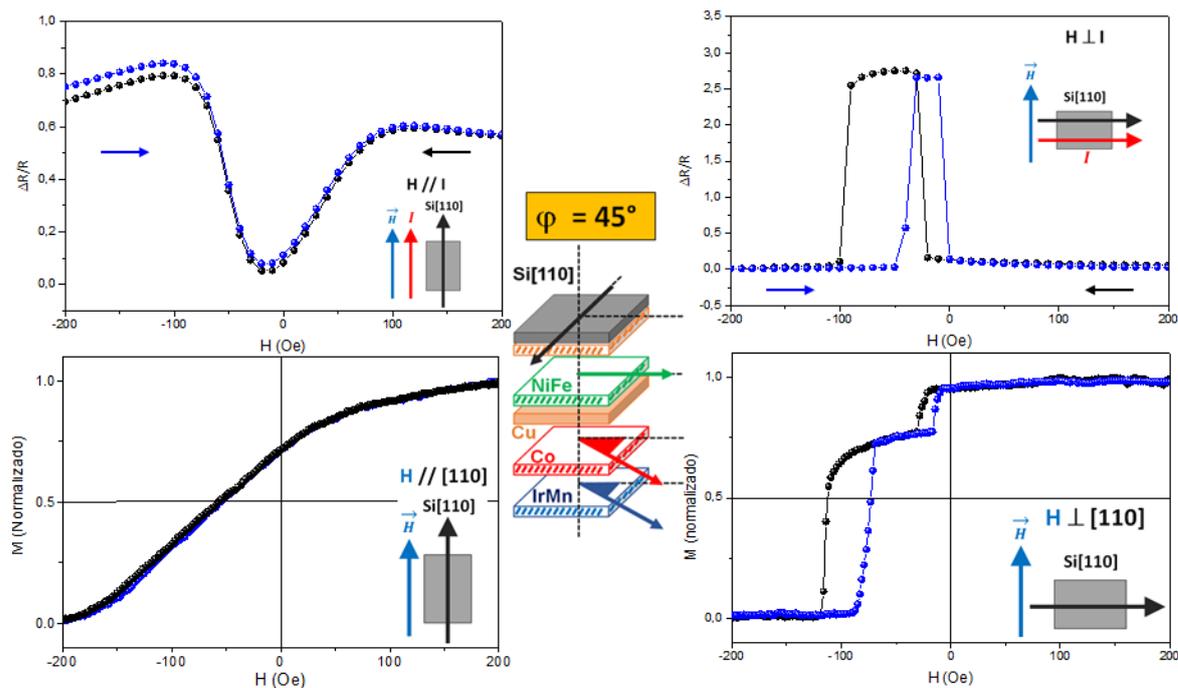


Figura C.8 - Curvas de $\Delta R/R$ para a $VS-\varphi=45^\circ$ (direção da magnetização do Py faz 45° com a direção de magnetização do Co) obtidas em duas geometrias de medidas (a) $H//i/[110]Si$ e (b) $H \perp i/[110]Si$. Em (c) e (d), temos as curvas de MOKE para a geometria $H//[110]Si$ e $H \perp [110]Si$, respectivamente do Conjunto II.

Conjunto II: dados de magnetorresistência $VS - \varphi = 60^\circ$:

