

Universidade Federal do Rio Grande do Sul
Instituto de Física

Exchange Bias em filmes de IrMn/Cu/Co*

Sabrina Nicolodi de Oliveira

Dissertação realizada sob orientação do Prof. Dr. Julian Penkov Geshev e co-orientação do Prof. Dr. Luiz Carlos Camargo Miranda Nagamine, apresentada ao Instituto de Física da UFRGS em preenchimento parcial dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Física.

Porto Alegre
04 de Abril de 2007

* Trabalho parcialmente financiado pelo Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) e Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES).

*Aos meus pais e ao Alexandre pelo
amor, carinho e incentivo.*

Agradecimentos

O trabalho de produção e escrita desta dissertação de mestrado é o resultado do esforço e dedicação de muita gente para que os louros recaiam sobre uma única pessoa. Portanto seria uma injustiça de minha parte não reconhecer o importante papel das pessoas e instituições. Agradeço a todos que de alguma forma contribuíram para esta grande realização de vida. Espero que aceitem meus agradecimentos, ainda que feitos de forma genérica.

Gostaria de agradecer meu orientador Prof. Dr. Julian Penkov Geshev, “Julian”, pela oportunidade e confiança depositada, por ter me apresentado o interessante tema dessa dissertação e acima de tudo pela eterna amizade.

Ao meu co-orientador Prof. Dr. Luiz Carlos Camargo Miranda Nagamine, “Naga”, pelas agitadas discussões, correções textuais e lingüísticas. “...vamos ir...”.

Ao Prof. Dr. Luis Gustavo Pereira, “Gugu”, pelas discussões, sugestões e pelas amostras. Também não poderia deixar de agradecer pelas inúmeras guloseimas fora de hora.

Ao Prof. Dr. João Edgar Schmidt, pela oportunidade de realização deste trabalho e pelo suporte em congressos nacionais e internacionais.

Ao Prof. Dr. Alexandre Da Cas Viegas, pelo auxílio nos tratamentos térmicos, sugestões, paciência, tolerância, incentivo, muita compreensão e por ter conquistado, no decorrer desse trabalho, o meu amor.

À minha família, meus pais Oberdan e Oraci, minhas irmãs Graciele, Angelita, Marcilia e seus respectivos maridos, meu irmão Alisson e ao meu sobrinho Rafael, pelo amor, carinho, apoio, união, compreensão,... em fim por tudo!

Aos meus tios Ieda, Euclides e minha “maninha” Teca por terem me acolhido com muito carinho nos primeiros tempos aqui em Porto Alegre.

Aos meus colegas do LAM, pelas discussões, pela paciência e tolerância naqueles dias de péssimo humor, que não foram poucos, pelas muitas rizadas e pela eterna amizade: Dr. Antônio Marcos H. de Andrade (Teco), Dr^a Janaina G. Borges (Jana) e MSc. Gustavo M. B. Castro (Tuiuiu).

A todos os IC’s do LAM, em especial à Deise, Juliana e Máira, pelas medidas, paciência, tolerância “naqueles” dias, pelos muitos cafezinhos e chimarrões, e pela grande amizade que se eternizou, “valeu!”.

Às amigas do “futisgurias” pelos jogos calorosos de apoio psicológico, em especial a Kelen, Karen, Marcinha e Suzana.

Ao Dr. Antonio Azevedo e Dr. Roberto Rodríguez-Suárez da Universidade Federal de Pernambuco pelas medidas de FMR.

Ao C. Deranlot e F. Petroff da Unité Mixte de Physique CNR/Thales pelas amostras.

Ao Otelo, pelos difratogramas de Raios-X.

Em fim agradeço ao CNPq e à CAPES pelo auxílio financeiro.

Resumo

Medidas de magnetização (MAG) e de ressonância ferromagnética (FMR) foram usadas para estudar a interação de troca entre a camada antiferromagnética (AFM) de IrMn e a ferromagnética (FM) de Co no sistema IrMn/Cu/Co em função da espessura do Cu. Parâmetros importantes extraídos destas medidas foram comparados com os respectivos valores obtidos dos ajustes dos dados experimentais através de um modelo fenomenológico. Foi observada uma concordância muito boa entre os dados experimentais e os simulados numericamente. Os valores dos campos de anisotropia e de interação, obtidos pelas duas técnicas, MAG e FMR, foram comparados. Observou-se que, apesar das variações angulares experimentais dos campos de *Exchange Bias* coincidirem para todas as amostras, a intensidade de acoplamento J e os campos de anisotropia das camadas de Co (obtidos via simulação numérica) H_U , são diferentes. Para todas as espessuras de Cu, vimos que $J^{FMR} > J^{MAG}$ e $H_U^{FMR} < H_U^{MAG}$. Outro resultado importante é que J diminui exponencialmente com o aumento da espessura do espaçador, resultado de uma interação de curto alcance mediada por *pinholes*.

Todas estas características foram explicadas através de um modelo que considera camadas magnéticas policristalinas com distribuições de eixos fáceis independentes, tomando em conta a anisotropia rodável. Conhecer o papel dos grãos AFM com diferentes tamanhos e diferentes estabilidades magnéticas também é essencial para entender as propriedades deste sistema.

Os fatos dos H_{EB} observados serem iguais (diferentemente dos resultados até agora conhecidos) e as interações assim como as anisotropias uniaxiais serem diferentes foram atribuídos ao fato de que as duas técnicas detectam processos diferentes. A medição estática, MAG, prioriza a amostra como um todo, enquanto a FMR (a qual depende da frequência de oscilação da magnetização) detecta somente os momentos magnéticos cujos tempos de relaxação são menores do que o tempo de excitação da microonda. Quando não existe mais contato entre as camadas de IrMn e Co (e conseqüentemente, a interação), as diferenças entre as medidas não são mais observadas.

Abstract

Magnetization (MAG) and ferromagnetic resonance (FMR) measurements were used to study the exchange interaction between the IrMn (antiferromagnetic, AFM) and Co (ferromagnetic, FM) layers in an IrMn/Cu/Co system as a function of the Cu spacer thickness. Important parameters, extracted from these measurements, were compared with the respective values obtained from the experimental data fittings through a phenomenological model, and a very good agreement between experiment and model was observed. The comparison between the anisotropy and interaction fields obtained from both techniques, MAG and FMR, showed that although the experimental angular variations of the exchange-bias fields, H_{eb}^{FMR} and H_{eb}^{MAG} coincide, the coupling strengths, J and the Co layers' anisotropy fields, H_U , obtained via numerical simulations, are different. For all Cu thicknesses, it was estimated that $J^{FMR} > J^{MAG}$ e $H_U^{FMR} < H_U^{MAG}$. Another important result is that J decreases exponentially with the spacer thickness and is a short-range interaction mediated by pinholes.

All these characteristics were explained in the framework of a model considering polycrystalline magnetic layers with independent easy axis distributions and taking into account the rotatable anisotropy. The role of antiferromagnetic grains at the interface with different sizes and different magnetic stability is essential for understanding the behavior of this exchange-biased system.

