Universidade de São Paulo
Instituto de Física

Estudos das propriedades magnéticas e
magnetorresistivas em válvulas de spin do tipo
NiFe/Cu/NiFe/IrMn

Vinícius Pena Coto Limeira

Orientador: Prof. Dr. Luiz Carlos Camargo Miranda
Nagamine

Dissertação de mestrado apresentada ao Instituto de
Física da Universidade de São Paulo, como requisito
parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciências.

Banca Examinadora:

Prof. Dr. Luiz Carlos Camargo Miranda Nagamine - Orientador (IF - USP)

Prof. Dr. Flavio Garcia (CBPF)

Prof. Dr. Valberto Pedruzzi Nascimento (IF - UFES)

São Paulo
2017

FICHA CATALOGRÁFICA
Preparada pelo Serviço de Biblioteca e Informação
do Instituto de Física da Universidade de São Paulo

Limeira, Vinícius Pena Coto

Estudos das propriedades magnéticas e magnetorresistivas em válvulas de spin do tipo NiFe/Cu/NiFe/IrMn. São Paulo, 2017.

Dissertação (Mestrado) – Universidade de São Paulo. Instituto de Física. Depto. de Física dos Materiais e Mecânica.

Orientador: Prof. Dr. Luis Carlos Camargo Miranda Nagamine
Área de Concentração: Laboratório de Materiais Magnéticos

Unitermos: 1. Física; 2. Magnetismo; 3. Fenômenos magnéticos;
4. Filmes finos.

USP/IF/SBI-119/2017

University of São Paulo
Physics Institute

Studies of magnetic and magnetoresistive
properties in spin valves of the type
NiFe/Cu/NiFe/IrMn

Vinícius Pena Coto Limeira

Supervisor: Prof. Dr. Luiz Carlos Camargo Miranda
Nagamine

Dissertation submitted to the Physics Institute of the
University of So Paulo in partial fulfillment of the re-
quirements for the degree of Master of Science.

Examining Committee:

Prof. Dr. Luiz Carlos Camargo Miranda Nagamine - Supervisor (IF - USP)

Prof. Dr. Flavio Garcia (CBPF)

Prof. Dr. Valberto Pedruzzi Nascimento (IF - UFES)

São Paulo
2017

A menos que modifiquemos a nossa maneira de pensar, não seremos capazes de resolver os problemas causados pela forma como nos acostumamos a ver o mundo

Albert Einstein

Dedico esta dissertação a minha família, minha mãe, Matilde, meu pai, Eliomar, meu irmão, Diego, e a Cibele, que me deram amor, carinho e coragem de perseguir meus sonhos.

Agradecimentos

Agradeço primeiramente ao meu orientador Luiz Carlos Camargo Miranda Nagine por ter me dado esta oportunidade, pela paciência e confiança, por estes anos de orientação e passagem de conhecimento. Espero que possamos trabalhar em diversos outros projetos, para continuarmos com as discussões alegres e cheias de ideias.

Agradeço aos professores do LMM, ao professor Daniel Cornejo pelos ensinamentos e discussões que contribuíram para o desenvolvimento deste projeto. Ao professor Antônio Domingues que me indicou para ser orientado do professor Luiz.

Agradeço aos técnicos do LMM, Renato, Sérgio, Marcelo, Paulo e Marcos por toda ajuda com os equipamentos, desenvolvimento de peças e bate-papos na hora do café.

Agradeço aos técnicos do LAMF pelas medidas de RBS.

Agradeço aos técnicos do Laboratório de Cristalografia, Antônio Carlos e Társis pelas medidas de raios-X e refletividade.

Obrigado aos meus colegas pós-graduação, Amina, Diana, Fernando, Fernanda, pelas discussões e ótima convivência, Francisco pela amizade e companheirismo, Gerson por desenvolver o software utilizado na fabricação das amostras.

Obrigado ao meu irmão Diego e a minha prima Michele por me ajudar a corrigir a ortografia desta dissertação.

Agradeço ao Instituto de Física da Universidade de São Paulo e aos Professores, pela minha formação em bacharelado.

Agradeço aos órgãos de fomento que financiaram este projeto, CAPES, CNPQ e FAPESP.

Resumo

Válvulas de Spin têm sido utilizadas na fabricação de sensores magnéticos e memórias de acesso randômico, sendo muito importantes do ponto de vista tecnológico. Neste trabalho, foram exploradas as análises das curvas de reversão de primeira ordem da magnetorresistência (MR-FORC), bem como ajustes das curvas de histereses da magnetização e magnetorresistência, para estudar o fenômeno de “*exchange-bias*”, anisotropia magnética e propriedades magnetorresistivas. As válvulas de spin estudadas foram do tipo NiFe/Cu/NiFe/IrMn, tendo camadas semente e de cobertura de Ta, preparadas por *sputtering*.

Um modelo fenomenológico de parede de domínios no material antiferromagnético (AFM) foi utilizado, levando em conta as anisotropias magnéticas e interações entre as camadas. Juntamente, foram consideradas certas dispersões da anisotropia dos grãos ferromagnéticos (FM) e antiferromagnéticos (com distribuições Gaussianas) em torno dos respectivos eixos de anisotropia uniaxiais. Para o ajuste da magnetização de algumas amostras, foi necessário utilizar uma rotação no plano de um ângulo α nos eixos de anisotropia uniaxiais do FM e AFM, em relação à direção do campo magnético aplicado durante a deposição dos filmes. Bons ajustes das curvas de histereses das magnetizações foram obtidos nas direções medidas do campo magnético aplicado. Um método baseado em medidas de variações angulares da magnetorresistência em campos constantes foi proposto para extrair este ângulo para cada amostra. Foram obtidas razoáveis concordâncias entre estes ângulos e os correspondentes extraídos dos ajustes das curvas de magnetização.

Através da análise dos diagramas da MR-FORC e de simulações indicados dos resultados dos ajustes das histereses da magnetização foi encontrada uma relação direta entre os campos de interação (e suas incertezas) com os campos de “*exchange-bias*” (H_{EB}) dos grãos da distribuição (extraídos das simulações, usando a largura da distribuição obtida do ajuste). Resumindo, esta análise mostrou que esta técnica permite extrair informações comparativas sobre a dispersão dos eixos de anisotropia dos grãos FM e AFM em torno do eixo de anisotropia uniaxial, o que pode ser importante na caracterização dos sensores magnetorresistivos. Além disso, análise dos diagramas MR-FORC indicaram início da presença de descontinuidade na camada de NiFe presa em 27Å, com um

aumento acentuado (acima do previsto) para a amostra com $25\text{\AA}$. Este aumento acima do previsto corrobora com nossa hipótese. As simulações das curvas de histerese da magnetorresistência não foram muito bons, indicando que melhorias devem ser introduzidas no modelo utilizado para a simulação da histerese da magnetorresistência, obtidos a partir dos ângulos das camadas ferromagnéticas livre e presa. A questão referente a presença em algumas das amostras de um desalinhamento entre os eixos fáceis do FM e do AFM ainda é uma questão em aberto, mas neste trabalho foi encontrado que este ângulo γ é igual a 2α .

Palavras-chave: Válvula de Spin, Magnetização, Magnetorresistência, FORC, Anisotropia, Ferromagnetismo.

Abstract

Spin Valves have been employed as magnetic sensors and used in random access memories, showing they are very important from a technological point of view. In this work, analyses of the magnetoresistance first order reversal curves (MR-FORC) have been used, as well as fittings of the magnetization and magnetoresistance hysteresis, to study the exchange-bias phenomena, magnetic anisotropies and magnetoresistance in spin valves. Sputtering has been used to the deposition of NiFe/Cu/NiFe/IrMn, and Ta has been deposited as seed and buffer layers.

A domain wall model (in the antiferromagnetic layer) taking into account the magnetic anisotropies and the interactions between the layers has been employed to fit the magnetization hysteresis. Some textures have been also introduced to take into account the ferromagnetic (FM) and antiferromagnetic (AFM) grains dispersion (with Gaussian distributions) centered around the respective uniaxial anisotropy axes. However, to obtain good fits for some samples, it has been necessary to include an in-plane rotation of an angle α of the both FM and AFM easy axes in relation to the field direction applied during the growing of the films. Good fits of the magnetization hysteresis have been obtained for all measured directions of the applied field. A new method based on the angular variation of the magnetoresistance to constant fields has been proposed to directly extract those angles. Reasonable agreements have been obtained between these angles and the corresponding ones extracted from the fits of the magnetization loops. Through the analyses of the MR-FORC and from the simulations indicated by the parameters (obtained from the fittings of magnetization loops), a direct relationship between the interaction fields (and its uncertainties) and the exchange-bias fields of the grains of the distribution (extracted from the simulations, using the width of the distribution obtained from the magnetization fittings) has been identified.

In summary, this analysis has showed that this technique allows to extract comparative information about the dispersion of the anisotropy axes of the FM and AFM grains around the uniaxial axis, which can be very import to the characterization of spin-valve based sensors. Besides, MR-FORC analyses have also indicated the presence of a threshold of discontinuity of the pinned NiFe layer at $27\text{\AA}$, showing a huge increase (above of the expected) to the sample at $25\text{\AA}$, and this unexpected increasing has

corroborated with our hypothesis. Simulations of the magnetoresistance loops have not been good, which indicates that improvements should be included in the model employed to simulate these curves, obtained from the pinned and free angles of the NiFe layers. Concerning the case of the presence of misalignments of FM and AFM for some samples, it is still an open question, but in this work, we have found that this angle (γ) is equal to 2α .

Keywords: Spin valve, Magnetization, Magnetoresistance, FORC, Anisotropy, Ferromagnetism.

Lista de Figuras

1.1	Esquema simplificado do efeito de “ <i>exchange-bias</i> ” na magnetização de uma estrutura FM/AFM, onde as indicações (i), (ii), (iii) e (iv) mostram como os momentos magnéticos se orientam sob diferentes valores de campo aplicado H . Figura adaptada de [36].	6
1.2	Representação das configurações interfaciais colineares de spin em bicamadas FM/AFM, onde (A) e (B) são não-compensadas e (C) é compensada. Figura adaptada de [37].	7
1.3	Representação das configurações interfaciais não-colineares de spin em bicamadas FM/AFM. Figura retirada de [37].	8
1.4	Dependência de H_{EB} e H_C com o inverso da espessura da camada FM em um sistema IrMn/Co. Os símbolos vazios representam um conjunto de dados iniciais e os símbolos cheios medidas posteriores. A linha em H_{EB} vs $1/t$ representa um ajuste linear. Figura retirada de [38].	9
1.5	Dependência de H_C e H_{EB} com a espessura de IrMn no sistema NiFe/IrMn. Figura retirada de [41].	10
1.6	Dependência de H_C (a) e H_{EB} (ou H_{ex}) (b) com a temperatura, as linhas pontilhadas representam a temperatura de bloqueio e os símbolos as espessuras da camada AFM em Co/IrMn. Figura retirada de [42].	11
1.7	Dependência de H_{EB} (ou H_E) e H_C com o número de repetições do ciclo de histerese (n) para uma bicamada uniforme de NiFe(3nm)/FeMn(2,4nm) a temperatura ambiente. Figura adaptada de [45].	12
1.8	Esquema da formação da parede de domínio descrita pelo modelo de Mauri e colaboradores [20]. As setas vermelhas indicam como os spins estão distribuídos na parede de domínio. A distribuição tem formato espiralado.	14

1.9	a) Ilustração de uma curva de magnetização para uma válvula de spin, onde as setas indicam a direção das camadas FM livre e presa com relação ao campo aplicado. b) Figura esquemática de uma válvula de spin. . . .	18
1.10	Esquema da densidade de estados (DOS) para o Co, ferromagneto, e para o Cu, metal não magnético. Figura retirada de [62].	19
1.11	Esquema dos “spins” nas camadas ferromagnéticas no fenômeno da GMR, onde os retângulos laranjas representam as camadas ferromagnéticas e os retângulos azuis, os separadores não magnéticos. As setas tracejadas representam as direções das magnetizações nas camadas ferromagnéticas, e as setas contínuas esquematizam a resistência sofrida pelos elétrons. . . .	20
1.12	Esquematização do efeito da magnetorresistência anisotrópica, onde a figura a esquerda mostra a configuração de alta resistência(campo e corrente paralelos entre si), e a direita, a configuração de baixa resistência(campo e corrente perpendiculares entre si).	22
1.13	Esquematização de uma FORC para uma medida de magnetização, onde H é o campo aplicado e H_r , o campo de reversão. Figura adaptada de [10].	25
1.14	Esquematização de uma medida FORC completa. Figura retirada de [10].	25
2.1	Esquema da técnica de deposição Sputtering utilizada para a produção das amostras. Figura adaptada de [57].	28
2.2	Foto do porta substrato utilizado na deposição das Válvulas de Spin. As setas indicam a direção e o sentido do campo magnético aplicado durante a deposição.	29
2.3	Esquema para difração de Bragg para planos separados por uma distância d , onde S_0 é o feixe incidente e S_1 é o difratado. Figura retirada de [59]. .	31
2.4	Medida de refletividade para um filme fino.	33
2.5	Esquematização do aparato experimental do VSM para medidas de magnetização. Figura retirada de [60].	35
2.6	Arranjo para o sistema de 4 pontas DC. Figura retirada de [61].	37

2.7	Fluxograma do controle do sistema para aquisição de dados da Variação angular da Magnetorresistência.	38
3.1	Estrutura esquemática das SVs.	39
3.2	Medida e simulação de RBS para uma monocamada de IrMn, onde os pontos em vermelho são as medidas experimentais e os pontos em azul são os pontos simulados.	40
3.3	Medida de refletividade para uma monocamada de IrMn.	41
3.4	Curva de n versus $\sin^2(\theta)$, para a monocamada de Ta.	42
3.5	Medidas de XRD para as 6 amostras, onde cada cor indica uma amostra.	43
4.1	Histereses da magnetização (símbolos) e respectivos ajustes (linhas vermelhas) para as amostras S1, S2, S3, S4, S5 e S6, com o campo magnético aplicado na direção do campo magnético aplicado durante a deposição ($\phi_H = 0^\circ$),	47
4.2	Curvas das distribuições gaussianas das direções dos grãos obtidas a partir da multiplicação das distribuições gaussianas de orientação dos grãos das camadas Py(2) presa e IrMn. A linha preta centrada em zero indica a direção do campo magnético utilizado durante a deposição.	49
4.3	Curvas das distribuições gaussianas utilizadas nos ajustes das curvas de magnetização para as amostras, onde a linha preta e a linha vermelha representam as distribuições de orientação dos grãos das camadas Py(2) presa e IrMn, respectivamente.	50
4.4	Curvas de magnetorresistência e respectivos ajustes, linhas vermelhas, para as 6 amostras com campo magnético aplicado na direção do campo magnético utilizado na deposição das amostras ($\phi_H = 0^\circ$).	53
4.5	Medidas FORC (esquerda) e seus respectivos diagramas (direita) para as amostras S1, S2 e S3.	57
4.6	Medidas FORC (esquerda) e seus respectivos diagramas (direita) para as amostras S4, S5 e S6.	58

4.7	Curvas das distribuições de h_b (esquerda) e h_c (direita) extraídas dos diagramas FORC das amostras S1, S2, S3, S4 e S5.	59
4.8	H_{EB} versus $1/t_2$, onde os símbolos são os dados experimentais extraídos das histereses da magnetização e os a linha representa o ajuste linear. . .	61
4.9	Simulação das magnetizações da camada Py(2) nos pontos A, B, C, D e E para as amostras S1 e S2 (ver Fig. 4.2), com $\phi_H=0^\circ$	62
4.10	Simulação das magnetizações da camada Py(2) nos pontos A, B, C, D e E para as amostras S3 e S4 (ver Fig. 4.2), com $\phi_H=0^\circ$	63
4.11	Simulação das magnetizações da camada Py(2) nos pontos A, B, C, D e E para as amostras S5 e S6 (ver Fig. 4.2), com $\phi_H=0^\circ$	64
4.12	Valores de H_{EB}^{Mag} extraídos das histereses da magnetização (círculos), H_{EB} extraídos das análises das simulações das magnetizações de alguns grãos selecionados (asteriscos), h_b extraídos da distribuição MR-FORC (estrela) e H_{EB}^{MR} extraídos da histereses da magnetorresistência (triângulo).	67
4.13	Valores de H_C^{Mag} extraídos das histereses da magnetização (círculos), H_C extraídos das análises das simulações das magnetizações de alguns grãos selecionados (asteriscos), h_c extraídos da distribuição MR-FORC (estrela) e H_C^{MR} extraídos da histereses da magnetorresistência (triângulo).	67
4.14	Esquematização das regiões I, II e III para os campos fixos escolhidos das medidas de VAR.	69
4.15	Medidas VAR (símbolos) e seus respectivos ajustes (linhas) das regiões I e III para as amostras S1, S2, S3, S4, S5 e S6.	70
4.16	Medidas VAR (símbolos) e seus respectivos ajustes (linhas) das regiões II para as amostras S3 e S4.	71
4.17	Medidas VAR (símbolos) e seus respectivos ajustes (linhas) das regiões II para as amostras S5 e S6.	72
4.18	Curvas teóricas de H_{EB} e H_C versus o ângulo entre o campo aplicado e o eixo de fácil magnetização das amostras S1, S2 e S3.	74

4.19	Curvas teóricas de H_{EB} e H_C versus o ângulo entre o campo aplicado e o eixo de fácil magnetização das amostras S4, S5 e S6.	75
4.20	Curvas de magnetização e respectivos ajustes, linhas vermelhas, para as 6 amostras com campo aplicado em $\phi_H = 30^\circ$ da direção de campo aplicado durante a deposição.	76
4.21	Curvas de magnetização e respectivos ajustes, linhas vermelhas, para as 6 amostras com campo aplicado em $\phi_H = 60^\circ$ da direção de campo aplicado durante a deposição.	77
4.22	Curvas de magnetização e respectivos ajustes, linhas vermelhas, para as 6 amostras com campo aplicado em $\phi_H = 90^\circ$ da direção de campo aplicado durante a deposição.	78
4.23	Curvas de magnetorresistência e respectivos ajustes, linhas vermelhas, para as 6 amostras com campo aplicado em $\phi_H = 30^\circ$ da direção de campo aplicado durante a deposição.	79
4.24	Curvas de magnetorresistência e respectivos ajustes, linhas vermelhas, para as 6 amostras com campo aplicado em $\phi_H = 60^\circ$ da direção de campo aplicado durante a deposição.	80
4.25	Curvas de magnetorresistência e respectivos ajustes, linhas vermelhas, para as 6 amostras com campo aplicado em $\phi_H = 90^\circ$ da direção de campo aplicado durante a deposição.	81

Lista de Tabelas

2.1	Parâmetros utilizados nas produções das amostras, o tipo de alvo, a potência, a tensão, a corrente e a taxa de deposição.	30
3.1	Valores obtidos das espessuras das monocamadas fabricadas a partir do método “ <i>sputtering</i> ”.	42
3.2	Valores obtidos dos tamanhos médios dos grãos para o Py (111) e o IrMn (111) de todas as 6 amostras.	44
3.3	Espessuras das camadas das 6 válvulas de spin ordenadas por espessura da camada presa Py(2) de forma decrescente.	44
4.1	Parâmetros de campo utilizados para os melhores ajustes das curvas de magnetização, H_W , H_{U1} , H_{U2} , H_{RA} , H_{EA} , H_{EB} , t_r , α e σ	51
4.2	Parâmetros obtidos dos melhores ajustes das curvas de magnetização. . .	51
4.3	Valores de campo de “ <i>exchange-bias</i> ” e campo coercivo para as 6 amostras no eixo de fácil magnetização.	55
4.4	Campos de “ <i>exchange-bias</i> ” esperados para os pontos A, B, C, D e E (ver Fig. 4.2), bem como a média do campo de “ <i>exchange-bias</i> ” ($\langle H_{EB} \rangle$), que foi calculada de modo que este valor, levando em conta as incertezas, abrangesse todos os valores obtidos para os campos H_{EB} dos pontos citados. Também foram incluídos os valores dos campos de interação (h_b) extraídos dos diagramas FORCs.	65
4.5	Campos coercivos esperados para os pontos A, B, C, D e E (ver Fig. 4.2), bem como a média do campo coercivo ($\langle H_C \rangle$), que foi calculado de modo que este valor, levando em conta as incertezas, abrangesse todos os valores obtidos para os campos H_C dos pontos citados. Também foram incluídos os valores dos campos coercivos (h_c) extraídos dos diagramas FORCs. . .	66

Sumário

1	Introdução	1
1.1	Fundamentos Teóricos	3
1.2	Tipos de magnetismo	4
1.3	Interação de “ <i>exchange-bias</i> ”	5
1.3.1	Dependência de H_{EB} e H_C com a espessura da camada FM . . .	8
1.3.2	Dependência de H_{EB} e H_C com a espessura da camada AFM . . .	9
1.3.3	Temperatura de Bloqueio	10
1.3.4	Efeito de Treinamento	12
1.4	Modelos teóricos do <i>exchange-bias</i>	13
1.4.1	Modelo de Mauri	14
1.5	Acoplamento entre tricamadas FM/NM/FM	16
1.6	Válvulas de Spin	17
1.6.1	Modelo para Válvulas de Spin	22
1.7	Curvas de reversão de primeira ordem (FORC)	24
2	Técnicas Experimentais	27
2.1	Método de deposição de filmes por pulverização catódica (<i>sputtering</i>) . .	27
2.2	Caracterização Estrutural	30
2.2.1	Difração de Raios-X	30
2.2.2	Retroespalhamento de Rutherford	32

2.2.3	Refletividade	33
2.3	Caracterização Magnética e Magnetorresistiva	34
2.3.1	Magnetômetro de Amostra Vibrante (VSM)	35
2.3.2	Magnetorresistência	36
3	Preparação e Caracterização das Válvulas de Spin	39
3.1	Análise Estrutural	40
4	Resultados	45
4.1	Campo magnético aplicado em $\phi_H = 0^\circ$	45
4.2	Método de determinação do ângulo de desalinhamento (α)	68
4.3	Campo magnético aplicado em $\phi_H = 30^\circ, 60^\circ$ e 90° ,	74
5	Conclusão	82
5.1	Discussão	82

Capítulo 1

Introdução

Os dispositivos eletrônicos tem evoluído cada vez mais rápido, tanto no quesito de eficiência e miniaturização, quanto na descoberta de novas estruturas e fenômenos. Entre estes dispositivos pode-se destacar os *Solid State Drivers*, no qual armazenam e reproduzem dados com mais eficiência que os discos rígidos convencionais. O desenvolvimento desses dispositivos só foi possível graças aos avanços na área de Física da Matéria Condensada, principalmente na eletrônica de Spin, ou Spintrônica.

