Universidade Federal de Goiás

Instituto de Física

Anisotropia Magnética em Tricamadas Epitaxiais Fe/Mn/Fe

Marcio Solino Pessoa

Goiânia 2010

Marcio Solino Pessoa

Anisotropia Magnética em Tricamadas Epitaxiais Fe/Mn/Fe

Dissertação apresentada ao Instituto de Física da Universidade Federal de Goiás como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Física.

Orientador: Prof. Dr. Fernando Pelegrini

Goiânia 2010

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP) GPT/BC/UFG

P475a	Pessoa, Marcio Solino. Anisotropia magnética em tricamadas epitaxiais Fe/Mn/Fe [manuscrito] / Marcio Solino Pessoa 2010. x, 105 f. : figs, tabs.
	Orientador: Prof. Dr. Fernando Pelegrini. Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Goiás, Instituto de física, 2010. Bibliografia. Inclui lista de figuras e tabelas.
	1. Anisotropia magnética. 2. Ressonância ferromagnética. 3. Filmes magnéticos. I. Título.
	CDU: 537.635

Agradecimentos

- Ao Prof. Dr. Fernando Pelegrini, pela orientação e apoio durante a realização deste trabalho.
- Ao Prof. Dr. Edson Passamani Caetano, do Departamento de Física da Universidade Federal do Espírito Santo, pelo fornecimento das amostras de tricamadas Fe/Mn/Fe utilizadas neste trabalho.
- Aos colegas de Laboratório de Ressonância Magnética Eletrônica, principalmente ao Marcos Antônio de Sousa, pelas discussões e ajuda.
- Aos colegas do Programa de Pós-Graduação em Física Luis César Branquinho e Marcus Carrião, pela ajuda nas simulações.
- Em especial, à minha companheira Valéria, pela compreensão e apoio durante esta jornada.
- A CAPES, pelo apoio financeiro.

S	u	n	á	ri	0

Lista de Figuras	vii
Lista de Tabelas	x
Resumo	xi <u>i</u>
Abstract	x ii
1-Introdução	1
2-Estrutura das Tricamadas Fe/Mn/Fe	5
2.1 Estruturas cristalinas	5
2.2 Epitaxia por feixe molecular	7
2.3 Preparação das tricamadas	8
3-Anisotropia Magnética	. 100
3.1 Introdução	10
3.2 Origens da anisotropia magnética em filmes finos	14
3.2.1 Anisotropia de forma	15
3.2.2 Anisotropia magnetocristalina	16
3.2.3. Anisotropia magnetoelástica ou magnetostritiva	17
4- Ressonância Ferromagnética em Filmes Finos	20
4.1 Teoria do fenômeno de ressonância ferromagnética	20
4.2 Interpretação fenomenológica da ressonância ferromagnética	25
4.2.1 Campo de ressonância – Condição padrão de ressonância	25
4.2.2 Contribuições para a densidade de energia magnética	29
4.2.3 Densidade de energia magnética e condição de ressonância	34
5-Procedimento Experimental	37
5.1 A cavidade ressonante	38
5.2 A Ponte de micro-ondas	40
5.3 O Eletromagneto	41
5.4 Sistemas de modulação e detecção	41
5.5 Princípio de funcionamento do espectrômetro de RME	43
6-Resultados e Discussões	46
6.1 Tricamada simétrica S(0.95)	47

Referências .		71
7-Conclusões	s e Recomendações	69
6.7 Parâme	tros magnéticos das tricamadas Fe/Mn/Fe	67
6.6 Largura	de linha	66
6.5 Tricama	da assimétrica AS(1.25)	64
6.4 Tricama	das assimétricas AS(0.80) e AS(0.90)b	58
6.3 Tricama	da assimétrica AS(1.35)	54
6.2 Tricama	da assimétrica AS(0.90)a	50

Lista de Figuras

Figura 1: (a) Ilustração da célula unitária, unidade básica repetitiva da estrutura tridimensional. (b) Arestas e ângulos característicos da célula unitária
Figura 2: Representação esquemática do crescimento do Fe BCC sobre o substrato de MgO (001)6
Figura 3: As direções de fácil, médio e difícil magnetização para os cristais de (a) Fe e (b) Ni, e (c) fácil e difícil magnetização para o cristal de Co 11
Figura 4: K_{ef} . t_{Co} X t_{Co} para multicamadas Co/Pd. O coeficiente linear da reta é igual a 2 K_S e o coeficiente angular é igual a K_V
Figura 5: Ilustração dos dipolos magnéticos não compensados num material magnético
Figura 6: Ilustração do movimento de precessão da magnetização em torno do campo estático devido à aplicação de um campo magnético oscilante
Figura 7. Espectro típico de RFM, indicando o campo de ressonância e a largura de linha pico a pico23
Figura 8: Ilustração dos modos de precessão da magnetização em fase e fora- de-fase em tricamadas magnéticas acopladas
Figura 9: Ilustração de um esferóide oblato com os dois eixos maiores, b e c, iguais
Figura 10: Sistema de coordenadas esféricas, co-senos diretores da magnetização e eixos principais de simetria de um cristal cúbico
Figura 11: Sistema de coordenadas usado para escrever a densidade de energia magnética
Figura 12: Diagrama de blocos do espectrômetro Bruker ESP-300
Figura 13: (a) Cavidade de micro-ondas retangular com modo de operação TE ₁₀₂ . (b) contorno do campo elétrico no plano xoz. (c) fluxo de campo magnético no plano xoy
Figura 14: Efeito do campo de modulação (100 KHz) sobre a corrente de saída do cristal detector

Figura 15: Espectro de RFM em banda-X para a tricamada S(0.95). Campo magnético externo aplicado ao longo do eixo de difícil magnetização da Figura 16: Espectro de RFM em banda-Q para a tricamada S(0.95). Campo magnético externo aplicado ao longo do eixo de difícil magnetização da Figura 17: Dependência angular do campo de ressonância no plano da Figura 18: Dependência angular do campo de ressonância no plano da Figura 19: Dependência angular do campo de ressonância fora do plano da tricamada S(0.95), em banda-X......50 Figura 20: Espectro de RFM em banda-X para a tricamada AS(0.90)a. Campo magnético externo aplicado ao longo da direção[110]......51 Figura 21: Espectro de RFM em banda-Q para a tricamada AS(0.90)a. ampo magnético externo aplicado ao longo da direção[110]...... 51 Figura 22: Dependência angular do campo de ressonância no plano da Figura 23: Dependência angular do campo de ressonância no plano da Figura 24: Dependência angular do campo de ressonância fora do plano da tricamada AS(.90)a, em banda-X..... 54 Figura 25: Espectro de RFM em banda-X para a tricamada AS(1.35). Campo Figura 26: Espectro de RFM em banda-Q para a tricamada AS(1.35). Campo Figura 27: Dependência angular do campo de ressonância no plano para a

Figura 28: Dependência angular do campo de ressonância no plano da tricamada AS(1.35), em banda-Q
Figura 29: Dependência angular do campo de ressonância fora do plano da tricamada AS(1.35), em banda-X 58
Figura 30: Espectros de RFM, em banda-X, para as tricamadas AS(0.80) e AS(0.90)b. Campo magnético externo aplicado ao longo da direção [110]59
Figura 31: Espectros de RFM, em banda-Q, para as tricamadas AS(0.80) e AS(0.90)b. Campo magnético externo aplicado ao longo da direção [110]59
Figura 32: Dependência angular do campo de ressonância no plano, em banda-X, para a tricamada AS(0.80)60
Figura 33: Dependência angular do campo de ressonância no plano, em banda-X, para a tricamada AS(0.90)b61
Figura 34: Dependência angular do campo de ressonância no plano da tricamada AS(0.80), em banda-Q
Figura 35: Dependência angular do campo de ressonância no plano da tricamada AS(0.90)b, em banda-Q62
Figura 36: Dependência angular do campo de ressonância fora do plano da tricamada Fe AS(0.80), em banda-X63
Figura 37: Dependência angular do campo de ressonância fora do plano da tricamada Fe AS(0.90)b, em banda-X 64
Figura 38: Espectro de RFM em banda-Q para a tricamada AS(1.25). Campo magnético externo aplicado ao longo da direção [110]
Figura 39: Dependência angular do campo de ressonância no plano da tricamada AS(1.25), em banda-Q
magnetico estatico ϕ_{H}

Lista de Tabelas

Tabela 1: Estrutura das tricamadas e temperaturas de deposição da can separadora de Mn	nada 9
Tabela 2: Valores de K_V e K_s para multicamadas Co/X	14
Tabela 3: Valores de K ₁ e K ₂ para alguns materiais magnéticos	17
Tabela 4: Valores do coeficiente de magnetostricção para alguns materiais	com
estrutura cúbica19	
Tabela 5: Parâmetros usados nos experimentos de RFM em banda-X	44
Tabela 6: Parâmetros usados nos experimentos de RFM em banda-Q	44
Tabela 7: Parâmetros magnéticos das tricamadas Fe/Mn/Fe	67

Resumo

A técnica de Ressonância Ferromagnética (RFM) nas frequências de micro-ondas de banda-X (9.79 GHz) e banda-Q (34 GHz) foi usada para estudar, à temperatura ambiente, a anisotropia magnética de tricamadas de Fe/Mn/Fe. As amostras estudadas foram crescidas por epitaxia de feixe molecular sobre substratos de MgO nas temperaturas de 50° C, 150° C e 175° C, à pressão de 4 x 10⁻¹¹ Torr. A espessura da camada de Fe crescida sobre o MgO foi de 5 ou 10 nm, variou de 0.8 a 1.35 nm, para a camada separadora de Mn e foi mantida constante e igual a 5 nm, para a camada superior de Fe. Os espectros de RFM para a tricamada simétrica em bandas X e Q apresentam apenas o modo uniforme de ressonância. As tricamadas assimétricas apresentam também modos não ressonantes e/ou não alinhados em banda-X, mas apenas o modo uniforme em Banda-Q. Para algumas amostras, isto implica em um acoplamento não colinear entre as camadas de Fe na presença de campos magnéticos de baixa intensidade. A dependência angular do campo de ressonância fora do plano da amostra indica, para todas as amostras, que a magnetização se encontra no plano do filme. A anisotropia magnética das tricamadas foi deduzida a partir do estudo da dependência angular do campo de ressonância no plano da amostra, em banda-Q, tendo a energia livre do sistema contribuições de energias Zeeman, de desmagnetização e magnetocristalina cúbica. Campos de anisotropia cúbica da ordem de 600 Oe e magnetização efetiva superior a 16000 G foram observados. O conjunto dos resultados obtidos mostra a alta sensibilidade e versatilidade da técnica de RFM para estudar as propriedades magnéticas de estruturas monocristalinas nanométricas crescidas epitaxialmente.

Abstract

The ferromagnetic resonance (FMR) technique at the microwave frequencies of X-band (9.79 GHz) and Q-band (34 Ghz) was used to study, at room temperature, the magnetic anisotropy of Fe/Mn/Fe trilayers. The samples studied were grown by molecular beam epitaxy onto MgO substrates at the temperatures of 50 ° C, 150 ° C and 175 ° C, at the pressure of 4 x 10⁻¹¹ Torr. The thicknesses of the distinct layers were 5 or 10 nm for the bottom Fe layer grown onto the MgO substrate, varied from 0.8 to 1.35 nm, for the Mn spacer layer, and was kept constant and equal to 5 nm, for the top Fe layer. The FMR spectra of the symmetrical trilayer at X and Q-band microwave frequencies show only the uniform resonance mode. Asymmetrical trilayers also show non resonant and/or non aligned modes at X-band frequency, but only the uniform mode at Q-band frequency. For some samples this result gives evidence of a non-collinear coupling between the Fe layers in the presence of low intensity magnetic fields. The out-of-plane angular dependence of the absorption fields show that the magnetization for all trilayers studied is in the plane of the sample. The magnetic anisotropy was deduced from the in-plane angular dependence of the uniform resonance mode at Q-band frequency, taking the free energy of the magnetic system as the result of contributions from Zeeman, demagnetizing, and in-plane cubic magnetocrystalline anisotropy energies. Fourfold in-plane anisotropy fields of 600 Oe and effective magnetizations above 16000 G were observed. The set of results obtained shows the high sensitivity and versatility of the FMR technique to study the magnetic properties of epitaxially grown monocrystalline nanometric structures.

Capítulo 1

Introdução

O magnetismo é um dos campos de pesquisas mais férteis na física da matéria condensada, atraindo hoje em dia uma grande atenção de físicos teóricos e experimentais. Ele tem também uma ampla variedade de aplicações tecnológicas que ganham importância com a produção de novos materiais magnéticos.

As propriedades das amostras de materiais magnéticos dependem de fatores intrínsecos, e também de sua dimensionalidade [1]. Segundo o critério de dimensionalidade, podemos classificá-las como:

- a) Quase zero-dimensionais: Granulares;
- b) Unidimensionais: Nanofios;
- c) Bidimensionais: Filmes finos;
- d) Tridimensionais: Volumosas ou massivas.

Os conceitos de filmes finos e multicamadas surgiram em 1970 com a proposta de Esaki e Tsu (1970) de crescimento de bicamadas múltiplas monocristalinas de dois diferentes semicondutores [2]. O interesse e as ideias de sintetizar tais estruturas não se limitaram, entretanto, aos materiais semicondutores. De fato, o desenvolvimento de técnicas de alto vácuo e de crescimento controlado de materiais tornou possível projetar filmes na escala nanométrica com um grande nível de detalhe. Técnicas tais como: deposição física de vapor (PVD) [3], deposição química de vapor [4], epitaxia por feixe molecular (MBE) [5] e evaporação catódica ou sputtering [6] entre outras, tornaram-se accessíveis e se espalharam por vários laboratórios de pesquisa no mundo todo.

Manipulando-se as propriedades dos filmes finos magnéticos, tais como magnetorresistência gigante (MRG), anisotropia magnética, magnetostricção, e campos desmagnetizantes, pode-se obter uma grande variedade de

aplicações tecnológicas, dentre as quais podemos citar a fabricação de discos rígidos e flexíveis para gravação de dados, fitas magnéticas para áudio e vídeo, tiras magnéticas para cartões de crédito, meios de gravação magneto- ópticos, sensores de campo magnético tipo "válvula de spin" (que utiliza a MRG), etc. A primeira observação evidente do efeito da MRG foi feita em 1988 por Baibich *et al* [7] em multicamadas magnéticas Fe/Cr/Fe antiferromagneticamente acopladas e crescidas por MBE. Foi verificado que a resistência elétrica da multicamada diminuía por um fator próximo de dois, quando submetida a um campo de 2,0 T, em comparação com o valor de sua resistência a campo nulo. Em 2007 o físico francês Albert Fert, líder da equipe da qual Baibich fazia parte, e o físico alemão Peter Andreas Grünberg foram contemplados com o Prêmio Nobel de Física pela descoberta independente do fenômeno da MRG.