The facts that the observed H_{eb}^{FMR} and H_{eb}^{MAG} are equal (differently from all results known till now) and that the interactions as well as the uniaxial anisotropies are different were attributed to the different processes detected by the techniques. While the static MAG measurement 'senses' the sample as a whole, the FMR (which depends on the frequency of the oscillation of the magnetization) detects only the magnetic moments with relaxation times less than the period of the microwave excitation. There are no differences observed between the measurements when there is no contact (and consequently, the interaction) between the IrMn and Co layers.

Sumário

INTRODUÇÃO	6
1 CONSIDERAÇÕES TEÓRICAS	8
1.1 Ferromagnetismo e antiferromagnetismo	8
1.2 Anisotropia magnética	9
1.2.1 Anisotropia magnetocristalina	10
1.2.2 Anisotropia de forma	13
1.2.3 Anisotropia rodável	14
1.3 Exchange Bias	15
1.3.1 Modelos teóricos	19
1.3.2 Modelo de Mauri e colaboradores	21
1.4 Ressonância ferromagnética	28
2 TÉCNICAS EXPERIMENTAIS	24
2.1 Introdução	24
2.2 Magnetômetro de força de gradiente alternado (AGFM)	25
3 AMOSTRAS	31
3.1 Introdução	31
3.2 Preparação das amostras	31
3.3 Caracterização estrutural das amostras: Difração de raios-X	33
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES	35
4.1 Resultados experimentais	35
4.1.1 Medidas de magnetização	35
4.1.2 Medidas de FMR	45
4.2 Descrição do modelo	48
4.2.1 Ajustes das curvas de magnetização	53
4.2.2 Ajuste das curvas de FMR	59
4.3 Discussões	60
CONCLUSÕES	65
REFERÊNCIAS	67
ANEXO A – Parâmetros das simulações	74
ANEXO B – Artigos publicados	75

INTRODUÇÃO

O fenômeno de *Exchange Bias* (EB) tem sido extensivamente estudado nas duas últimas décadas devido aos desafios científicos que apresenta e a seu potencial de aplicação em dispositivos magneto-eletrônicos. Este fenômeno, observado em diversos sistemas, foi descoberto em 1956 por Meiklejohn e Bean¹. Uma das suas manifestações mais conhecidas consiste no deslocamento em campo do ciclo de histerese de um material ferromagnético (FM) quando em contato atômico com um material antiferromagnético (AFM). Devido ao acoplamento de troca entre os momentos magnéticos dos dois materiais, cria-se um eixo fácil ao longo do qual é induzido um campo de anisotropia unidirecional.

Entretanto, a origem deste fenômeno ainda não está suficientemente compreendida. Muitas controvérsias existem na literatura, entre elas está o fato de que diferentes técnicas de medidas podem resultar em valores distintos para o campo de *Exchange Bias*^[2, 3, 4, 5, 6, 7, 8]. Isto tem sido atribuído à rotação da magnetização ao longo da espessura do filme FM⁹, aos diferentes números de momentos AFM estáveis na interface AFM/FM em medidas de alto e baixo campo magnético, respectivamente, ou à inconsistência do modelo usado para interpretar o experimento¹⁰. Tem sido mostrado que os campos de EB, derivados a partir de técnicas perturbativas e não-perturbativas, devem, em geral, ser diferentes¹¹. As influências das configurações magnéticas, rugosidades ou presença de defeitos na interface AFM/FM ainda estão longe de ser bem compreendidas. Além disso, existe uma outra controvérsia a respeito das interações AFM/FM, isto é, se elas são de curto¹² ou longo¹³ alcance.

Estes pontos são alguns dos fatores que motivaram o presente trabalho. O sistema IrMn/Cu/Co foi escolhido para realizar este estudo, pois ele apresenta várias propriedades de importância tecnológica, tais como uma boa resistência à corrosão, relativamente grande constante de anisotropia unidirecional, alta temperatura de bloqueio e baixa espessura crítica do IrMn¹⁴.

Nesta dissertação está apresentado um estudo do comportamento magnético do sistema IrMn/Cu/Co depositado por *Magnetron Sputtering*, sendo posteriormente tratado termicamente na presença de um campo magnético. Foram estudadas a intensidade de interação entre a camada AFM de IrMn e a camada FM de Co através da intercamada de Cu, assim como seus parâmetros de anisotropia em função da espessura de cobre. Os resultados

obtidos através de duas diferentes técnicas de caracterização, MAG e FMR foram comparadas. Um modelo fenomenológico foi usado para interpretar os resultados.

No que diz respeito à organização deste trabalho, no primeiro capítulo está apresentada uma breve revisão teórica dos conceitos básicos de ferromagnetismo, antiferromagnetismo e anisotropia magnética, incluindo o fenômeno de EB e os modelos teóricos mais relevantes propostos para a sua explicação; no capítulo dois, encontram-se as discussões das técnicas experimentais utilizadas para o desenvolvimento desse trabalho dando ênfase à magnetometria de força de gradiente alternado; o método de preparação das amostras bem como sua caracterização estrutural é dado no capítulo três; no capítulo quatro estão apresentados os resultados experimentais das medidas de MAG e FMR, a descrição do modelo fenomenológico usado, as discussões dos resultados e as devidas comparações; finalmente, no capítulo cinco, estão apresentadas as conclusões deste trabalho, seguido das referências e anexos.

1 CONSIDERAÇÕES TEÓRICAS

1.1 Ferromagnetismo e antiferromagnetismo

Os filmes estudados consistem em camadas de materiais ferromagnéticos e antiferromagnéticos. Um material é dito ferromagnético (FM) quando apresenta uma orientação espontânea paralela (ilustrado na Figura 1.1) dos momentos magnéticos de átomos adjacentes abaixo de uma certa temperatura crítica, chamada de temperatura de Curie (T_C), mesmo na ausência de um campo magnético externo.

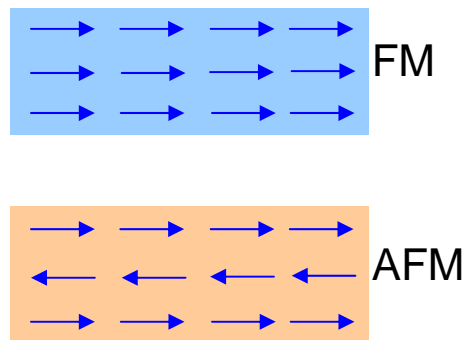


Figura 1.1: Representação ilustrativa dos arranjos (FM) ferromagnéticos e (AFM) antiferromagnéticos.

A magnetização de saturação (M_S), definida como o momento magnético total na direção do campo aplicado por unidade do volume¹⁵, apresenta uma dependência em relação à temperatura que pode ser vista na Figura 1.2 para os elementos de transição Fe, Co e Ni. Acima de T_C , a magnetização de saturação tende a zero, uma vez que os momentos magnéticos efetivos são reduzidos por efeito da excitação térmica, e o material se comporta como um paramagnético.