Diversos fenômenos são observados em dispositivos de spintrônica entre eles pode-se destacar a magnetorresistência gigante (ou do inglês, *Giant Magnetoresistance*, GMR) [4, 5] e o fenômeno de *Exchange-Bias* (EB) [1]. Estes fenômenos são comumente observados em filmes compostos por camadas ferromagnéticas (FM) e antiferromagnéticas (AFM). As principais aplicações tecnológicas destes fenômenos são em sensores magnéticos e memórias de acesso dinâmico baseados em válvulas de Spin (do inglês, *Spin Valve*, SV). Estas estruturas foram fabricadas e estudadas por Dieny e colaboradores [4], consistindo de maneira simplificada por duas camadas ferromagnéticas, intercaladas por uma camada não magnética (NM) suficientemente espessa para desacoplá-las magneticamente. Uma das camadas FM é acoplada à uma camada AFM e a outra camada é livre para seguir o campo magnético aplicado. O desenvolvimento destas estruturas levou a um avanço tecnológico importante, graças a alta sensibilidade $[\text{MR}(\%)/\text{Oe}]$ destas estruturas. Além disso, o fenômeno de EB desloca as curvas de variação da resistência fora da região ao redor do campo zero, reduzindo os ruídos elétricos no sistema (ruído magnético de Barkhausen [28]). Alguns trabalhos estudaram como o acoplamento de EB ocorre entre as camadas FM/AFM para diferentes espessuras destas camadas, outros analisaram a influência do tipo de interface (compensada, não compensada ou mista), diferentes texturas e rugosidades no fenômeno de EB. Mais recentemente, foi evidenciada a presença de desalinhamento entre as eixos de anisotropia do FM e do AFM [7].

Outro ponto importante para os estudos de SV é verificar a presença ou não de interação entre as camadas FMs presa e livre, que depende diretamente da espessura da

camada NM entre as camadas FMs livre e presa. A partir desse conhecimento é possível determinar qual a espessura mínima necessária para desacoplar as camadas FMs. Além da interação entre as camadas FMs, a presença de camadas magneticamente mortas (paramagnéticas) produzidas pela difusão dos átomos da camada NM na camada FM, tem sido observada em multicamadas de NiFe/Cu e pode ter um papel importante nas propriedades de transporte [19]. A importância destas interfaces paramagnéticas também serão consideradas e discutidas neste trabalho.

Mesmo com a grande variedade de aplicações e diversos estudos realizados, o entendimento destes fenômenos ainda não é completo. Isto ocorre pelos diversos resultados que podem ser obtidos por diferentes técnicas para o campo de EB (H_{EB}) [2, 3], ou pelos modelos existentes destes fenômenos ainda não explicarem de maneira satisfatória toda a complexidade existente nos diversos sistemas.

A maioria dos estudos em válvulas de spin são realizados utilizando o campo aplicado na direção de fácil magnetização das amostras, visando o interesse em aplicações tecnológicas [34]. Entre estes estudos podemos mencionar o que relaciona a histerese da magnetorresistência com os ângulos das magnetizações das camadas ferromagnéticas livre e presa [6]. Neste trabalho, os ângulos foram obtidos através dos ajustes das curvas de magnetização, usando o modelo modificado de Mauri e colaboradores [20], considerando uma dispersão da anisotropia uniaxial dos grãos em torno do eixo de fácil magnetização [21] (distribuição gaussiana). Entretanto, do ponto de vista fundamental e para o estudo do fenômeno de EB, pesquisas suplementares devem ser realizados com o campo externo aplicado em diferentes direções no plano do filme, tanto em medidas de magnetização, assim como, de magnetorresistência. Este tipo de estudo foi realizado neste trabalho e será discutido nas próximas seções.

No trabalho de Pogossian e colaboradores [7] foi proposto um método experimental para determinar o ângulo de desalinhamento entre as camadas FM e AFM em estudos de bicamadas FM/AFM, através das curvas de magnetização no eixo duro (ângulo entre o campo aplicado e o eixo de fácil magnetização igual a 90° e -90°). Por meio de procedimentos de análise destas curvas, eles determinam o ângulo de desalinhamento. Entretanto, para as válvulas de spin não é possível utilizar o mesmo método devido às curvas de magnetização serem resultado da convolução de duas camadas magnéticas distintas (livre e presa). Nesta dissertação será proposto um novo método para a obtenção deste ângulo através de medidas e análise de variações angulares da magnetorresistência em campos magnéticos fixos (VAR), descrito nas referências [23, 24]. Estes foram alguns

dos trabalhos que motivaram esta dissertação.

Para o estudo dos fenômenos de transporte e magnetização foram produzidas seis amostras do tipo válvulas de Spin, com a seguinte configuração: Ta/NiFe/Cu/NiFe/IrMn/Ta. A escolha deste sistema foi devido à grande importância tecnológica no uso em sensores magnéticos [35] e memórias não voláteis [34]. Nesta amostras foram variadas as espessuras das camadas de NiFe (Py = Ni₈₁Fe₁₉, permalloy) (camadas FMs presas e livres), Cu (camada NM) e IrMn (camada AFM). A finalidade foi estudar o comportamento do EB e da GMR em função destas espessuras.

Estes estudos foram realizados utilizando medidas de histereses da magnetização e magnetorresistência, variação angular da magnetorresistência (VAR), bem como medidas de curvas reversas de primeira ordem (do inglês, *First Order Reversal Curves*, FORC) da magnetorresistência.

A dissertação foi organizada da seguinte forma: capítulo 1, aborda a introdução e modelo teórico utilizado na interpretação dos resultados; capítulo 2, são descritos o método de fabricação das amostras e técnicas de caracterizações utilizadas; capítulo 3, são mostradas as válvulas de spin produzidas e suas caracterizações estruturais; capítulo 4, são mostrados os resultados das caracterizações magnéticas e magnetorresistivas, bem como as discussões destes resultados; capítulo 5, são apresentadas as conclusões e as perspectivas futuras.

1.1 Fundamentos Teóricos

Os relatos do magnetismo são conhecidos desde a antiguidade, onde os gregos realizavam experiências com magnetita, um ímã natural. Com o decorrer da história houveram grandes desenvolvimentos nas aplicações deste fenômeno, como a bússola, a correlação com a eletricidade através da descoberta de Oersted em 1820, na qual observou-se que uma corrente elétrica num fio produzia efeito magnético através da mudança de orientação da agulha de uma bússola nas proximidades do fio. Faraday e Henry descobriram que um campo magnético variável produzia corrente em um circuito, em 1831. Entretanto o entendimento pleno do magnetismo só foi possível graças ao desenvolvimento da mecânica quântica, através da qual foi possível compreender a origem microscópica deste fenômeno. O diversos tipos de magnetismo tem origem no spin dos elétrons e

no princípio de exclusão de Pauli, o que permite explicar a origem do paramagnetismo, ferromagnetismo e antiferromagnetismo [14, 15].

Nesta introdução são descritos os fenômenos de “*exchange-bias*” e magnetorresistência gigante. As principais interações entre bicamadas FM/AFM, tricamadas FM/NM/FM e válvulas de spin serão revistas. Posteriormente será descrito o modelo modificado de Mauri e colaboradores, o qual será utilizado nesta dissertação para ajudar a interpretar os dados experimentais.

1.2 Tipos de magnetismo

As características magnéticas manifestam-se no material devido ao ordenamento dos momentos magnéticos dos átomos e de seus spins, tendo origem na magnetização espontânea ou na magnetização induzida por um campo magnético aplicado. Os ordenamentos magnéticos podem ser classificados de diversas formas, entre elas pode-se destacar os ordenamentos ferromagnéticos e antiferromagnéticos. Estes dependem tanto da interação entre os átomos dos materiais quanto da temperatura. O ferromagnetismo (FM) é um termo utilizado para caracterizar efeitos magnéticos intensos. Este efeito tem como característica o alinhamento paralelo espontâneo dos momentos magnéticos material, geralmente ocorrendo para os metais de transição (Ni, Fe, Co) e ligas destes metais. Entretanto, para minimizar a energia do sistema, pode ocorrer a formação de domínios magnéticos no material. Para temperaturas acima da temperatura de Curie, T_C , os momentos magnéticos apresentam-se distribuídos aleatoriamente, caracterizando um ordenamento paramagnético e com magnetização somente induzida com o campo magnético externo.

Os antiferromagnetos possuem momentos magnéticos ordenados antiparalelos, devido ao acoplamento de troca favorecer esta configuração. Entre os antiferromagnetos mais comuns podemos destacar o IrMn, o FeMn e alguns óxidos dos metais de transição, que possuem grande aplicação tecnológica. Quando aquecidos acima da temperatura de Néel, T_N , os momentos magnéticos distribuem-se em direções aleatórias, caracterizando seu ordenamento paramagnético.

Estes tipos de ordenamento magnéticos possuem papéis fundamentais no entendimento dos fenômenos de “*exchange-bias*” e de transporte eletrônico que serão discutidos

nas próximas seções.

1.3 Interação de “*exchange-bias*”

O efeito de *exchange-bias* (EB), traduzindo como interação de intercâmbio, consiste no deslocamento em campo da curva de histerese magnética em relação a sua posição normal (centrada em torno de $H = 0$), como pode ser visto de maneira simplificada na figura 1.1. Este deslocamento ocorre devido a interação das interfaces entre uma camada FM e outra AFM. A interação na interface entre a camada FM e com os momentos não compensada do AFM, que agem como um campo efetivo que muda o comportamento da camada ferromagnética sob um campo aplicado. A mudança provoca um deslocamento em campo da curva de magnetização e é resultado do aparecimento de uma anisotropia unidirecional na interface FM/AFM (ou mais corretamente, “monosentidal” ou “unisentidal”). A anisotropia unidirecional pode ser imposta na interface através de tratamento térmico, onde o sistema é aquecido acima da temperatura de Néel do AFM e resfriado com campo magnético aplicado, ou com campo magnético aplicado durante a deposição. A energia de troca é dada fenomenologicamente por:

$$E_{EB} = -J_E \cos(\beta) \quad (1.1)$$

onde J_E é a constante de interação de troca na interface FM/AFM e β é ângulo entre os momentos na interface da camada FM e da camada AFM. Observa-se que a energia de troca é mínima quando a magnetização da camada FM está paralela à magnetização da camada AFM, entendendo este como o único estado de equilíbrio deste sistema FM/AFM.

O fenômeno de *exchange-bias* foi observado pela primeira vez por Meiklejohn e Bean [1, 2], quando estudavam partículas de Co oxidadas através do método de resfriamento com campo aplicado (do inglês, *field-cooling* (FC)), onde os grãos de Co eram cobertos por CoO. Este tipo de fenômeno também pode ocorrer em sistemas FM/NM/AFM [3], onde a interação entre as camadas FM e AFM depende da espessura e do tipo de material não magnético utilizado.

Figura 1.1: Esquema simplificado do efeito de “*exchange-bias*” na magnetização de uma estrutura FM/AFM, onde as indicações (i), (ii), (iii) e (iv) mostram como os momentos magnéticos se orientam sob diferentes valores de campo aplicado H . Figura adaptada de [36].

A figura 1.1 exemplifica o comportamento da curva de histerese magnética para um sistema FM/AFM, mostrando como os momentos da camada FM se comportam com o campo magnético aplicado (veja à parte da esquerda da figura 1.1). Nesta figura também estão representados o campo coercivo H_C e o campo de “*exchange-bias*” H_{EB} .

$$H_C = \frac{H_1 - H_2}{2} \quad (1.2)$$

$$H_{EB} = \frac{H_1 + H_2}{2} \quad (1.3)$$

onde H_1 e H_2 são os valores de campo aplicado quando a magnetização é zero ($M = 0$).

A interação entre as camadas FM e AFM depende se a camada interfacial do AFM é compensada ou não compensada. No caso compensado, os spins interfaciais do material AFM possuem configuração antiparalelo, o qual resulta numa magnetização nula na interface da camada AFM. A camada AFM é não compensada quando existe uma

camada atômica interfacial de spins não compensados, ou seja, os spins na interface possuem uma direção preferencial, resultando numa magnetização não nula interfacial desta camada. A interação da camada AFM não compensada com a camada FM possibilita o aparecimento do “*exchange-bias*”.

Figura 1.2: Representação das configurações interfaciais colineares de spin em bicamadas FM/AFM, onde (A) e (B) são não-compensadas e (C) é compensada. Figura adaptada de [37].

A Figura 1.2 mostra as distribuições dos momentos magnéticos dos spins para cada caso da camada AFM, compensado e não compensado, na configuração interfacial colinear. No caso não compensado, temos duas possibilidades de valores da constante de interação J_E (Figura 1.2 a), isto é, quando $J_E > 0$ temos um acoplamento paralelo das magnetizações do FM e do AFM (ferromagnético), enquanto que para $J_E < 0$, acoplamento antiparalelo (antiferromagnético) dado pela Figura 1.2 b. Neste último caso o deslocamento da curva de histerese ocorre na direção contrária do caso $J_E > 0$, e portanto, o campo de *exchange-bias* H_E possui valor positivo.

Além das interações colineares entre as camadas FM e AFM são observados também interações não-colineares em alguns sistemas, nas quais os momentos de spin do AFM estão direcionados perpendicularmente aos momentos da camada FM, de acordo com o esquema mostrado na Figura 1.3. Estes tipos de estruturas são observadas em filmes com anisotropia perpendicular. É importante entender certas características dos spins na interface. Os spins das interfaces não compensadas podem ser de dois tipos, isto é “*unpinned*” ou que são livres para se orientar na direção do campo aplicado, e “*pinned*” os quais são fixos e possuem orientação fixa. O primeiro tipo não contribui para o EB mas pode contribuir para a coercividade, enquanto o segundo contribui para o EB. Existem também outras configurações de spins, entre elas podemos destacar a formação

de paredes de domínios nas camadas FM e AFM [20].

Figura 1.3: Representação das configurações interfaciais não-colineares de spin em bicamadas FM/AFM. Figura retirada de [37].

1.3.1 Dependência de H_{EB} e H_C com a espessura da camada FM

A dependência dos campos H_{EB} e H_C com a espessura da camada FM foi estudada sistematicamente em diversos trabalhos. Para o campo de “*exchange-bias*”, a variação é inversamente proporcional à espessura da camada ferromagnética [32], $H_{EB} \propto 1/t_{FM}$, onde t_{FM} representa a espessura da camada FM. Entretanto, esta relação só é válida para camadas ferromagnéticas relativamente espessas e contínuas, já que no caso de existência de descontinuidade esta relação deixa de valer [39].

O campo H_C também varia inversamente com a espessura da camada FM, mas com um expoente da espessura (n) que varia entre 1 a 1.5 ($H_C \propto 1/t^n$). Estes valores foram observados e previstos teoricamente [40] em diversos trabalhos.

Na figura 1.4 são apresentadas as curvas de H_{EB} e H_C versus o inverso da espessura da camada FM para uma bicamada AFM/FM de IrMn/Co, onde as espessuras da camada FM são variadas entre 1 e 17 nm. Observa-se a dependência linear do campo de “*exchange-bias*” com o inverso da espessura da camada FM, enquanto o campo coercivo não apresenta este tipo de comportamento.

Figura 1.4: Dependência de H_{EB} e H_C com o inverso da espessura da camada FM em um sistema IrMn/Co. Os símbolos vazios representam um conjunto de dados iniciais e os símbolos cheios medidas posteriores. A linha em H_{EB} vs $1/t$ representa um ajuste linear. Figura retirada de [38].

1.3.2 Dependência de H_{EB} e H_C com a espessura da camada AFM

Além da dependência de H_{EB} e H_C com a espessura da camada FM, existe também uma dependência destes campos com a espessura da camada AFM. Esta dependência é complexa, possuindo diversos fatores a serem considerados, como por exemplo, a temperatura de bloqueio, o tipo de material AFM, o tamanho de grão, entre outros. O efeito de EB é observado a partir de uma espessura mínima da camada AFM (espessura crítica). Em geral, com o aumento da espessura o campo EB aumenta até um valor máximo e depois este valor se estabiliza.

A Figura 1.5 apresenta o comportamento dos campos H_C e H_{EB} em função da espessura da camada AFM em um sistema NiFe/IrMn. Para a curva de H_C versus a espessura, representada por quadrados, são observadas duas regiões, sendo a primeira onde o campo H_C cresce rapidamente, entre $t_{IrMn} = 0$ e 15 Å; e a segunda onde H_C decresce para valores t_{IrMn} acima de 20 Å. A espessura crítica para o aparecimento do EB é $t_{IrMn} = 10$ Å e pode ser obtida do comportamento de H_{EB} em função de t_{IrMn} . Acima da espessura crítica H_{EB} aumenta até atingir um valor máximo.

Figura 1.5: Dependência de H_C e H_{EB} com a espessura de IrMn no sistema NiFe/IrMn. Figura retirada de [41].

1.3.3 Temperatura de Bloqueio

Outro fator importante no estudo do fenômeno do EB é a temperatura na qual o sistema não apresenta mais este fenômeno, denominada temperatura de bloqueio T_B . Esta temperatura, em alguns casos, pode assumir valores menores que a temperatura de Néel. Em outros, nos quais a camada AFM é espessa, $T_B \approx T_N$. Os mecanismos que definem os valores da T_B ainda não são completamente conhecidos, mas algumas características que influenciam seus valores são: o tamanho de grãos interfaciais e a anisotropia da camada AFM, bem como sua espessura.

A figura 1.6 apresenta as curvas dos campos H_C e H_{EB} em função da temperatura para uma bicamada Co/IrMn. Na figura 1.6 (b) observa-se que H_{EB} apresenta um decaimento mais abrupto com a temperatura na espessura de 26 Å do IrMn do que nas mais espessas, resultando numa menor temperatura de bloqueio (indicada pela linha pontilhada).