A descoberta da MRG rapidamente revolucionou a indústria de informática, que dependia da leitura de campos magnéticos muito pequenos (bits) nos discos rígidos ou flexíveis. Maior capacidade significava poder ler bits menores e com mais precisão. A utilização da magnetoresistência gigante na construção de cabeçotes de leitura permitiu que se convertessem alterações mínimas de campos magnéticos em diferenças significativas na resistência elétrica e, por sua vez, em diferenças de sinais elétricos "facilmente" observáveis pelo cabeçote de leitura. Assim, após essa descoberta, uma nova tecnologia vem crescendo continuamente nesses últimos anos usando os chamados cabeçotes ativos, quase sempre baseados no fenômeno da magnetoresistência. Um cabeçote magneto resistivo pode detectar um bit de informação ao passar por ele, pois esse muda a sua resistência elétrica pela presença do campo magnético. Além disso, os cabeçotes magneto resistivos não precisam ter uma geometria complicada, permitindo aumentar a densidade de informação contida nos discos rígidos magnéticos, visto que são capazes de ler as informações mesmo em maior densidade.

Após a descoberta da MRG vislumbrou-se a possibilidade de se poder controlar também outra propriedade do elétron, o spin, e não só a carga. Com isso vem surgindo uma nova série de ideias e protótipos de dispositivos [8-10] que utilizam as incríveis propriedades de correntes elétricas de elétrons com

apenas uma direção de spin bem definida, e que atualmente podem ser controladas. Essa nova área de tecnologia de ponta vem sendo conhecida como eletrônica de spins, magneto eletrônica ou simplesmente spintrônica.

Nesta dissertação, estudamos a anisotropia magnética de filmes nanométricos do tipo tricamadas de Fe/Mn/Fe pela técnica de Ressonância Ferromagnética (RFM). Espectros de RFM para diferentes orientações do campo magnético aplicado, em bandas X e Q de frequências de micro-ondas, foram obtidos com um conjunto variado de amostras, permitindo-nos explorar diversos aspectos da técnica e demonstrar seu potencial na determinação de parâmetros fundamentais e na caracterização de filmes finos. Embora não possamos extrair o valor da magnetização de uma amostra nonométrica diretamente de um experimento de RFM, valores do fator de separação espectroscópica, de parâmetros de amortecimento, de constantes de troca e anisotropias magnéticas, entre outros, podem ser medidos com grande precisão. Podem-se também estudar detalhes da influência de diversos aspectos estruturais das amostras sobre o seu comportamento magnético. Possibilidades como essas tornaram a RFM, ao longo dos últimos cinqüenta anos, uma técnica amplamente utilizada no estudo de materiais magnéticos.

As tricamadas aqui estudadas, produzidas através da técnica de MBE, são estruturas monocristalinas, ou seja, todos os átomos ocupam posições regulares no espaço, que se repetem indefinidamente. As tricamadas são estruturas que apresentam as seguintes interfaces: Substrato/Camada1(C1)/ Camada2(C2)/Camada3(C3)/Camada Protetora; a camada C2 representa o espaçador, que pode ser metálico ou não. Quando o espaçador é não-metálico, ele é passivo do ponto de vista do magnetismo, já que os elétrons de condução, responsáveis por um possível acoplamento magnético entre as camadas C1 e C3 não sofrem modificações diretas em sua polarização de spins. Entretanto, quando o espaçador é metálico, ele é ativo do ponto de vista do magnetismo, ou seja, os elétrons de condução da C1 possuem suas polarizações modificadas pelos *spins* da C2, assim como os da C3 são influenciados pela C2 e assim por diante; estruturas como estas podem também apresentar o fenômeno da MRG, conforme verificado por Baibich *et al*

3

filmes finos na forma de tricamadas, através de diversas técnicas, a fim de se entender os fatores que levam ao acoplamento entre camadas separadas por espaçadores metálicos ou não metálicos [11-18].

As propriedades magnéticas de filmes ultrafinos, em particular, na forma de monocamadas ou multicamadas, com espessuras inferiores a 100 angstrons, são de fato determinadas pelas interações que ocorrem nas interfaces entre as camadas magnéticas e não magnéticas.

A dissertação aqui apresentada está disposta da seguinte forma: No Capítulo 2, apresentamos detalhes sobre a deposição das tricamadas aqui estudadas, sua estrutura cristalina e as condições em que foram produzidas (temperatura do substrato, espessura das camadas e etc.). No Capítulo 3, revisamos brevemente os efeitos de interface e superfície e as origens das anisotropias mais comuns em filmes finos, que contribuem para a densidade de energia magnética do sistema. No Capítulo 4, descrevemos teoricamente a Ressonância Ferromagnética, e em seguida, técnica de discutimos minuciosamente um modelo fenomenológico para a densidade de energia magnética que permitirá extrair, dos resultados experimentais, os parâmetros magnéticos das amostras. No Capítulo 5 descrevemos o procedimento experimental utilizado neste trabalho para caracterizar as propriedades magnéticas dos filmes estudados e o funcionamento do espectrômetro utilizado para a aquisição dos espectros de RFM. No Capítulo 6, apresentamos os resultados da técnica de RFM aplicada às tricamadas estudadas. Por último, no Capítulo 7, apresentamos as conclusões do estudo das tricamadas de Fe/Mn/Fe.

Capítulo 2

Estrutura das Tricamadas Fe/Mn/Fe

2.1 Estruturas cristalinas

Os materiais sólidos podem ser classificados em monocristalinos, policristalinos e amorfos, de acordo com a regularidade na qual seus átomos, moléculas ou íons se dispõem em relação aos seus vizinhos. Na estrutura monocristalina, todos os átomos ocupam posições regulares no espaço, que se repetem indefinidamente, formando uma estrutura que pode ser obtida pela repetição tridimensional de um padrão chamado de célula unitária. Quando os átomos ocupam posições regulares sem se repetirem indefinidamente, mas apenas em pequenas regiões, temos uma estrutura policristalina. Aumentando o grau de desordem ao extremo temos o que é chamado de material amorfo. Neste caso, não há regularidade alguma nas posições ocupadas pelos átomos.



Figura 1. (a) Ilustração da célula unitária, unidade básica repetitiva da estrutura tridimensional; (b) arestas e ângulos característicos da célula unitária.

A célula unitária (Figura 1(a)) é a menor subdivisão de uma rede cristalina que conserva as características gerais do todo. Por replicação da mesma, n vezes nas direções x, y e z, constrói-se o sólido cristalino completo. A célula unitária é

descrita por suas três arestas a, b e c e pelos ângulos entre as mesmas α, β e γ (Figura 1(b), que são os parâmetros de rede [19]).

A escolha do MgO (001)(Óxido de magnésio) como substrato para a deposição de tricamadas magnéticas Fe/Mn/Fe, deve-se ao fato de sua estrutura cristalina apresentar parâmetros que combinam com os do Fe, o que favorece a deposição ordenada do filme e, consequentemente, o crescimento de uma estrutura monocristalina. O valor do parâmetro de rede do Fe é compatível com o parâmetro da diagonal da célula primitiva do MgO, sendo praticamente metade desse valor ($2a_{Fe}$ /diagonal_{MgO}=0.96) [20]. Assim, o Fe é depositado de forma que seu eixo cristalográfico esteja a 45°, em relação à direção [100] da rede do substrato (Figura 2). Os átomos de Fe devem se situar sobre os íons de O²⁻ para minimizar a diferença entre os parâmetros de rede do substrato e do filme a ser crescido. A fase α -Fe crescida sobre o MgO, possui um *misfit* (desajuste), no seu parâmetro de rede (no plano) à temperatura ambiente, de – 3,69% [21].



Figura 2: Representação esquemática do crescimento do Fe BCC sobre o substrato de MgO (001) [21].

2.2 Epitaxia por feixe molecular

Na técnica de epitaxia por feixe molecular (Molecular Beam Epitaxy -MBE), um feixe de átomos ou moléculas, em um ambiente de ultra alto vácuo (UHV) (~ $10^{-10} - 10^{-11}$ Torr), condensa (perde energia cinética) sobre um monocristal orientado de MgO, formando assim uma camada com parâmetro de rede e estrutura cristalina semelhantes as do substrato; por isso, o crescimento é epitaxial (epi = mesma forma e taxia = sobre algo). Os átomos dos vapores a serem depositados são obtidos pelo aquecimento dos alvos até suas respectivas temperaturas de evaporação (pressão de vapor positiva = número de átomos por unidade de área por unidade de tempo). Tais temperaturas (pressões de vapores) podem ser atingidas por: (a) um sistema resistivo nas chamadas células de Knudsen (um filamento de tântalo é aquecido por uma corrente em uma câmara de evaporação, na qual toda a câmara/célula encontra-se termicamente em equilíbrio, à mesma temperatura em todos os pontos) ou por (b) feixes/canhão de elétrons (electron-gun), ou seja, incidência de um feixe de elétrons (emitido de um filamento de tungstênio aquecido e guiado por campos magnéticos) sobre o alvo do material do gual se deseja produzir o vapor a ser depositado. Em ambos os casos ((a) e (b)), as taxas de evaporação (número de átomos por segundo) são da ordem de décimos, centésimos ou até milésimos de Å/s.

O equipamento utilizado para preparar as tricamadas de Fe/Mn/Fe foi um Riber SDS32 MBE. Esse sistema é equipado com 2 canhões de elétrons (cada um contendo 4 cadinhos) e 6 células de Knudsen para evaporar uma vasta variedade de materiais (principalmente metais 3d, Si e metais nobres). A pressão de base típica no sistema é de 2 x 10⁻¹¹ Torr, mas durante a deposição seu valor é de aproximadamente 4x10⁻¹⁰ Torr. A taxa de vaporização é medida por um cristal de quartzo calibrado, enquanto a estabilidade da taxa é controlada pela estabilização da temperatura, no caso das células de Knudsen, e por um espectrômetro de massa quadrupolar no caso dos canhões de elétrons. As amostras são montadas sobre um suporte que permanece girando durante todo o tempo de deposição para minimizar qualquer anisotropia de espessura induzida artificialmente durante o processo de deposição (homogeneização da espessura).

2.3 Preparação das tricamadas

As tricamadas Fe/Mn/Fe aqui estudadas foram produzidas através da técnica de MBE pelo Prof. Dr. Edson Passamani Caetano na Universidade Católica de Leuven, na Bélgica.

As tricamadas Fe/Mn/Fe foram crescidas com uma pressão de base no sistema MBE de 4 x 10⁻¹¹ Torr, com os substratos de MgO mantidos a temperatura de 150 °C. As temperaturas de crescimento das camadas de Mn foram: 50°C, 150°C e 175°C, visando modificação no grau de rugosidade das interfaces. Durante a deposição das camadas, o suporte permanecia girando para garantir uniformidade lateral das amostras. As camadas de Fe foram depositadas através de uma fonte de canhão de elétrons, enquanto as camadas de Mn (99,999%) foram evaporadas por células de Knudsen. Um cristal de quartzo foi usado para controlar o crescimento das camadas (independentemente para o Fe e o Mn). As tricamadas foram cobertas por uma camada amorfa de Sílicio com 8nm de espessura (verificado pelo RHEED = perda de sinal) [21], para evitar a oxidação da camada superior de Fe. As camadas protetoras de Si foram depositadas à temperaturas inferiores a 10 °C, para evitar a ocorrência de interdifusão entre a camada de Si e a camada superior de Fe. Segundo estudos feitos na dissertação de mestrado de Breno R. Segatto (2007) nenhuma fase Fe-Si foi observada. Em algumas tricamadas, foi depositada inicialmente sobre o substrato uma camada buffer de Ag (100nm), para minimizar o desajuste entre o Fe e o MgO. Em média, as taxas de deposição do Fe e do Mn foram de 0,16 e 0,04 Å/s, respectivamente. A pressão na câmara durante a deposição foi sempre da ordem de 3 x 10⁻¹⁰ Torr.

Nesta dissertação, realizamos um estudo detalhado dos campos de anisotropia dessas tricamadas, pela da técnica de RFM nas frequências de micro-ondas de 9.6 e 34 Ghz e em temperatura ambiente. A seguir na Tabela 1, apresentamos os dados sobre as estruturas das tricamadas e temperaturas de deposição da camada de Mn. Os resultados dos experimentos de RFM serão apresentados no Capítulo 6.

Amostra	Estrutura	T(°C)
1	<mgo>/Fe(5nm)/Mn(0.95nm)/Fe(5nm)/Si(5nm)</mgo>	150
2	<mgo>/Ag(100nm)/Fe(10nm)/Mn(0.90nm)/Fe(5nm)/Si(5nm)</mgo>	175
3	<mgo>/Ag(100nm)/Fe(10nm)/Mn(1.35nm)/Fe(5nm)/Si(5nm)</mgo>	175
4	<mgo>/Ag(100nm)/Fe(10nm)/Mn(0.90nm)/Fe(5nm)/Si(5nm)</mgo>	50
5	<mgo>/Ag(100nm)/Fe(10nm)/Mn(0.80nm)/Fe(5nm)/Si(5nm)</mgo>	50
6	<mgo>/Ag(100nm)/Fe(10nm)/Mn(1.25nm)/Fe(5nm)/Si(5nm)</mgo>	150

Tabela 1: Estrutura das tricamadas e temperaturas de deposição da camada de Mn.

Para simplificar a notação a tricamada simétrica 1 será descrita como S(0.95) e as tricamadas assimétricas como AS(t), sendo t a espessura da camada de Mn em nanômetros. As amostras 2 e 4 serão representadas por AS(0.90)a e AS(0.90)b, respectivamente.

Capítulo 3

Anisotropia Magnética

3.1 Introdução

Quando um sistema apresenta diferentes propriedades magnéticas dependentes da direção em que são estudadas, dizemos que ele possui anisotropia magnética. Trata-se de uma característica desejável e importante para muitas aplicações tecnológicas, e por isso as várias formas de anisotropia têm sido intensamente estudadas nos últimos anos.

Verifica-se experimentalmente que monocristais ferromagnéticos exibem direções de fácil, média e difícil magnetização, ou seja, a energia necessária para magnetizar um cristal depende da direção do campo aplicado em relação aos eixos do cristal [22], conforme mostrado na Figura 3 para os cristais de Fe, Ni e Co. Do ponto de vista tecnológico, a anisotropia magnética é uma das mais importantes propriedades dos materiais magnéticos. Materiais com alta, média ou baixa anisotropia podem ser utilizados para diversas aplicações, como por exemplo: imãs permanentes, meios de armazenamento de informações, núcleos magnéticos em transformadores e cabeçotes de sistemas de gravação magnética.