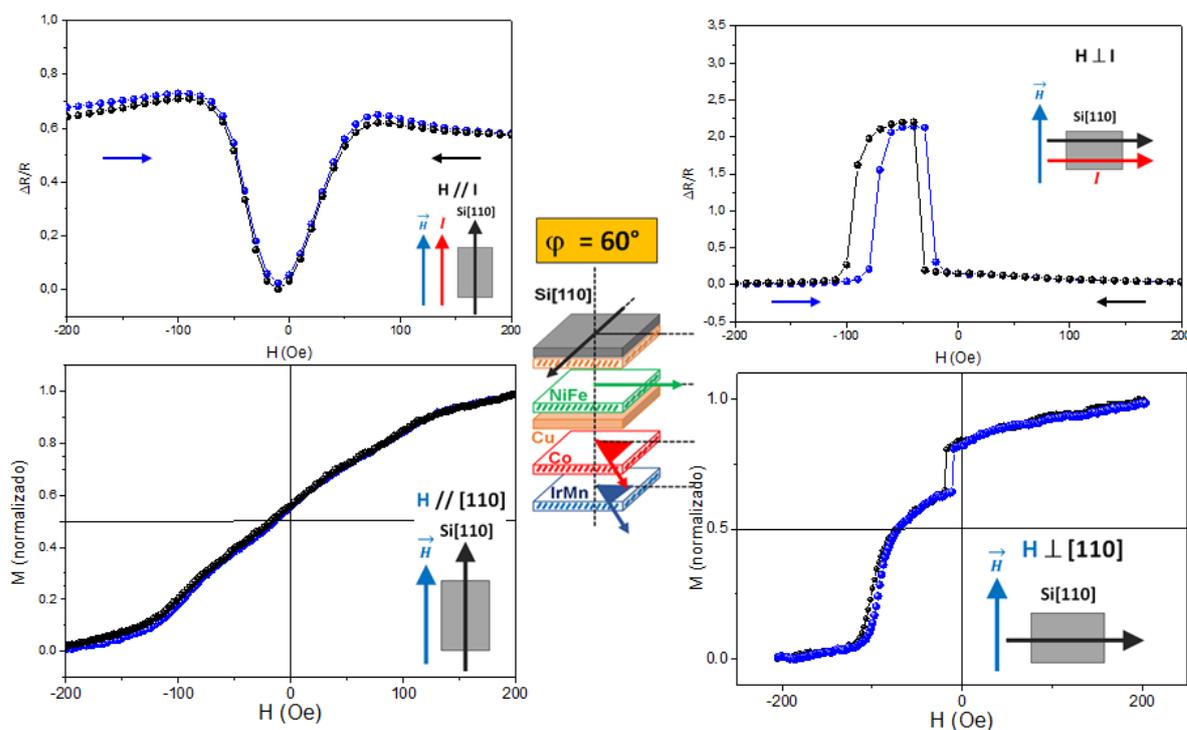


Figura C.9 - Curvas de $\Delta R/R$ para a $VS-\varphi=60^\circ$ (direção da magnetização do Py faz 60° com a direção de magnetização do Co) obtidas em duas geometrias de medidas (a) $H//i/[110]Si$ e (b) $H \perp i/[110]Si$. Em (c) e (d), temos as curvas de MOKE para a geometria $H//[110]Si$ e $H \perp [110]Si$, respectivamente do Conjunto II.

Conjunto II: dados de magnetorresistência $VS - \varphi = 90^\circ$:

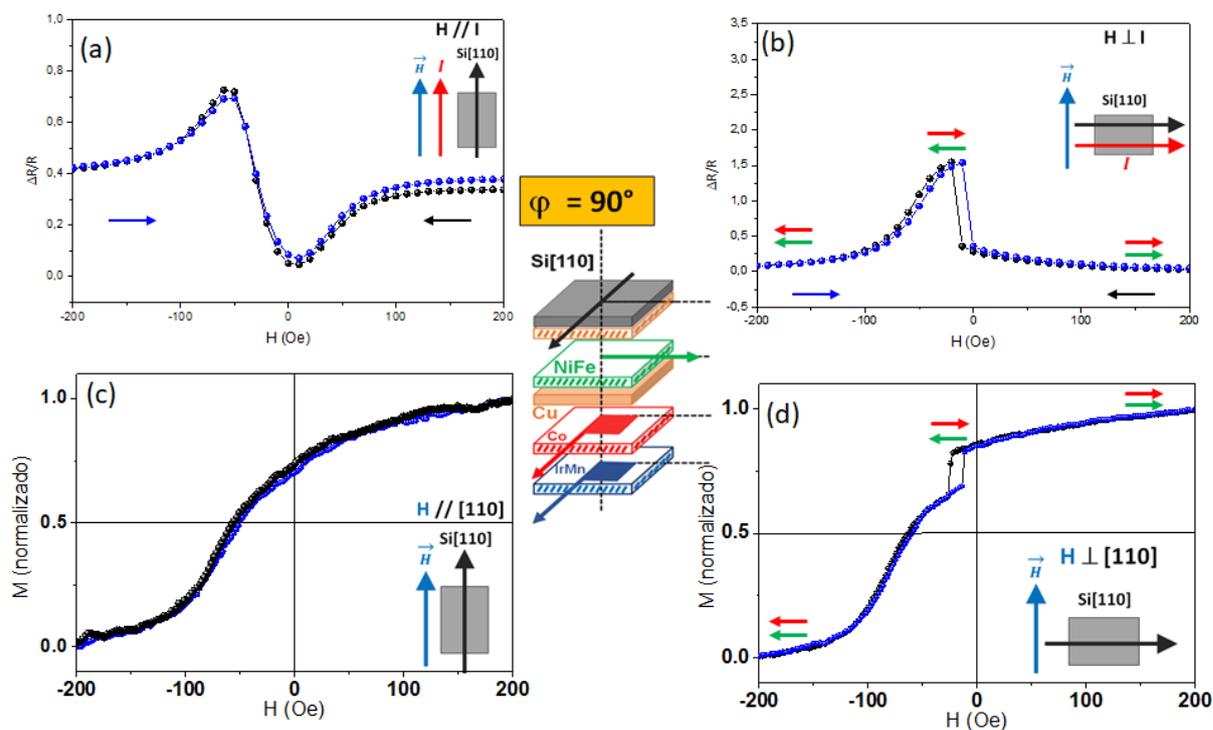


Figura C.10 - Curvas de $\Delta R/R$ para a $VS - \varphi = 90^\circ$ (direção da magnetização do Py está perpendicular à magnetização do Co) obtidas em duas geometrias de medidas (a) $H // i // [110]Si$ e (b) $H \perp i // [110]Si$. Em (c) e (d), temos as curvas de MOKE para a geometria $H // [110]Si$ e $H \perp [110]Si$, respectivamente do Conjunto II

Apêndice D

Microscopia de Força Magnética (MFM)

Medimos MFM para as seguintes amostras do Conjunto I: (a) Si(110)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Py(10nm- $\varphi=0^\circ$), e (b) Si(110)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Py(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(5nm- $\varphi=0^\circ$)/Co(10nm- $\varphi=0^\circ$) entretanto para a amostras (a) de Py(10nm) não obtemos sinal de MFM, possivelmente devido aos domínios do Py serem bem maiores do que o do cobalto. Para amostras de cobalto obtemos sinal de contraste coexistente das paredes de domínio de Bloch e de Néel e uma mistura dessas duas combinações similar ao trabalho reportado por Hsieh et al. [96].

A seguir mostramos como fica a medida de MFM obtidas a temperatura ambiente com varredura de $10,0 \mu\text{m}^2$ para o Co(10nm) representada na Figura D.1(a), e para efeito de comparação mostramos na Figura D.1(b) o resultado similar obtido para um filme de Níquel (15nm).

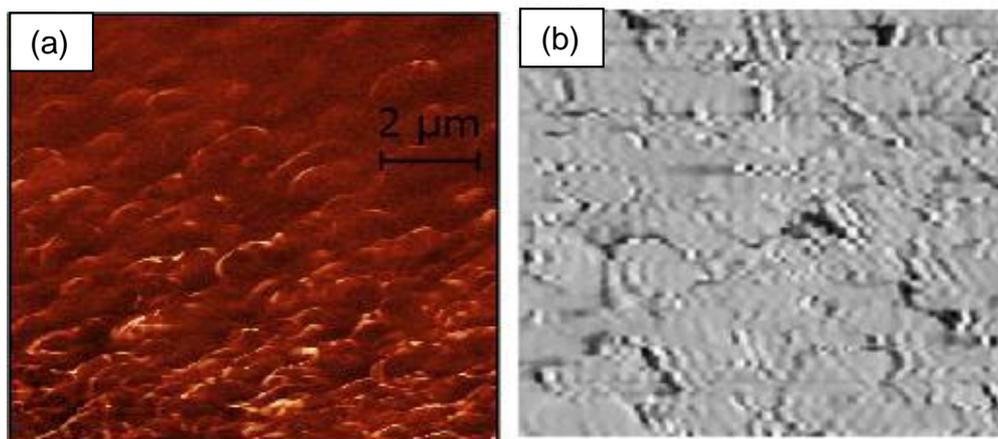


Figura D.1 - (a) MFM ($10,0 \mu\text{m}^2$) da amostra de Si(110)/Cu(8nm- $\varphi=0^\circ$)/Py(10nm- $\varphi=0^\circ$)/Cu(5nm- $\varphi=0^\circ$)/Co(10nm- $\varphi=0^\circ$). Em (b) MFM ($1,0 \mu\text{m}^2$) obtido para o filme fino de Ni(15nm) da referência Hsieh et al [96].