Figura 1.6: Dependência de H_C (a) e H_{EB} (ou H_{ex}) (b) com a temperatura, as linhas pontilhadas representam a temperatura de bloqueio e os símbolos as espessuras da camada AFM em Co/IrMn. Figura retirada de [42].

1.3.4 Efeito de Treinamento

O efeito de treinamento [43] (“*Training effect*”) é uma das propriedades do fenômeno de EB. Esta propriedade foi inicialmente observada em sistemas Co/CoO e NiFe/AFM, e consiste na diminuição dos valores dos campos H_{EB} e H_C com o número de ciclos de histereses magnéticas medidos consecutivamente a uma temperatura fixa. Este tipo de degradação é observável através de figuras H_{EB} e H_C versus o número de repetições (n).

Figura 1.7: Dependência de H_{EB} (ou H_E) e H_C com o número de repetições do ciclo de histerese (n) para uma bicamada uniforme de NiFe(3nm)/FeMn(2,4nm) a temperatura ambiente. Figura adaptada de [45].

Na figura 1.7 são mostradas as variações de H_{EB} e H_C com o número de repetições (n) para uma bicamada uniforme de NiFe(3nm)/FeMn(2,4nm) a temperatura ambiente [45]. Nota-se que os campos H_{EB} e H_C decrescem rapidamente para as primeiras interações, 1 até 5. Após este intervalo, as variações de campos entre as repetições começam a diminuir.

1.4 Modelos teóricos do *exchange-bias*

Com a finalidade de entender melhor o fenômeno de EB, vários modelos teóricos têm sido desenvolvidos para tentar explicar as particularidades dos resultados experimentais obtidos nos diversos sistemas. Inicialmente, os valores de H_{EB} obtidos através dos modelos teóricos apresentavam grandes discrepâncias com aqueles obtidos experimentalmente, por não abranger partes essenciais dos mecanismos que compõem este fenômeno. A dificuldade de desenvolver um modelo que abrange toda a complexidade do EB está na grande variedade de sistemas que apresentam este tipo de acoplamento. Diversos modelos podem ser encontrados em artigos de revisão [2, 37], na qual estes modelos descrevem bem apenas alguns aspectos do fenômeno do EB. Nesta seção são mostrados alguns exemplos de modelos comumente utilizados na descrição deste fenômeno.

O primeiro modelo desenvolvido para explicar o fenômeno de EB foi criado por Meiklejohn e Bean [1, 2], no qual utiliza rotação coerente da magnetização, acoplamento ferromagnético entre as camadas FM e AFM e considera a interface AFM não-compensada e rígida. Entretanto, ele não reproduziu bons valores de H_{EB} , mas possibilitou implementações que originaram modelos mais complexos e melhores.

Néel [46] foi o primeiro a apresentar um modelo de paredes de domínios. Neste modelo, Néel considerou que interface AFM não-compensada pode sofrer deformações irreversíveis através da reversão da magnetização da camada FM. As paredes de domínio armazenariam parte da energia de troca entre as camadas no interior da camada AFM, e poderiam mudar sua configuração através da magnetização da camada FM. Esta energia armazenada pela parede diminuí o valor do campo de “*exchange-bias*” H_{EB} . Entretanto, ele é falho devido a forte dependência com as espessuras das camadas, requerendo espessuras mínimas para a validade do modelo. Apesar de suas restrições, também serviu de base para o aperfeiçoamento por outros autores

Em 1987, Mauri e colaboradores [20] desenvolveram um modelo no qual sugere a formação de parede de domínio planar na parte interfacial da camada AFM. Para este modelo é considerado um acoplamento interfacial ferromagnético entre um filme FM muito fino e um AFM infinitamente espesso. Este tipo de abordagem é necessário assumir que a parede de domínio seja formada na interface do AFM. Devido a formação da parede de domínio no AFM, é imposto um limite superior para a energia de troca, produzindo resultados razoáveis para H_{EB} .

Além dos modelos brevemente mencionados acima, existem outros que merecem ser lembrados, por exemplo, o modelo de Fulcomer e Charap [47], Malozemoff [48] e Koon [31].

1.4.1 Modelo de Mauri

O modelo proposto por Mauri e colaboradores é o que iremos utilizar neste trabalho. Nele supõem-se a formação de uma parede de domínio planar e paralela à camada AFM próxima à interface não-compensada FM/AFM. Além disso, o modelo utiliza as seguintes considerações: a rotação coerente dos spins na camada FM, o filme FM é fino e está sob um substrato AFM infinitamente espesso, a interface não-compensada FM/AFM é perfeitamente lisa, ou seja, sem rugosidade, e o acoplamento é ferromagnético. Considera também que a espessura da camada FM é muito menor que a largura de uma parede de domínio possível de se formar na camada FM, e assim, assumir que os momentos do ferromagneto possuem o mesmo ângulo com o eixo de anisotropia do AFM. A formação da parede de domínio ocorre no interior do AFM para que ocorra a reversão dos momentos na interface, o que limita a energia por unidade de área da interação de troca através da energia de formação da parede de domínio.

Figura 1.8: Esquema da formação da parede de domínio descrita pelo modelo de Mauri e colaboradores [20]. As setas vermelhas indicam como os spins estão distribuídos na parede de domínio. A distribuição tem formato espiralado.

A Figura 1.8 apresenta um esquema da formação da parede de domínio no

antiferromagneto para o modelo proposto por Mauri e colaboradores. Nesta figura são mostrados o ângulo β , que é a direção da magnetização na camada FM em relação ao eixo z, a espessura da interface FM/AFM (ε) e α , é o ângulo inicial do prolongamento da parede de domínio no AFM. As setas vermelhas indicam a distribuição de spins na parede de domínio dentro da camada AFM, mostrando que esta distribuição tem formato espiralado.

A energia magnética total de uma bicamada FM/AFM é descrita pela seguinte expressão:

$$E = -\sigma_W \cos\alpha - J_E \cos(\alpha - \beta) - K_{FM} t_{FM} \cos^2\beta - H M_{FM} t_{FM} \cos(\phi_H - \beta) \quad (1.4)$$

onde ϕ_H é o ângulo que define a direção do campo magnético aplicado em relação ao eixo de fácil magnetização. Os spins do ferromagneto apresentam rotação coerente, possuindo ângulo β com o eixo de anisotropia uniaxial da camada AFM (versor $\hat{\mathbf{z}}$). O spin interfacial do AFM forma ângulo α com o eixo $\hat{\mathbf{z}}$. Ao aplicar um campo magnético $\mathbf{H}$ na direção de fácil magnetização, a energia magnética total pode ser escrita em termos de σ_W . O fator σ_W é a energia por unidade de superfície de uma parede de domínio de 90° no AFM. Este fator é dado por $\sigma_W = 2\sqrt{AK}$, onde A é a rigidez de troca e K é a constante de anisotropia cristalina do antiferromagneto.

Escrevendo a equação 1.4 em termos de σ_W e para o campo magnético aplicado na direção do eixo fácil, tem-se:

$$\delta = -\cos\alpha - \lambda \cos(\alpha - \beta) + \mu \cos^2\beta - h \cos\beta, \quad (1.5)$$

Assim, o primeiro termo da equação 1.5 é a energia de formação da parede de domínio, o segundo termo é a energia de troca onde $\lambda = J_E/\sigma_W$ é a constante de troca normalizada, e J_E é a constante de acoplamento interfacial. O terceiro termo é a energia de anisotropia do ferromagneto, sendo $\mu = -K_{FM} t_{FM}/\sigma_W$ a constante de anisotropia normalizada com K_{FM} positivo, e o último termo é a energia magnetostática, onde $h = H M_s t_{FM}/\sigma_W$ é o campo magnético normalizado, e M_s é o campo de saturação para a camada FM.

Neste tipo de abordagem existem dois casos limites os quais o campo de “*exchange*”

bias” H_{EB} pode ser obtido de maneira direta. Estes casos são para $\lambda \ll 1$ e $\lambda \gg 1$, fornecendo prontamente:

$$H_{EB} = -\frac{J_E}{M_s t_{FM}} \text{ para } \lambda \ll 1 \quad (1.6)$$

$$H_{EB} = \frac{\sigma_W}{M_s t_{FM}} \text{ para } \lambda \gg 1 \quad (1.7)$$

Assim, valores razoáveis de H_{EB} são obtidos, já que um limite superior para a energia de troca é imposto pela formação da parede de domínio no AFM.

Geshev [21] obteve uma solução analítica para as curvas de magnetização referente ao modelo de formação de paredes de domínio em bicamadas FM/AFM, Eq.1.5 no caso do campo magnético aplicado ao longo do eixo de fácil magnetização para valores variados da energia de troca, energia uniaxial da camada FM, e da energia de parede de domínio da camada AFM.

1.5 Acoplamento entre tricamadas FM/NM/FM

Diversos tipos de acoplamento entre filmes de materiais magnéticos foram relatados na literatura nas últimas décadas. Um dos principais tipos de acoplamento estudados é o acoplamento entre camadas ferromagnéticas separadas por um espaçador não-magnético(NM). Este tipo de acoplamento foi inicialmente estudado por Grunberg [49] em 1986, com a descoberta da magnetorresistência gigante. Desde então, muitos outros sistemas FM/NM/FM foram estudados. Nestas estruturas, tanto o elemento quanto a espessura do espaçador NM definem o tipo de acoplamento entre as camadas ferromagnéticas, podendo ser do tipo ferromagnético ou antiferromagnético. Os acoplamentos entre as camadas ferromagnéticas podem ocorrer através da camada NM por diversos mecanismos, entre os quais, podemos citar, a ocorrência de ancoramento ferromagnético através de buracos (“*pinholes*”), através de paredes de domínio, ou do tipo casca de laranja (“*orange-peel*”). Acoplamento antiferromagnético ou ferromagnético pode ocorrer também através do acoplamento RKKY [51] (Ruderman-Kittel-Kasuya-Yosida).

O acoplamento por “*pinholes*” consiste na interação entre as camadas ferromagnéticas através de “furos” localizados no espaçador NM. Estes “furos” originam-se devido

a espessura da camada NM ser muito fina, ao tipo de crescimento do filme e/ou existência de rugosidade. A interação entre as camadas FM faz com que a curva de histerese magnética consista de um único ciclo, que corresponde à reversão da magnetização das duas camadas FM simultaneamente, caracterizando um acoplamento ferromagnético forte.

O acoplamento do tipo “*orange-peel*” foi proposto por Néel [50] em 1952, e consiste na presença de rugosidades nas interfaces FM/NM e NM/FM originando o aparecimento de cargas magnetostáticas ao longo das interfaces. Deste modo, cargas de sinais opostos aparecem nas interfaces, distribuindo-se simetricamente ao longo delas. Através da interação dipolar das cargas, origina-se um acoplamento ferromagnético entre as camadas FMs.

O acoplamento através de paredes de domínio (“*domain walls*”) [20, 46] consiste no acoplamento magnetostático entre as paredes de domínios nas duas camadas magnéticas.

O acoplamento do tipo RKKY (Ruderman-Kittel-Kasuya-Yosida) [51] apresenta um período de oscilação dependente da espessura do espaçador NM no sistema FM/NM/FM, o que altera o tipo de acoplamento entre as camadas FM (ferromagnético ou antiferromagnético), além de depender das superfícies de Fermi, já que possui origem eletrônica.

1.6 Válvulas de Spin

As válvulas de spin (SV, “*spin valve*”) [4] são sistemas de multicamadas compostas por camadas FM separadas por um espaçador não-magnético, no qual uma das camadas FM (“presa”) está em contato com uma camada AFM. Esta nomenclatura “presa” é assim designada, pois esta camada está ancorada pelo acoplamento de EB entre ela e a camada AFM. A outra camada FM é denominada “livre”, pois está desacoplada da camada FM presa por uma camada NM suficientemente espessa, podendo seguir facilmente e saturar na direção de um campo magnético externo. A curva de magnetização típica para uma SV é mostrada na Figura 1.9.

Figura 1.9: a) Ilustração de uma curva de magnetização para uma válvula de spin, onde as setas indicam a direção das camadas FM livre e presa com relação ao campo aplicado. b) Figura esquemática de uma válvula de spin.

Para algumas SVs, as curvas de magnetização mostradas na Figura 1.9, possuem regiões separadas, na qual cada uma representa a camada livre e presa. Pode-se observar, na Figura 1.9, setas que representam as direções das magnetizações das camadas livre e presa para um determinado campo magnético aplicado. Na região de saturação “positiva” nota-se que as duas camadas estão alinhadas paralelamente. Conforme o campo é decrescido, a camada FM livre começa a reverter enquanto a camada FM presa não reverte, entrando em uma configuração antiparalela das magnetizações. A partir de um determinado campo aplicado a camada presa reverte, e as duas camadas FM alinham-se paralelamente.

Neste tipo de estrutura ocorre um efeito de transporte eletrônico ao se aplicar uma corrente elétrica no sistema sob um campo magnético aplicado denominado de magnetorresistência gigante (GMR, “*giant magnetoresistance*”) [5]. A variação da resistência elétrica é consequência do fenômeno de espalhamento eletrônico dependente do spin, no qual observa-se o aumento da resistência elétrica dependente da orientação das magnetizações das camadas FM livre e presa, onde o máximo de resistência ocorre quando as camadas estão antiparalelas. A explicação deste fenômeno foi dada por Fert *et al.* [5], e lhes rendeu o prêmio Nobel em 2007.

O espalhamento dependente do spin é consequência do desbalanço entre as densidades de estados das sub-bandas *up* e *down* próximas ao nível de Fermi em materiais

ferromagnéticos (ver Figura 1.10). Este tipo de desbalanço não ocorre em metais nobres. Nos materiais ferromagnéticos há uma diferenciação dos elétrons com spins majoritários (que possuem orientação dos spins paralela à magnetização espontânea) e spins minoritários (que possuem orientação dos spins antiparalela à magnetização espontânea), e o reflexo do desbalanceamento entre estes dois tipos de spins são os momentos magnéticos nos materiais FM. Assim, devido a essa assimetria nas densidades de estados próximos ao nível de Fermi, os elétrons de *spin-up* e *spin-down* são espalhados de maneiras distintas, já que a densidade de estados para os elétrons de *spin-up* em um material FM é baixa, o que caracteriza poucos estados para serem ocupados (probabilidade de espalhamento baixa resultando em condutividade alta), enquanto que para os *spins-down*, existem muitos estados para serem ocupados, devida a alta densidade de estados (probabilidade de espalhamento alta resultando em condutividade baixa).

Figura 1.10: Esquema da densidade de estados (DOS) para o Co, ferromagneto, e para o Cu, metal não magnético. Figura retirada de [62].

Na Figura 1.11 está representado o espalhamento dos elétrons no fenômeno da GMR. Para a representação deste fenômeno é utilizado o modelo de corrente com dois canais, um canal com elétrons *up* e o outro com elétrons *down*, não interagentes. A GMR é dependente das direções das magnetizações das camadas FMs livre e presa, quando as magnetizações estão alinhadas paralelamente os elétrons de spin de mesma orientação e sentido das magnetizações atravessam as camadas FMs sem espalharem, devido a baixa quantidade de estados à serem ocupados, o que aumenta a condutividade (ou baixa resistência) deste tipo de elétron no material. Já os elétrons de spin de mesma direção, mas com sentido oposto, ou seja, antiparalelo, sofrem bastante espalhamento, devido a grande quantidade de estados possíveis de serem ocupados. Isto diminui a condutividade,

ou aumenta a resistência para este tipo de elétron no material, resultando em um regime de baixa resistência total. Para a configuração antiparalela das magnetizações, os dois tipos de elétrons sofrem bastante espalhamento quando passam pela camada FM de sentido contrário ao seu, e passam sem sofrer muito espalhamento quando a magnetização da camada FM possui o mesmo sentido que o spin do elétron. Nesta configuração, o sistema apresenta um regime de alta resistência total.

Figura 1.11: Esquema dos “spins” nas camadas ferromagnéticas no fenômeno da GMR, onde os retângulos laranjas representam as camadas ferromagnéticas e os retângulos azuis, os separadores não magnéticos. As setas tracejadas representam as direções das magnetizações nas camadas ferromagnéticas, e as setas contínuas esquematizam a resistência sofrida pelos elétrons.

A variação da resistência entre os regimes de alta e baixa é calculada através da equação abaixo:

$$\frac{\Delta R}{R_{\uparrow\uparrow}} = \frac{(R_{\uparrow\downarrow} - R_{\uparrow\uparrow})}{R_{\uparrow\uparrow}} \quad (1.8)$$

onde $R_{\uparrow\uparrow}$ é a resistência da SV com as magnetizações paralelas, ou seja, regime de baixa resistência, e $R_{\uparrow\downarrow}$ é a resistência da SV com magnetizações antiparalelas, regime de alta resistência.

A GMR nas válvulas de spin depende das direções das magnetizações das ca-

camadas FM livre e presa, isto é, do ângulo entre as magnetizações destas camadas. Dieny *et al.* têm estudado esta dependência e desenvolveu uma expressão fenomenológica, dada pela equação abaixo:

$$MR_{SV} = \frac{1}{2}\Delta R_{SV}[1 - \cos(\phi_1 - \phi_2)] \quad (1.9)$$

onde ϕ_1 e ϕ_2 são os ângulos azimutais no plano das camadas FMs livre e presa, e ΔR_{SV} é uma constante.

Entretanto, para que a GMR exista com a corrente fluindo no plano das camadas, é necessário que as multicamadas satisfaçam duas condições. A primeira é que o sistema deve conseguir suportar duas configurações magnéticas (variando o campo magnético), sendo uma com alinhamento antiparalelo e outra com alinhamento paralelo das magnetizações das camadas FMs livre e presa. A segunda condição é que a espessura da camada não magnética(NM) seja inferior ao livre caminho médio dos elétrons nesta camada, para que os elétrons possam sentir as configurações magnéticas citadas. Vale ressaltar que o livre caminho eletrônico nos metais nobres é da ordem de centenas de angstroms.

Além da GMR, neste tipo de estrutura coexiste a magnetorresistência anisotrópica (do inglês, “*anisotropic magnetoresistance*”, AMR) que depende da direção do campo magnético aplicado com a direção da corrente. O mecanismo por trás deste efeito está associado ao acoplamento spin-órbita dos elétrons da corrente e a magnetização local. A magnetização de um domínio magnético irá precessionar em torno do campo magnético aplicado, gerando uma seção de espalhamento efetiva “vista” pelo elétron, maior quando a corrente estiver fluindo paralelamente ao campo magnético aplicado (maior resistência), e menor quando ela flui perpendicularmente ao campo magnético aplicado (menor resistência), Figura 1.12. Pode-se então escrever a relação resistência anisotrópica em função do ângulo entre a corrente e o campo magnético aplicado através da expressão:

$$R(\theta) = R_0 + \Delta R \cos^2 \theta_j \quad (1.10)$$

Onde R_0 é a resistência em campo zero, θ_j é a direção entre a corrente e a magnetização e $\Delta R = R_{\parallel} - R_{\perp}$.

Figura 1.12: Esquemática do efeito da magnetorresistência anisotrópica, onde a figura a esquerda mostra a configuração de alta resistência (campo e corrente paralelos entre si), e a direita, a configuração de baixa resistência (campo e corrente perpendiculares entre si).

1.6.1 Modelo para Válvulas de Spin

A metodologia proposta para realizar os estudos destes fenômenos em SV, consiste na utilização de um modelo fenomenológico baseado no modelo de Mauri. Neste modelo também é considerado rotação coerente da magnetização, bem como a formação de parede de domínio no lado do AFM da interface FM/AFM. Além disso, é considerado acoplamento bilinear entre os grãos da camada FM e AFM. Neste modelo, foram adicionadas texturas nos cálculos, considerando distribuições gaussianas (largura σ) dos grãos centradas na direção de anisotropia uniaxial tanto do FM quanto do AFM. O modelo também permite a inclusão de pequenos desvios entre as direções do centro destas distribuições do FM e AFM. Usou-se distribuições casadas, isto é, cada conjunto de grãos da camada FM presa acopla-se somente com o correspondente conjunto de grãos da camada AFM alinhados, ou seja, com a mesma direção do eixo de anisotropia uniaxial (mesma dispersão em graus).