Em filmes magnéticos ultrafinos, a base física que dá suporte a uma orientação preferencial do momento magnético difere fortemente do material massivo (*bulk*). A anisotropia de superfície que surge devido à quebra de simetria do campo cristalino nas interfaces [23], também chamada de anisotropia de interface, no caso de multicamadas magnéticas, pode até mesmo determinar esta orientação.



Figura 3: As direções de fácil, média e difícil magnetização para os cristais de (a) Fe e (b) Ni, e (c) fácil e difícil para o cristal de Co [24].

De fato, em filmes finos e multicamadas, pela manipulação de alguns parâmetros estruturais, como por exemplo, a espessura da camada magnética e a escolha de materiais adequados, a direção preferencial da magnetização, que é comumente observada no plano do filme, pode-se tornar perpendicular ao plano do filme. Esse fenômeno é conhecido como anisotropia magnética perpendicular (AMP) e é de particular importância para aplicações em armazenamento e recuperação de informações em sistemas de gravação magnética. A AMP é o resultado de uma anisotropia magnética na interface que difere consideravelmente da anisotropia magnética do material massivo. Este tipo de anisotropia teve sua origem teorizada primeiramente por Néel em 1954, o qual utilizou o modelo de interação dipolar de Van Vleck. Os primeiros experimentos que revelaram a existência de uma anisotropia de interface foram realizados em 1968 por Gradmann e Müller [25] com filmes ultrafinos de NiFe depositados sobre Cu (111). Eles observaram um eixo de fácil magnetização perpendicular ao plano do filme para 1.8 monocamadas de NiFe e também que a anisotropia magnética estava relacionada com a espessura do filme. Para multicamadas, a AMP foi observada primeiramente em 1985 por Carcia et al em multicamadas Co/Pd [26].

Para o estudo da anisotropia magnética, faz-se o uso de diversas técnicas, tais como magnetometria de amostra vibrante (VSM), efeito Kerr magneto-óptico, pêndulo de torção, espalhamento de luz Brillouin, RFM entre outras [22]. Na RFM a anisotropia magnética é obtida indiretamente através de ajustes dos dados experimentais com modelos fenomenológicos.

A constante de energia de anisotropia magnética K (J/m³), é então fenomenologicamente separada em uma contribuição de volume K_v (J/m³) e uma contribuição de superfície K_s (J/m²), de acordo com a equação [22]:

$$K = K_{ef} = K_V + 2\frac{K_S}{t} \qquad , \qquad (1)$$

Nessa expressão, t é a espessura da camada ferromagnética, K_V contém as contribuições volumétricas para a energia de anisotropia (energia desmagnetizante, devido à forma da amostra, e energias de anisotropias magnetocristalina e magnetoelástica) e K_S representa a contribuição da

anisotropia de superfície. O fator 2 deve-se ao fato de haver duas superfícies por camada. O termo K_{ν} em multicamadas magnéticas é quase sempre negativo, pois a energia desmagnetizante, a qual favorece um eixo fácil para a magnetização no plano do filme, predomina sobre as energias magnetocristalina e magnetoelástica, que podem ser positivas, dependendo da microestrutura do material e das condições de crescimento do filme [24]. O eixo fácil é definido como sendo a direção na qual os momentos magnéticos se alinham mesmo na ausência de um campo externo. Valores positivos de K_{ef} implicam em eixo fácil de magnetização perpendicular ao plano do filme, e valores negativos, em eixo fácil paralelo ao plano. Pode-se ver da Equação 1 que, na medida em que a espessura da camada magnética decresce, aumenta a contribuição das interfaces, podendo assim, abaixo de uma espessura crítica $t_{\rm c}$, ocorrer uma mudança no sinal de $K_{\rm ef}$ e, consequentemente, na direção do eixo fácil da magnetização.

A Equação 1 é usada em resultados experimentais de RFM para determinação de K_v e de K_s , plotando-se K_{ef} t versus t. O coeficiente angular da reta fornece a contribuição de volume K_v , e a contribuição de interface K_s pode ser obtida do coeficiente linear, como ilustrado na Figura 4.



Figura 4: K_{ef} . t_{Co} X t_{Co} para multicamadas Co/Pd. O coeficiente linear da reta é igual a 2 K_S e o coeficiente angular é igual a K_V [22].

A espessura de transição t_c , na qual ocorre a mudança de eixo fácil, depende de qual elemento é usado como espaçador. Isto pode ser verificado pelos resultados experimentais, obtidos por den Broeder *et al* [27], para multicamadas Co/X (X= Pt, Au, Cu, Ag, Ir, Mo) apresentados na Tabela 2. Resultados de K_V e K_S, não foram obtidos nesse estudo, porque exigem medidas de K_{ef} em função da espessura das camadas magnéticas.

X	K _v (10 ⁷ erg/cm ³)	K _s (erg/cm²)	T_c (Å) = 2K _s /K _v
Pt	-1.00	0.50	10.0
Au	-0.70	0.58	17.0
Cu	-0.80	0.10	2.5
Ag	-0.97	0.20	4.0
lr	-1.20	~0.8	13.0
Мо	-0.84	~0.3	7.0

Tabela 2: Valores de K_V e K_s para multicamadas de Co/X [27]

Atualmente, um dos grandes desafios na indústria de computadores é a busca por um meio de gravação magnética com alta densidade de armazenamento de informações e baixo custo de produção. Por isso, essas indústrias investem bastante em pesquisas de materiais apresentando anisotropia magnética perpendicular. A gravação magnética perpendicular ao plano do filme permite não apenas uma grande redução da área necessária para "armazenar" um bit de informação, mas também um processo óptico de leitura. São os chamados meios magneto-ópticos de alta densidade [28,29].

3.2 Origens da anisotropia magnética em filmes finos

As duas principais fontes de anisotropia magnética são as interações dipolar e spin-órbita [22]. Na ausência dessas interações, a energia total do sistema elétron-spin não depende da direção da magnetização. Em conjunto com a superposição das funções de onda dos átomos vizinhos, a interação

spin-órbita também é responsável pela anisotropia magnetoelástica ou magnetostrictiva induzida em um sistema magnético tensionado. Nas seções seguintes cada um desses termos de anisotropia será discutido em detalhes.

3.2.1 Anisotropia de forma

A energia de desmagnetização origina-se dos dipolos magnéticos não compensados que se localizam nas extremidades da amostra. Esse tipo de energia pode também ser explicado em termos da tendência que um corpo magnetizado possui de minimizar sua energia magnetostática. A energia de desmagnetização favorece a magnetização de um filme a se orientar paralelamente ao seu plano. Numa amostra real, a análise da anisotropia de forma pode ser muito complicada devido à existência dos domínios magnéticos. Considere um corpo com um único domínio magnético, como visto na Figura 5a, saturado devido à aplicação de um campo magnético externo. Internamente, os dipolos magnéticos se cancelam, mas nas extremidades do corpo isso não ocorre (ver Fig. 5b).



Figura 5: Ilustração dos dipolos magnéticos não compensados num material magnético. Observe a existência de dipolos não compensados nas extremidades da amostra.

Um campo magnético H_d é criado devido aos dipolos magnéticos não compensados nas extremidades do corpo. Esse campo é contrário à magnetização do corpo e é chamado de campo de desmagnetização (ver Fig. 5c). É importante notar que o número de dipolos magnéticos não compensados depende da superfície disponível. Podemos então descrever esse efeito pela expressão

$$\overset{1}{H} = -N_d \cdot \overset{1}{M} \tag{2}$$

onde N_d é o tensor desmagnetizante que depende da forma do ferromagneto [30]. Para tratar quantitativamente uma anisotropia com origem neste campo precisamos de uma expressão para a energia magnetostática (ou de forma) E_F de uma amostra magnetizada. Considerando uma amostra de volume V constituída por um meio magnético contínuo:

$$E_F = -\frac{1}{2V} \int_V^{\text{urr unr}} (M.H_d) dv$$
(3)

onde V é o volume da amostra e o fator $\frac{1}{2}$ leva em consideração o fato de que o campo H_d é um campo autoinduzido, isto é, esse fator evita que a energia, entre dois dipolos, seja contada duas vezes.

No caso de um elipsóide de forma geral, podem ser encontrados os fatores desmagnetizantes N_a , $N_b e N_c$ para seus eixos principais 2a, 2b e 2c, que correspondem à diagonal do tensor desmagnetizante. No sistema CGS estes fatores são tais que $N_a + N_b + N_c = 4\pi$ [30].

3.2.2 Anisotropia magnetocristalina

A energia de anisotropia magnetocristalina é devida principalmente ao acoplamento spin-órbita. Quando um campo externo reorienta o spin de um elétron, sua órbita também é reorientada. Mas como o plano da órbita está fortemente acoplado à rede, há uma resistência a essa reorientação. Assim, num material cristalino, há diferentes energias associadas a cada direção assumida pela magnetização em relação aos eixos cristalinos.

Para fins práticos, pode-se definir a energia magnetocristalina pela expressão (4) para um cristal cúbico e pela expressão (5) para um cristal hexagonal [24].

$$E_{MC} = K_0 + K_1(\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2) + K_2(\alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2) + \dots$$
(4)

$$E_{MC} = K_0 + K_1 sen^2\theta + K_2 sen^4\theta + \dots$$
(5)

16

Em geral se lida com a variação das energias ΔE_{MC} , desprezando K_o , e na maioria dos casos $K_2 << K_1$. Na tabela 3, apresentamos valores de K_1 e K_2 para algumas substâncias com estruturas cúbicas e hexagonais, obtidos da referência [24].

Estrutura	Substância	K ₁ (10 ⁵ erg/cm ³)	K ₂ (10 ⁵ erg/cm ³)
Cúbica	Fe	4.8	± 0.5
	Ni	- 0.5	- 0.2
	FeO . Fe ₂ O ₃	- 1.1	
	$MnO \cdot Fe_2O_3$	- 0.3	
	NiO . Fe ₂ O ₃	- 0.62	
	MgO . Fe_2O_3	- 0.25	
	CoO . Fe ₂ O ₃	20	
Hexagonal	Со	45	15
	BaO . 6Fe ₂ O ₃	33	
	YCo5	550	
	MnBi	89	27

Tabela 3: Valores de K₁ e K₂ para alguns materiais magnéticos [24].

3.2.3. Anisotropia magnetoelástica ou magnetostritiva

Também como conseqüência do acoplamento spin-órbita, a magnetostrição, fenômeno da alteração das dimensões de uma amostra em função da alteração da direção de sua magnetização (e vice-versa), pode produzir anisotropias magnéticas.

Em cristais, a energia magnetostritiva é normalmente tratada em termos dos cosenos diretores da magnetização em relação aos eixos cristalinos e dos coeficientes magnetostritivos de cada um destes eixos. Mas mesmo em materiais elasticamente isotrópicos e com uma magnetostrição isotrópica podem surgir anisotropias magnéticas; basta que exista uma tensão mecânica aplicada numa determinada direção.

A observação desse último caso é muito comum em filmes finos, já que tanto o processo de preparação quanto as diferenças entre filmes e substratos podem criar tensões mecânicas sobre as estruturas das amostras. Essa anisotropia magneto-elástica pode então ser representada por [22]:

$$\boldsymbol{E}_{me} = -\boldsymbol{K}_{me} \cos^2 \theta \tag{6}$$

com

$$K_{me} = -\frac{3}{2}\lambda\sigma = -\frac{3}{2}\lambda E\varepsilon$$
⁽⁷⁾

onde σ é o *stress* que está relacionado com a deformação, ε , por $\sigma = E\varepsilon$ e E é módulo de Young. O coeficiente de magnetostrição λ depende da direção e pode ser positivo ou negativo [24]. O ângulo θ mede a direção da magnetização em relação à direção do stress uniforme. Se a deformação no filme é diferente de zero, o acoplamento magneto-elástico contribui em principio para a anisotropia efetiva. Quando os parâmetros são constantes (não dependendo da espessura da camada magnética, essa contribuição pode ser identificada como uma contribuição de volume K_v. As deformações em filmes podem ser induzidas por várias fontes. Entre elas estão às deformações térmicas associadas com as diferenças nos coeficientes de expansão térmica, deformações intrínsecas provocadas pela natureza do processo de deposição, e deformações devido à falta de correspondências dos parâmetros de rede de camadas adjacentes.

O valor do coeficiente de magnetostricção é geralmente da ordem de 10^{-6} . Na Tabela 4 apresentamos valores de λ para algumas substâncias cúbicas [24].

Material	A ₁₀₀	λ ₁₁₁
Fe	+ 21	- 21
Ni	- 46	- 24
FeO . Fe ₂ O ₃	- 20	+ 78
CO _{0.8} Fe _{0.2} O . Fe ₂ O ₃	- 590	- 120
Ni _{0.8} Fe _{0.2} O . Fe ₂ O ₃	- 36	- 4

Tabela 4: Valores do coeficiente de magnetostricção para alguns materiais com estrutura cúbica (Unidades de 10⁻⁶) [24].

A RFM tem se estabelecido como uma técnica experimental poderosa no estudo da anisotropia magnética de filmes magnéticos finos e ultrafinos, devido a sua versatilidade. Ela fornece informações sobre a anisotropia de forma, indicando se a magnetização do filme se encontra no plano ou perpendicular ao plano da amostra, e também sobre as contribuições de volume e superfície para a anisotropia magnética efetiva. Pode-se ainda determinar o coeficiente de magnetostrição λ , pela aplicação de um stress sobre a amostra [31] e obter os valores das contribuições de volume e superfície para a magnetostrição.

Capítulo 4

Ressonância Ferromagnética em Filmes Finos

Historicamente, o desenvolvimento de equipamentos baseados na utilização de radiação eletromagnética na faixa de micro-ondas sofreu grandes avanços durante a Segunda Guerra Mundial, motivado pelo interesse na transmissão de informações através de ondas eletromagnéticas e no desenvolvimento do radar e outros componentes (geradores de microondas, cristais detectores, amplificadores de banda estreita para detecção em fase, etc.). Após o final da guerra as tecnologias eletrônicas e de micro-ondas estavam tão desenvolvidas que a Ressonância Magnética Eletrônica (RME) pôde ser observada; espectrômetros puderam então ser construídos com a sensibilidade e resolução requeridas. Assim, Bleaney e Penrose (1946) e Good (1946) desenvolveram estudos detalhados sobre a absorção de micro-ondas pela molécula de amônia, enquanto Zavoisky (1945) e Cummerow e Halliday (1946) observaram a absorção por íons de Fe. Ao mesmo tempo Bloch, Hansen e Packard (1946), e Purcell, Bloembergen e Pound (1946) fundaram o campo da Ressonância Magnética Nuclear (RMN) [32]. Durante os últimos 50 anos, esses campos de pesquisa têm cresceram continuamente, apresentando um avanço extremamente significativo com o desenvolvimento de técnicas de imagens para diagnósticos biomédicos, baseadas na RMN e mais recentemente na RME. Um caso particular da ressonância magnética eletrônica é a Ressonância Ferromagnética.