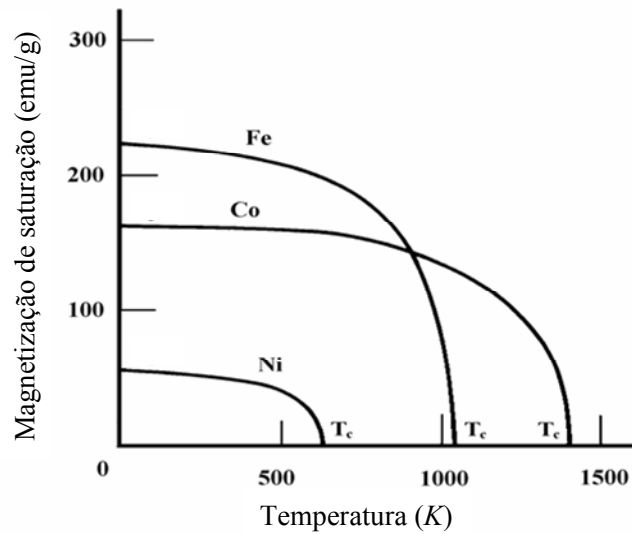


Figura 1.2: Magnetização de saturação do Fe, Co e Ni em função da temperatura¹⁵.

Para materiais massivos ou filmes espessos, o valor de T_C depende exclusivamente de sua composição¹⁶. Entretanto, para filmes finos a temperatura de Curie depende de outros fatores tais como a anisotropia magnética e o acoplamento de troca¹⁷.

Em materiais antiferromagnéticos (AFM), a interação de troca entre átomos vizinhos provoca orientações antiparalelas dos seus momentos magnéticos, ou seja, estes materiais apresentam no mínimo duas sub-redes com momentos iguais e opostos como ilustrados na Figura 1.1, o que faz com que o momento total seja zero na ausência de campo magnético e abaixo de uma temperatura crítica, conhecida como temperatura de Néel (T_N). Acima dessa temperatura o material se comporta como um material paramagnético.

1.2 Anisotropia magnética

A anisotropia magnética é uma das propriedades mais importantes dos materiais magnéticos, tanto do ponto de vista fundamental quanto de aplicações tecnológicas, por isso tem sido extensamente estudada nos últimos 80 anos. A magnetização espontânea nos

materiais magnéticos possui eixos preferenciais de orientação, definindo assim direções de anisotropia preferenciais, ou seja, eixos de fácil, intermediárias, e de difícil magnetização. Em outras palavras, na ausência de campo externo a magnetização se orienta na direção do eixo fácil minimizando a energia do sistema. A anisotropia pode estar relacionada com os eixos do cristal, com a forma geométrica, com a superfície, com tensões mecânicas ou ainda com outros fatores.

As principais manifestações da anisotropia magnética são^{15, 18, 19}: anisotropia cristalina ou magnetocristalina, anisotropia de forma, anisotropia por “*stress*” ou magnetoelástica, anisotropia de troca ou “*exchange anisotropy*” e anisotropia de superfície, que em filmes finos podem aparecer como anisotropia de superfície magnetocristalina, dipolar e magnetoelástica.

Anisotropias podem ainda ser induzidas por tratamento térmico (“annealing”) na presença de campo magnético, por deformação plástica ou ainda por irradiação com partículas de alta energia com campo magnético aplicado.

No sistema IrMn/Cu/Co aqui estudado, estão envolvidas algumas anisotropias que serão brevemente discutidas a seguir.

1.2.1 Anisotropia magnetocristalina

Anisotropia magnética cristalina ou anisotropia magnetocristalina é intrínseca do material estando associada à sua simetria, sendo sua origem física associada à interação spin-órbita. A forma mais simples de anisotropia magnetocristalina é a anisotropia uniaxial, E_U . O cobalto de estrutura hexagonal exibe esse tipo de anisotropia, à temperatura ambiente e na ausência de campo magnético externo aplicado, apresentando eixo de fácil magnetização ao longo do seu eixo cristalino c . Qualquer direção do plano basal é igualmente eixo de difícil magnetização. A descrição fenomenológica para a energia da anisotropia magnetocristalina uniaxial é expressa por uma expansão em série de potências de $\sin^2\varphi$,

$$E_u(\varphi) = K_1^u \sin^2\varphi + K_2^u \sin^4\varphi + \dots, \quad (1.1)$$

onde K_1'' e K_2'' são as constantes de primeira e segunda ordem da energia de anisotropia uniaxial, respectivamente, e φ é o ângulo entre M_S e o eixo c . Normalmente o primeiro termo, $K_1'' \sin^2 \varphi$, é suficiente para expressar a energia, pois este é muito maior que o segundo. Para Co hcp, à temperatura ambiente¹⁸, $K_1'' = 4.1 \times 10^6 \text{ erg/m}^3$ e $K_2'' = 1.0 \times 10^6 \text{ erg/m}^3$.

Para cristais cúbicos, como o ferro, a energia de anisotropia pode ser expressa em termos dos cossenos diretores da magnetização interna, $(\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3)$, com relação aos três eixos do cubo. Existem muitas direções equivalentes nas quais a energia de anisotropia tem o mesmo valor. A expressão fenomenológica da energia neste caso é dada por:

$$E_c = K_1^c (\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2) + K_2^c \alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \dots, \quad (1.2)$$

onde $\alpha_1 = \sin \vartheta \cos \varphi$, $\alpha_2 = \sin \vartheta \sin \varphi$, $\alpha_3 = \cos \vartheta$, e K_1^c e K_2^c são as constantes de anisotropia cúbica de primeira e segunda ordem, ϑ e φ são os ângulos polar e azimutal, respectivamente, que definem a orientação da magnetização do material como mostrado na Figura 1.3.

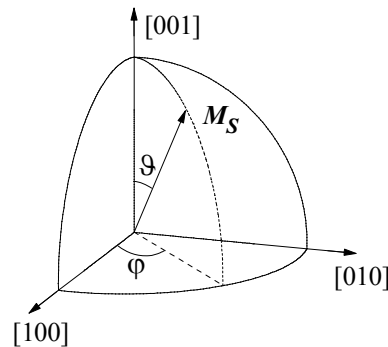


Figura 1.3: Definição da orientação da magnetização em relação aos eixos cristalográficos.

À temperatura ambiente, para o ferro¹⁸, as constantes têm o seguinte valor $K_1^c = 4.8 \times 10^5 \text{ erg/cm}^3$ e $K_2^c = |5.0| \times 10^4 \text{ erg/cm}^3$. Quando $K_1^c > 0$, o primeiro termo da expressão acima tem seu valor mínimo nas direções [100], [010] e [001], ao passo que, quando $K_1^c < 0$, o mínimo está nas direções [111]. São estas então as direções de fácil magnetização.

Como exemplos, nas Figuras 1.4 e 1.5 estão mostrados as estruturas cristalinas do ferro (cúbico) e cobalto (hcp) e suas curvas de magnetização para diferentes direções de campos aplicados em relação aos eixos cristalográficos.