Neste modelo a equação que descreve a energia do sistema é dada por:

$$E = E_{FM} + E_{AF} + E_{EX} \quad (1.11)$$

onde

$$\begin{aligned} E_{FM} = & 2\pi[t_1(\mathbf{M}_1 \cdot \hat{\mathbf{n}})^2 + t_2(\mathbf{M}_2 \cdot \hat{\mathbf{n}})^2] - K_{U1} \left(\frac{\mathbf{M}_1 \cdot \hat{\mathbf{u}}_{FM}}{M_1} \right)^2 t_1 \\ & - K_{U2} \left(\frac{\mathbf{M}_2 \cdot \hat{\mathbf{u}}_{FM}}{M_2} \right)^2 t_2 - K_{RA} \left(\frac{\mathbf{M}_2 \cdot \hat{\mathbf{h}}}{M_2} \right)^2 t_2 - \mathbf{H} \cdot (\mathbf{M}_1 t_1 + \mathbf{M}_2 t_2) \end{aligned} \quad (1.12)$$

$$E_{AFM} = -\sigma_W \left(\frac{\mathbf{M}_{AFM} \cdot \hat{\mathbf{u}}_{AFM}}{M_{AFM}} \right) \quad (1.13)$$

$$E_{EX} = -J_A \left(\frac{\mathbf{M}_1 \cdot \mathbf{M}_2}{M_1 M_2} \right) - J_B \left(\frac{\mathbf{M}_2 \cdot \mathbf{M}_{AFM}}{M_2 M_{AFM}} \right) \quad (1.14)$$

Onde os primeiros dois termos da Eq.1.11, representadas pelas equações 1.12 e 1.13, são as energias de anisotropia das camadas FM livre, FM presa e AFM, e o último termo (representada pela Eq.1.14) inclui as energias de interação do sistema. A equação 1.12 é a energia de anisotropia das camadas FMs livre e presa, $\mathbf{M}_1$ e $\mathbf{M}_2$ são os vetores das magnetizações das camadas FM livre(1) e presa(2), respectivamente, K_{U1} e K_{U2} são as constantes de anisotropia uniaxiais, K_{RA} é a constante de anisotropia rodável, e t_1 e t_2 , as espessuras. A equação 1.13 é a energia de anisotropia da camada AFM, onde σ_W é a energia por unidade de superfície de uma parede de domínio a 90° , e $\mathbf{M}_{AFM}$ é o vetor da magnetização da camada AFM. A equação 1.14 representa as energias de interação no sistema, onde J_A é o parâmetro de interação bilinear entre as camadas FM livre e presa (FM/FM), e J_B é o parâmetro de interação na interface da camadas FM presa e AFM (FM/AFM). Os vetores unitários $\hat{\mathbf{u}}_{FM}$, $\hat{\mathbf{u}}_{AFM}$, $\hat{\mathbf{n}}$ e $\hat{\mathbf{h}}$ representam, respectivamente, as direções das anisotropias uniaxiais das camadas FM, a direção da anisotropia unidirecional da camada AFM, a direção da normal a superfície e a direção do campo magnético aplicado.

É conveniente expressar os parâmetros fenomenológicos, citados anteriormente, em termos dos campos anisotrópicos (em Oe) da seguinte forma: H_{U1} ($= 2K_{U1}/M_1$) e H_{U2} ($= 2K_{U2}/M_2$) são os campos de anisotropias uniaxiais das camadas FM livre e presa, H_{EA} ($= J_A/t_2 M_2$) e H_{EB} ($= J_B/t_2 M_2$) são os campos de interações entre FM/FM e FM/AFM, H_W ($= \sigma_W/t_2 M_2$) é o campo da parede de domínio, H_{RA} ($= 2K_{RA}/M_2$) é o campo de rodável da anisotropia e t_r ($= t_1/t_2$) é a razão entre as espessuras das camadas livre e presa. Além desses parâmetros, o modelo permite a utilização de um desvio γ entre os eixos de anisotropia $\hat{\mathbf{u}}_{FM}$ e $\hat{\mathbf{u}}_{AFM}$, que geralmente possuem a mesma direção, podendo ser expressada como $\cos(\gamma) = \hat{\mathbf{u}}_{FM} \cdot \hat{\mathbf{u}}_{AFM}$. A partir dos parâmetros fenomenológicos e da minimização da energia, utilizando este modelo desenvolvido por Geshev [21] (Eq.1.11), pode-se extrair as curvas de magnetização teóricas e os ângulos polares (θ_1 , θ_2) e azimutais (ϕ_1 , ϕ_2) das camadas FMs (para cada campo $\mathbf{H}$ aplicado), que são utilizados para obter as curvas teóricas da Magnetização (M), da Magnetorresistência (MR) e da Variação Angular da Resistência (VAR), através da convolução das magnetizações e magnetorresistências

dos grãos. As curvas teóricas de M, MR e VAR são obtidas através das expressões,

$$M_{SV}(H) = \sum_i P_{\text{FM}_i} P_{\text{AFM}_i} M_i(H) \quad (1.15)$$

$$\text{MR}_{SV}(H) = \sum_i P_{\text{FM}_i} P_{\text{AFM}_i} \text{MR}_i(H) \quad (1.16)$$

onde P_{FM_i} e P_{AFM_i} representam os valores das distribuições Gaussianas dos grãos ao redor do eixo de fácil magnetização do FM preso e do AFM, respectivamente, o índice i representa o conjunto de grãos dispersos de i -ésimo grau. Os parâmetros fenomenológicos são variados de forma a obter os melhores ajustes possíveis dentro deste modelo teórico.

1.7 Curvas de reversão de primeira ordem (FORC)

A metodologia FORC's [10, 11, 12, 13] é uma ferramenta poderosa, podendo ser utilizada em qualquer fenômeno que apresenta comportamento histerético. As Curvas de reversão de primeira ordem quando aplicadas em sistemas magnéticos podem dar informações adicionais com relação às interações dominantes, viscosidade magnética e efeitos de campo médio produzidos por estas interações. Estas medidas são usualmente realizadas em sistemas mais simples, entretanto neste trabalho foram utilizadas em válvulas de spin. Um dos primeiros trabalhos que utilizou a metodologia FORC's na magnetorresistência foi realizado por Pomeroy *et al.* [52] em "*Magnetic Tunnel Junctions*".

As FORCs são obtidas realizando medidas de reversão da magnetização (M-FORC) ou da magnetorresistência (MR-FORC) partindo da saturação H_{max} até determinados campos $H_r < H_{max}$, e invertendo o campo no sentido de saturar a amostra novamente. A curva obtida do processo de reversão é uma FORC, que pode ser expressada por uma função $M(H, H_r)$ ou $\text{MR}(H, H_r)$, onde H é o campo aplicado, e H_r é o campo de reversão, Figura 1.13. O conjunto de varias FORCs, com H_r entre $-H_{max}$ e H_{max} e passo definido, é o que define uma medida FORC, Figura 1.14.

Figura 1.13: Esquematização de uma FORC para uma medida de magnetização, onde H é o campo aplicado e Hr , o campo de reversão. Figura adaptada de [10].

Figura 1.14: Esquematização de uma medida FORC completa. Figura retirada de [10].

Através das FORCs é possível obter o diagrama FORC, que é um diagrama de distribuições, idealizado por Pike *et al.* [55] utilizando o modelo de Preisach (histeróns) como base. Neste diagrama são observadas as distribuições dos campos coercivos e EB correspondentes aos grãos magnéticos da amostra.

O diagrama FORC é obtido através da derivada mista da função $M(H, H_r)$, ou $MR(H, H_r)$ com relação aos parâmetros H e H_r :

$$\rho(H, H_r) = -\frac{1}{2} \frac{\partial^2 X(H, H_r)}{\partial H \partial H_r} \quad (1.17)$$

onde ρ representa a distribuição, e X pode ser tanto a função M , quanto MR .

É conveniente na distribuição FORC realizar uma mudança de coordenada, para $h_c = (H - H_r)/2$ e $h_b = (H + H_r)/2$. A mudança de coordenadas garante uma analogia entre a distribuição FORC e a distribuição de partículas em monodomínios, na qual cada partícula é caracterizada por h_c , um campo coercivo, e h_b , um campo de interação. O cálculo das derivadas mista foi realizado utilizando MatLab, juntamente com um algoritmo de suavização do tipo Savitzky - Golay[54].

Capítulo 2

Técnicas Experimentais

2.1 Método de deposição de filmes por pulverização catódica (*sputtering*)

Para a produção das amostras foi utilizado o método de deposição por pulverização catódica (“*sputtering*”) proporcionado pelo equipamento ATC 2000 Magnetron Sputtering, da AJA International Inc. do Laboratório de Materiais Magnéticos (LMM). A deposição por pulverização catódica é uma técnica para produção de filmes finos, na qual é criado um plasma de gás inerte (geralmente argônio) através da aplicação de uma diferença de potencial elétrico usando uma fonte DC ou de rádio frequência (RF). Ímãs permanentes localizados abaixo dos alvos, em certas configurações, permitem o confinamento do plasma ao redor do alvo. Os íons de argônio são acelerados em direção ao alvo pela diferença de potencial, ocorrendo colisão com o mesmo. Então, o material do alvo é então pulverizado em todas as direções, atingindo e aderindo ao substrato, formando um filme. O suporte, onde é fixado o substrato, pode girar durante a deposição, garantindo uma maior homogeneidade e uniformidade dos filmes.

Na Figura 2.1 é esquematizado o processo de produção das amostras através dessa técnica. No equipamento mencionado, os quatro alvos são convergentes para a posição onde o substrato é colocado e são utilizadas chaminés sobre os alvos para direcionar o material a ser depositado, com obturadores controlados via software para permitir a deposição automatizada de acordo com os tempos de deposição de cada alvo determinados pelo usuário. Este programa de controle dos obturadores é de extrema importância para a fabricação de filmes finos de espessuras pequenas, devido aos baixos intervalos de tempo para as deposições das camadas.

Este programa foi desenvolvido por Gerson de Carli Proença de Almeida Pesotto. Para o seu desenvolvimento foi utilizada a plataforma LabView da National Instruments e um conversor analógico digital (Modelo NI USB 6009 14) do mesmo fabricante.

O programa consiste em informar o intervalo de tempo no qual os obturadores permanecerão abertos e a sequência de abertura dos mesmos. O software envia um sinal para o conversor analógico-digital, este envia um sinal para o controlador dos obturadores, por exemplo “abrir”, e depois de percorrido o intervalo da deposição o programa envia o sinal de “fechar” para o conversor. O controle do intervalo de tempo dos obturadores é realizado utilizando uma função temporizadora do próprio LabView com precisão da ordem de milisegundos.

Figura 2.1: Esquema da técnica de deposição Sputtering utilizada para a produção das amostras. Figura adaptada de [57].

As pressões de base para a produção das amostras situaram-se entre 1.2×10^{-7} a 2.2×10^{-7} Torr. O gás utilizado foi o argônio 99,9999% de pureza, pressão de trabalho de 2.1 mTorr e fluxo de argônio de 20.0 sccm. O equipamento possibilita o uso de quatro alvos simultaneamente. Assim, neste ensaio foram utilizados alvos de 2 polegadas de Ta, $\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}$, Cu e $\text{Ir}_{19}\text{Mn}_{81}$ com 99,99% de pureza. O Ta foi utilizado como camada semente (“seed layer”), com a finalidade de proporcionar crescimento numa textura conveniente. Também foi utilizado como cobertura (“cap layer”) para proteção das camadas internas contra a oxidação.

Utilizou-se substratos quadrados de 10 mm de Si (100) com crescimento térmico de aproximadamente 500 nm de SiO_2 . Para evitar contaminação das amostras, os substratos foram limpos utilizando extran, acetona e álcool isopropílico. O processo de limpeza dos substratos consistiu nas seguintes etapas descritas abaixo:

1. limpeza em água deionizada com cerca de 10% de Extran por 15 min no agitador ultrassônico;
2. limpeza com água corrente deionizada por 3 min;
3. limpeza com acetona por 15 min no agitador ultrassônico;
4. 3 repetições de limpeza com álcool isopropílico por 15 min no agitador ultrassônico;
5. secagem com jato de nitrogênio.

Os substratos limpos foram fixados no porta amostra em pares utilizando fita kapton, de modo a termos duas amostras “gêmeas” preparadas na mesma rotina de deposição. No porta amostra estavam fixos ímãs permanentes com campo magnético de 500 Oe, Figura 2.2. Uma das faces do substrato era posicionado paralelo às faces dos ímãs.

Figura 2.2: Foto do porta substrato utilizado na deposição das Válvulas de Spin. As setas indicam a direção e o sentido do campo magnético aplicado durante a deposição.

As fontes utilizadas para gerar o plasma de gás nos canhões foram do tipo DC, o controle da taxa de deposição foi realizado variando a potência e observando a tensão e a corrente. Os valores de potência, corrente, tensão e a taxa de deposição para cada material estão apresentados na Tabela 2.1.

Tabela 2.1: Parâmetros utilizados nas produções das amostras, o tipo de alvo, a potência, a tensão, a corrente e a taxa de deposição.

Alvos	Potência	Tensão	Corrente	Taxa de deposição
	W	V	A	Å/s
Ta	45	304	146	0.294
Py	127	434	291	0.583
Cu	51	349	146	0.519
IrMn	109	398	273	0.333

2.2 Caracterização Estrutural

Nesta seção são apresentadas as técnicas utilizadas para a caracterização estrutural das amostras. Para tal, foram utilizadas as técnicas de Difração de Raios-X(DRX), Retroespalhamento de Rutherford (RBS, “*Rutherford Backscattering*”) e Refletividade de Raios-X(XRR).

2.2.1 Difração de Raios-X

A Difração de Raios-X [58] é uma das técnicas clássicas para caracterização de estruturas sólidas. Através dessa técnica é possível determinar as distâncias interplanares, a estrutura cristalina, entre outros resultados. As medidas de DRX foram realizadas no Laboratório de Cristalografia do Departamento de Física Aplicada do Instituto de Física da USP. O equipamento utilizado para obter os difratogramas θ - 2θ foi o difratômetro DR8 Advance da Bruker.

A técnica consiste no espalhamento dos raios-X pela interação com átomos localizados em diferentes planos cristalinos. O feixe de raios-X incide à um ângulo θ com comprimento de onda λ , os átomos espalham o feixe como ondas esféricas que interagem de forma construtiva com os planos atômicos adjacentes a uma distância d , Figura 2.3, obedecendo a lei de Bragg, Eq.2.1. O feixe difratado é registrado por um detector posicionado em 2θ , gerando um difratograma de Intensidade pela posição do detector (2θ).

$$n\lambda = 2d\sin(\theta) \quad (2.1)$$

onde λ é o comprimento de onda dos raios-X e n é um número inteiro denominado como ordem de reflexão.

Figura 2.3: Esquema para difração de Bragg para planos separados por uma distância d , onde S_0 é o feixe incidente e S_1 é o difratado. Figura retirada de [59].

Cada material cristalino possui uma posição 2θ característica, a qual é possível identificar no difratograma. Esta posição 2θ está relacionada a distância interplanar d , e conseqüentemente aos parâmetros de rede de uma célula unitária, assim cada tipo de célula possui uma relação específica da distância interplanar com o parâmetro de rede a . Por exemplo, a equação 2.2 relaciona o plano de crescimento (índices de Miller, h , k , l) de uma rede cúbica e a distância interplanar d .

$$d = \frac{a}{(h^2 + k^2 + l^2)^{\frac{1}{2}}} \quad (2.2)$$

Considerando apenas o pico de primeira ordem ($n = 1$) é possível obter uma relação entre o comprimento de onda dos raios-X e do ângulo θ com o parâmetro de rede a , para uma rede cúbica.

$$\frac{\lambda}{a} = \frac{\sin(\theta)}{(h^2 + k^2 + l^2)^{\frac{1}{2}}} \quad (2.3)$$

Também é possível obter o tamanho de grão cristalino através da fórmula de Scherrer, que relaciona o tamanho do grão com o inverso da largura a meia altura do pico

difratado, através da Equação 2.4.

$$L = \frac{0,9\lambda}{\Delta'(2\theta)\cos(\theta)} \quad (2.4)$$

onde L é o tamanho do grão cristalino, $\Delta'(2\theta)$ é a largura a meia altura do pico difratado e θ é o ângulo incidente dos raios-X.

2.2.2 Retroespalhamento de Rutherford

A espectroscopia de retroespalhamento Rutherford (sigla RBS em inglês) é uma técnica não destrutiva, que consiste no espalhamento de um feixe de íons incidente sobre o material. Quando utilizada em filmes finos dá informações sobre os constituintes e sobre a espessura do filme.

Um feixe monoenergético de íons incide perpendicularmente sobre a amostra, alguns íons são retro-espalhados e coletados por um detector. A análise do espectro pode ser obtida por cálculos de primeiros princípios, utilizando espalhamento clássico com uma força central. A determinação dos constituintes da amostra depende da energia dos íons retro-espalhados, que é proporcional a razão das massas dos átomos na amostra e dos íons incidentes, do número de íons retro-espalhados com esta energia e da respectiva seção de choque de espalhamento.

As medidas foram realizadas no Laboratório de Análises de Materiais por Feixes Iônicos do IF-USP utilizando um feixe de He^+ gerado pelo Pelletron-Tandem 5SDH com 2,2 MeV de energia. As análises dos espectros foram realizadas utilizando o software SIMNRA, o qual possibilita realizar os ajustes dos espectros, determinar as espessuras das amostras, bem como a estequiometria das camadas. Portanto, esta técnica foi utilizada para uma determinação inicial da taxa de deposição dos alvos. Vale ressaltar que através dos ajustes dos espectros RBS são obtidos os número de átomos por centímetro quadrado. Com os valores de densidades dos materiais massivos, relativos a cada elemento, obtidos da literatura para os alvos $\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}$, $\text{Ir}_{20}\text{Mn}_{80}$, Cu e Ta, com 8.897 g/cm^3 para Ni, 7.867 g/cm^3 para Fe, 22.510 g/cm^3 para Ir, 7.435 g/cm^3 para Mn, 8.951 g/cm^3 para Cu e 16.600 g/cm^3 , foi possível determinar as espessuras dos filmes e suas respectivas taxas de deposição. Também foi possível comparar a estequiometria dos filmes com a estequiometria dos alvos fornecidas pelo fabricante.

2.2.3 Refletividade

A técnica de difratometria de raios-X a ângulo rasante, também conhecida com refletividade, é uma técnica que possibilita determinar as espessuras e a rugosidade de camadas depositadas em filmes finos. Essa técnica foi utilizada para determinar as espessuras de monocamadas depositadas, a fim de determinar as taxas de deposição utilizadas no processo de produção das amostras pelo método “*sputtering*”.

A técnica funciona na geometria Bragg-Brentano e utiliza fendas apropriadas, ajustes especiais do feixe direto e defasagem do tipo θ - 2θ (para situar-se no máximo da reflexão do feixe de raios-X incidente). O intervalo de ângulo 2θ utilizado foi de 0.3 a 8°. Ao incidir um feixe com comprimento de onda sobre a amostra, tipicamente o K_α do cobre ($\lambda = 1,5418 \text{ \AA}$), são geradas franjas, chamadas de franjas de Kiessig [17], sendo o período das franjas inversamente proporcional à espessura do filme (no caso de um filme único). Estas franjas ocorrem devido as interferências das ondas refletidas pela interface ar/filme com as refletidas na interface filme/substrato. A figura 2.4 exemplifica uma medida utilizando esta técnica.

Figura 2.4: Medida de refletividade para um filme fino.

As espessuras das monocamadas (t) podem ser grosseiramente determinadas através da separação entre as franjas ($\Delta\theta$) e utilizando uma expressão derivada da lei de Bragg, Eq. 2.5.

$$t = \frac{\lambda}{2 \sin(\Delta\theta)} \quad (2.5)$$

onde t é a espessura, λ é o comprimento da radiação K_α do cobre.