4.1 Teoria do fenômeno de ressonância ferromagnética

A Ressonância Ferromagnética é uma das técnicas experimentais mais poderosas no estudo das propriedades de materiais magnéticos, sendo extremamente útil no estudo das propriedades magnéticas de filmes finos e ultrafinos (<100Å). A técnica consiste basicamente em aplicar o campo magnético oscilante de micro-ondas, através de uma cavidade ressonante, em uma amostra colocada nessa cavidade e submetida também à presença de um

campo magnético estático. Dependendo do valor do campo externo, observamse linhas de absorção ressonante. A RFM, ou mais precisamente, a absorção ressonante de radiação eletromagnética em materiais ferromagnéticos, foi descoberta inicialmente por J. H. E. Griffiths em 1946 [33], e posteriormente interpretada por C. Kittel em 1947 [34] e 1948 [35].

A idéia básica de um experimento de RFM consiste em detectar a absorção ressonante de micro-ondas pelos *spins* eletrônicos de uma amostra ferromagnética. Para isso, aplica-se sobre a amostra um campo magnético estático \dot{H}_0 e perpendicularmente a esse campo aplica-se o campo oscilante de microondas $\dot{h}(t)$. O campo \dot{H}_0 exerce um torque sobre o momento magnético total dos spins eletrônicos \dot{S} , causando assim uma variação desse momento angular. Como a magnétização da amostra $\dot{M} \propto \dot{S}$, então a equação de movimento da magnetização, que é dada pela Lei de Newton, fica [32]:

$$\frac{d\dot{M}}{dt} = -\gamma \dot{M} \times \ddot{H}_{0} \qquad , \qquad (8)$$

onde, γ é a razão giromagnética. A Figura 6 ilustra o movimento de precessão descrito pela Equação 8 que é caracterizado pela freqüência de precessão conhecida com frequência de Larmor $\omega_0 = \gamma H_0$.



Figura 6: Ilustração do movimento de precessão da magnetização em torno do campo magnético estático devido à aplicação de um campo magnético oscilante. O campo oscilante é perpendicular ao campo estático.

A amplitude do campo de micro-ondas h(t) é da ordem de frações de oersted, enquanto que os valores de \dot{H}_0 são da ordem de centenas ou milhares de oersted, isto é, $|\dot{h}(t)| \ll |\dot{H}_0|$. Portanto, a radiação de micro-ondas funciona como uma perturbação periódica do movimento dado pela equação 8 e ilustrado na Figura 6. O campo de micro-ondas $\hat{h}(t)$ é uniforme dentro da amostra. Dessa forma, quando a frequência de micro-ondas ω fica próxima de ω_0 , o modo uniforme dos *spins* eletrônicos é excitado e a amostra absorve energia da radiação eletromagnética incidente, estabelecendo assim a ressonância ferromagnética. Em um experimento típico de FMR, fixa-se a frequência da radiação de micro-ondas na mesma frequência de ressonância da cavidade. O campo magnético estático é então variado e quando a frequência de precessão dos spins se iguala à frequência da radiação incidente, ocorre a ressonância. A ressonância é caracterizada por uma linha de absorção, representada na Figura 7, que fornece dois parâmetros importantes, a largura de linha de pico a pico (ΔH_{P-P}), que nos dá informações sobre mecanismos microscópicos de relaxação da magnetização, e o campo de absorção ou campo de ressonância (H_R), que nos dá o valor do campo magnético estático para o qual ocorre a ressonância.



Figura 7. Espectro típico de RFM, indicando o campo de ressonância e a largura de linha pico a pico.

A aplicação do campo $\dot{h}(t)$ sobre a amostra permite medir sua susceptibilidade magnética. O campo magnético aplicado na amostra é a soma do campo estático \dot{H}_0 com o campo de micro-ondas $\dot{h}(t)$, assim a Equação 8 fica:

$$\frac{d\dot{M}}{dt} = -\gamma \dot{M} \times \left(\ddot{H}_{0} + \ddot{h}(t) \right), \qquad (9)$$

onde, a parte temporal da radiação de micro-ondas é admitida ser harmônica, então:

$$\overset{\mathbf{r}}{H}_{0} = H_{0} \overset{\mathbf{r}}{\mathbf{z}}; \qquad \overset{\mathbf{r}}{h}(t) = \left(h_{x} \overset{\mathbf{r}}{\mathbf{x}} + h_{y} \overset{\mathbf{r}}{\mathbf{y}}\right) \mathbf{e}^{-i\omega t} , \qquad (10)$$

onde h_x,h_y<<H₀. No regime estacionário, as componentes da magnetização que são perpendiculares ao campo estático descrevem um movimento harmônico, assim:

$$\overset{\mathbf{r}}{M} = \overset{\mathbf{r}}{m}(t) + M_{0}\overset{\mathbf{r}}{\mathbf{z}}; \qquad \overset{\mathbf{r}}{m}(t) = \left(\overset{\mathbf{r}}{m_{x0}}\overset{\mathbf{r}}{\mathbf{x}} + \overset{\mathbf{r}}{m_{yo}}\overset{\mathbf{r}}{\mathbf{y}} \right) \mathbf{e}^{-i\omega t}, \qquad (11)$$

onde m_{xo} , m_{yo} << M_0 . Substituindo as Equações 11 e 10 em 9, obtemos que:

$$\stackrel{\mathrm{r}}{m}(t) = \overset{\mathrm{t}}{\chi} \stackrel{\mathrm{r}}{h}(t) \tag{12}$$

onde $\dot{\chi}$ é chamado de tensor susceptibilidade magnética; na forma matricial a Equação 12 fica:

$$\begin{pmatrix} m_{x0} \\ m_{y0} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \chi_{xx} & \chi_{xy} \\ \chi_{yx} & \chi_{yy} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} h_x \\ h_y \end{pmatrix}$$
(13)

As componentes do tensor susceptibilidade magnética são:

$$\chi_{xx} = \chi_{yy} = \frac{\omega_m \omega_0}{\omega^2 - \omega_0^2} \qquad \mathbf{e} \qquad \chi_{xy} = -\chi_{yx} = i \frac{\omega_m \omega}{\omega^2 - \omega_0^2} \tag{14}$$

onde $\omega_m = \gamma M_0$ e $\omega_0 = \gamma H_0$. De acordo com as Equações 14, quando o campo magnético estático é tal que $\omega_0 = \omega$ ocorre a ressonância do sistema e a amplitude da precessão de $\overset{1}{M}$ aumenta bruscamente. Na realidade, quando $\overset{1}{M}$ precessiona em torno de $\overset{1}{H}_0$ a interação *spin*-órbita nos átomos faz com que parte da energia magnética seja transferida para a rede cristalina. Isso resulta num amortecimento (relaxação) do movimento de $\overset{1}{M}$, de modo que, a magnetização tende a restaurar a posição de equilíbrio. Dessa maneira, é necessário introduzir fenomenologicamente os termos de relaxação na equação 8. Uma boa discussão sobre a equação de movimento da magnetização, incluindo relaxação, pode ser encontrada na referência [32].
Esse efeito pode ser representado fenomenologicamente pela substituição de ω_0 por $\omega_0 - i\Gamma/2$ onde Γ é a taxa de relaxação [30]. Com isto, as componentes do tensor susceptibilidade tomam a forma,

$$\chi_{xx} = \chi_{yy} = \frac{\omega_m \omega_0}{\omega^2 - \omega_0^2 + i\omega_0 \Gamma} \quad e \quad \chi_{xy} = -\chi_{yx} = i \frac{\omega_m \omega}{\omega^2 - \omega_0^2 + i\omega_0 \Gamma} \quad ,$$
(15)

onde admitimos que $\Gamma \ll \omega_0$. Supondo que o campo de rf na amostra tem apenas componente h_x , a potência média absorvida pela amostra, por unidade de volume, é dada por

$$P = \frac{1}{2} \omega \chi_{xx}^{"} h_{x}^{2}, \qquad (16)$$

onde $\chi_{xx}^{"}(\omega)$ é a parte imaginária de $\chi_{xx}(\omega)$.

4.2 Interpretação fenomenológica da ressonância ferromagnética

O modelo fenomenológico usualmente utilizado para interpretação das medidas de FMR é o formalismo da energia livre por unidade de volume da amostra. Neste modelo, a equação de movimento da magnetização é resolvida considerando-se uma expansão da energia magnética por unidade de volume expressa em termos de coordenadas angulares.

4.2.1 Campo de ressonância – Condição padrão de ressonância

Este modelo, introduzido por J. Smit e H. G. Beljers [36] consiste em considerar a energia magnética total do sistema e minimizá-la com relação à posição de equilíbrio na presença do campo magnético. Resolve-se a equação de movimento sem relaxação, ou seja:

$$\frac{1}{\gamma}\frac{d\dot{M}}{dt} = \overset{r}{M} \times \overset{r}{H}_{ef}, \qquad (17)$$

onde o campo efetivo total é dado por [32]:

$$\overset{\mathrm{r}}{H}_{\mathrm{ef}} = -\frac{1}{M} \overset{\mathrm{r}}{\nabla}_{\hat{u}} \boldsymbol{E}_{m} \quad , \tag{18}$$

sendo û o versor na direção M. Para esse caso o campo efetivo inclui o campo estático $\overset{r}{H}_{0} = \overset{r}{z} H_{0}$, pois $\overset{r}{H}_{ef} = -1/M \overset{t}{\nabla}_{0} E_{0}$, sendo $E_{0} = -\overset{r}{M} \times \overset{r}{z} H_{0}$, que resulta na expressão $\overset{r}{H}_{ef} = -(\overset{r}{x} \partial/\partial m_{x} + \overset{r}{y} \partial/\partial m_{y} + \overset{r}{z} \partial/\partial m_{z}) E_{0} = H_{0} \overset{r}{z}$, pois $\overset{r}{M} = \overset{r}{z} M_{0} + \overset{r}{m} e^{i\omega t}$. As flutuações da magnetização serão pequenas e se darão em torno dos ângulos de equilíbrio θ_{0} e ϕ_{0} . Consequentemente, a cada instante teremos $\theta = \theta_{0} + \delta\theta$ e $\phi = \phi_{0} + \delta\phi$, onde $\delta\theta$ e $\delta\phi$ são os pequenos desvios nos ângulos. Sendo m_{θ} e m_{ϕ} as componentes transversais a M_{0} , temos $m_{\theta} = M_{0}\delta\theta$ e $m_{\phi} = M_{0}sen\theta\delta\phi$, onde $\overset{r}{M} = M_{0} \overset{r}{r} + m_{\theta} \overset{h}{\theta} + m_{\phi} \overset{h}{\phi}$. A densidade de energia será função dos ângulos $\theta e \phi$, ou seja, $E = E(\theta, \phi)$, sendo mínima quando $\theta = \theta_{0}$ e $\phi = \phi_{0}$. Assumindo uma posição de equilíbrio, podemos expandir $E = E(\theta, \phi)$ em uma série de Taylor:

$$\boldsymbol{E} = \boldsymbol{E}_{0} + \frac{\partial \boldsymbol{E}}{\partial \theta} \bigg|_{0} \delta \theta + \frac{\partial \boldsymbol{E}}{\partial \phi} \bigg|_{0} \delta \phi + \frac{1}{2} \frac{\partial^{2} \boldsymbol{E}}{\partial \theta^{2}} \bigg|_{0} \left(\delta \theta \right)^{2} + \frac{1}{2} \frac{\partial^{2} \boldsymbol{E}}{\partial \phi^{2}} \bigg|_{0} \left(\delta \phi \right)^{2} + \frac{\partial^{2} \boldsymbol{E}}{\partial \theta \partial \phi} \bigg|_{0} \delta \theta \delta \phi + \dots, \quad (19)$$

onde $E_0 = E(\theta_0, \phi_0)$ e as derivadas da Equação (19) são calculadas para a posição de equilíbrio, ou seja, para $\theta = \theta_0$ e $\phi = \phi_0$. No equilíbrio, $d\dot{M}/dt \approx 0$, pois $m_{\theta} \approx m_{\phi} \approx 0$, logo:

$$-\overset{\mathbf{r}}{M}\mathbf{x}\frac{1}{M}\overset{\mathbf{r}}{\nabla}_{a}\mathbf{E}\approx-\left(M_{0}\frac{\partial\mathbf{E}}{\partial\mathbf{m}_{\theta}}\hat{\phi}-M_{0}\frac{\partial\mathbf{E}}{\partial\mathbf{m}_{\phi}}\hat{\theta}\right)\approx0,$$
(20)

de modo que as derivadas primeiras são nulas, ou seja,

$$\frac{\partial E}{\partial \theta} = M_0 \frac{\partial E}{\partial m_{\theta}} \approx 0$$

$$\frac{\partial E}{\partial \phi} = M_0 \frac{\partial E}{\partial m_{\phi}} \approx 0$$
(21)

Os valores de $\theta_0 e \phi_0$ são obtidos anulando-se as derivadas primeiras para E, e a Eq. (19) pode ser reescrita como:

$$E(\theta,\phi) = E_0 + \frac{1}{2}E_{\theta\theta}(\delta\theta)^2 + \frac{1}{2}E_{\phi\phi}(\delta\phi)^2 + E_{\theta\phi}\delta\theta\delta\phi + \dots , \qquad (22)$$

onde os coeficientes $E_{ij} = \frac{\partial^2 E}{\partial i \partial_j}$, são as derivadas segundas avaliadas na posição de equilíbrio. Da Eq. (22), obtemos:

$$\frac{\partial E}{\partial \theta} \approx E_{\theta\theta} \delta\theta + E_{\theta\phi} \delta\phi$$

$$\frac{\partial E}{\partial \phi} \approx E_{\phi\phi} \delta\phi + E_{\theta\phi} \delta\theta$$
(23)

e da equação de movimento, obtemos que:

$$\begin{cases} \frac{1}{\gamma} \frac{dm_{\theta}}{dt} = \frac{i\omega}{\gamma} m_{\theta} = -M_0 \frac{\partial E}{\partial m_{\phi}} = -\frac{1}{sen\theta} \frac{\partial E}{\partial \phi} \\ \frac{1}{\gamma} \frac{dm_{\phi}}{dt} = \frac{i\omega}{\gamma} m_{\phi} = M_0 \frac{\partial E}{\partial m_{\theta}} = \frac{\partial E}{\partial \theta} \end{cases}$$
(24)

Substituindo (23) em (24):

$$\begin{cases} -\left(\frac{i\omega M_{0} \mathbf{sen}\theta}{\gamma}\right)\delta\theta = \mathbf{E}_{\phi\phi}\delta\phi + \mathbf{E}_{\theta\phi}\delta\theta \\ \left(\frac{i\omega M_{0} \mathbf{sen}\theta}{\gamma}\right)\delta\phi = \mathbf{E}_{\theta\theta}\delta\theta + \mathbf{E}_{\theta\phi}\delta\phi \end{cases}$$
(25)

que na forma matricial,
$$\begin{pmatrix} E_{\theta\phi} + \frac{i\omega M_0 \text{sen}\theta}{\gamma} & E_{\phi\phi} \\ E_{\theta\theta} & E_{\theta\phi} - \frac{i\omega M_0 \text{sen}\theta}{\gamma} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \delta\theta \\ \delta\phi \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \end{pmatrix}$$
(26)

cujo determinante é

$$\frac{\omega^2}{\gamma^2} = \frac{1}{M_0^2 \operatorname{sen}^2 \theta} \left(E_{\theta \theta} E_{\phi \phi} - E_{\theta \phi}^{\ 2} \right) \Big|_{\theta_0 \phi_0}.$$
(27)

Aqui $\theta e \phi$ são os ângulos polar e azimutal da magnetização, respectivamente, e $\theta_0 e \phi_0$ indicam as posições de equilíbrio. Essa é a condição geral de ressonância, sendo a ferramenta principal na interpretação dos dados experimentais de RFM. As posições de equilíbrio ($\theta_0 e \phi_0$) são determinadas a partir das derivadas da densidade de energia magnética ($\partial E/\partial \theta = 0$ e $\partial E/\partial \phi = 0$), apropriada para cada material em estudo. Portanto, conhecendose a parte da densidade de energia magnética que depende da orientação da magnetização, pode-se obter a expressão da freqüência de ressonância do sistema. As contribuições geralmente consideradas para essa parte da densidade de energia magnética são: interação Zeeman $\left(-\dot{H}_0 \cdot \dot{M}\right)$, interação de troca, energia associada às paredes de domínio, energia magnetocristalina, energia magnetoelástica e energia de forma (desmagnetização).