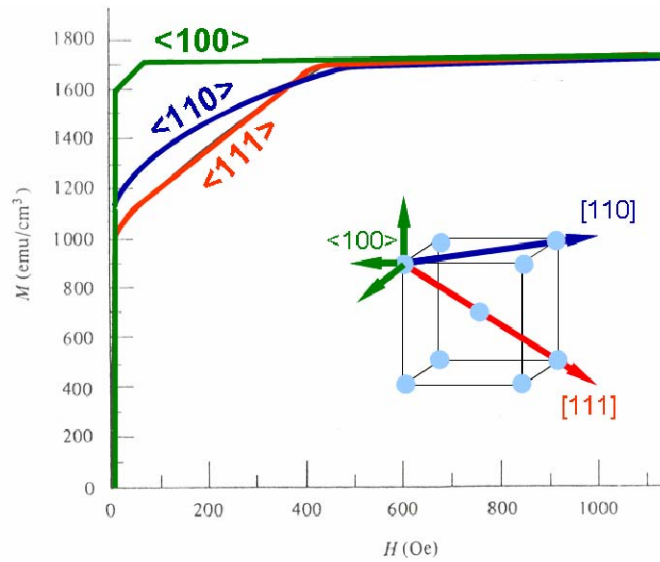


Figura 1.4: Estrutura cristalina mostrando as direções de fácil e difícil magnetização para o ferro, e as respectivas curvas de magnetização^{18,20}.

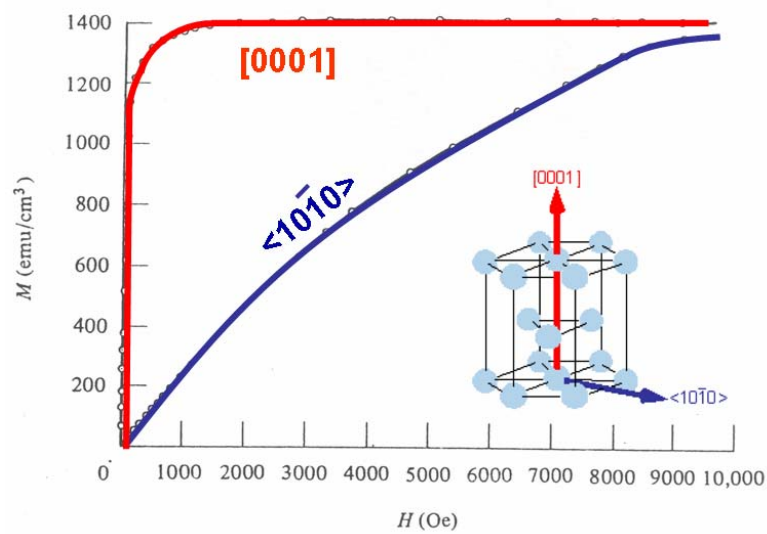


Figura 1.5: Estrutura cristalina mostrando as direções de fácil e difícil magnetização para o cobalto hcp, e as respectivas curvas de magnetização^{18,20}.

1.2.2 Anisotropia de forma

A forma geométrica do material induz uma anisotropia no sentido de favorecer a orientação da magnetização espontânea na direção do eixo mais longo do material. Em filmes finos, onde uma dimensão pode ser desprezada quando comparada às outras duas²¹, a energia de anisotropia de forma ou de configuração pode ser escrita como

$$E_d = \frac{1}{2} H_d M_S \cos^2 \vartheta, \quad (1.3)$$

onde $\mathbf{H}_d = N_d \mathbf{M}_S$ é o campo desmagnetizante (\mathbf{H}_d é antiparalelo a \mathbf{M}_S), N_d é o coeficiente de desmagnetização na direção de \mathbf{M}_S , e ϑ é o ângulo entre a magnetização e a normal ao filme.

A origem física de \mathbf{H}_d é a formação de momentos magnéticos não compensados (como se fossem dipolos) na superfície do material com direção oposta a magnetização, como ilustrado na Figura 1.6.

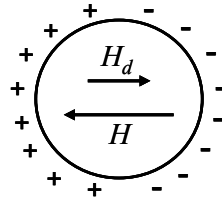


Figura 1.6: Dipolos criados na superfície da esfera magnetizada¹⁸.

Quando a magnetização for uniforme, o campo efetivo \mathbf{H}_{eff} que atua dentro do material magnético será descrito como,

$$\mathbf{H}_{eff} = \mathbf{H} + \mathbf{H}_d, \quad (1.4)$$

onde \mathbf{H} é o campo magnético aplicado. Na Figura 1.7 podemos observar um exemplo do efeito da anisotropia de forma, onde a curva **a** (linha tracejada) representa uma curva de

magnetização medida experimentalmente, e a curva **b** (linha cheia) representa a curva obtida após a subtração do campo desmagnetizante.

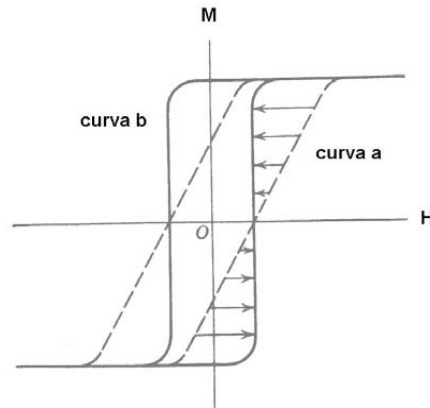


Figura 1.7: Curva de magnetização mostrando o efeito do campo desmagnetizante¹⁸.

1.2.3 Anisotropia rodável

A anisotropia rodável (*rotatable anisotropy*), descrita primeiramente em 1961 por Prosen, Holmen e Gran²², é definida como aquela cujo eixo fácil pode ser girado pela aplicação de um campo intenso, diferindo da anisotropia induzida em filmes finos, que pode ter seu eixo fácil girado somente pelo aquecimento e resfriamento em um campo magnético aplicado²³.

Para bicamadas FM/AFM acopladas, dois modelos foram propostos para explicar a origem da anisotropia rodável. Ambos consideram a existência de duas partes na camada AFM, uma com anisotropia rodável e outra sem esta.

Em 1972, Fulcomer e Charap²⁴ trataram das propriedades térmicas do sistema de grãos AFM com orientação e magnetização uniformes, onde a barreira para inversão da magnetização foi determinada por uma anisotropia que depende do volume da partícula. Este modelo é uma boa aproximação para grãos AFM muito pequenos.

O modelo de Stiles e McMichael²⁵ de 1999 trata de grãos AFM aleatoriamente orientados e com paredes de domínios parciais para grandes grãos, onde a barreira para inversão da magnetização é determinada por uma energia de parede de domínio. O modelo

também inclui rotação não homogênea como um mecanismo adicional para o aumento da coercividade e que contribui em todas as temperaturas.

O efeito da anisotropia rodável pode ser visto nas medidas de ressonância ferromagnética com um aumento da largura de linha e um deslocamento na frequência ou no campo de ressonância⁵.