A partir da expressão de Bragg modificada, Eq. 2.6, é possível determinar de forma mais precisa o valor da espessura de uma monocamada através de um ajuste de um polinômio de segundo grau da função $\text{sen}^2(\theta)$ versus n .

$$\text{sen}^2(\theta) = \left(\frac{\lambda}{2t}\right)^2 n^2 + 2m \left(\frac{\lambda}{2t}\right)^2 n + \left[m^2 \left(\frac{\lambda}{2t}\right)^2 + 2\delta\right] \quad (2.6)$$

Na Eq. 2.6, o parâmetro n é um inteiro representando a ordem de reflexão, m é outro número inteiro (ou aproximadamente) associado às reflexões não consideradas, 2δ é a densidade eletrônica do material e θ é o ângulo de Bragg. A partir da Eq. 2.6 pode-se escrever um polinômio de segundo grau de $\text{sen}^2(\theta)$ em função de n com parâmetros a , b e c , dada pela Eq. 2.7.

$$\text{sen}^2(\theta) = an^2 + bn + c \quad (2.7)$$

Realizando o ajuste quadrático da Eq. 2.7, é possível obter os valores dos parâmetros a , b e c . Pode-se relacionar o parâmetro a e a espessura t através da seguinte relação:

$$a = \left(\frac{\lambda}{2t}\right)^2 \quad (2.8)$$

Portanto, espessura t pode ser obtida através da relação abaixo:

$$t = \frac{\lambda}{2\sqrt{a}} \quad (2.9)$$

Através da espessura obtida por este método e conhecendo o tempo de deposição é possível determinar as taxas de deposições dos diversos alvos utilizados na preparação das amostras.

2.3 Caracterização Magnética e Magnetorresistiva

Ao se trabalhar com estruturas nanométricas, torna-se necessária a utilização de equipamentos com alta sensibilidade para a caracterização magnética. Nesta seção

são descritas as técnicas utilizadas para a caracterização magnética das SVs. As medidas foram realizadas à temperatura ambiente, com o campo externo aplicado paralelamente às superfícies das amostras.

2.3.1 Magnetômetro de Amostra Vibrante (VSM)

Os magnetômetros de amostra vibrante (sigla VSM em inglês) são equipamentos que medem a magnetização a partir de uma amostra, fixa em uma haste, que vibra em um campo magnético aplicado. No magnetômetro utilizado, a amostra é submetida a um campo magnético gerado por um eletroímã e colocada para vibrar a uma frequência constante. Pode ocorrer variação do fluxo magnético em um conjunto de bobinas captadoras colocadas com a configuração mostrada na figura 2.5, devido aos campos magnéticos gerados pela amostra. De acordo com a Lei de Faraday, a variação de fluxo magnético gera uma força eletromotriz (f.e.m) na bobina que é proporcional a magnetização da amostra. A Figura 2.5 apresenta um esquema do funcionamento desta técnica.

Figura 2.5: Esquematização do aparato experimental do VSM para medidas de magnetização. Figura retirada de [60].

As medidas foram realizadas utilizando o VSM modelo 7404 da LakeShore, do

Laboratório de Materiais Magnéticos (LMM) do IF-USP. O controle do campo magnético aplicado é realizado através de um Gaussímetro, cujo sensor é fixado entre as peças polares do eletroímã. O eletroímã é alimentado por uma fonte de 2450 W de potência, 35 V de tensão e 70 A de corrente máxima de saída. As magnetizações são obtidas utilizando um sistema de bobinas, onde é gerada uma f.e.m, devido a variação de fluxo magnético. As amostras foram fixadas na haste de acrílico utilizando graxa de vácuo da Apiezon, de modo que o campo externo estivesse paralelo a superfície das amostras. A haste é fixada a um motor de passo (passo de 1°), acoplada a um sistema de vibração na direção longitudinal, cuja frequência é de 82 Hz. O sinal de tensão das bobinas captadoras e do sinal da vibração são ligados ao módulo do VSM, o qual é dotado de um sistema com amplificador *Lock-in*. Amostras de Fe com magnetização de saturação conhecidas são usadas para calibrar o magnetômetro.

A distância entre a abertura das peças polares do eletroímã pode ser variada entre 16.3 mm e 38.1 mm através de um sistema mecânico. Para as medidas mostradas nesta dissertação, foi utilizada uma abertura de 33.1 mm, resultando no campo máximo de 11.7 kOe. Foram realizadas medidas de magnetização para o campo aplicado no plano do filme e para direções deste campo em relação à direção do campo magnético aplicado durante a deposição de 0° , 30° , 60° e 90° .

2.3.2 Magnetorresistência

Medidas de histerese da resistência elétrica em função do campo magnético foram realizadas no LMM. Foi utilizado um sistema de 4 pontas com corrente contínua (ver figura 2.6) acoplado a um eletroímã com campos magnéticos de até 20 kOe. No nosso caso, utilizamos uma fonte bipolar da Kepco (modelo BOP50-8ML) para o eletroímã, podendo gerar campos de até 1 kOe. A fonte de corrente DC da LakeShore, modelo 120 Current Source, gera corrente de 3 mA nas pontas externas e a tensão é medida por um Fluke (modelo 8842A). A corrente passa por um amplificador diferencial, dotado de resistências de valores padrões e medindo a tensão de saída nestes resistores (através de um outro Fluke de mesmo modelo), mede-se também a corrente fornecida pela fonte de corrente. Portanto, o valor da resistência elétrica do filme pode ser obtido através da lei de Ohm, $R=V/I$. Para essas medidas a temperatura ambiente, a amostra foi centralizada visualmente entre as peças polares do eletroímã, com o campo magnético aplicado inicialmente na mesma direção do campo aplicado durante a deposição ($\phi_H =$

0°). A obtenção dos dados de $R(H)$ foi realizada através de um *software* de controle dos equipamentos via interface GPIB, no qual era possível gerar uma rotina com os campos iniciais e finais, o passo de campo e a quantidade de pontos por trecho. Este *software* em linguagem C, foi desenvolvido pelo Prof. Antônio Domingues dos Santos, permitindo entrar com estes parâmetros em arquivos de texto, onde cada linha entrava-se com o campo inicial, campo final, número de passos e tempo. Com isto, é possível preparar arquivos contendo várias linhas para realizar medidas FORCs da magnetorresistência, cujo tempo de medida chegaria a 48 horas. Foram realizadas também medidas de $R(H)$ para os ângulos $\phi_H = 0^\circ, 30^\circ, 60^\circ$ e 90° . As medidas FORCs foram realizadas somente no para $\phi_H = 0^\circ$.

Figura 2.6: Arranjo para o sistema de 4 pontas DC. Figura retirada de [61].

As medidas das variações angulares da resistência (VAR) são medidas $R(\phi)$, variando ϕ entre 0° e 360° , realizadas em valores fixos do campo magnético. Entretanto, para comparação com simulações teóricas, estas são realizadas no modo saturado, ou seja, para cada ângulo, aplica-se um campo forte o suficiente (polaridade positiva) para a saturação de R (mesmo no eixo duro, isto é, $\phi_H = 90^\circ$) e, em seguida, aplica-se o valor de um campo reverso (valor negativo) do campo fixo almejado, medindo-se R . Escolhe-se a polaridade positiva inicial ($\phi_H = 0^\circ$) no mesmo sentido e direção do campo magnético aplicado durante a deposição das amostras. Neste trabalho, escolhemos rotacionar as amostras no sentido horário. Nas SVs podemos considerar três regiões de campo fixo para $\phi_H = 0^\circ$: região I, onde a camada FM livre reverteu a magnetização enquanto a

outra camada FM ainda está “presa” pelo acoplamento com o AFM; região II, onde a camada FM livre reverteu a magnetização enquanto que a camada presa reverteu apenas parcialmente (não atingiu a saturação); região III, onde as duas camadas FM reverteram a magnetização e atingiram a saturação. Neste trabalho será mostrado que análises de medidas de VAR nas regiões I, II e III permitem determinar o ângulo entre os eixos de fácil magnetização do FM e do AFM, isto é, o ângulo γ mencionado no capítulo 1.

Para realizar essas medidas foi desenvolvido um *software* em LabView para controlar todo o processo mencionado acima, através do uso de interfaces GPIB para os equipamentos, Fonte de Tensão, Gaussímetro e Flukes, e um módulo eletrônico controlado através de um conversor analógico-digital para o controle do motor de passo. O controle fino do motor de passo foi uma das partes cruciais para a realização destas medidas. Para este controle, foi projetado um módulo eletrônico, que utiliza diferentes tensões para rotacionar o motor de passo, as tensões eram fornecidas através de um conversor analógico-digital (National Instruments) ligado ao computador. Um diagrama de blocos deste sistema pode ser visto na figura 2.7. Os parâmetros de entrada do programa são o campo fixo de medida, o campo de saturação e o passo da medida (múltiplo do passo mínimo de 1.8°). O ângulo de partida coincidente com o sentido e direção do campo aplicado durante a deposição ($\phi_H = 0^\circ$), cujo ângulo inicial também foi marcado no transferidor fixo na haste, e corrigido (quando necessário) a cada mudança do campo fixo.

Figura 2.7: Fluxograma do controle do sistema para aquisição de dados da Variação angular da Magnetorresistência.

Capítulo 3

Preparação e Caracterização das Válvulas de Spin

Nesta seção são apresentados os resultados obtidos através das técnicas de caracterização estruturais descritas no capítulo 2. Primeiramente, são apresentadas as descrições das SVs produzidas pelo método de deposição “*sputtering*”, em seguida são apresentados os resultados das medidas estruturais das amostras, RBS, difração de Raios-X e refletividade.

O método de preparação das amostras utilizado foi o de deposição “*sputtering*”, descrito no capítulo 2. Este método garante alta uniformidade das camadas, boa adesão ao substrato e boa reprodutibilidade dos filmes. Para a preparação das válvulas de spin foram utilizados os seguintes materiais, Ta, $\text{Ni}_{81}\text{Fe}_{19}$ ou Permalloy(Py)(FM), Cu(NM) e $\text{Ir}_{19}\text{Mn}_{81}$ (AFM). O Ta foi utilizado como camada de proteção, a fim de evitar a oxidação dos filmes finos. As válvulas de spin preparadas foram do tipo “*top*”, possuindo a seguinte estrutura Ta/Py/Cu/Py/IrMn/Ta, e foram depositadas sob um substrato de Si (100), com uma camada de SiO_2 crescida termicamente. Elas foram preparadas com um campo magnético aplicado de aproximadamente 500 Oe. Ao todo foram produzidas 6 amostras.

Figura 3.1: Estrutura esquemática das SVs.

Na Figura 3.1 é apresentada a estrutura das SVs. Para cada uma das amostras foram variadas as espessuras das camadas com a finalidade de alterar suas características magnéticas e magnetorresistivas, mas preservando suas espessuras totais por volta de 280

Å. As espessuras das camadas das amostras são apresentadas na tabela 3.3.

3.1 Análise Estrutural

Medidas de RBS foram utilizadas para verificar a estequiometria (no caso das ligas), e servir como medidas preliminares das espessuras de monocamadas durante a produção das amostras. Para determinar esses valores foi utilizado o programa SIMNRA, que realiza uma simulação e usa como parâmetros de entrada o material ou materiais da amostra, tipo de feixe utilizado, a energia do feixe, entre outros parâmetros.

Figura 3.2: Medida e simulação de RBS para uma monocamada de IrMn, onde os pontos em vermelho são as medidas experimentais e os pontos em azul são os pontos simulados.

Na figura 3.2 é apresentada a curva obtida de uma de medida de RBS para um filme de $\text{Ir}_{19}\text{Mn}_{81}$ sob um substrato de Si, onde os pontos vermelhos representam a curva experimental e os pontos azuis, a simulação. É possível observar um platô que representa o substrato seguido de dois picos, onde o primeiro está entre os canais 230 e 270, que representa o elemento Mn, e o segundo entre os canais 290 e 330, o Ir. Nota-se uma boa concordância entre a simulação e os dados experimentais.

Através das medidas de RBS também é possível obter as espessuras dos filmes. Entretanto, este tipo de técnica permite extrair o número de átomos/ cm^2 . Conhecendo a densidade do material, podemos obter a espessura do filme. Para medidas mais precisas

das espessuras das monocamadas, foram realizadas medidas de refletividade. Através do método dos ajustes através de um polinômio de grau 2 da função $\sin^2\theta$ versus n (método descrito na seção 2.2.3), foram obtidos os valores das espessuras das monocamadas.

Figura 3.3: Medida de refletividade para uma monocamada de IrMn.

Na figura 3.3 é apresentado o resultado de uma medida de refletividade para uma monocamada de IrMn sob um substrato de SiO_2 . A partir das posições dos picos das franjas no eixo X, é possível construir uma curva de $\sin^2(\theta)$ versus n , onde n é o número da franja ($n = 1, 2, 3, \dots$). Realiza-se, então, o ajuste mencionado e utilizando as Equações 2.7 e 2.9 é possível obter o valor da espessura da monocamada.

Figura 3.4: Curva de n versus $\sin^2(\theta)$, para a monocamada de Ta.

Os valores obtidos para as espessuras através das técnicas de RBS e refletividade são mostrados na Tabela 3.1. Nota-se que para o Cu só foi obtida a espessura através de RBS.

Tabela 3.1: Valores obtidos das espessuras das monocamadas fabricadas a partir do método “sputtering”.

Método	Ta	Py	Cu	IrMn
	Å	Å	Å	Å
RBS	369	350	267	380
Refletividade	292	307		372

Também foram realizadas medidas de difração de raios-X (XRD), a fim de observar as direções dos crescimentos dos planos cristalinos das camadas nas Válvulas de spin.

Os resultados para as medidas de XRD são apresentados na figura 3.5. Observa-se que o Ta cresceu na direção (200), o que favorece o crescimento das camadas de Py, Cu e IrMn na direção (111) [63]. O crescimento nesta direção diminui as rugosidades nas interfaces das camadas, o que melhora a qualidade das SV. Também o EB na interface Py/IrMn é valorizado com o crescimento do Py nesta textura.

Figura 3.5: Medidas de XRD para as 6 amostras, onde cada cor indica uma amostra.

Através das larguras dos picos de difração, foram estimados o tamanho médio dos grãos (na direção perpendicular ao plano do filme) através da fórmula de Scherrer (ver Eq. 2.4), para o Py(111) e o IrMn(111). Estes resultados estão apresentados na tabela 3.2. Podemos notar que a amostra S6 apresentou os maiores tamanhos de grãos para IrMn e também grandes tamanhos para o Py. Os tamanhos de grãos para as outras amostras variam de 95 a 163Å para o Py(111) e de 90 a 131 Å para o IrMn(111).

Tabela 3.2: Valores obtidos dos tamanhos médios dos grãos para o Py (111) e o IrMn (111) de todas as 6 amostras.

Amostras	Py	IrMn
	$\times 10 \text{ \AA}$	$\times 10 \text{ \AA}$
S1	16 ± 6	13 ± 4
S2	13 ± 4	11 ± 2
S3	12 ± 3	11 ± 2
S4	14 ± 9	9 ± 2
S5	10 ± 6	12 ± 3
S6	16 ± 5	21 ± 7

Tabela 3.3: Espessuras das camadas das 6 válvulas de spin ordenadas por espessura da camada presa Py(2) de forma decrescente.

Amostra	Ta(1)	Py(1)	Cu	Py(2)	IrMn	Ta(2)
	$\text{\AA}$	$\text{\AA}$	$\text{\AA}$	$\text{\AA}$	$\text{\AA}$	$\text{\AA}$
S1	29	27	31	110	65	29
S2	29	47	31	82	65	29
S3	29	82	31	47	65	29
S4	29	110	22	37	53	29
S5	29	91	27	27	77	29
S6	50	160	22	25	100	50

Na tabela 3.3 são mostradas as espessuras das diversas camadas para as amostras, determinadas através das taxas de calibração obtidas das medidas de Refletividade. As camadas Py(1) e Py(2) representam as camadas ferromagnéticas livre e presa, respectivamente. As amostras estão ordenadas de forma decrescente de acordo com a espessura da camada Py(2) presa. Essas espessuras foram escolhidas com o objetivo de observar as variações das propriedades magnéticas e magnetorresistivas com a variação da camada Py(2). As espessuras do Cu foram escolhidas para que não houvessem interações significativas entre as camadas Py(1) e Py(2), ou que estas interações fossem pequenas.

Capítulo 4

Resultados

Tendo em vista uma maior clareza na apresentação dos resultados, dividiremos este capítulo em três seções, onde na primeira serão abordados os resultados para o campo magnético aplicado na direção do campo magnético aplicado durante a deposição dos filmes ($\phi_H = 0^\circ$). Para obtenção dos melhores ajustes utilizando o modelo modificado de Mauri foi necessário atribuir um ângulo de desalinhamento α , que representa a diferença entre as direções do campo magnético aplicado durante a deposição e o eixo de fácil magnetização do sistema.

Na segunda seção, será mostrado um método proposto para a obtenção experimental do ângulo de desalinhamento α entre os eixos anisotropia do FM e do AFM em relação a direção do campo magnético aplicado durante a deposição. Na terceira seção, serão mostrados os resultados para as outras direções, isto é, $\phi_H = 30^\circ$, 60° e 90° .

4.1 Campo magnético aplicado em $\phi_H = 0^\circ$.

As curvas de histereses da magnetização (símbolos) e os respectivos ajustes obtidos (linhas vermelhas) com o campo magnético aplicado na direção do campo magnético aplicado durante a deposição ($\phi_H = 0^\circ$) são mostrados na figura 4.1.

Para os ajustes destas curvas foram utilizados dois programas, que utilizam o mesmo modelo para calcular as curvas de magnetização teóricas. O primeiro programa tem uma interface mais amigável com o usuário, permitindo ver diretamente os resultados dos ajustes na tela e a comparação com os dados experimentais. Este programa foi desenvolvido pelo Prof. Gabriel Teixeira Landi (do DFMT-IFUSP), utilizando o programa *Mathematica*. Entretanto, ele é limitado para apenas duas camadas, isto é, a camada FM presa e a camada AFM. As contribuições das camadas de Py(2) presas foram extraídas das curvas experimentais para $\phi_H = 0^\circ$ e normalizadas, para obter um ajuste inicial dos parâmetros do FM/AFM. O software utiliza como parâmetros de entrada os campos de

parede de domínio (H_W), de interação (H_E), de anisotropia uniaxial (H_U) e de anisotropia rodável (H_{RA}). Para a simulação, o campo magnético máximo (H_{max}) pode ser variado, bem como o passo de campo (H_{step}) e a direção no plano do campo aplicado (ϕ_H). O programa possibilita a utilização de uma distribuição Gaussiana dos grãos FM e AFM (com distribuições casadas), com os centros destas distribuições situadas em torno dos eixos de anisotropia uniaxial do FM. É utilizada a mesma largura, σ , para estas distribuições.

Um outro programa, desenvolvido em linguagem C++ pelo Prof. Julian Penkov Geshev (IF-UFRGS), foi utilizado para um ajuste envolvendo três camadas, isto é, a simulação da magnetização completa da válvula de spin. Este software utiliza como parâmetros de entrada os campos de anisotropias uniaxiais (H_{U1} , H_{U2}), os campos de interação (H_{EA} , H_{EB}) do monodomínio livre Py(1) e da camada Py(2) presa, o campo de anisotropia rodável (H_{RA}), a espessura da camada presa (t_2), a razão entre as espessuras das camadas livre e presa (t_r) e o campo de parede de domínio (H_W). O programa também possibilita inserir uma distribuição gaussiana da direção da anisotropia de grãos da camada FM presa e do AFM (com mesma largura, σ), centradas em torno de um ângulo α em relação à direção $\phi_H=0^\circ$. Utilizou-se distribuição casada, isto é, cada grão FM acopla-se somente com os grãos AFM com a mesma dispersão. A camada FM livre é monodomínio com o eixo de anisotropia uniaxial situada na mesma direção α . Os valores utilizados nos ajustes estão apresentados na tabela 4.1. Este programa também permite obter as curvas teóricas da magnetorresistência de válvula de spin (ver expressão 1.16) e variações angulares da resistência. Portanto, α é a direção de fácil magnetização das válvulas de spin.

Figura 4.1: Histereses da magnetização (símbolos) e respectivos ajustes (linhas vermelhas) para as amostras S1, S2, S3, S4, S5 e S6, com o campo magnético aplicado na direção do campo magnético aplicado durante a deposição ($\phi_H = 0^\circ$),

Observa-se que os ajustes concordam bem com os dados experimentais para as amostras S3, S4, S5 e S6. Portanto, os valores teóricos dos campos H_{EB} e H_C da camada magnética presa concordam muito bem com os valores experimentais. A obtenção dos melhores ajustes das curvas de magnetização também levaram em conta as outras direções do campo magnético aplicado ($\phi_H = 30^\circ, 60^\circ$ e 90°). Entretanto, estes resultados serão mostrados na seção 4.3.