O conjunto de todas essas energias pode criar anisotropias magnéticas que determinam eixos preferenciais para a magnetização numa amostra. As direções em que ocorrem os mínimos e máximos da soma dessas energias são conhecidas como eixos fáceis e difíceis de magnetização, respectivamente. Podemos estudar essas anisotropias a partir de espectros de RFM obtidos para diferentes orientações da amostra em relação ao campo magnético estático. Explorar tal procedimento em tricamadas epitaxiais com diferentes parâmetros de deposição é o principal objetivo deste trabalho.

De uma forma geral, podemos dizer que se todos os átomos de um material ferromagnético "sentem" todos os termos da densidade de energia magnética da mesma forma, apenas um modo uniforme de ressonância é excitado por uma radiação eletromagnética incidente uniforme em todo o material. A expressão obtida neste capítulo para a freqüência de ressonância corresponde a este modo. Já se essas condições não são satisfeitas, outros modos podem ser excitados (como, por exemplo, modos de ondas de spin e modos óticos) [37-39], o que é comum em amostras cujo material constituinte não pode ser considerado como um meio magnético contínuo. Na Figura 8, ilustramos os dois modos de precessão, acústico ou uniforme (em fase) e óptico (fora de fase) que podem ser excitados pelo campo oscilante de microondas em tricamadas magnéticas acopladas.



Figura 8: Ilustração dos modos de precessão da magnetização em fase (modo acústico) e fora-de-fase (modo óptico) em tricamadas magnéticas acopladas.

4.2.2 Contribuições para a densidade de energia magnética

Como discutido na seção anterior, se a expressão para a densidade de energia livre que depende da orientação da magnetização é conhecida, podese encontrar a frequência de ressonância para uma determinada amostra. Nesta seção apresentaremos uma breve descrição fenomenológica das principais contribuições para esta densidade de energia: a interação Zeeman (naturalmente presente em todo sistema ferromagnético submetido a um campo magnético externo), a energia de desmagnetização, e a energia de anisotropia magnetocristalina cúbica. Considerando a estrutura das tricamadas Fe/Mn/Fe investigadas neste trabalho, estas são as contribuições predominantes para a densidade de energia.

1) Energia Zeeman

A energia Zeeman é originada da interação entre um dipolo magnético $\overset{1}{\mu}$ e o campo de indução magnética $\overset{1}{B}$:

$$\boldsymbol{E}_{z} = -\boldsymbol{\mu} \cdot \boldsymbol{B}$$
(28)

A equação (28) é minimizada quando μ está paralelo a \dot{B} , portanto a energia Zeeman faz com que o dipolo magnético se alinhe com o campo de indução magnética. Quando a interação Zeeman é tratada em um meio magnético é importante distinguir o campo magnético aplicado \dot{H} do campo de indução magnética \dot{B} . Lembre-se que este último campo depende do material de que é feita a amostra:

(SI)
$$\overset{1}{B} = \mu_0 \left(\overset{1}{H} + \overset{1}{M} \right);$$
 (CGS) $\overset{1}{B} = \overset{1}{H} + 4\pi \overset{1}{M}.$ (29)

Usando-se a Equação (29) no sistema C.G.S para re-escrever a Equação (28), tem-se que:

$$\boldsymbol{E} = -\overset{\mathbf{f}}{\boldsymbol{\mu}} \cdot \overset{\mathbf{I}}{\boldsymbol{H}} \tag{30}$$

No caso de um momento de dipolo $\overset{1}{\mu}$ no vácuo é indiferente escrever a energia Zeeman como a Equação (28) ou (29), mas quando tratamos de materiais magnéticos o campo de indução magnética local $\overset{1}{B}$ depende da magnetização da amostra $\overset{1}{M}$.

Em uma amostra magnética (que é composta de vários domínios magnéticos de dipolo magnético ${}^{1}_{\mu_{i}}$) é comum definir a magnetização macroscópica da amostra como:

$$\stackrel{\mathrm{r}}{M} = \frac{1}{V} \sum_{i} \stackrel{\mathrm{r}}{\mu}_{i} \quad , \tag{31}$$

onde $\overset{1}{\mu_{i}}$ é o i-ésimo momento magnético da amostra e *V* é o volume da amostra que contém todos os $\overset{1}{\mu_{i}}$'s. Então, a energia Zeeman de uma amostra magnética, submetida a um campo externo $\overset{1}{H}$, no sistema CGS fica:

$$\boldsymbol{E}_{z} = -\sum_{i} \stackrel{\mathbf{f}}{\mu}_{i} \cdot \stackrel{\mathbf{h}}{\boldsymbol{H}} \quad . \tag{32}$$

Usando a Equação (36) para re-escrever a Equação (32), tem-se que:

$$\boldsymbol{E}_{z} = -\boldsymbol{V}\boldsymbol{M} \cdot \boldsymbol{H} \quad . \tag{33}$$

Portanto, a energia Zeeman por unidade de volume pode ser escrita como:

$$\boldsymbol{E}_{z} = -\boldsymbol{M}^{1} \cdot \boldsymbol{H}^{1} \quad . \tag{34}$$

2) Energia de desmagnetização (Anisotropia de forma)

Para se obter a energia de desmagnetização (E_F) para um filme, podemos partir de um elipsoide oblato achatado, no qual os dois eixos maiores são iguais (Figura 9).



Figura 9: Ilustração de um esferóide oblato com os dois eixos maiores, b e c, iguais.

Os fatores desmagnetizantes são dados então por [24]:

$$N_{a} = \frac{4\pi r^{2}}{r^{2} - 1} \left[1 - \sqrt{\frac{1}{r^{2} - 1}} \right] \operatorname{arcsen} \left(\frac{\sqrt{r^{2}} - 1}{r} \right) \quad \mathbf{e} \qquad N_{b} = N_{c} = \frac{4\pi - N_{a}}{2}$$
(35)

onde r=c/a. Quando r>>1, o que corresponde a um filme fino (2a é o eixo normal ao seu plano), as expressões (40) resultam praticamente em $N_a = 4\pi$ e $N_b = N_c = 0$. Substituindo estes fatores na Equação (3), obtemos:

$$E_{d} = -\frac{1}{2V} \int_{V}^{uu} M \left(-4\pi M_{a}\hat{a}\right) dv = \frac{2\pi M_{a}}{V} \int_{V}^{uu} \left(M.\hat{a}\right) = 2\pi M_{a}^{2}, \qquad (36)$$

onde M_a é a componente na direção do eixo 2a e \hat{a} um versor na direção deste eixo. Então podemos re-escrever a energia de desmagnetização para um filme fino como:

$$\boldsymbol{E}_{d} = 2\pi \boldsymbol{M}^{2} \cos^{2} \boldsymbol{\theta} \tag{37}$$

Em resumo, a energia de desmagnetização (Equação (37)), que é resultante de interações dipolares, é a grande responsável pela magnetização permanecer no plano do filme, pois sua minimização implica em $\theta = \pi/2$ ou $\theta = 3\pi/2$. Dessa forma, esse termo energético assume o valor nulo para filmes e

multicamadas magnéticas magnetizadas no plano, e o valor máximo quando magnetizadas perpendicularmente ao plano.

3) Energia magneto - cristalina cúbica

De acordo com a Equação (4) a energia cúbica, pode ser escrita no caso de $K_2 << K_1$ e desprezando o termo constante K_0 , como [24]:

$$E_{Mc} = K_1 \left(\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_1^2 \alpha_3^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 \right)$$
(38)

onde α_1 , α_2 e α_3 são os co-senos diretores da magnetização. Na figura 10 apresentamos um sistema de coordenadas esféricas no qual indicamos os ângulos (co-senos) diretores da magnetização.



Figura 10: Sistema de coordenadas esféricas, cosenos diretores da magnetização e eixos principais de simetria de um cristal cúbico [24].

Neste sistema de coordenadas:

$$\alpha_1 = \cos\beta = \operatorname{sen}\theta\cos\phi; \ \alpha_2 = \cos\gamma = \operatorname{sen}\theta\operatorname{sen}\phi; \ \alpha_3 = \cos\delta = \cos\theta, \tag{39}$$

Substituindo as Equações (39) na Equação (38), obtemos a energia magnetocristalina cúbica em função das coordenadas esféricas:

$$E_{MC} = \frac{1}{4} K_1 \left(\operatorname{sen}^4 \theta \operatorname{sen}^2 2\phi + \operatorname{sen}^2 2\theta \right) \,. \tag{40}$$

4.2.3 Densidade de energia magnética e condição de ressonância

Para a aplicação da teoria de RFM em filmes finos é necessário escrever a densidade de energia magnética em coordenadas esféricas. Portanto a densidade de energia magnética, para um filme que apresenta uma anisotropia magneto-cristalina cúbica, pode ser escrito da seguinte forma:

$$E = -M \cdot H \, \operatorname{sen}\theta \, \operatorname{sen}\theta_{H} \left[\cos(\phi - \phi_{H}) - \cos(\theta - \theta_{H}) \right] + 2\pi M^{2} \cos^{2}\theta + \frac{1}{4} K_{1} \left(\operatorname{sen}^{4}\theta \, \operatorname{sen}^{2}2\phi + \operatorname{sen}^{2}2\theta \right) , \qquad (41)$$

onde o primeiro termo da equação é a energia Zeeman, o segundo termo é a energia de desmagnetização, e o terceiro termo, a energia de anisotropia magnética cúbica. Para escrever a Equação (41) foi utilizado o sistema de coordenadas indicado na Figura 11.



Figura 11: Sistema de coordenadas usado para escrever a densidade de energia magnética. São representados o campo magnético externo e a magnetização do filme com seus respectivos ângulos em relação às direções cristalográficas.

A condição de equilíbrio da magnetização pela Equação (21). Na situação experimental com a posição de equilíbrio paralela ao plano do filme, isto é, $\theta = \theta_0 = \pi/2$, resulta então que

$$H_0 \, \mathrm{sen}(\phi_0 - \phi_H) = -\frac{K_1}{2M} \, \mathrm{sen}(4\phi_0) \,,$$
 (42)

Usando a Equação (28), considerando $\theta = \theta_0 = \pi/2$ e $\phi = \phi_0$, obtemos:

$$\left. \frac{\left(\frac{\omega}{\gamma}\right)^{2}}{\times \left\{H\cos\left(\phi_{0}-\phi_{H}\right)+4\pi M+\frac{K_{1}}{2M}\left[3+\cos\left(4\phi_{0}\right)\right]\right\}}{\times \left\{H\cos\left(\phi_{0}-\phi_{H}\right)+\frac{2K_{1}}{M}\cos\left(4\phi_{0}\right)\right\}}$$
(43)

As Equações (42) e (43) juntas determinam o campo de ressonância H₀ como função do ângulo ϕ_{H} , da magnetização da amostra (4πM) e da constante de anisotropia magnética cúbica de primeira ordem (K₁). A medida da dependência angular de H₀ no plano do filme e sua análise teórica permitem, portanto, determinar 4πM, K₁ e o fator g de todas as amostras estudadas.

De modo geral, a interação de micro-ondas com a amostra no centro da cavidade ressonante provoca transições entre os estados de energia do sistema de spins. Para que isto ocorra, a energia (dos fótons) de micro-ondas hv deve ser igual a diferença de energia entre dois estados de energia do sistema. Para sistemas paramagnéticos, de acordo com a Equação (34), a diferença de energia entre dois estados de spin $S_z=\pm 1/2$ é dada por $g\beta H_{ef}$. Neste caso, a condição para absorção de energia é dada simplesmente por $hv = g\beta H_{ef}$. No caso de sistema ferromagnéticos , entretanto, o campo efetivo H_{ef} atuante sobre o sistema de spins tem contribuições dependentes da magnetização, da anisotropia magnética e dos fatores (forma) de desmagnetização da amostra. Estas contribuições de campo magnético

implicam nas respectivas contribuições para a energia livre do sistema, além da energia Zeeman devida a interação da magnetização com o campo magnético externo. Como vimos acima, o conhecimento destas contribuições permite deduzir a condição geral de ressonância mais conveniente para a determinação dos parâmetros característicos das amostras ferromagnéticas.

Capítulo 5

Procedimento Experimental

Após termos visto, no Capítulo 4, a descrição fenomenológica da RFM, neste capítulo serão dados detalhes a respeito do procedimento experimental empregado na obtenção dos espectros de ressonância, bem como a descrição das partes de um espectrômetro usual.

Neste trabalho usamos um espectrômetro comercial de RME, Bruker modelo ESP-300; na Figura 12 mostramos um diagrama de blocos deste espectrômetro.



Figura 12: Diagrama de blocos do espectrômetro Bruker ESP-300 [40].

Os principais componentes do espectrômetro utilizado neste trabalho são: a) O **Sistema de Micro-ondas** que contém os componentes que geram, controlam e/ou medem a frequência e a intensidade de micro-ondas que são geradas por uma válvula Klystron, propagam-se em guia de ondas e são refletidas pela **cavidade ressonante**, que contém a amostra (fixada a um goniômetro); b) Os *Sistemas de Detecção e de Modulação* com funções de monitorar, detectar, amplificar e gravar o sinal de ressonância, sensível a fase. c) O *Eletromagneto* com fonte de potência e sistema adequado de resfriamento, capaz de produzir um campo magnético homogêneo, estável e linearmente variável. Uma breve descrição das funções de cada sistema é apresentada a seguir, destacando-se primeiramente a cavidade ressonante devido a sua importância central para a realização dos experimentos.