Geshev e colaboradores²⁶, em 2002, visando explicar o aumento da coercividade em sistemas AFM/FM, assim como as suas dependências com a temperatura, propuseram um modelo baseado numa distribuição de eixos fáceis dos grãos da camada AFM, supondo interfaces não compensadas onde os grãos localizados nessa interface podem inverter sua magnetização irreversivelmente, produzindo anisotropia rodável, e definindo um termo para E_{ra} energia de anisotropia rodável como

$$E_{ra} = -K_{ra} \left(\frac{\mathbf{M}_{FM} \cdot \hat{\mathbf{h}}}{M_{FM}} \right)^2, \quad (1.5)$$

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

1.3 Exchange Bias

Em 1956, Meiklejohn e Bean¹ observaram o fenômeno polarização por intercâmbio ou “*Exchange Bias*” (EB), sendo que uma das manifestações é o deslocamento em campo do ciclo de histerese de um material FM quando este está em contato atômico com um material AFM. Este deslocamento é admitido como sendo provocado pela interação de troca (ou intercâmbio) entre os materiais FM e AFM. Este último deve apresentar anisotropia muito mais forte do que a do material FM. Fenomenologicamente, pode-se atribuir a esta interação uma energia de anisotropia unidirecional (ou mais exatamente “unisentidal”, pois esta palavra representa melhor o fenômeno, uma vez que o campo de anisotropia de EB tem um sentido bem definido e não uma direção). A energia magnética de anisotropia unidirecional (*exchange anisotropy*) é expressa na seguinte forma,

$$E_{EX} = -J \cos \beta, \quad (1.6)$$

onde J é a constante de interação de troca (*exchange*) e β é o ângulo entre os momentos FM e AFM. Esta relação reflete o fato de que o único estado de equilíbrio é o de M_S do material FM paralelo à direção da magnetização do material AFM²⁷. A origem microscópica do deslocamento do ciclo de histerese ainda não está suficientemente compreendida.

No artigo de revisão de Nogués e colaboradores²⁷ está ilustrado um modelo intuitivo, baseado nos trabalhos de Meiklejohn e Bean^{1,28,29}, para uma bicamada de filmes finos composta de materiais FM/AFM. Neste modelo supõe-se uma bicamada FM/AFM de filmes finos crescida sem campo magnético aplicado. Considerando que o sistema esteja em uma temperatura $T_N < T < T_C$, quando aplicado um campo magnético externo, os spins FM alinham-se com o campo, enquanto os spins da camada AFM estão aleatoriamente distribuídas, pois estão no estado paramagnético (Fig. 1.8a). Então se resfria o sistema, com campo magnético aplicado e temperatura $T < T_N$, os spins da camada AFM próximos à interface se alinham paralelamente aos spins da camada FM (Fig. 1.8b). Os spins de toda a camada AFM estão configurados de forma que a magnetização líquida total seja zero.

Na medida em que o campo magnético é revertido, os spins da camada FM tendem a girar, enquanto os da camada AFM mantêm-se praticamente presos devido à sua forte anisotropia, sendo essa bem maior do que a da camada FM. Assim, os spins interfaciais da camada AFM exercem um torque sobre os spins da camada FM, tentando mantê-los na posição original (Fig. 1.8c). Aumentando-se ainda mais a magnitude do campo magnético no sentido reverso ao do resfriamento, consegue-se vencer o torque exercido pelos spins interfaciais da camada AFM e os spins da camada FM giram até ser obtida a situação de saturação (Fig. 1.8d). Variando-se, agora, o campo magnético no mesmo sentido do campo durante o resfriamento, os spins da camada FM giram, coerentemente, mesmo antes de haver a reversão do campo magnético, pois agora os spins do AFM exercem um torque no mesmo sentido do campo aplicado (Fig. 1.8e).

O sistema funciona como se houvesse um campo de “*bias*” (H_{EB}) interno gerando assim um desvio no ciclo de histerese. Para a maioria dos sistemas magnéticos que apresentam EB, o centro do ciclo de histerese desloca-se para campos negativos se o campo durante o resfriamento for aplicado no sentido positivo, onde, conforme o modelo intuitivo, os spins interfaciais das camadas FM e AFM acoplam-se ferromagneticamente.

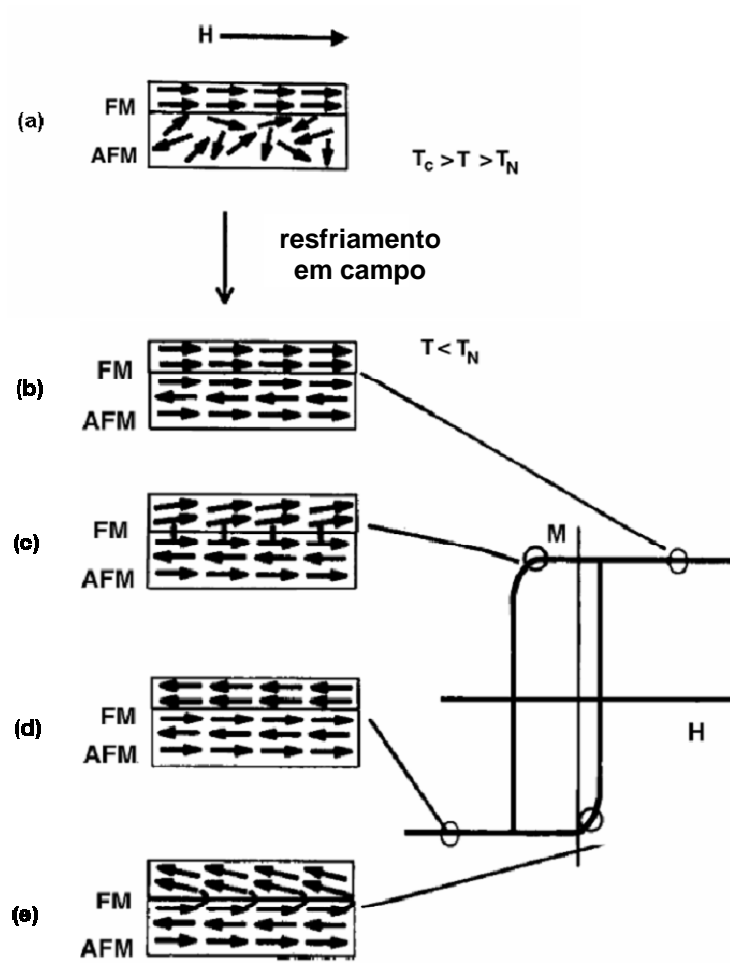


Figura 1.8: Diagrama esquemático da configuração de spins de uma bicamada FM-AFM²⁷.

Nos sistemas com EB, a temperatura crítica na qual o efeito de EB se extingue é chamada temperatura de bloqueio (T_B)³⁰, sendo que na grande maioria dos casos, $T_B < T_N$.