Para as amostras S1 e S2, apesar do modelo também conseguir reproduzir os valores de H_{EB} e H_C , ele não consegue reproduzir bem a inclinação na saturação destas curvas, para ambas as polaridades do campo aplicado. As justificativas destes ajustes insatisfatórios são as finas espessuras das camadas magnéticas livres, de apenas 27 Å(S1) e 47 Å(S2) (ver Tabela 3.3). A presença da camadas paramagnéticas que se forma nas interfaces Py/Cu e Cu/Py devido a inter-difusão (estimada em 0,3 nm na Ref.[16] em

cada interface) passa a ser importante (e notada) nas curvas de magnetização, sendo responsáveis pela inclinação acentuada na saturação da camada livre, o qual não é levada em conta no modelo (ver seção 1.6.1). Esta contribuição não pode ser percebida na camada de Py presa, com espessuras comparáveis nas amostras S3 (47 Å), S4 (37 Å) S5 (27 Å) e S6 (25 Å) (ver Fig. 4.1). Isso ocorre, provavelmente, pelo efeito de contato Py/IrMn dificultar o aparecimento da interface paramagnética nas duas interfaces, isto é, Py/IrMn e Cu/Py. Este efeito é uma clara manifestação do papel da interação FM/AFM de vencer o limite do superparamagnetismo em filmes [30].

Os parâmetros obtidos destes ajustes são apresentados na Tabela 4.1. É válido ressaltar que, para obter as formas arredondadas das contribuições das camadas de Py presas nas curvas de magnetização, foi imprescindível o uso de diferentes valores de σ . Também foi necessário o uso do ângulo de desalinhamento α entre os eixos de anisotropia das camadas Py e IrMn em relação à direção de aplicação do campo magnético durante a deposição (amostras S4, S5 e S6).

As distribuições gaussianas das direções de grãos, obtidas dos ajustes, são mostradas na figura 4.2. Nesta figura, as distribuições das camadas de Py(2) e IrMn encontram-se sobrepostas. O uso destas distribuições sobrepostas se justificam, já que as distribuições casadas do Py(2) e do IrMn, desalinhados por um ângulo γ (ver figura 4.3), são equivalentes às distribuições mostradas na figura 4.2. Isto foi verificado numericamente, fazendo a multiplicação do valor da distribuição de cada ângulo (ver figura 4.3) e extraíndo a raiz quadrada. Com isso, foram geradas as distribuições utilizadas nos ajustes. Portanto, os desalinhamentos entre os centros das distribuições do Py e IrMn e as larguras destas distribuições foram obtidos através das expressões: $\gamma = 2\alpha$ e $\sigma' = \sigma$. Este resultado foi um achado deste trabalho e será utilizado adiante para estimar γ a partir da determinação experimental de α .

Em alguns trabalhos [7, 8], esta condição de desalinhamento γ é imposta propositalmente, devido às condições peculiares de deposição. Neste trabalho, todas as seis amostras foram preparadas da mesma forma, sendo que em três delas apareceram estes desalinhamentos. Por alguma razão, durante a deposição dessas amostras, ocorreram estes desalinhamentos entre os eixos do IrMn e do Py, para as amostras S4, S5 e S6, com espessuras de Py(2) presa de 37, 27 e 25 Å, respectivamente. Uma possível causa para este desalinhamento é o efeito de sombreamento (do inglês, “*shadowing effect*”) [64, 65] que ocorre durante a deposição, devido ao posicionamento oblíquo dos canhões com relação ao substrato. É imposto uma direção do crescimento dos grãos de maneira colunar o que

pode alterar a direção de anisotropia do filme em relação à direção do campo magnético aplicado durante a deposição. Este fenômeno depende basicamente do posicionamento do substrato no porta substrato, da velocidade de rotação do porta substrato e do campo magnético aplicado durante a deposição. Apesar de tentarmos usar a mesma velocidade de rotação das amostras durante a deposição, não podemos desprezar que diferentes velocidades podem ter ocorrido nas diferentes válvulas de spin.

Figura 4.2: Curvas das distribuições gaussianas das direções dos grãos obtidas a partir da multiplicação das distribuições gaussianas de orientação dos grãos das camadas Py(2) presa e IrMn. A linha preta centrada em zero indica a direção do campo magnético utilizado durante a deposição.

Figura 4.3: Curvas das distribuições gaussianas utilizadas nos ajustes das curvas de magnetização para as amostras, onde a linha preta e a linha vermelha representam as distribuições de orientação dos grãos das camadas Py(2) presa e IrMn, respectivamente.

Além destes desalinhamentos aparecerem nos ajustes das curvas de magnetização (incluindo também as outras direções), será mostrado um método experimental proposto para extrair estes ângulos (α), através de medidas de variações angulares da resistência em campo fixo (VAR). Estes ângulos, obtidos experimentalmente, serão comparados com aqueles extraídos dos ajustes das curvas de magnetização.

Tabela 4.1: Parâmetros de campo utilizados para os melhores ajustes das curvas de magnetização, H_W , H_{U1} , H_{U2} , H_{RA} , H_{EA} , H_{EB} , t_r , α e σ .

Amostra	H_W	H_{U1}	H_{U2}	H_{RA}	H_{EA}	H_{EB}	t_r	α	σ
	Oe	Oe	Oe	Oe	Oe	Oe		graus	graus
S1	850	2	30	0	3	80	0,26	0	10
S2	840	2	55	0	5	123	0,58	0	10
S3	850	2	104	0	2	205	1,76	0	10
S4	850	2	125	0	9	250	3,48	10	9
S5	840	2	214	0	7	335	3,77	10	13
S6	900	5	435	0	38	565	7,30	5	20

Tabela 4.2: Parâmetros obtidos dos melhores ajustes das curvas de magnetização.

Amostra	σ_W	K_{U_1}	K_{U_2}	K_{RA}	J_A	J_B
	J/m ²	10 J/m ³	10 ³ J/m ³	J/m ³	10 ⁻⁴ J/m ²	10 ⁻³ J/m ²
S1	0.073	7.80	1.17	0.00	2.57	6.86
S2	0.054	7.80	2.15	0.00	3.20	7.87
S3	0.031	7.80	4.06	0.00	0.73	7.52
S4	0.025	7.80	4.88	0.00	2.60	7.22
S5	0.018	7.80	8.35	0.00	1.47	7.06
S6	0.018	19.50	17.00	0.00	7.41	11.00

Apesar de alguns trabalhos terem mostrado a importância do uso da anisotropia rodável (K_{RA} e H_{RA}) para a obtenção de valores teóricos de H_{EB} e H_C condizentes com os experimentais [31, 32], neste trabalho os melhores ajustes foram obtidos considerando nulos os campos H_{RA} para todas as amostras. Quando comparamos os erros percentuais entre os valores de t_r ($= t_1/t_2$) com os nominais (obtidos usando os valores de t_1 e t_2 mostrados na tabela 3.3), temos razoável acordo, isto é, erros de -6.1% (S1), -1.2% (S2) e -1.1% (S3), -17,2% (S4), -11,8% (S5) e -14,1% (S6). Valores negativos destes erros para todas as amostras corroboram com a presença da formação de camadas paramagnéticas em t_1 . Isto reduz a espessura efetiva magnética desta camada, reduzindo os valores de t_r .

obtidos dos ajustes.

Os valores de σ_W obtidos atenuam com a diminuição da espessura da camada Py(2) presa (ver tabela 4.2), já que $\sigma_W \propto H_W t_2$. A exceção é a amostra S6 e pode estar relacionado com o caráter descontínuo da camada de Py presa, sobre o qual a camada de IrMn é depositada em seguida. Se a camada precedente de Py for descontínua, é esperado mudanças significativas da anisotropia desta camada, com tendência a aumento, tal qual o obtido. Esta evidência de descontinuidade desta camada para a amostra S6 será discutida adiante.

Em relação a K_{U_2} da camada de Py(2) presa (ver tabela 4.2), vemos que seus valores aumentam com a diminuição da espessura desta camada. Este resultado é esperado para filmes de Py acoplados com IrMn [33]. Já para as camadas de Py(1) livres, os valores de anisotropia destas camadas são bastante pequenos para todas as espessuras ($K_{U_1} = 78 \text{ J/m}^3$), resultado também esperado e desejado para uma camada livre de uma SV. O valor mais alto encontrado para a amostra amostra S6 ($K_{U_1} = 195 \text{ J/m}^3$) também deve estar relacionado com a descontinuidade da camada Py(2) presa.

Os valores de H_{E_B} crescem com a diminuição da espessura da camada presa de Py(2), devido a este termo é proporcional a $1/t_2$ ($H_{E_B} = J_B/t_2 M_2$). Entretanto, o alto valor encontrado para a amostra S6 está relacionado com a descontinuidade desta camada. Em relação ao parâmetro de interação J_B , desconsiderando a amostra S6 por estar fora do comportamento de $1/t_2$ (ver figura 4.8), vemos que o valor é máximo para 82 Å de Py(2), para a amostra S2.

Descartando a amostra S6 devido aos problemas acima relatados, podemos discutir os valores de H_{E_A} obtidos com as espessuras de Cu. Para as amostras com 31 Å de Cu as interações são bastante fracas (inferiores a 5 Oe , ver tabela 3.3) e podemos considerar que as camadas de Py(1) são praticamente livres. Estas interações aumentam para 7 e 9 Oe quando estas espessuras diminuem para 27 Å (S5) e 22 Å (S4), respectivamente. Apesar da espessura de Cu para a amostra S6 ser a mesma que a amostra S4, o alto valor obtido para esta interação (38 Oe) também está relacionado com a descontinuidade da camada de Py(2) presa. O aumento da rugosidade devido a presença desta descontinuidade pode se propagar para o interior das camadas já depositadas. Isto faz com que aumente as interações, possivelmente como um dos mecanismos as interações do tipo “orange-peel”, entre as camadas de Py livre e presa, justificando o resultado obtido dos ajustes.

Em relação a J_A , os dois maiores valores encontrados foram para as amostras S6 [espessura do Cu ($t_{Cu}=22 \text{ \AA}$)] e S2 ($t_{Cu}=31 \text{ \AA}$), enquanto que os dois menores valores foram para as amostras S3 ($t_{Cu}=31 \text{ \AA}$) e S5 ($t_{Cu}=27 \text{ \AA}$). Isto ocorre pois $J_A \propto H_{EA} t_2$. Do ponto de vista prático, onde se busca válvulas de spin com baixo valor de interação entre as camadas de Py presas e livres, a combinação de espessuras da camada de Py presa ($47 \text{ \AA}$) e $t_{Cu}=31 \text{ \AA}$, encontrada na amostra S3, revelou-se interessante para esta finalidade.

Figura 4.4: Curvas de magnetorresistência e respectivos ajustes, linhas vermelhas, para as 6 amostras com campo magnético aplicado na direção do campo magnético utilizado na deposição das amostras ($\phi_H = 0^\circ$).

Para verificar se a generalização proposta neste trabalho para amostra multi-domínios (ver equação 1.16) é válida, fizemos os cálculos propostos com os parâmetros mostrados na tabela 4.1. Estes resultados são mostrados na figura 4.4, e são apresentadas em termos de porcentagem do aumento da resistência com relação as amostras completamente saturadas. É necessário ressaltar que somente a forma das curvas de

magnetorresistência foram testadas, já que as curvas foram multiplicadas por um fator relacionado à amplitude da magnetorresistência de cada amostra. As amplitudes da magnetorresistência obtidas para cada amostra foram as seguintes, para a amostra S1 obteve-se 2.7%, para S2, 2.9%, para S3, 3.1%, para S4, 3.0%, para S5, 2.5%, e para S6, 2.6%.

Modelos semi-clássicos da magnetorresistência foram testados em multicamadas de Py/Cu e Py/Co/Cu/Co [19]. Estudos similares poderiam ter sido realizados nestas válvulas de spin, entretanto o foco desta dissertação foi o estudo do fenômeno de EB e teste do modelo de Mauri [20].

Voltando a figura 4.4, em geral, a forma das curvas teóricas reproduz de maneira bastante razoável a histerese da magnetorresistência, com exceção de perto do campo zero, onde ocorre a reversão da camada de Py(1) livre. A reversão desta camada ocorre de maneira abrupta que acaba gerando um pico negativo (mais acentuado para algumas amostras), inexistente nas curvas experimentais. Também nas amostras S1 e S2, cujos valores de H_C^{MR} (≈ 6 Oe), campo coercivo da magnetorresistência, são pequenos (ver tabela 4.3) e com camadas relativamente espessas de Py(2) (ver tabela 3.3), discordâncias foram encontradas como a presença de mínimos com valores negativos na reversão destas camadas. Portanto, podemos concluir que, apesar da equação 1.16 conseguir reproduzir razoavelmente bem a forma das curvas de magnetorresistência experimentais, correções precisam ser feitas, principalmente para os casos em que a reversão da magnetização ocorre de maneira mais abrupta.

Os campos H_{EB}^{Mag} e H_C^{Mag} das medidas de magnetização das camadas de Py(2) presas podem ser extraídos dos campos H_1 e H_2 através das equações 1.2 e 1.3. Portanto, com o auxílio da figura 4.1, estes dados foram extraídos e apresentados na tabela 4.3. O equivalente de encontrar H_1 e H_2 nas histereses da magnetorresistência é considerar os valores de campo para o qual a amplitude da MR cai pela metade. Estes campos foram extraídos da figura 4.4 e os valores de H_{EB}^{MR} e H_C^{MR} obtidos também são mostrados nesta tabela. Observa-se que os valores obtidos para os campos EB por estas duas técnicas, H_{EB}^{Mag} e H_{EB}^{MR} , possuem algumas diferenças, onde a maior delas é observada para a amostra S6 com uma variação de 18 Oe. Também são observadas diferenças para os campos H_C^{Mag} e H_C^{MR} , com maior diferença também para a amostra S6 de 12 Oe. Estas diferenças podem ser explicadas através da provável maior temperatura nas amostras nas medidas de magnetorresistência. Isto ocorre devido à passagem de corrente na amostra que pode aquecê-la pelo efeito Joule, afetando, assim, a sua magnetização e, por consequência, o

transporte dos elétrons.

Tabela 4.3: Valores de campo de “*exchange-bias*” e campo coercivo para as 6 amostras no eixo de fácil magnetização.

Amostra	H_{EB}^{Mag}	H_C^{Mag}	H_{EB}^{MR}	H_C^{MR}
	Oe	Oe	Oe	Oe
S1	-80	5	-79	6
S2	-121	11	-111	7
S3	-205	16	-213	15
S4	-245	16	-250	10
S5	-326	26	-340	30
S6	-495	59	-477	71

Para obter mais informações sobre os *hystérons* representando as distribuições de grãos com diferentes campos de interações e coercividades, fizemos as medidas FORCs da magnetorresistência. Através destas medidas, foram calculados os respectivos diagramas FORC. É válido notar que estas informações também poderiam ser obtidas através das FORCs da magnetização. Entretanto, em termos operacionais e de simplicidade de medidas, as FORCs da magnetorresistência são muito mais fáceis de serem obtidas (e bem mais rápidas). Por esta razão, escolhemos a realização deste trabalho baseados nas FORCs da magnetorresistência.

Os resultados são mostrados na figura 4.5 para todas as amostras. A partir das medidas FORC é possível obter um diagrama de distribuições dos campos coercivos (h_c) e dos campos de interação (h_b) utilizando a equação 1.17. Nestes diagramas FORCs são observadas três regiões denominadas (i), (ii) e (iii), representadas nas figuras 4.5 e 4.6 na amostra S3. A região (i) representa a rápida reversão da camada livre para campos baixos, a região (ii) diz respeito aos campos onde a magnetorresistência ainda possui caráter reversível, e a região (iii) representa a distribuição da reversão da camada presa. As barras aos lados das distribuições FORCs representam os valores das distribuições, onde a cor azul representa os valores negativos e a cor vermelha os valores positivos. Os intervalos dos valores de distribuição e a quantidade de divisões são diferentes para cada análise, afim de melhorar a visualização das regiões citadas. Uma discussão mais detalhada destas regiões pode ser vista na ref. [10].

Através dos diagramas FORCs na região (iii), podemos extrair as distribuições dos campos coercivos (h_c) e de interação (h_b) dos *hysterons* (representando grãos distintos no material). Estes resultados são mostrados na figura 4.7. As linhas vermelhas representam ajustes destes dados utilizando funções de distribuições gaussianas. Os valores de h_b (ou h_c) correspondem aos máximos das funções de distribuição, representando que maior quantidade de grãos possuem aqueles valores de campos coercivos e de interação para cada amostra. Estes valores são mostrados dentro das figuras, bem como os valores das larguras destas distribuições (ver tabelas 4.4 e 4.5). Assim, por exemplo, na amostra S1 podemos afirmar que 68% dos grãos tem h_c de 1 a 7 Oe e h_b de -70 a -76 Oe. Não foi possível obter estas curvas para a amostra S6, devido a grande dificuldade de localizar com precisão o máximo das distribuições. Parece que esta amostra apresenta duas distribuições, sendo uma centrada em $h_c = 4$ Oe e $h_b = -500$ Oe e outra centrada neste mesmo valor de h_b mas com valores de h_c se estendendo de 3 Oe a 150 Oe.

Figura 4.5: Medidas FORC (esquerda) e seus respectivos diagramas (direita) para as amostras S1, S2 e S3.

Figura 4.6: Medidas FORC (esquerda) e seus respectivos diagramas (direita) para as amostras S4, S5 e S6.

Figura 4.7: Curvas das distribuições de h_b (esquerda) e h_c (direita) extraídas dos diagramas FORC das amostras S1, S2, S3, S4 e S5.

Estudos realizados em multicamadas de Py/Cu preparadas por *sputtering*, usando técnicas de Ressonância Ferromagnética e magnetização, mostraram filmes descontínuos para espessuras de 21 Å da camada FM, apesar de serem contínuos para espessuras maiores de 35 Å. Para a amostra S6, a presença destas duas distribuições indicam a descontinuidade da camada de Py(2) presa (≈ 25 Å). A distribuição centrada em valores pequenos de h_c é atribuída aos grãos descontínuos (ou ilhas), em contato com a camada de IrMn, mas que rotacionam com a camada FM. Este contato é suficiente para gerar o EB mas com baixos valores de campo coercivo. A outra distribuição, bastante alongada na direção do eixo h_c , é atribuída a grãos (de diferentes tamanhos), predominantemente circundados por IrMn, valorizando a sua coercividade e campo de interação h_b .

Comportamento similar também pode ser visto de maneira mais sutil na amostra S5, indicando que algumas partes das interfaces já começam a aparecer regiões de descontinuidade nesta espessura (≈ 27 Å). Observando a figura 4.6, amostra S5, podemos perceber o aparecimento sutil de certas variações na distribuição com campos h_c se estendendo de 75 a 200 Oe. São evidências tênues do início do aparecimento da descontinuidade na camada de Py(2) presa. A presença destas duas distribuições permite entender o valor mais alto encontrado de $H_C^{MR} = 30$ Oe na histerese da MR em relação ao valor mencionado do centro da distribuição FORC de somente uma das distribuições ($h_c = 4$ Oe, ver tabela 4.5). Entretanto, não foi possível estimar os valores médios destes campos para esta outra distribuição, devido à larga dispersão de valores. É válido notar que este tipo de análise não seria possível sem os diagramas FORCs, pois não é possível observar esse tipo de informação nas medidas de histerese de magnetização e magnetorresistência usuais.

A figura 4.8 mostra a variação de H_{EB}^{Mag} como função de $1/t_2$. Um comportamento linear foi encontrado, com exceção da amostra S6, que apresenta uma espessura mais fina da camada de Py(2) presa. Este ajuste linear é mostrado na figura 4.8. Para esta amostra, foi encontrado um valor de $H_{EB}^{Mag} = 495$ Oe com valor 42% maior do que o valor esperado da extrapolação linear (-350 Oe). É válido notar que a amplitude da magnetorresistência é ainda de 2.6%, somente um pouco menor do que para as outras amostras, mas ainda com amplitude significativa. As amplitudes da magnetorresistência em $\phi_H = 0^\circ$ para as outras amostras foram de 2.7% (S1), 2.9% (S2), 3.1% (S3), 3.0% (S4) e 2.5% (S5).