5.1 A cavidade ressonante

Uma das partes mais importantes do espectrômetro de RME é a cavidade ressonante, no interior da qual se coloca a amostra. Muitos tipos diferentes de cavidade ressonantes de micro-ondas estão disponíveis para aplicação prática, porém neste trabalho utilizamos cavidades retangular (banda-X) e cilíndrica (banda-Q). As características essenciais para a cavidade de RME estão relacionadas com as posições de máximos e mínimos do campo elétrico **E**₁ e do campo magnético **H**₁ da micro-onda, dependendo do modo ressonante em questão. Geralmente em RFM, o modo ressonante da cavidade deve: (a) permitir uma alta densidade de energia; (b) permitir que a amostra seja colocada na posição sujeita a um máximo de **H**₁ e mínimo de **E**₁ (isto aumenta a absorção ressonante de potência enquanto reduz as perdas dielétricas não ressonantes) e, (c) ter **H**₁ perpendicular ao campo magnético estático externo **H**₀ (o que possibilita a atuação de um torque máximo devido ao campo oscilante sobre o sistema de spin).

Um exemplo de cavidade retangular utilizada em RFM está esquematizado na Figura 13.



Figura 13: (a) Cavidade de micro-ondas retangular com modo de operação TE102. (b) contorno do campo elétrico no plano xoz. (c) fluxo de campo magnético no plano xoy. A é aproximadamente meio comprimento de onda, C é exatamente dois meios comprimentos de onda e a dimensão B não é crítica, mas deve ser menor que meio comprimento de onda [41].

A energia de micro-ondas é acoplada dentro (e fora) da cavidade por uma pequena abertura chamada íris (ver Figura 13(a)). O tamanho da Íris controla a quantidade de micro-onda que entra na cavidade e a que é refletida. A íris realiza esta função através de um cuidadoso "casamento de impedâncias" entre a cavidade e guia de onda, por intermédio de um parafuso móvel. Para uma máxima sensibilidade do experimento, é necessário acoplar a cavidade à guia de onda criticamente. Acoplamento crítico resulta numa máxima transferência de potência entre a guia de onda e a cavidade. Para verificar esta condição, variamos a potência de micro-onda incidente. Se a potência refletida da cavidade que (retorna ao detector) permanece constante, estamos em acoplamento crítico.

A "qualidade" de resposta de qualquer sistema ressonante é comumente descrita por um fator de mérito, universalmente representado pelo símbolo *Q*. O *Q* ou fator de qualidade da cavidade indica quão eficientemente a cavidade armazena energia de micro-onda. Quando *Q* aumenta, a sensibilidade do espectrômetro também aumenta. O fator-*Q* é definido por [41]:

$$Q = \frac{\nu}{\Delta \nu}, \tag{44}$$

onde v é a frequência de ressonância e Δv é a largura de linha a meia altura do curva de ressonância.

A maioria das amostras apresenta absorção de micro-ondas não ressonante via campo elétrico, fazendo com que o Q seja destruído pelo aumento da energia dissipada. Colocando-se a amostra na região de campo elétrico minimo e, conseqüentemente, de campo magnético máximo, obtém-se o melhor sinal e a mais alta sensibilidade, dado que é o campo magnético oscilante que provoca absorção de energia pela amostra.

Agora, como todas estas propriedades da cavidade dão origem ao sinal de RFM? Quando a amostra absorve a energia de micro-ondas, o fator Q é reduzido devido ao aumento das perdas de energia dentro da cavidade ressonante. As mudanças no acoplamento por causa deste efeito alteram, por sua vez, a impedância desta. Com isso, a cavidade se afasta ligeiramente da condição de acoplamento crítico e, portanto, parte do fluxo de micro-ondas é refletido, resultando no sinal de RFM.

5.2 A Ponte de micro-ondas

Um espectrômetro convencional utiliza como fonte de radiação de microondas uma válvula Klystron na qual as oscilações de uma nuvem de elétrons irradiam micro-ondas centradas num pequeno intervalo de frequência. Geralmente, o modo de mais alta potência é mostrado num osciloscópio. Com a amostra colocada na cavidade ressonante, é feita então a sintonia. Logo em seguida, no modo de operação, a ponte passa a operar somente na frequência de ressonância da cavidade. É extremamente importante para o funcionamento do espectrômetro que a freqüência da Klystron no modo de operação, seja muito estável, uma vez que o processo de troca de energia na cavidade ressonante depende fortemente da frequência da radiação incidente. Variações no valor da freqüência da cavidade que não são acompanhados pelo valor da frequência da micro-onda do gerador causam a variação do fator Q, o que resulta em uma componente dispersiva no sinal detectado.

Outro componente da ponte de micro-ondas é o circulador. O circulador é usado fundamentalmente para direcionar o feixe de micro-ondas para a cavidade ressonante e o sinal refletido, para o diodo detector. Ele é um dispositivo não recíproco, isto é, um dispositivo que permite a passagem (com baixa perda) de uma onda viajando num sentido qualquer, mas que atenua fortemente a onda que viaja na direção reversa.

5.3 O Eletromagneto

O eletromagneto permite a produção do campo magnético externo atuante sobre o sistema de spins da amostra. Ele deve ser estável e uniforme sobre todo o volume da amostra e é importante que seja variável de forma linear. Isto implica em uma fonte de potência regulável. Utiliza-se então um sistema eletrônico de controle automático de campo magnético através de um sensor de Efeito-Hall que corrige qualquer variação na intensidade do campo, controlando, consequentemente, a fonte de potência. Para produção e controle de campo magnético estável, o eletromagneto e sua fonte de potência são resfriados por um sistema de troca de calor a base de água circulante. Este sistema é usado também para o resfriamento da válvula Klystron.

5.4 Sistemas de modulação e detecção

Uma vez que o sinal de ressonância aparece como uma voltagem nos terminais de saída do detector, ele deve ser conduzido para um receptor convencional e por sua vez para o sistema de saída de dados. Para diminuir o ruído eletrônico 1/f, utiliza-se à técnica de modulação. Esta é uma técnica de detecção sensível à fase que utiliza uma modulação do campo magnético externo. Utiliza-se comumente, uma frequência de 100 kHz como frequência de modulação. Pequenas bobinas de Helmholtz fixas nos lados da cavidade ressonante produzem um campo adicional oscilante sobre a amostra. Nestas condições, o sinal retificado no detector terá sua amplitude modulada em 100

kHz, sendo, portanto, proporcional à inclinação da curva de absorção, se a amplitude do campo de modulação for menor que a largura de linha ΔH (Figura 14). O campo magnético externo é varrido linearmente através de toda a linha de ressonância.



Figura 14: Efeito de uma pequena amplitude do campo de modulação (100 kHz) sobre a corrente de saída do cristal detector. O campo magnético estático B é modulado entre os limites B_a e B_b. A corrente do detector varia entre os limites i_a e i_b. A curva superior mostra o sinal detectado retificado [41].

A intensidade do pequeno campo de modulação superpõe-se ao campo externo B_0 . Como o campo resultante B_0+B_1 varia entre os limites $B_a \in B_b$, a corrente do detector irá variar senoidalmente entre os limites i_a e i_b.

Quando a inclinação da curva de absorção é zero, a componente de 100 KHz no detector também será zero. No ponto de inflexão onde a inclinação é máxima a amplitude do sinal de saída também será um máximo. A polaridade de saída do detector sensível à fase (mais comumente conhecido como amplificador *lock-in*) está governada pelo sinal da inclinação; assim, para pequenas amplitudes de modulação, o sinal de saída aparece como aproximadamente a primeira derivada da curva de absorção.

O lock-in produz um sinal *dc* proporcional à amplitude do sinal de RFM modulado. Ele compara o sinal modulado com o sinal de referência utilizado para modular o campo magnético e produzir um sinal proporcional ao cos φ , onde φ é a diferença de fase entre o sinal de RFM modulado e o sinal de referência. Qualquer sinal que não preencha estes requerimentos (isto é, ruído e interferência elétrica) é suprimido. Os parâmetros que são obtidos diretamente do experimento são: O campo de ressonância (H_r), a largura de linha pico a pico (Δ H) e a intensidade do sinal (I).

5.5 Princípio de funcionamento do espectrômetro de RME

O principio de operação de um espectrômetro de ressonância magnética eletrônica (RME) é, fundamentalmente, a detecção da potência de micro-ondas absorvida pela amostra em função do campo magnético H_0 aplicado. Portanto, a descrição de seu funcionamento pode ser resumida à forma de detecção da absorção de micro-ondas pela amostra colocada na cavidade ressonante.

Como vimos, uma radiação de micro-ondas é gerada com uma freqüência bem definida. Esta radiação é atenuada e levada até uma cavidade ressonante metálica, dentro da qual se localiza a amostra. O feixe de micro-ondas refletido é então conduzido até um cristal detector. A partir de então, temos um sinal que pode fornecer uma função P(H), com o campo magnético variando linearmente dentro de uma varredura definida. As micro-ondas são geradas por uma válvula Klystron, em faixa de frequência bem definida (banda-X (9.5 GHz), banda-K (24 GHz), banda-Q (34 GHz)) e com uma potência máxima de aproximadamente 200 mW.

A radiação é, então, direcionada por um circulador (que permite que o sinal passe num só sentido), ajustada por um sistema de controle de potência dividida em um feixe que é atenuado e direcionado à cavidade e outro que é atenuado e utilizado num acoplador direcional para a comparação com o sinal refletido pela cavidade. O sinal detectado é pré-amplificado e enviado a unidade de modulação, através de um sistema seletor que processa o sinal, convertendo-o numa diferença de potencial (d.c) que é conectada ao eixo y do registrador.

A maioria dos espectrômetros de RME tem como forma de linha registrada, a derivada da linha de absorção. Isto acontece pela utilização de um detector sensível a fase. Entre as vantagens obtidas (para medidas de RFM), têm-se a possibilidade de maior precisão na medida da largura de linha (que neste caso é a distancia pico a pico).

O experimento consiste basicamente em colocar a amostra sob investigação no centro da cavidade de micro-ondas de alto-Q, onde se concentra o campo r.f. (rádio freqüência). A fonte de micro-ondas é ajustada à freqüência de ressonância da cavidade e, com isso, conserva-se a freqüência constante enquanto o campo magnético é variado, até que a condição de ressonância seja satisfeita. Quando a energia de micro-ondas é absorvida pelo sistema magnético, ou seja, quando a absorção de energia do campo de microondas ocorre, há um aumento nas perdas totais na cavidade reduzindo então o fator - Q efetivo. A consequente mudança na onda estacionária no sistema de guia de ondas acoplado à cavidade deve então ser observada por um detector (diodo).

As medidas de RFM em banda-X foram todas realizadas em temperatura ambiente, com uma cavidade retangular na qual o modo de operação é o T_{E102} . O fator de qualidade (Q) da cavidade utilizada é em torno de 5000. As medidas de dependência angular do campo de ressonância foram realizadas usando um goniômetro acoplado ao porta amostra que permite uma precisão de 0,5° na medida do ângulo que define a direção do campo magnético aplicado em relação ao eixo de referência da amostra. Os parâmetros utilizados para a obtenção dos espectros de RFM foram os mesmos para o campo magnético externo aplicado no plano e fora do plano da amostra e são apresentados na tabela 5.

Tabela 5: Parâmetros usados nos experimentos em banda-X.

Ganho: Ordem de 10⁴ Freqüência de Modulação: 100 KHz Amplitude de Modulação: em torno de 10 G Freqüência de Micro-ondas: 9.79 GHz Potência: 5 mW As medidas de RFM em banda-Q, foram todas realizadas também em temperatura ambiente, com uma cavidade cilíndrica. O eletromagneto com base rotatória determinou neste caso o procedimento para obter a dependência angular do campo de ressonância em relação ao eixo de referência da amostra. Esta dependência angular foi investigada apenas para o campo magnético externo aplicado no plano da amostra. Apresentamos na tabela 6 os parâmetros utilizados para a obtenção dos espectros.

Ganho: Ordem de 10 ⁴	
Freqüência de Modulação: 100 KHz	
Amplitude de Modulação: em torno de 5 G	
Freqüência de Micro-ondas: 33.9 GHz	
Potência: 7.9 mW	

A ponta Hall fixa no eletromagneto mede a intensidade do campo magnético com uma precisão de décimos de Oersted. Entretanto, todos os espectros de RFM foram obtidos com uma resolução de 1024 pontos implicando em uma precisão da medida do campo de ressonância dependente da varredura de campo magnético usada para a aquisição do espectro. Assim, nos experimentos em banda-X, com o campo externo aplicado no plano da amostra, e varredura de 1600 Oe, a precisão da medida do campo de ressonância é de \pm 5.0 Oe.

Os resultados experimentais obtidos estão apresentados no próximo capítulo.

Capítulo 6

Resultados e Discussões

Neste capítulo são apresentados os resultados obtidos pela aplicação de RFM ao estudo das tricamadas de Fe/Mn/Fe. Os resultados permitiram identificar uma anisotropia magnética presente nestas tricamadas, e também como os diversos aspectos estruturais das amostras influenciam os espectros de RFM, o que demonstra o poder da técnica de RFM no estudo destes sistemas.

Segundo o sistema de coordenadas descrito na Figura 11, nos referiremos ao procedimento de variação do ângulo θ_{H} , com $\phi_{H} = 45^{\circ}$, como variação angular (ou varredura) fora do plano da amostra, e ao de variação do ângulo ϕ_{H} (com $\theta_{H} = 90^{\circ}$), como variação angular (ou varredura) no plano da amostra. Para todas as amostras foram feitas medidas no plano em banda-X (9.79 GHz) e banda-Q (33.9 GHz) a 300K, mas por limitações no valor máximo do campo magnético produzido pelo eletromagneto, as dependências angulares do campo de ressonância fora do plano das amostras foram feitas para todas as amostras, bem como as dependências angulares do campo de ressonância no plano (em banda-X e em banda-Q) e fora do plano (em banda-X).

Apresentamos também as simulações das dependências angulares do campo de ressonância no plano do filme. Para simular esses resultados devemos isolar H em função do ângulo ϕ_{H} na Equação 48. A grande dificuldade, todavia, se deve ao fato de que as Equações 47 e 48 contêm H, ou seja, para encontrarmos ϕ_0 para um valor específico de ϕ_{H} precisamos saber H previamente. As Equações 42 e 43 estão acopladas; devemos, portanto, encontrar H e ϕ_0 simultaneamente para cada valor de ϕ_{H} e isso só é possível através de cálculos numéricos. Assim, nas simulações a curva sólida em

vermelho representa o modelo teórico utilizado para interpretar os dados experimentais da dependência angular do campo de ressonância. Através da simulação teórica obtemos para todas as amostras estudadas, a magnetização efetiva 4π M, a constante de anisotropia magnetocristalina cúbica de primeira ordem K₁ e o fator g. A seguir apresentamos os resultados obtidos nesse estudo.