No diagrama da Figura 1.8 as configurações de spins são ilustradas usando uma configuração interfacial colinear, ou seja, onde os spins interfaciais da camada FM e da camada AFM estão alinhados sobre uma mesma reta. As configurações interfaciais colineares podem ser de duas formas: estrutura interfacial compensada (magnetização nula da contribuição interfacial da camada AFM) ou não-compensada (magnetização não nula da contribuição interfacial da camada AFM), como mostra a Figura 1.9.

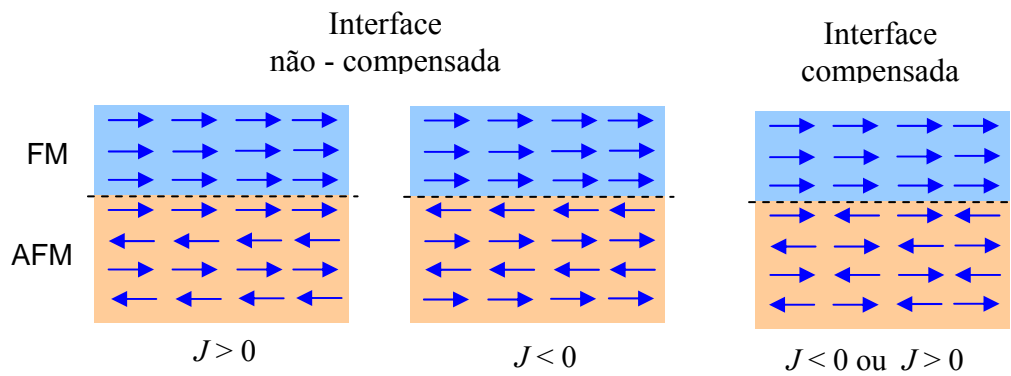


Figura 1.9: Diagrama esquemático das configurações interfaciais colineares de spin em bicamadas FM-AFM³¹.

Aqui, $J < 0$ corresponde à configuração interfacial onde o acoplamento entre as camadas FM e AFM é antiferromagnético resultando no EB positivo, ou seja, deslocando o centro do ciclo de histerese para campos positivos. Os spins FM e AFM interfaciais podem ainda formar configurações não-colineares, como mostra a figura 1.10. Neste caso particular, os spins (domínios) da camada AFM estão alinhados perpendicularmente aos spins da camada FM. É relevante dizer que a não-colinearidade pode gerar ângulos desde 0° até 180° entre os domínios FM e AFM.

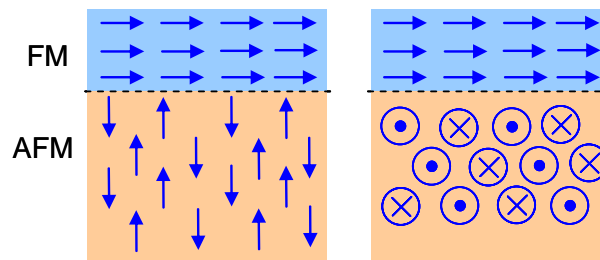


Figura 1.10: Diagrama esquemático das configurações não-colineares (ângulo de 90°) em bicamadas FM-AFM³¹.

Muitas outras configurações de spins são possíveis: por exemplo, podem ocorrer formação de paredes de domínios no FM e no AFM, “*spin-flop*” (orientação transversal dos momentos magnético com relação ao campo aplicado) dos spins interfaciais do AFM, entre outros. Outro conceito importante é a idéia de spins FM “*pinned*” (fixos ou presos) e “*unpinned*” (não-fixos ou livres) pela anisotropia da camada AFM, pois somente os spins que se encontram “presos” participam do mecanismo que gera o efeito de *Exchange Bias*. Nas

camadas AFM, ainda pode-se dividir os spins interfaciais entre reversíveis e irreversíveis, frente à ação da magnetização, ou seja, alguns spins da camada AFM podem reverter sua magnetização junto com os spins do FM, enquanto outros continuam “presos”.

1.3.1 Modelos teóricos

Os campos de troca obtidos pelos primeiros modelos sofriam uma discrepância de ser duas ordens de grandeza maiores que os valores experimentais. Para explicar estas diferenças, vários modelos alternativos foram propostos. Abaixo segue a tabela 1, resumindo os modelos teóricos mais relevantes.

Tabela 1: Modelos para descrever o *Exchange Bias*³¹.

Teoria	Principais características	Estrutura magnética da interface	Principais resultados
Primeiro trabalho (Meiklejohn)	Rotação coerente da magnetização FM e AFM	Camada AFM da interface não compensada, $m_{FM} m_{AFM}$ (m: magnetização bulk)	H_{EB} muito maior do que observado experimentalmente
Modelo de Néel (Néel)	Aproximação contínua	Camada AFM da interface não compensada, $m_{FM} m_{AFM}$	Parede de domínio na AFM, necessariamente mais largo do que o bloco da FM
Primeiro modelo de interface aleatória (Malozemoff)	Defeitos aleatórios criam campos aleatórios	Camada AFM da interface não compensada, $m_{FM} m_{AFM}$	Razoável valor H_{EB} o qual depende da concentração de defeitos
Modelo de paredes de domínio AFM (Mauri et al.)	Acoplamento na interface FM; filme fino	Camada AFM da interface não compensada, $m_{FM} m_{AFM}$	Razoável valor de H_{EB}
Magnetização ortogonal de FM e AFM (Koon)	Spins oblíquos na interface AF	Camada AFM da interface compensada, $m_{FM} \perp m_{AFM}$	Estrutura de interface magnética realística
Interface distribuída aleatoriamente (Schulthes e Butler)	Rugosidade na interface; interação dipolar é incorporada	Interface AFM compensada $m_{FM} \perp m_{AFM}$ e $m_{FM} m_{AFM}$	Razoável valor H_{EB} coercividade finita, dependente da concentração de defeitos

O primeiro modelo para explicar o fenômeno de EB foi o modelo AFM rígido ou intuitivo, proposto em 1956 por Meiklejohn e Bean^{1,28,29}, que considera a energia por unidade de área interfacial do sistema de EB, assumindo uma rotação coerente da magnetização, para um caso simples em que a anisotropia FM é assumidamente pequena. Este mostra que H_{EB} é determinado pela competição entre a energia Zeeman e a energia de interface de EB, e também depende da espessura do material FM. Entretanto, os valores obtidos experimentalmente para o valor de H_{EB} não eram reproduzidos pelos cálculos usando este modelo. Assim, surgiram novas idéias para explicar o fenômeno.

Dez anos após a descoberta do EB, Néel³² considerou um material AFM com anisotropia fraca e com estrutura interfacial de spins não compensada que se acopla ferromagneticamente com a camada interfacial do FM. Desta forma, a magnetização é considerada uniforme dentro de cada camada atômica e paralela à interface. Néel obteve um perfil da magnetização para as diversas camadas FM e AFM. Entretanto, a aproximação contínua requer uma espessura mínima dos materiais FM e AFM para ser válida. Então, mesmo que o modelo de Néel seja importante, sua aplicação é restrita a filmes relativamente espessos.