Figura 4.8: H_{EB} versus $1/t_2$, onde os símbolos são os dados experimentais extraídos das histereses da magnetização e os a linha representa o ajuste linear.

Estes resultados experimentais, extraídos das medidas FORCs da magnetorresistência, podem ser comparados com os resultados dos ajustes das curvas de magnetização obtidos. Mas para isso, é necessário que façamos a transformação da distribuição do alinhamento dos grãos em valores de campos coercivos e de campos de “*exchange-bias*”. Para isso, a distribuição mostrada na figura 4.2, foi utilizada para extrair os valores de H_{EB} e H_C através dos cálculos das curvas de magnetização (obtidas usando parâmetros da tabela 4.1). Entretanto, a simulação foi feita sem o uso de distribuição mas com grãos individuais nas orientações (em graus, tanto do Py quanto do IrMn) obtidas dos pontos A, B, C, D e E (ver figura 4.2). Estas simulações para as amostra S1 e S2 são mostradas na figura 4.9, para as amostras S3 e S4 na figura 4.10, e para as amostras S5 e S6 são mostradas na figura 4.11. Todas estas simulações foram feitas em $\phi_H=0^\circ$, correspondendo ao eixo de fácil magnetização para as amostras S1, S2 e S3, mas não para as amostras S4, S5 e S6.

Figura 4.9: Simulação das magnetizações da camada Py(2) nos pontos A, B, C, D e E para as amostras S1 e S2 (ver Fig. 4.2), com $\phi_H=0^\circ$.

Figura 4.10: Simulação das magnetizações da camada Py(2) nos pontos A, B, C, D e E para as amostras S3 e S4 (ver Fig. 4.2), com $\phi_H=0^\circ$.

Figura 4.11: Simulação das magnetizações da camada Py(2) nos pontos A, B, C, D e E para as amostras S5 e S6 (ver Fig. 4.2), com $\phi_H=0^\circ$.

Desta forma, foram obtidos os resultados que estão mostrados na tabela 4.4. Nesta tabela, os valores médios, isto é, $\langle H_{EB} \rangle$ e $\langle H_C \rangle$ foram obtidos de modo que o valor da média (levando em conta as incertezas), abrangesse todos os valores dos pontos mencionados. Isto significa que 68% dos grãos estão com os valores de H_{EB} e H_C compreendidos dentro do intervalo das incertezas. Assim, estes valores podem ser comparados com aqueles extraídos dos diagramas FORCs.

Tabela 4.4: Campos de “*exchange-bias*” esperados para os pontos A, B, C, D e E (ver Fig. 4.2), bem como a média do campo de “*exchange-bias*” ($\langle H_{EB} \rangle$), que foi calculada de modo que este valor, levando em conta as incertezas, abrangesse todos os valores obtidos para os campos H_{EB} dos pontos citados. Também foram incluídos os valores dos campos de interação (h_b) extraídos dos diagramas FORCs.

Amostra	H_{EB}^A	H_{EB}^B	H_{EB}^C	H_{EB}^D	H_{EB}^E	$\langle H_{EB} \rangle$	h_b
	Oe	Oe	Oe	Oe	Oe	Oe	Oe
S1	-77.7	-76.0	-76.0	-76.0	-77.7	-77 ± 1	-73 ± 3
S2	-119.8	-117.9	-122.0	-117.9	-119.8	-120 ± 2	-111 ± 6
S3	-203.8	-204.0	-214.0	-204.0	-203.8	-209 ± 5	-217 ± 5
S4	-250.1	-240.1	-239.9	-238.0	-238.4	-244 ± 6	-265 ± 7
S5	-334.2	-334.1	-322.1	-321.8	-324.2	-328 ± 6	-345 ± 21
S6	-483.9	-504.3	-506.3	-483.9	-492.9	-495 ± 11	

Comparando os valores de $\langle H_{EB} \rangle$ (obtidos dos ajustes da magnetização) e de h_b (obtidos dos diagramas FORCs), mostrados na tabela 4.4 e figura 4.12, podemos afirmar que foram encontrados razoáveis acordos entre seus valores dentro do intervalo de incerteza. O desacordo encontrado para a amostra S5 é atribuído a existência de descontinuidade nesta camada. Para a amostra S4, o valor encontrado para $H_{EB}^{MR} = -250$ Oe é inferior ao valor obtido do diagrama FORC (-265 ± 7), mesmo considerando suas incertezas. Até o momento, não foi encontrado explicação para isso.

Tabela 4.5: Campos coercivos esperados para os pontos A, B, C, D e E (ver Fig. 4.2), bem como a média do campo coercivo ($\langle H_C \rangle$), que foi calculado de modo que este valor, levando em conta as incertezas, abrangesse todos os valores obtidos para os campos H_C dos pontos citados. Também foram incluídos os valores dos campos coercivos (h_c) extraídos dos diagramas FORCs.

Amostra	H_C^A	H_C^B	H_C^C	H_C^D	H_C^E	$\langle H_C \rangle$	h_c
	Oe	Oe	Oe	Oe	Oe	Oe	Oe
S1	3.7	9.8	22.0	9.8	3.7	13 ± 9	4 ± 3
S2	5.8	15.8	36.0	15.8	5.8	21 ± 15	8 ± 5
S3	9.6	21.8	52.0	21.8	9.6	31 ± 21	12 ± 8
S4	39.8	17.7	5.7	0.0	0.0	20 ± 20	25 ± 12
S5	55.7	51.7	23.6	3.8	0.0	30 ± 26	4 ± 8
S6	37.5	97.7	99.7	37.6	3.7	52 ± 48	

Em relação aos valores de $\langle H_C \rangle$ (obtidos dos ajustes da magnetização) e de h_c (obtidos dos diagramas FORCs), podemos dizer que, pelo menos para as amostras S1, S2 e S3 (ver tabela 4.4 e figura 4.13), valores médios e incertezas menores foram encontrados através da análise FORCs em relação àqueles extraídos das análises das curvas de magnetização.

Já para a amostra S4 foi encontrado um bom acordo. Apesar disso, considerando as incertezas, os valores médios concordam. O desacordo encontrado para a amostra S5 também é atribuído à descontinuidade da camada de Py presa.

As figuras 4.12 e 4.13 mostram os valores de H_{EB} e H_C (com suas respectivas incertezas), respectivamente, obtidos da análise descrita acima, para as amostras S1, S2, S3 e S4. Também são mostrados os valores dos campos h_b e h_c determinados pela análise dos diagramas FORC, bem como os valores obtidos para H_{EB}^{Mag} , H_C^{Mag} , H_{EB}^{MR} e H_C^{MR} . Foram excluídas destas análises as amostras S5 e S6, pois as medidas FORC revelaram o caráter descontínuo da camada de Py(2) presa, com a presença de duas regiões distintas no diagrama FORC. Pela impossibilidade de extrair informações das regiões com mais dispersão de valores de campos, as análises destas amostras não foram consideradas.

Figura 4.12: Valores de H_{EB}^{Mag} extraídos das histereses da magnetização (círculos), H_{EB} extraídos das análises das simulações das magnetizações de alguns grãos selecionados (asteriscos), h_b extraídos da distribuição MR-FORC (estrela) e H_{EB}^{MR} extraídos das histereses da magnetorresistência (triângulo).

Figura 4.13: Valores de H_C^{Mag} extraídos das histereses da magnetização (círculos), H_C extraídos das análises das simulações das magnetizações de alguns grãos selecionados (asteriscos), h_c extraídos da distribuição MR-FORC (estrela) e H_C^{MR} extraídos das histereses da magnetorresistência (triângulo).

A partir da figura 4.12, nota-se com bastante clareza que os valores obtidos de H_{EB} com a simulação e os valores de h_b do diagrama FORCs compreendem os valores obtidos nas medidas de magnetização e MR no intervalo de suas incertezas. Portanto, isso mostra um bom casamento entre as simulações realizadas e os experimentos.

Os valores de H_C obtidos pela simulação são mostrados na figura 4.13, juntamente com suas respectivas incertezas. Observa-se que os valores obtidos da simulação são maiores que os obtidos pelas medidas e pelo digrama FORCs para as amostras S1, S2 e S3. Entretanto, estes valores estão dentro do intervalos de incerteza. Para a amostra S4 vê-se que o valor h_c é maior que o obtido pelas simulações das magnetizações. O valor extraído do diagrama FORCs representa que a maioria dos grãos possuem este valor de campo coercivo e não a média dos campos coercivos, que é usualmente extraída de uma medida de magnetização.

Podemos concluir que maiores larguras das distribuições FORCs, tanto de h_b quanto com h_c , estão relacionados com maiores larguras das distribuições angulares dos grãos. Portanto, a FORCs da magnetorresistência e análise dos diagramas FORCs permite obter de maneira direta (via a largura das distribuições), a eficiência do alinhamento dos grãos da camada de Py(2) obtidos durante o resfriamento com campo magnético das amostras.

4.2 Método de determinação do ângulo de desalinhamento (α)

Na seção 2.3.2, definiu-se um método de medida chamado de Variação Angular da Resistência à campo fixo (VAR). Através desse método, é possível determinar o ângulo de desalinhamento (α) entre a direção do campo magnético aplicado durante a deposição e o eixo de fácil magnetização da amostra, observando o mínimo das curvas obtidas. Os campos fixos utilizados nas medidas foram escolhidos dividindo a histerese da magnetização da camada FM presa com campo magnético aplicado na direção do campo durante a deposição ($\phi_H = 0^\circ$) em três partes (ver figura 4.14). A região I, onde a camada FM livre reverteu a magnetização, enquanto que a camada FM presa não reverteu, devido ao acoplamento com o AFM; região II, onde a camada FM livre reverteu a magnetização, enquanto que a camada FM presa reverteu apenas parcialmente; região III, onde as duas

camadas FMs reverteram a magnetização e atingiram a saturação. É válido notar que este esquema é válido somente em $\phi_H=0^\circ$ mas que este ângulo varia.

Figura 4.14: Esquematização das regiões I, II e III para os campos fixos escolhidos das medidas de VAR.

Para uniformizar estas medidas, definimos os campos em termos dos módulos dos campos H_{EB}^{Mag} e H_C^{Mag} da magnetização de cada amostra. Os campos fixos para a região I e III foram escolhidos através das seguintes relações: $H_F^I = -(H_{EB}^{Mag} - H_C^{Mag})/2$ e $H_F^{III} = -2(H_{EB}^{Mag} + H_C^{Mag})$, respectivamente. A figura 4.15 mostra estes resultados, onde os símbolos são os resultados experimentais e as linhas são os cálculos teóricos usando os ângulos da magnetização obtidos da minimização da energia e calculando a contribuição da resistência dada pela expressão 1.16. As cores preto e vermelho referem-se ao campo nas regiões I e III, respectivamente. Os ajustes foram razoáveis, para ambos os campos fixos, para as amostras S3, S4, S5 e S6. Apesar do acordo entre o teórico e experimental terem sido insatisfatórios para as amostras S1 e S2 na região I, as curvas experimentais encontram-se deslocadas e foram utilizadas para extrair o ângulo de desalinhamento α . Na verdade, este ângulo define a direção de fácil magnetização das válvulas de spin, podendo ser distinta da direção do campo magnético aplicado durante a deposição (quando $\alpha \neq 0^\circ$). Este ângulo de desalinhamento foi obtido através da expressão: $\alpha = \alpha_{min} - 180^\circ$, onde α_{min} é o valor de ϕ_H para $\Delta R/R_S$ mínimo em torno de $\phi_H = 180^\circ$.

Figura 4.15: Medidas VAR (símbolos) e seus respectivos ajustes (linhas) das regiões I e III para as amostras S1, S2, S3, S4, S5 e S6.

Resultados experimentais e teóricos da VAR na região onde a camada livre reverteu a magnetização e a camada presa apenas parcialmente (região II), são mostrados nas figuras 4.16 (amostras S3 e S4) e 4.17 (amostras S5 e S6). Os campos fixos utilizados foram escolhidos da seguinte forma: $-(H_{EB} + H_C)$, $-(H_{EB} + H_C/2)$ e $-(H_{EB} - H_C)$. Não foi possível obter as medidas na região II para as amostras S1 e S2, devido ao baixo campo coercivo destas amostras.

Figura 4.16: Medidas VAR (símbolos) e seus respectivos ajustes (linhas) das regiões II para as amostras S3 e S4.

Figura 4.17: Medidas VAR (símbolos) e seus respectivos ajustes (linhas) das regiões II para as amostras S5 e S6.

O resultado experimental de α foi obtido através da média dos valores nas regiões medidas, onde os valores de α_{min} foram obtidos através da determinação do centro de simetria da curva em torno de 180° , utilizando o programa, denominado Fityk. É válido notar que, tentativas de obtenção do mínimo através da derivada também foram feitas, mas melhores resultados foram obtidos através do método mencionado. As incertezas foram obtidas considerando o desvio padrão da média e também a incerteza do posicionamento angular inicial do motor de passo. Os valores de α obtidos foram de $7^\circ \pm 3$ (S1), $3^\circ \pm 3$ (S2), $-1^\circ \pm 3$ (S3), $9^\circ \pm 3$ (S4), $0^\circ \pm 3$ (S5) e $5^\circ \pm 3$ (S6). Portanto, podemos estimar os ângulos de desalinhamento γ ($=2\alpha$) entre os eixos fáceis do Py e IrMn como: $14^\circ \pm 3$ (S1), $6^\circ \pm 3$ (S2), $-2^\circ \pm 3$ (S3), $18^\circ \pm 3$ (S4), $0^\circ \pm 3$ (S5) e $10^\circ \pm 3$ (S6).

Comparando estes valores de α com os resultados extraídos dos ajustes das curvas de magnetização (ver tabela 4.1), foram encontrados bons acordos para as amostras S2, S3, S4 e S6. Provavelmente, o maior valor encontrado ($\alpha=10^\circ$) nas simulações das medidas de magnetização para a amostra S5 tenha sido a maneira do ajuste tentar contornar o problema do início da descontinuidade do Py(2) presa. Já para a amostra S1, a presença da camada paramagnética prejudica a qualidade dos ajustes das curvas de magnetização e a determinação dos valores de α fica prejudicada.

Portanto, estes resultados corroboram com a análise feita dos ajustes das curvas de magnetização e que a defasagem α não é apenas um artifício empregado para ajudar a ajustar as curvas de magnetização. A boa concordância entre os valores de α deduzidos pelas medidas de VAR e os resultados obtidos das simulações das curvas de magnetização corroboram com o modelo empregado.

Um outro resultado interessante deste trabalho foi mostrar a relação entre α e γ , isto é: $\gamma = 2\alpha$.

Devido as diferenças observadas entre o ângulo de desalinhamento obtido pelo ajuste da magnetização e o obtido pelas medidas VAR para as amostras S1, foi proposto a realização de um novo ajuste. Neste novo ajuste, foram mantidos os outros parâmetros fenomenológicos, mudando apenas o ângulo α de 0° para 7° . Através das simulações das curvas de magnetização, notou-se uma leve melhora nos ajustes da magnetização da amostra S1, principalmente para os ângulos $\phi_H = 60^\circ$ e 90° , indicando que a técnica para a determinação deste ângulo através da VAR é mais efetiva. Portanto, pela nossa análise podemos afirmar que a amostra S1 apresentou $\alpha=7^\circ \pm 3$. Não mostraremos as novas figuras das novas simulações pois as mudanças são muito pequenas e não diferem muito

das simulações das magnetizações mostradas nas figuras 4.1, 4.18, 4.19 e 4.20.

4.3 Campo magnético aplicado em $\phi_H = 30^\circ, 60^\circ$ e 90° ,

Usando os parâmetros mostrados na tabela 4.1, podemos fazer a previsão teórica de H_{EB} e H_C em função dos ângulos ϕ_H , cujos resultados são mostrados nas figuras 4.18 (amostras S1, S2 e S3) e 4.19 (amostras S4, S5 e S6). Mais uma vez, o deslocamento do máximo da coercividade (máximo ocorrendo em $180^\circ + \alpha$) ilustra que o valor de α experimental poderia ser obtido das curvas $H_C(\phi_H)$ e $H_{EB}(\phi_H)$ experimentais. Este método seria muito trabalhoso e demorado, justificando a escolha de medidas de VAR para a obtenção experimental dos valores de α .

Figura 4.18: Curvas teóricas de H_{EB} e H_C versus o ângulo entre o campo aplicado e o eixo de fácil magnetização das amostras S1, S2 e S3.

Figura 4.19: Curvas teóricas de H_{EB} e H_C versus o ângulo entre o campo aplicado e o eixo de fácil magnetização das amostras S4, S5 e S6.

As curvas experimentais (símbolos) e ajustes (linhas) para os ângulos $\phi_H = 30^\circ$, 60° e 90°) são mostrados nas figuras 4.20, 4.21 e 4.22, respectivamente. É válido notar que, para estes ângulos, as magnetizações das camadas de Py(1) e Py(2) se sobrepõem, o que torna difícil extrair os campos H_{EB} e H_C somente da camada presa. Por esta razão que estes dados não foram também colocados nos gráficos de $H_C(\phi_H)$ e $H_{EB}(\phi_H)$ (ver figuras 4.18 e 4.19), para a comparação com a previsão teórica. Entretanto, observando os ajustes da magnetização nestas direções do campo magnético aplicado, podemos dizer que estes foram bastante razoáveis, com boa concordância nas curvaturas na reversão das camadas presas e livres, bem como nos valores de coercividade destas camadas. É válido ressaltar que os ajustes destas curvas também foram utilizados (juntamente com $\phi_H = 0^\circ$) para extrair os parâmetros dos ajustes mostrados na tabela 4.1.

Figura 4.20: Curvas de magnetização e respectivos ajustes, linhas vermelhas, para as 6 amostras com campo aplicado em $\phi_H = 30^\circ$ da direção de campo aplicado durante a deposição.

Figura 4.21: Curvas de magnetização e respectivos ajustes, linhas vermelhas, para as 6 amostras com campo aplicado em $\phi_H = 60^\circ$ da direção de campo aplicado durante a deposição.

Figura 4.22: Curvas de magnetização e respectivos ajustes, linhas vermelhas, para as 6 amostras com campo aplicado em $\phi_H = 90^\circ$ da direção de campo aplicado durante a deposição.

Os resultados das histereses teóricas e experimentais da magnetorresistência de todas as amostras, para o ângulo $\phi_H = 30^\circ$ são mostrados na figura 4.23. A concordância foi razoável somente para as amostras S4 e S5 e ruins para as outras amostras. Os resultados para $\phi_H = 60^\circ$ são mostrados na figura 4.24. Neste caso, a concordância foi razoável para as amostras S3, S4 e S5 e ruins para as outras. Finalmente, os resultados para $\phi_H = 90^\circ$ são mostrados na figura 4.25. Podemos ver que ajustes razoáveis foram obtidos para as amostras S3, S4, S5 e S6 e ruins para as amostras S1 e S2. Podemos concluir que o uso da expressão 1.17 não reproduz de maneira satisfatória o comportamento da magnetorresistência, apesar do modelo utilizado reproduzir razoavelmente bem as histereses das magnetizações.

Figura 4.23: Curvas de magnetorresistência e respectivos ajustes, linhas vermelhas, para as 6 amostras com campo aplicado em $\phi_H = 30^\circ$ da direção de campo aplicado durante a deposição.

Figura 4.24: Curvas de magnetorresistência e respectivos ajustes, linhas vermelhas, para as 6 amostras com campo aplicado em $\phi_H = 60^\circ$ da direção de campo aplicado durante a deposição.

Figura 4.25: Curvas de magnetorresistência e respectivos ajustes, linhas vermelhas, para as 6 amostras com campo aplicado em $\phi_H = 90^\circ$ da direção de campo aplicado durante a deposição.