6.1 Tricamada simétrica S(0.95)

Nas Figuras 15 e 16 apresentamos os espectros de RFM para esta tricamada em banda-X e banda-Q. A orientação angular do campo externo é definida pelos ângulos θ_H e ϕ_H . Para as duas frequências de micro-ondas utilizadas os espectros revelam um único modo de ressonância e as magnetizações das camadas inferior e superior de Fe estão alinhadas com o campo magnético externo aplicado durante toda a variação angular. A pequena largura de linha de ambos os espectros denota a alta qualidade do filme.



Figura 75: Espectro de RFM em banda-X para a tricamada S(0.95). Campo magnético externo aplicado ao longo do eixo de difícil magnetização da camada de Fe [110].



Figura 16: Espectro de RFM em banda-Q para a tricamada S(0.95). Campo magnético externo aplicado ao longo do eixo de difícil magnetização da camada de Fe [110].

Apresentamos também nas Figuras 17 e 18, respectivamente, as dependências angulares do campo de ressonância no plano da amostra em banda-X e banda-Q. Para ambas as frequências a amostra foi posicionada inicialmente, com o campo magnético externo ao longo do eixo de fácil magnetização da camada de Fe [100]. Na Figura 19, apresentamos a dependência angular do campo de ressonância fora do plano da amostra. Esta dependência angular foi investigada partindo do campo magnético externo aplicado ao longo da direção de difícil magnetização da camada de Fe [110]; as medidas de RFM foram realizadas apenas em banda-X.



Figura 17: Dependência angular do campo de ressonância no plano da tricamada S(0.95), em banda-X. A amostra foi posicionada inicialmente, com o campo magnético externo, ao longo do eixo de fácil magnetização da camada de Fe [100].



Figura 18: Dependência angular do campo de ressonância no plano da tricamada S(0.95), em banda-Q. A amostra foi posicionada inicialmente, com relação ao campo magnético externo, ao longo do eixo de fácil magnetização da camada de Fe [100].

A análise da dependência angular do campo de ressonância em termos das Equações 42 e 43, considerando os resultados apresentados nas Figuras 17e 18, fornece 4π M= 17340, g=2.06 e K₁= 3.0 x 10⁵ erg/cm³.



Figura19: Dependência angular do campo de ressonância fora do plano da tricamada S(0.95), em banda-X. O campo magnético estático foi aplicado inicialmente ao longo da direção de difícil magnetização da camada de Fe [110]. Os pontos representam os dados experimentais e a linha, um guia para os olhos.

6.2 Tricamada assimétrica AS(0.90)a

Nas Figuras 20 e 21 apresentamos os espectros de RFM para esta tricamada em banda-X e banda-Q, respectivamente. Em ambos a posição angular do campo externo é definida pelos ângulos $\theta_H e \phi_H$. As medidas em banda-X revelam dois sinais de absorção de micro-ondas, o modo uniforme de ressonancia e um modo não ressonante. Em banda-Q há apenas o modo uniforme para todas as orientações do campo magnético externo no plano da amostra.



Figura 20: Espectro de RFM em banda-X para a tricamada AS(0.90)a. Campo magnético externo aplicado ao longo do eixo de difícil magnetização da camada de Fe [110]. A e B representam os sinais de RFM dos modos uniforme e não ressonante, respectivamente.



Figura 21: Espectro de RFM em banda-Q para a tricamada AS(0.90)a. Campo magnético externo aplicado ao longo do eixo de difícil magnetização da camada de Fe [110]. Apenas o modo uniforme é excitado pelo campo oscilante de micro-ondas.

Apresentamos na Figura 22 a dependência angular do campo de ressonância no plano da amostra, em banda-X. Nesta freqüência, só é possível a visualização de dois modos de absorção de micro-ondas com o campo magnético externo aplicado ao longo da direção [110], ou ao longo de direções de \pm 5° a partir desta direção. Para outras orientações, o grande alargamento das linhas de absorção e a superposição dos dois modos impossibilitam a medida da dependência angular (completa) do campo de ressonância.



Figura 22: Dependência angular do campo de ressonância no plano da tricamada AS(0.90)a, em banda-X. Só é possível a obtenção dos campos de ressonância dos dois modos para algumas orientações próximas da direção de difícil magnetização da camada de Fe [110].

Na Figura 23 temos a dependência angular do campo de ressonância no plano da amostra, em banda-Q. A amostra foi posicionada inicialmente com o campo magnético externo ao longo da direção de fácil magnetização da camada de Fe [100]. Nesta frequência (33.9 Ghz) foi possível a obtenção da dependência angular completa do campo de ressonância no plano da amostra, viabilizando assm, através do ajuste numérico, a obtenção dos parâmetros magnéticos da amostra.



Figura 23: Dependência angular do campo de ressonância no plano da tricamada AS(0.90)a, em banda-Q. A amostra foi posicionada inicialmente com o campo magnético externo ao longo do eixo de fácil magnetização da camada de Fe [100].

Na Figura 24, temos a dependência angular do campo de ressonância do modo uniforme fora do plano da amostra; esta dependência inicia-se com o campo magnético externo ao longo da direção de difícil magnetização da camada de Fe [110]; as medidas foram feitas apenas em banda-X.

A análise da dependência angular do campo de ressonância em termos das Equações 42 e 43, fornece $4\pi M$ = 19350 G, g = 2.09 e K₁ = 4.6 x 10⁵ erg/cm³.



Figura 24: Dependência angular do campo de ressonância fora do plano da tricamada AS(.90)a, em banda-X. Campo magnético estático aplicado inicialmente ao longo da direção de difícil magnetização da camada de Fe [110]. Os pontos representam os dados experimentais e a linha um guia para os olhos.

6.3 Tricamada assimétrica AS(1.35)

Esta tricamada, em banda-X, apresenta dois sinais de absorção de microondas,o modo uniforme e um modo não ressonante. O espectro típico para o campo magnético externo aplicado na direção de difícil magnetização para a camada de Fe [110] é apresentado na Fig. 25. Esta direção é representada pelos ângulos $\theta_{\rm H}$ = 90° e $\phi_{\rm H}$ = 45°. Na banda-Q, apenas o modo uniforme é excitado pelo campo oscilante de micro-ondas para todas as direções do campo magnético externo aplicado no plano da amostra. Um espectro típico de para esta frequência é apresentado na Figura 26.



Figura 25: Espectro de RFM em banda-X para a tricamada AS(1.35), na posição θ_H =90°e ϕ_H =45°. Campo magnético estático aplicado ao longo do eixo de difícil magnetização da camada de Fe [110]. Onde A e B representam os sinais de RFM dos modos uniforme e não ressonante, respectivamente.



Figura 26: Espectro de RFM em banda-Q para a tricamada AS(1.35). Campo magnético estático aplicado ao longo do eixo de difícil magnetização da camada de Fe [110].

Para a dependência angular do campo de ressonância no plano, em banda–X, devido à superposição dos dois modos de absorção, só é possível a determinação do campo de ressonância com o campo magnético externo ao longo de direções próximas da direção [110] (Figura 27). Somente próximo desta direção os sinais estão separados. A dependência angular do campo de ressonância no plano, em banda-Q, só apresenta o modo uniforme de ressonância (Figura 28).



Figura 27: Dependência angular do campo de ressonância no plano para a tricamada AS(1.35), em banda-X. Só é possível à obtenção dos campos de ressonância dos dois modos para algumas orientações próximas da direção de difícil magnetização da camada de Fe [110].



Figura 28: Dependência angular do campo de ressonância no plano da tricamada AS(1.35), em banda-Q. A amostra foi posicionada inicialmente, com o campo magnético externo, ao longo do eixo de fácil magnetização da camada de Fe [100].

Na Figura 29 apresentamos a dependência angular do campo de ressonância fora do plano, dos modos uniforme e não ressonante. O campo magnético estático foi posicionado inicialmente na direção de difícil magnetização da camada de Fe [110]. Na configuração perpendicular ao plano da amostra ($\theta_H = 0^\circ e \phi_H = 45^\circ$) só foi possível obter o sinal do modo não alinhado, pois o campo magnético maximo produzido pelo eletromagneto é de 20 KOe.

A análise dos resultados experimentais de acordo com as Equações 42 e 43, fornece $4\pi M$ = 19480 G, g = 2.09 e K₁ = 4.5 x 10⁵ erg/cm³.



Figura 29: Dependência angular do campo de ressonância fora do plano da tricamada AS(1.35), em banda-X. Campo magnético estático aplicado inicialmente ao longo da direção de difícil magnetização da camada de Fe [110]. Os pontos representam os dados experimentais e a linha é um guia para os olhos.

6.4 Tricamadas assimétricas AS(0.80) e AS(0.90)b

Para as duas tricamadas, os espectros de RFM em banda-X apresentam três modos de absorção: uniforme não alinhado e não ressonante, o campo de ressonância para cada modo apresenta valores praticamente iguais nas duas tricamadas. Em banda-Q, os espectros de RFM apresentam apenas o modo uniforme para todas as orientações do campo externo no plano das amostrasem. Apresentamos nas Figuras 30 e 31 os espectros típicos para as duas tricamadas em banda-X e Banda-Q, respectivamente.



Figura 30: Espectros de RFM, em banda-X, para as tricamadas AS(0.80) e AS(0.90)b. Campo magnético externo aplicado ao longo da direção de difícil magnetização da camada de Fe [110]. A representa os modos uniformes, B os modos não alinhados e C, os modos não ressonantes.



Figura 31: Espectros de RFM em banda-Q para as tricamadas AS(0.80) e AS(0.90)b. Campo magnético externo aplicado ao longo do eixo de difícil magnetização da camada de Fe [110].

Em banda-X de frequencia de micro-ondas, para as duas amostras, só é possível de fato a visualização dos três modos de absorção para algumas orientações do campo magnético aplicado, próximas da direção de difícil magnetização da camada de Fe [110]. Para as demais orientações os três modos se superpõem, impedindo a visualização completa dos mesmos. De fato, a variação angular dos campos de ressonância revela que os modos uniforme e não alinhado estão "fora de fase". As dependências angulares dos campos de ressonância no plano para as duas tricamadas são mostradas nas Figuras 32 e 33. Estes resultados sugerem um acoplamento não colinear entre as camadas de Fe para as duas tricamadas, na presença de campos externos de baixa intensidade, conforme confirmado por medidas de magnetização (VSM) obtidas por B. R. Segatto [21].



Figura 32: Dependência do campo de ressonância no plano, em banda-X, para a tricamada AS(0.80). Só é possível a obtenção do campo de ressonância dos três modos para orientações do campo magnético estático, próximas da direção de difícil magnetização da camada de Fe [110].


Figura 33: Dependência do campo de ressonância no plano, em banda-X, para a tricamada AS(0.90)b. Só é possível a obtenção do campo de ressonância dos três modos para orientações do campo magnético estático, próximas da direção de difícil magnetização da camada de Fe [110].

Na frequência de micro-ondas de 34 GHz, devido ao valor alto do campo magnético estático necessário para atingir a condição de ressonância (acima de 5000 Oe), as camadas de Fe estão colinearmente acopladas e um único modo uniforme de ressonância é excitado. A investigação da dependência angular do campo de ressonância no plano da amostra, na frequência de 34 GHz, mostra que tanto a tricamada AS(90)a quanto a tricamada AS(90)b, que diferem apenas pela temperatura de deposição da camada de Mn, apresentam também uma forte anisotropia cúbica (Figuras 34 e 35, respectivamente), como as demais tricamadas aqui estudadas.



Figura 34: Dependência angular do campo de ressonância no plano da tricamada AS(0.80), em banda-Q. A amostra foi posicionada inicialmente com o campo magnético estático ao longo da direção [100].



Figura 35: Dependência angular do campo de ressonância no plano da tricamada AS(0.90)b, em banda-Q. A amostra foi posicionada inicialmente com o campo magnético estático ao longo da direção [100].

A análise dos resultados experimentais de acordo com as Equações 42 e 43, fornece os seguintes parâmetros magnéticos: $4\pi M$ = 19850 G, g = 2.09 e K_1 = 4.7 x 10⁵ erg/cm³ para a tricamada AS(0.80), e $4\pi M$ = 19980 G, g = 2.09 e K_1 = 4.8 x 10⁵ erg/cm³, para a tricamada AS(0.90)b.

Apresentamos, nas Figuras 36 e 37, a dependência angular fora do plano, em banda-X, para as tricamadas AS(0.80) e AS(0.90)b, respectivamente. Só foi possível obter o campo de ressonância na configuração perpendicular para o modo não alinhado, para ambas as amostras.



Figura 36: Dependência angular do campo de ressonância para fora do plano da tricamada Fe AS(0.80), em banda-X. Campo magnético externo aplicado inicialmente ao longo da direção de difícil magnetização da camada de Fe [110]. Os pontos representam os dados experimentais e a linha um guia para os olhos.



Figura 37: Dependência angular do campo de ressonância para fora do plano da tricamada Fe AS(0.90)b, em banda-X. Campo magnético externo aplicado inicialmente ao longo da direção de difícil magnetização da camada de Fe [110]. Os pontos representam os dados experimentais e a linha um guia para os olhos.

6.5 Tricamada assimétrica AS(1.25)

A dependência angular do campo de absorção para esta amostra foi estudada somente em banda-Q. Nas Figuras 38 e 39 apresentamos, respectivamente, um espectro típico para esta amostra e a dependência angular do campo de absorção com o campo magnético estático sendo aplicado no plano do filme.

A análise dos resultados experimentais, de acordo com as Equações 42 e 43, fornece os seguintes parâmetros: $4\pi M$ = 16890 G, g = 2.06 e K₁ = 2.9 x 10^5 erg/cm³.



Figura 38: Espectro de RFM em banda-Q para a tricamada AS(1.25). Campo magnético estático aplicado ao longo do eixo de difícil magnetização da camada de Fe [110].



Figura 39: Dependência angular do campo de ressonância angular no plano da tricamada AS(1.25), em banda-Q. A amostra posicionada inicialmente, com o campo magnético estático ao longo do eixo de fácil magnetização da camada de Fe [100].