Em 1987, Malozemoff³³ propôs o modelo de interface aleatória baseado em interfaces FM/AFM com uma dada rugosidade, de forma que estruturas interfaciais de spins compensadas e não compensadas pudessem ser formadas. Sua idéia é fundamentada em uma interface rugosa gerando um campo magnético randômico que atua nos spins interfaciais, produzindo a anisotropia unidirecional, responsável pelo deslocamento assimétrico da curva de histerese. Deste modo, considerando uma rede cúbica simples, é possível conciliar os dados experimentais com a teoria, reduzindo o erro em duas ordens de grandeza. No mesmo modelo obtém-se uma razão ainda menor ao considerar-se a formação de paredes de domínios AFM nas vizinhanças das interfaces. Apesar do sucesso em obter uma razoável estimativa para H_{EB} , este modelo tem como grande problema ser dependente da concentração de defeitos na interface, o que não é consistente com os experimentos.

Logo em seguida a esta proposta, Mauri e colaboradores³⁴ propuseram um outro modelo que sugere uma formação de parede de domínio na interface FM/AFM. Neste caso, é considerado um filme FM ultrafino sobre um substrato AFM infinitamente espesso com anisotropia uniaxial, com um acoplamento interfacial ferromagnético. Assume-se uma espessura da camada FM muito fina, formando assim uma parede de domínio somente dentro da camada AFM. Esse modelo fornece valores razoáveis de H_{EB} , já que um limite superior para a energia de troca é imposto pela formação da parede de domínio no AFM. O modelo de

Mauri e colaboradores é o que melhor descreve os resultados do nosso trabalho, merecendo uma descrição mais detalhada, que será apresentada na próxima Seção.

Em 1997, Koon³⁵ sugeriu o modelo de magnetizações FM e AFM ortogonais explicando EB em filmes finos com interfaces FM/AFM compensadas por meio de cálculos micromagnéticos. Seu principal resultado foi estabelecer, com base em um modelo de Heisenberg, que a configuração do estado fundamental corresponde à orientação perpendicular dos momentos FM relativos à direção de eixo fácil da camada AFM. Koon também mostrou que os momentos magnéticos AFM na interface exibem *canting*, ou seja, estes não estão exatamente paralelos aos eixos fáceis, mas com uma pequena inclinação em relação a eles. O trabalho de Koon é relevante em estabelecer a correta estrutura magnética na interface mas, infelizmente, este falha para descrever o EB. Em outras palavras, a estrutura magnética gerada no plano não é suficiente para gerar o EB, isto é, produzir a anisotropia unidirecional requerida e consequentemente o deslocamento da histerese.

Schulthess e Butler³⁶ utilizaram os modelos de interface aleatória e incluíram o de Koon para criar um modelo ainda baseado nas energias de anisotropia e de Zeeman, adicionadas a um termo que considera interações dipolares originados na interface rugosa. As propriedades magnéticas são obtidas usando aproximações de micromagnetismo clássico, a equação de movimento do spin de Landau-Lifshitz, incluindo o termo de Gilbert-Kelley. Neste modelo temos uma dependência do viés de troca com a concentração de defeitos na interface, os valores de H_{EB} calculados dão valores próximos aos observados experimentalmente e a coercividade magnética resulta em um valor finito.

Durante os últimos anos outros modelos foram desenvolvidos, tais como o de interface feito por Kiwi³⁷, que explica o *Exchange Bias* positivo, e o modelo de variação de campo local proposto por Stiles e McMichael²⁵, que se baseia na interação de átomos individuais ou momentos magnéticos, entre outros. No entanto, a maioria deles é um aperfeiçoamento ou uma combinação dos modelos já descritos.

1.3.2 Modelo de Mauri e colaboradores

Mauri e colaboradores³⁴ propuseram um modelo ilustrado na Figura 1.11, que sugere a formação de uma parede de domínio na camada AFM próximo à interface FM/AFM.

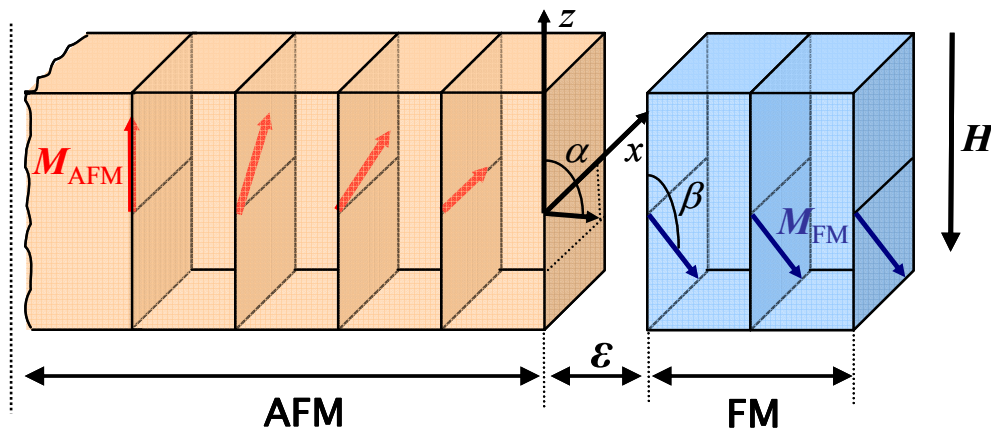


Figura 1.11: Diagrama esquemático do modelo de Mauri e colaboradores³⁴.

As principais considerações desse modelo são: i) filme FM fino sobre um substrato AFM infinitamente espesso, ambos com anisotropia uniaxial na direção z ; ii) uma interface FM/AFM de espessura ε , perfeitamente lisa, onde os spins do substrato AFM e da camada FM se acoplam ferromagneticamente; e iii) a espessura do FM, designada por t , é muito menor que a largura da parede de domínio possível de ser formada na camada FM. Assim, pode-se assumir que os spins na camada FM estão todos na mesma direção, formando um ângulo β com o eixo z . Os spins interfaciais do AFM fazem um ângulo α com o eixo z . Se $\alpha \neq 0$, uma parede de domínio se forma dentro do substrato AFM. A forma da energia total magnética desta interface é dada por,

$$E = -\sigma_w \cos \alpha - J \cos(\alpha - \beta) - K_{FM} t_{FM} \cos^2 \beta - H M_{FM} t_{FM} \cos(\phi_H - \beta). \quad (1.7)$$

onde o ϕ_H é o ângulo que define a direção de aplicação do campo magnético em relação ao eixo fácil.

Quando o campo magnético H é aplicado ao longo da direção fácil, em unidades de $\sigma_w (= 2\sqrt{AK})$, a energia por unidade de superfície de uma parede de domínio de 90° na camada AFM), pode ser escrita como,

$$\delta = -\cos \alpha - \lambda \cos(\alpha - \beta) + \mu \cos^2 \beta - h \cos \beta, \quad (1.8)$$

onde A e K são as constantes de interação e de anisotropia magnetocristalina, respectivamente, da camada AFM.