Capítulo 5

Conclusão

5.1 Discussão

Neste trabalho foram estudadas as propriedades magnéticas e de transporte de válvulas de spin do tipo Py/Cu/Py/IrMn produzidas pelo método “*sputtering*”. Para isso, foram realizadas medidas de magnetização, magnetorresistência, FORCs da magnetorresistência e variação angular da resistência. Foram realizadas simulações da magnetização e da magnetorresistência utilizando o modelo modificado de Mauri [20, 21], com a finalidade de verificar sua validade e obter parâmetros teóricos para reproduzir as curvas de histereses magnéticas destas amostras.

Os ajustes obtidos das medidas de magnetização foram suficientemente bons para todos os ângulos medidos ($\phi_H = 0^\circ, 30^\circ, 60^\circ$ e 90°) nas amostras S3, S4, S5 e S6. Entretanto, nas amostras S1 e S2, devido a presença de camadas paramagnéticas nas interfaces Py/Cu, os ajustes ficaram prejudicados, mas ainda razoáveis. Houve necessidade de utilizar um desvio de um ângulo α entre ambos os eixos de fácil magnetização do Py(2) e IrMn e a direção do campo magnético durante a deposição, para os ajustes da histereses da magnetização, nas amostras S4, S5 e S6. Neste trabalho, foi mostrado que as distribuições Gaussianas casadas, centradas nestas direções, são numericamente análogas a duas distribuições gaussianas (com a mesma largura da distribuição), com a do Py(2) centrada na direção do resfriamento com campo aplicado e a do IrMn centrada em $\gamma = 2\alpha$, onde γ é o ângulo de desalinhamento entre o FM e o AFM. A possível causa desse desalinhamento é explicada através do efeito de sombreamento, que ocorre durante a deposição pelo método de desbastamento iônico com canhões posicionados obliquamente. Este efeito depende também da velocidade de rotação do porta substrato. Apesar de tentarmos utilizar a mesma velocidade de rotação para todas as amostras, não é possível garantir que todas as velocidades foram iguais para as amostras, o que poderia explicar os diferentes valores obtidos para estes desalinhamentos.

Através das medidas de magnetização e de seus ajustes, foi também possível verificar o aumento do campo EB e do campo coercivo com a diminuição da espessura da camada Py(2), bem como observar a dependência da interação das camadas livre e presa com a espessura do espaçador de Cu. Do ponto de vista prático, a amostra S3 com espessuras da camada de Py presa (47Å) e do Cu (31 Å) revelou-se com propriedades interessantes, reunindo baixo valor de interação entre as camadas livre e presa ($J_A=0.73$ J/m²) e amplitude razoável da magnetorresistência (3.1%). Além disso, os eixos de fácil magnetização do Py(2) e IrMn encontram-se alinhados ($\alpha=0^\circ$) e a largura da distribuição Gaussiana em torno do eixo de fácil magnetização revelou-se razoavelmente baixa ($\sigma = 10^\circ$), indicando que houve um bom alinhamento dos momentos dos grãos FMs e da camada interfacial não compensada do IrMn, durante o resfriamento com campo.

Neste trabalho foi também testado o modelo da reprodução da curva da magnetorresistência a partir dos ângulos das magnetizações das camadas magnéticas livres e presa, estendido aqui para amostras multi domínios (ver equação 1.17). Através da comparação das curvas de histerese da magnetorresistência para $\phi_H = 0^\circ$ podemos afirmar que, apesar desta equação conseguir reproduzir razoavelmente bem a forma destas curvas experimentais, correções precisam ser feitas, principalmente para os casos em que a reversão com o campo dos momentos magnéticos ocorrer de maneira abrupta. Além disso, pelo menos grosseiramente, o modelo indica a forma da curva da magnetorresistência para os outros ângulos do campo magnético aplicado. No entanto, melhorias devem ser introduzidas no modelo de transporte empregado para resultar numa melhor concordância com os dados experimentais.

Na amostra S6, $H_{EB}=495$ Oe, valor este muito maior do que o esperado da extrapolação linear com $1/t_2$. Com o auxílio dos diagramas FORCs da magnetorresistência, foi possível concluir que a camada presa de Py (22Å) é provavelmente descontínua (nesta amostra). Assim, outros modelos mais apropriados que tentam explicar o fenômeno do EB neste regime, devem ser considerados. Análise minuciosa do diagrama FORC da amostra S5 indicou sinais tênues de começo de descontinuidade da camada de Py(2) presa (27Å). Portanto, este é o limiar de continuidade da camada presa.

As análises dos diagramas FORCs da magnetorresistência possibilitaram mapear as distribuições de campos coercivos (h_c) e campos de interação (h_b) entre os grãos presentes na camada presa Py(2). Foi mostrado também que existe uma relação direta entre os valores de h_b do centro da distribuição FORC (e sua largura), com os valores dos campos de EB (obtidos das simulações das curvas de magnetizações) dos grãos dispersos

entre ângulos dados pela largura da Gaussiana, σ . Portanto, estes resultados corroboram com o modelo teórico, mostrando que a distribuição Gaussiana utilizada não é apenas um artifício matemático para ajudar a ajustar as curvas experimentais da magnetização. Ao mesmo tempo indica que, a medida MR-FORC em VS tem o potencial de avaliar, comparativamente, o grau de alinhamento dos grãos proporcionado pelo campo aplicado durante o resfriamento. Como as VS são utilizadas em sensores de campo magnético, este protocolo (dado pela análise da MR-FORC) promete ser uma ferramenta importante na avaliação de sensores magnetorresistivos.

Para a determinação do ângulo de desalinhamento α , inicialmente observado nos ajustes da magnetização e magnetorresistência, foi desenvolvido um método de medida utilizando a variação angular da magnetorresistência para campo fixo. Para tal método foi necessário o desenvolvimento de um sistema automatizado, com a possibilidade de controle remoto. Este método possibilitou determinar, através dos mínimos das curvas para diferentes campos fixos e realizando a média destes resultados, este ângulo α . O ângulo de desalinhamento $\gamma = 2\alpha$ também foi obtido. Portanto, mais uma vez estes resultados mostram que o desalinhamento não é um artifício matemático utilizado para ajudar a ajustar as curvas de magnetização. Podem ser medidos de maneira direta e corroboram com o modelo utilizado. Os resultados obtidos de α através deste método concordaram com aqueles obtidos através dos ajustes das curvas de magnetização nas amostras S2, S3, S4 e S6. Para a amostra S1, este resultado auxiliou na melhoria dos ajustes das curvas de magnetização, revelando serem medidas importantes e complementares.

Referências Bibliográficas

- [1] Meiklejohn, W. H., and Bean, C. P., *New magnetic anisotropy*, Physical Review, v. 102, p. 1413-1414, 1956.
- [2] Meiklejohn, W. H., *Exchange anisotropy - a review*, Journal of Applied Physics, v. 33, p. 1328-1335, 1962.
- [3] Oliveira, Sabrina N., *Exchange Bias em filmes finos de IrMn/Cu/Co*, Porto Alegre, 2007.
- [4] Dieny, B., Speriosu V. S., Parkin, S. S. P., Gurney, B. A., Wilhoit, D. R., and Mauri, D., *Giant magnetoresistance in soft ferromagnetic multilayers*, Physical Review B, v. 43, p. 1297-1300, January 1991.
- [5] Fert, A., and Bruno, P., *Exchange coupled multilayers and magnetoresistance in Ultrathin magnetic structure* edited by Heinrich, B. and Bland, A., Springer Verlag(1992).
- [6] Nagamine, L. C. C. M., Castro, G. M. B., Geshev, J., Baibich, M. N., Saitovich, E. B., Schmidt, J. E., *Magnetoresistance and magnetization studies through a Cu interlayer in spin valves of NiFe/Cu/NiFe/FeMn*, Journal Of Magnetism and Magnetic Materials, 2008.
- [7] Pogossian, S., Spenato, D., Dekadjevi, D. T. and Ben Youssef J., *Experimental method to determine the misalignment of the easy axis of ferromagnetic and anti-ferromagnetic films in exchange biased bilayers*, Physical Review B 73, 174414, May 2006.
- [8] Rodríguez-Suárez, L. H., Vilela-Leão, L. H., Bueno, T., Mendes, J. B. S., Landeros, P., Rezende, S. M., and Macedo A., *Tunable misalignment of ferromagnetic and antiferromagnetic easy axes in exchange biased bilayers*, Appl. Phys. Lett. 100, 242406 (2012).
- [9] Geshev, J., Nicolodi, S., Pereira, L. G., Nagamine, L. C. C. M., Schmidt, J. E., Deranlot, C., Petroff, F., Rodríguez-Suárez, R. L. and Azevedo, A., *Exchange bias through a Cu interlayer in an IrMn/Co system*, Physical Review, 2007.

- [10] Alonso, L., Nagamine, L. C. C. M., Cornejo, D. R., *Magetization and Magnetoresistance First-Order-Reversal-Curves Analysis in Spin Valves*, Springer Science+Business, November 2012.
- [11] Béron, F., Pirota, K. R., and Knobel, M., *Probing the interdependence between irreversible magnetization reversal processes by first-order reversal curves*, Journal of Applied Physics 109, 07E308, March 2011
- [12] Béron, F. , Ménard, D., and Yelon, A., *First-order reversal curves diagrams of magnetic entities with mean interaction field: A physical analysis perspective*, Journal of Applied Physics 103, 07D908, January 2008.
- [13] Ruta, S. et al. *First order reversal curves and intrinsic parameter determination for mafnetic materials; limitations of hysteron-based approaches in correlated systems*. Scientific Reports 7, 45218, March 2017.
- [14] Guimarães, A. P., *Principles of Nanomagnetism*, Springer, 2009.
- [15] Blundell, S., *Magnetism in Condensed Matter*, Oxford University Press, 2006.
- [16] Nagamine, L. C. C. M., Geshev, J., Menegotto, T., Fernandes, A. A. R., Biondo, A. and Baggio Saitovitch, E., *Ferromagnetic resonance and magnetization studies in exchange-coupled NiFe/Cu/NiFe structures*, Journal of magnetism and magnetic materials, v. 288, p. 205-213, 2005.
- [17] Van der Lee, A., *Solid State Sciences*, 2, 257 (2000).
- [18] Roy, A., Anil Kumar, P. S., *Suppression of Barkhausen noise due to exchange biasing in Fe-FeMn bilayers*, AIP Conference Proceedings 1536, 1025 (2013)
- [19] Nagamine, L. C. C. M., Biondo, A., Pereira, L. G., Mello, A., Schmidt, J. E., Chimendes, T. W., Cunha, J. B. M., and Saitovitch, E. B., *Effect of interface intermixing on giant magnetoresistance in NiFe/Cu and Co/NiFe/Co/Cu multilayers*, AIP Conference Proceedings 1536, 1025 (2013).
- [20] Mauri, D., Siegmann, H. C., Bagus, P. S., and Kay, E., *Simple model for thin ferromagnetic films exchange coupled to an antiferromagnetic substrate*, Journal of Applied Physics 62, 3047 (1987).
- [21] Geshev, J., *Analytical solutions for exchange bias and coercivity in ferromagnetic/antiferromagnetic bilayers*, Physical Review B, 62, 9(2000).

- [22] McGuire, T. C. and Potter, R. I., *Anisotropic magnetoresistance in ferromagnetic 3d alloys*, IEEE Trans. Mag., MAG-11(4): 1018-1038, 1975.
- [23] Paul, A., Buchmeier, D. E., and Grünberg P., *Rotating-field magnetoresistance of exchange-biased spin valves*, Journal of Applied Physics 97, 023910 (2005).
- [24] Paul, A., Buchmeier, D. E., and Grünberg P., *Quantitative investigation of FeMn-based spin valves by rotating field magnetoresistance measurements*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 286, 258-261 (2005).
- [25] Pascariu, P., Postolache, P., Stancu, A., and Georgescu, V., *Experimental and Micromagnetic First-Order Reversal Curves Analysis in [Ni-Fe/Zn/Co-Ni-N/Ni-Mn] Spin Valves*, Journal of Superconductivity and Novel Magnetism 25, 481-486 (2012).
- [26] O'Grady, K., Fernandez-Outon, L. E., Vallejo-Fernandez, G., *A new paradigm for exchange bias in polycrystalline thin films*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 322, 883-899 (2010).
- [27] Alonso, L., Peixoto, T. R. F., and Cornejo, D. R., *Magnetic interaction in exchange-biased bilayers: a first-order reversal curves analysis*, Journal of Physics D: Applied Physics 43, 465001 (2010).
- [28] Roy, D., Sreenivasulu, K. V., and Anil Kumar, P. S., *Investigation on non-exchange spring behaviour and exchange spring behaviour: A first order reversal curve analysis*, Applied Physics Letters 103, 222406 (2013).
- [29] Nagamine, L. C. C. M., Schmidt, J. E., Baibich, M. N., Saitovitch, E. B., and Geshev, J., *Field-dependent anisotropic magnetoresistance and magnetization measurements of NiFe/FeMn exchange-biased bilayers*, Physica B 384, 132-134 (2006).
- [30] Skumryev, V., Stoyanov, S., Zhang, Y., Hadjipanayis, G., Givord, D., and Nogués, J., *Beating the superparamagnetic limit with exchange bias*, Nature 423, 850-853 (2003).
- [31] Koon, N. C., *Calculations of Exchange Bias in Thin Films with Ferromagnetic/Antiferromagnetic Interface*, Physical Review Letters 78, 25 (1997).
- [32] Nogués, J., and Schuller, I. K., *Exchange bias*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 192, 203-232 (1999).

- [33] Malinowski, G., Hehn, M., Robert, S., Lenoble, O., and Schuhl, A., *Magnetic origin of enhanced top exchange biasing in Py/IrMn/Py multilayers*, Physical Review B 68, 184404 (2003).
- [34] Parkin, S. S. P., Roche, K. P., Samant, M. G., Rice, P. M. and Beyers, R. B., *Exchange-biased magnetic tunnel junctions and application to nonvolatile magnetic random access memory*, Journal of Applied Physics 85, 8, 5828-5833 (1999).
- [35] Monsma, D. J., Lodder, J. C., Popma, Th. J. A. and Dieny, B., *Perpendicular Hot Electron Spin-Valve Effect in a New Magnetic Field Sensor: The Spin-Valve Transistor*, Physical Review Letters 74, 26, 5260-5263 (1995).
- [36] Fan, Y., Smith, K. J., Lüpke, G., Hanbicki, A. T., Goswami, R., Li, C. H., Zhao, H. B. and Jonker, B. T., *Exchange bias of the interface spin system at the Fe/MgO interface*, Nature Nanotechnology 8, 438-444 (2013).
- [37] Kiwi, M., *Exchange-bias Theory*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 234, 584 (2001).
- [38] Sue, K. A., Huang, H., Lesoine, J. F., Showman, H. D., Egelhoff, W. F., Gan, L., and Reilly, A. C., *Co layer thickness dependence of exchange biasing for IrMn/Co and FeMn/Co*, Journal of Applied Physics 93, 10, 1-3 (2003).
- [39] Dimitrov, D. V., Zhang, S., Xiao, J. Q., Hadjipanayis, G. C. and Prados, C., *Effect of exchange interactions at antiferromagnetic/ferromagnetic interfaces on exchange bias and coercivity*, Physical Review B 50, 2090 (1998).
- [40] Zhang, S., Dimitrov, D. V., Hadjipanays, G. C., Cai, J. W. and Chien, C. L., *Coercivity induced by random field at ferromagnetic and antiferromagnetic interfaces*, Journal of Magnetism Magnetic Materials 468, 198-199 (1999).
- [41] Mishra, S. K., Radu, F., Valencia, S., Schmitz, D., Schierde, E., Dürr, H. A., and Ebergardt, W., *Dual Behavior of antiferromagnetic uncompensated spins in NiFe/IrMn exchange biased Bilayers*, Physical Review B 81, 212404 (2010).
- [42] Ali, M., Marrows, C. H., Al-Jawad, M. Hickey, B. J., Misra, A., Nowak, U., and Usadel, K. D., *Antiferromagnetic layer thickness dependence of the IrMn/Co exchnage-bias system*, Physical Review B 68, 214420 (2003).

- [43] Paccard, D., Schlenker, C., Massenet, O., Montmory, R., and Yelon, A., *A New Property of Ferromagnetic-Antiferromagnetic Coupling*, Physical Status Solidis 16, 1, 301-311 (1966).
- [44] Binek, Ch., Polisetty, S., Xi He, and Berger, A., *Exchange Bias Training Effect in Coupled All Ferromagnetic Bilayer Structures*, Physical Review Letters 96, 067201 (2006).
- [45] Qiu, X. P., Yang, D. Z., and Zhou, S. M., *Rotation of the Pinning Direction in the Exchange Bias Training Effect in Polycrystalline NiFe=FeMn Bilayers*, Physical Review Letters 101, 147207 (2008).
- [46] Néel, L., *Ferro-antiferromagnetic coupling in thin layers*, Annals of Physics 2, 61-80 (1967).
- [47] Fulcomer, E., and Charap, S. H., *Thermal fluctuation aftereffect model for some systems with ferromagnetic-antiferromagnetic coupling*, Journal of Applied Physics 43, 10, 4190 (1972).
- [48] Malozemoff, A. P., *Random-field model of exchange anisotropy at rough ferromagnetic-antiferromagnetic*, Physical Review B 35, 3679-3682 (1987).
- [49] Grunberg, P., Schreiber, R., Pang, Y., Brodsky, M. B., and Sowers, H., *Layered Magnetic Structures: Evidence for Antiferromagnetic Coupling of Fe Layers across Cr Interlayers*, Physicam Review Letters 57, 2442 (1986).
- [50] Néel, L., and Hebd, C. R., Seances Acad. Sci. 255, 1676 (1962).
- [51] Ruderman, M. A., and Kittel, C., *Indirect Exchange Coupling of Nuclear Magnetic Moments by Conduction Electrons*, Physical Review 96, 1, 99-102 (1954).
- [52] Pomeroy, J. M., White, T. C., Grube, H., Read, J. C., and Davies, J. E., *Magnetoresistance based first-order reversal curve analysis of magnetic tunnel junctions*, Applied Physics Letters 95, 022514 (2009).
- [53] Heslop, D., Muxworthy, A. R., *Aspects of calculating first-order reversal curve distributions*, Journal of Magnetic and Magnetical Materials 288, 155-167 (2005).
- [54] Savitzky, A., Golay, M. J. E., Analytical Chemistry 36, 1627-1639 (1964).

- [55] Pike, C. R., Roberts, A. P., and Verosub, K. L., *Characterizing interactions in fine magnetic particle systems using first order reversal curves*, Journal of Applied Physics 85, 6660 (1999)
- [56] Pike, C. R., Ross, C. A., Scalettar, R. T., and Zimanyi, G., *First-order reversal curve diagram analysis of perpendicular nickel nanopillar array*, Physical Review B 71, 134407 (2005).
- [57] <http://www.directvacuum.com/sputter.asp>
- [58] Lovesey, S. W., and Collins, S. P., *X-Ray Scattering and Asorption by Magnetic Materials*, Oxford Science Publications, 1996.
- [59] https://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/thumb/3/3c/Bragg_diffraction.svg/619px-Bragg_diffraction.svg.png
- [60] https://en.wikipedia.org/wiki/Vibrating_sample_magnetometer
- [61] Giroto, E. M., e Santos, I. A., *Medidas de Resistividade elétrica DC em Sólidos: Como efetuálas corretamente*, Química Nova 25 (2002).
- [62] Moriarty, P., *Nanostructured materials*, Reports on Progress in Physics, 64(3):297-381, 2001.
- [63] Jérôme, R., Valet, T., and Galtier, P., *Correlation between magnetic and structural properties of $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ sputtered thin films deposited on Cr and Ta buffer layers*, IEEE Transactions on Magnetics 30, 6, 1994.
- [64] Bertelli, T. P., Bueno T. E. P., Krohling, A. C., Silva, B. C., Rodríguez-Suárez, R. L., Nascimento, V. P., Paniago, R., Krambrock, K., Larica, C., and Passamani, E. C., *Magnetic anisotropy of Co thin films: Playing with the shadowing effect, magnetic field and substrate spinning*, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 426, 636-640, 2017.
- [65] Krohling, A. C., Bueno, T. E. P., Nascimento, V. P., Larica, C., Krambrock, K., Menzel, D., Litterst, F. J., and Passamani, E. C., *Spin valve heterostructures built using the shadowing effect: Setting NiFe and Co magnetization directions for non-collinear couplings*, Applied Physics Letters 111, 262404, 2017.