6.6 Largura de linha

O aparecimento de modos não alinhados (H_{ex} menor que o campo de anisotropia), em banda-X, durante a varredura do campo magnético fora do plano e no plano das amostras é típico de filmes epitaxiais de ferro [14,42-44]. O surgimento desses modos é devido ao fato de a magnetização das camadas individuais de ferro não se alinharem por completo na direção do campo magnético externo aplicado. Para que isto ocorra é necessário que o campo magnético externo aplicado na amostra seja maior que o campo de anisotropia da mesma. Em banda-Q, os modos não alinhados não são excitados, pois para que a condição de ressonância seja satisfeita é necessário um campo magnético estático bem mais intenso (em torno de 5000 Oe) que em banda-X, o que faz com que as magnetizações das camadas individuais se alinhem por completo com o mesmo. A dependência angular da largura de linha pico a pico para a tricamada S(0.95), com o campo aplicado no plano da amostra, na frequência de 9.79 GHz mostrada na Figura 40a, assim como a dependência da direção da magnetização com o campo magnético aplicado (Fig. 40b), com relação à direção [100], reflete bem a presença de uma anisotropia magnética no plano da amostra e revelam também que a maior largura de linha corresponde a maior diferença angular entre as direções da magnetização e do campo magnético estático.



Figura 40. (a) Dependência angular da largura de linha para a tricamada S(0.95), em banda-X. A linha sólida é um guia para os olhos. (b) Dependência do ângulo da magnetização com o ângulo do campo estático aplicado com relação a direção [100]. A linha sólida é um ajuste teórico usando a condição de equilíbrio da magnetização no plano (Eq. 42).

6.7 Parâmetros magnéticos das tricamadas Fe/Mn/Fe

Os parâmetros característicos das tricamadas estudadas, obtidos a partir do ajuste da dependência angular do campo de ressonância no plano da amostra de acordo com as Equações 47 e 48 estão relacionadas na Tabela 7.

Tricamada	T _S (°C)	K₁(erg/cm³)	Fator-g	4πM(Oe)
Fe(5nm)/Mn(0,95nm)/Fe(5nm)	150	3,00.10 ⁵	2,06	17342
Fe(10nm)/Mn(0,9nm)/Fe(5nm)	175	4,50.10 ⁵	2,13	18598
Fe(10nm)/Mn(13,5nm)/Fe(5nm)	175	4,45.10 ⁵	2,13	18473
Fe(10nm)/Mn(0,9nm)/Fe(5nm)	50	4,52.10 ⁵	2,17	18095
Fe(10nm)/Mn(0,8nm)/Fe(5nm)	50	4,48. 10 ⁵	2,16	18284
Fe(10nm)/Mn(12,5nm)/Fe(5nm)	150	2,85.10 ⁵	2,04	16990

Tabela 7: Parâmetros magnéticos das tricamadas Fe/Mn/Fe.

Para todas as tricamadas, para a variação angular fora do plano, não foi possível obter os espectros na configuração perpendicular ($\theta_H = 0^\circ e \phi_H = 45^\circ$), para o modo uniforme, devido ao limite de campo máximo de 20 kOe produzido pelo eletromagneto. A falta desses dados inviabilizou a determinação dos parâmetros das amostras a partir da condição de ressonância e das condições de equilíbrio, para a varredura fora do plano. Os parâmetros magnéticos das tricamadas foram assim obtidos do ajuste dos valores experimentais obtidos em banda-Q, a partir das Equações 42 e 43. Para as tricamadas assimétricas a falta dos valores dos campos de ressonância, para o campo magnético estático aplicado nas proximidades da direção [100], em banda-X, inviabiliza a obtenção dos parâmetros destas tricamadas, nessa frequência (9.79 Ghz), a partir da condição de ressonância e das condições de equilíbrio da magnetização.

Para a dependência angular do campo de ressonância fora do plano da amostra, o fator de forma se torna preponderante e determina o eixo de fácil magnetização no plano da amostra ($\theta_{\rm H} = 90^{\circ}$), que é o comportamento típico de filmes finos magnéticos.

Podemos concluir, a partir da dependência angular do campo de ressonância no plano das amostras, em banda-Q de frequencia de microondas, que esta dependência em função do ângulo ϕ_H é típica de um cristal com simetria cúbica, com os máximos e os mínimos se repetindo de 90° em 90° (biaxial). Os parâmetros indicados na tabela 7 são, portanto, típicos de filmes epitaxiais de ferro e estão de acordo com vários outros resultados [42-44] conhecidos na literatura.

Capítulo 7

Conclusões e Recomendações

Nesta dissertação, estudamos a anisotropia magnética de camadas de Fe separadas por uma camada de Mn, ou seja, tricamadas do tipo Fe/Mn/Fe, produzidas por epitaxia de feixe molecular. Estas estruturas foram caracterizadas mediante a técnica de ressonância ferromagnética (RFM), à temperatura ambiente.

Foram observados, para as tricamadas assimétricas, em banda-X de frequencia de micro-ondas, modos não alinhados e não ressonantes. Os experimentos em banda-Q de frequencia de micro-ondas revelam que as camadas de Fe possuem simetria cubica, que as magnetizações efetivas são maiores que 16000 Oe e também que os campos de anisotropia variam de 800 Oe a 1000 Oe. Em banda-X, só é possível obter o campo de ressonância dos modos uniformes próximo da direção [110]; para outras orientações do campo magnético externo os sinais se superpõem, impedindo a determinação do campo de ressonância. Para as camadas de Mn depositadas a 50°C, foi verificado que as magnetizações das camadas inferior e superior, apresentam um acoplamento não colinear. O comportamento distinto observado para as tricamadas AS(0.90)a e AS(0.90)b, implica que o acoplamento não colinear não é observado guando as camadas de Mn são crescidas em altas temperaturas. O modo não alinhado é uma característica das tricamadas assimétricas na freqüência de 9.79 GHz. Entretanto, ele não é excitado na freqüência de 34 GHz. O modo não ressonante é devido a mudanças abruptas nas orientações relativas das magnetizações das camadas de Fe [45,46].

Para a tricamada simétrica, em bandas X e Q de frequencia de microondas, apenas o modo uniforme de ressonância é excitado, a magnetização efetiva é em torno de 16000 Oe e o campo de anisotropia no plano é em torno de 800 Oe. A variação angular do campo de ressonância fora do plano indica que as magnetizações das camadas de Fe estão no plano da amostra. Não foi possível obter os espectros de RFM com o campo aplicado exatamente na direção perpendicular ao plano das amostras ($\theta_H=0^\circ e \phi_H=45^\circ$), para o modo uniforme, bem como nas proximidades desta posição, devido ao limite máximo de 20 KOe para o campo magnético aplicado.

Além das características típicas dos espectros de RFM de filmes finos, os resultados experimentais obtidos neste trabalho nos permitiram estudar a influência de diversos aspectos estruturais das amostras sobre o seu comportamento magnético e conseqüentemente sobre os espectros de RFM. A qualidade estrutural dos filmes, assim como a influência da sua anisotropia magnéetica pôde ser avaliada.

O conjunto dos resultados obtidos demonstra a alta sensibilidade e versatilidade da técnica de RFM para estudar as propriedades magnéticas de estruturas monocristalinas nanométricas crescidas epitaxialmente.

Recomendamos, para estudos complementares, a obtenção dos espectros de RFM de outras tricamadas Fe/Mn/Fe monocristalinas, simétricas e assimétricas, com diferentes espessuras das camadas de Fe e Mn, produzidas em diferentes temperaturas, a fim de verificar o comportamento dos parâmetros magnéticos em função da temperatura; de acordo com estudos feitos por Goryunov *et al* [43] em monocamadas de Fe crescidas sobre substratos de MgO, para algumas temperaturas de deposição da camada de Mn, os modos não alinhados não são excitados.

Recomendamos também medidas adicionais de dependência angular do campo de ressonância fora do plano da amostra, e o ajuste dos resultados com os parâmetros fornecidos pelas medidas no plano das amostras.

Referências

- 1. A. P. Guimarães, Revista Brasileira de Ensino de Física, 22, 382 (2000).
- 2. L. Esaki e R. Tsu, IBM Journal of Research and Development, 14, 61 (1970).
- 3. E. Michailov, N. Geogiev, D. Dobrev. Vacuum, 51, 205 (1998).
- 4. M. Ohring, *The Material Science of Thin Films,* San Diego, Academic Press, (1992).
- 5. A. Y. Cho, J. Vacuum Sci. and Tech., 8, S31(1971).
- A. Biondo, "Propriedades Estruturais Magnéticas e de Transporte das Multicamadas Co/Cu e Py/X (X = Cu, WTi e Zr) Produzidas por Magnetron Sputtering", Tese de Doutorado, CBPF, Rio de Janeiro, 2001.
- M.N. Baibich, L.M. Broto, A. Fert, F.N. Van Dau, F. Petroff, A.Friederich and J. Chazelas, *Phys. Rev. Lett.*, **61**, 2472 (1988).
- J. A. Brug, L. tran, M. Bhattacharyya, J. H. Nickel, T. C. Anthony, and A. Jander, *J. Appl. Phys.* 1996, **79**, 4491(1996).
- 9. A. Brataas, Y. Tserkovnyak, G. E. W. Bawer, B. I. Halperin. *Phys. Rev. B.*, **66**, 060404(R) (2002).
- 10. I. Zutic, J. Fabian, and S. Das Sarma. Rev. of Modern Phys, 76, 323 (2004).
- B. K. Kuanr, M. Buchmeier, and P. Grünberg. J. Appl. Phys., 91, 7209 (2002).
- 12. S. Bosu, Y. Sakuraba, K. Saito, H. Wang, S. Mitani, and K. Takanashi, *IEEE Trans. Magnetics*, **44**, 2620 (2008).
- 13. Z. Celinski, B. Henrich, and J. F. Cochran. J. Appl. Phys., 73, 5966 (1993).
- B. K. Kuanr, M. Buchmeier, D. E. Buergeler, P. Grünberg, R. Camley, and Z. Celinski, *J. Vacuum Sci. Technol.*, **21**, 1157 (2003).
- D. T. Pierce, A. D. Davies, J. A. Stroscio, D. A. Tulchinski, J. Unguris, and R.J. Celotta. *J. Magn. Magn. Mat.*, **13**, 222 (2000).
- 16. S. S. Yan, P. Grünberg, and R. Schäfer. *Phys. Rev. B*, **62**, 5765 (2000).
- 17. J.C. Slonczewski, Phys. Rev. Lett., 67, 3172 (1991).
- S. M. Rezende, C. Chesman, M. A. Lucena, A. Azevedo, F. M. Aguiar, and S. S. Parkin. *J. Apll. Phys.*, 84, 958 (1998).
- 19. C. Kittel, Introduction to Solid State Physics, New York, Wiley, 1996.

- C.M. Boubeta, A.Cebollada, J.F. Calleja, C. Contreras, F. Pieró and A. Cornet, J. Appl. Phys., 93, 2126 (2003).
- 21. B. R. Segatto, "Origem do Acoplamento não- colinear nas Super Estruturas Tipo Fe/Mn/Fe Crescidas por Molecular Beam Epitaxy". Dissertação de Mestrado, Departamento de Física, Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, 2007.
- 22. M. T. Johnson, P. J. H. Bloemen, F. J. A. den Broeder, and J. J. de Vries, *Rep. Prog. Phys.*, **59**, 1409 (1996).
- 23. M. T. Johnson, R. Jungblut, P. J. Kelly, F. J. A. den Broeder, *J. Magn. Magn. Mat.*, **148**, 118 (1995).
- 24. B. D. Cullity, *Introduction to Magnetic Materials,* Reading (Masachussetts), Addison-Wesley, 1972.
- 25. U. Gradman and J. Müller, *Phys. Status Solidi*, **27**, 313 (1968).
- 26. P. F. Carcia, A. D. Meinhaldt and A. Suna, *Appl. Phys. Lett.*, **47**, 178 (1985).
- 27. F. J. A. den Broeder, W. Hoving e P. J. H. Bloemen, *J. Magn. Magn. Mat.*93, 562 (1991).
- 28. A. Moser, K. Takano, D. T. Marquilies, M. Albrecht, Y. Snobe, Y. Ykeda,
 H. Sun, and E. E. Fullerton. *J. Phys. D- Appl. Phys.*, **35**, R157 (2002).
- 29. Y. Nakamura, J. Magn. Magn. Mat., 200, 634 (1999).
- S. M. Rezende, *Ressonância Ferromagnetica e Ondas de Spin,* Anais da II Escola Brasileira de Magnetismo, CBPF, Rio de Janeiro, 1999.
- 31. M. S. Pessoa, F. Pelegrini, A. Biondo, E. Baggio-Saitovitch, "Magnetic Anisotropy of Co/Cu Multilayers Under Stress", Trabalho Apresentado no XXXII ENFMC, Águas de Lindóia, (2009).
- 32. S. V. VonsovsKii, Ferromagnetic Resonance, Oxford, Pergamon, 1966.
- 33. J. H. E. Griffths, *Nature*, **158**, 670 (1946).
- 34. C. Kittel, *Phys. Rev.*, **71**, 270 (1947).
- 35. C. Kittel, Phys. Rev., 73, 155 (1948).
- 36. J. Smit and H. G. Beljers, *Philips Res. Rep.* 10, 113 (1955).
- 37. R. Kordecki, R. Meckenstock, J. Pelzl, E. Becker, G. Dumpich, and G.Suran, *J. Magn. Magn. Mat*, **93**, 281 (1991).
- 38. C. P. E. Wigen, Z. Zhang. Braz. J. Phys., 22, 267 (1992).

- 39. P. E. Wigen, Z. Zhang, L. Zhou, M. Ye, J. A. Cowen. *J. Appl. Phys.*, 73, 6338 (1993).
- 40. S. Landi Júnior, "Ressonância Ferromagnética em Super Redes NiFe/Ru", Dissertação de Mestrado, Instituto de Física. Universidade Federal de Goiás, Goiânia, 2009.
- 41. John A. Weil, James R. Bolton, *Electron Paramagnetic Resonance*, New York, Wiley, 2007.
- 42. E. C. da Silva, R. Meckenstock, O. Von Geisau, R. Kordecki, J. Pelzl, J. A. Wolf, and P. Grünberg, *J. Magn. Magn. Mat.*, **121**, 528 (1993).
- 43. Yu. V. Goryunov, N.N. Garif' yanov, G.G. Khaliullin, I.A. Garifullin, L. R. Tagirov, F. Schreiber, Th. Mühge, and H. Zabel. *Phys. Rev. B.*, 52, 13450 (1995).
- 44. E. Popova, C. Tuisan, and A. Schuhl, F. Gendron, and N.A. Lesnik. *Phys. Rev. B*, **74**, 224415-1 (2006).
- 45. B. Heinrich, J.F. Cochran, M. Kowalewski, J. Kirschner, Z. Celinski, A.S. Arrott, and K. Myrtle, *Phys. Rev. B* **44**, 9348 (1991).
- 46. J. J. Krebs, P. Lubitz, A. Chaiken, and G. A. Prinz, *J. Appl. Phys.*, 69, 4796 (1991).