O primeiro termo da equação 1.7 é a energia de formação da parede de domínio dentro da camada AFM, o segundo termo é a energia de troca, sendo λ a constante de interação normalizada,

$$\lambda = J / \sigma_w, \quad (1.9)$$

onde J é a energia de acoplamento interfacial efetiva. O terceiro termo é a energia de anisotropia da camada FM, sendo μ a constante de anisotropia normalizada com K_{FM} positivo,

$$\mu = -K_{FM}t / \sigma_w, \quad (1.10)$$

e o último termo é a energia magnetostática, sendo h o campo magnético normalizado,

$$h = HM_S t / \sigma_w, \quad (1.11)$$

onde M_S é a magnetização de saturação da camada FM.

Para os casos limites onde $\lambda \ll 1$ e $\lambda \gg 1$, obtém-se prontamente o campo de *Exchange Bias*, H_{EB}

$$H_{EB} = -J / M_S t \quad \text{para } \lambda \ll 1, \quad (1.12)$$

ou

$$H_{EB} = \sigma_w / M_S t \quad \text{para } \lambda \gg 1, \quad (1.13)$$

fornecendo assim valores razoáveis de H_{EB} , já que um limite superior para a energia de troca é imposto pela formação da parede de domínio na camada AFM. Uma das limitações deste modelo é que a constante anisotrópica K_{AFM} deve ser pequena o suficiente para que uma parede de domínio possa se formar na camada AFM. Caso contrário torna-se energeticamente favorável à formação de parede de domínio na camada FM.

Em 2000, Geshev¹⁰ forneceu a solução analítica para as curvas de magnetização referente ao modelo de Mauri e colaboradores para o caso de campo magnético aplicado ao longo do eixo fácil comum (dos AFM e FM) do sistema, e para quaisquer valores de energia de interação, uniaxial FM, e de parede de domínio da camada AFM.

2 TÉCNICAS EXPERIMENTAIS

2.1 Introdução

Neste trabalho, duas diferentes técnicas (reversíveis e não-reversíveis) de caracterização magnética foram usadas para a obtenção dos parâmetros magnéticos do sistema IrMn/Cu/Co que apresenta o fenômeno de EB. Foram elas medidas de magnetização e ressonância ferromagnética (FMR).

A caracterização magnética via técnica que envolve rotações irreversíveis de momentos magnéticos do sistema IrMn/Co realizamos através de medidas de curvas de magnetização (MAG) usando-se um magnetômetro de força de gradiente alternado (AGFM). Devido a sua alta sensibilidade, este instrumento é o mais adequado para o sistema sob investigação, obtendo-se curvas com boa qualidade que são comparadas com os ajustes teóricos.

Tentamos usar a técnica de medidas de magnetoresistência (MR), mas apenas a amostra sem espaçador de cobre apresentou sinal de MR para um determinado ângulo de aplicação de campo magnético. Como as outras amostras da série apresentaram uma variação muito baixa do sinal da magnetoresistência, quase na faixa do ruído, está técnica acabou não sendo aproveitada e por isso, não será descrita.

Outra técnica de caracterização, a permeabilidade transversal AC na faixa de até 1.8 GHz, utilizamos com a finalidade de obter-se as relações de dispersão ferromagnéticas. Esta também não apresentou boa sensibilidade nessa faixa de frequência para as amostras deste trabalho e, portanto, também não será descrita³⁸.

As medidas de FMR foram realizadas pelo Dr. Antonio Azevedo e pelo Dr. Roberto Rodríguez-Suárez na Universidade Federal de Pernambuco. Na técnica de FMR, o movimento da magnetização é perturbado em torno da posição de equilíbrio, mas não realiza rotações irreversíveis e o valor de acoplamento é obtido indiretamente através de ajustes dos dados experimentais com modelos fenomenológicos.

2.2 Magnetômetro de força de gradiente alternado (AGFM)

O “Alternating Gradient Force Magnetometer” (AGFM) é um instrumento de alta sensibilidade (10^{-8} emu) no S.I. (10^{-11} A.m²) para medidas de variações do momento magnético³⁹, podendo medir magnetização em filmes com espessuras da ordem de 1 nm. Seu princípio de funcionamento baseia-se na força sofrida por um momento magnético quando submetido a um gradiente de campo magnético. A amostra é colocada na extremidade inferior de uma haste de vidro, imersa em um campo magnético alternado, produzido por um par de bobinas denominadas bobinas de gradiente. Esta sofre a ação de uma força \vec{F}_m

$$\vec{F}_m = \vec{m} \nabla \vec{h} \quad , \quad (2.1)$$

também alternada, que é proporcional ao momento magnético \vec{m} da amostra e ao gradiente de campo $\nabla \vec{h}$.

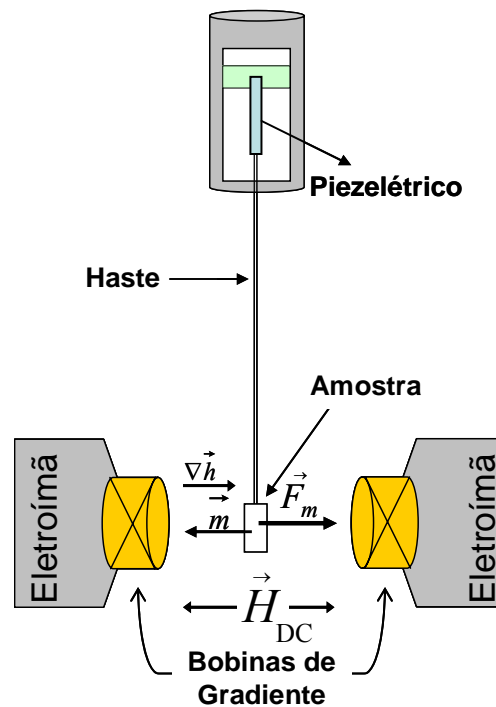


Figura 2.1: Esquema do AGFM.

A extremidade superior da haste consiste num material piezolétrico que transforma a oscilação da haste em um sinal elétrico. A amplitude dessa oscilação é proporcional à força aplicada à amostra, que por sua vez é proporcional à componente da magnetização na direção do campo DC, como mostrada na Figura 2.1.

As bobinas de gradiente estão ligadas paralelamente aos pólos do eletroímã, os quais geram um campo DC responsável pela magnetização da amostra. Estas, por sua vez, são ligadas na configuração chamada de par de Maxwell, onde as bobinas são enroladas em série e em oposição (uma enrolada no sentido horário, outra no sentido oposto) de cada lado, de modo que o gradiente seja máximo entre elas. A medida de magnetização, neste caso, é feita com o auxílio de um amplificador *Lock-In*, onde o sinal de entrada é a tensão proveniente do piezoelétrico. O gradiente de campo é usualmente aplicado na mesma frequência da ressonância mecânica do sistema (piezoelétrico, haste, porta-amostra e amostra), onde a amplitude é máxima, obtendo-se assim um sinal de maior intensidade, melhorando a razão sinal/ruído. Devido à sua alta sensibilidade, o AGFM é montado em um sistema com proteção contra vibrações mecânicas. Segue abaixo um diagrama experimental do sistema.

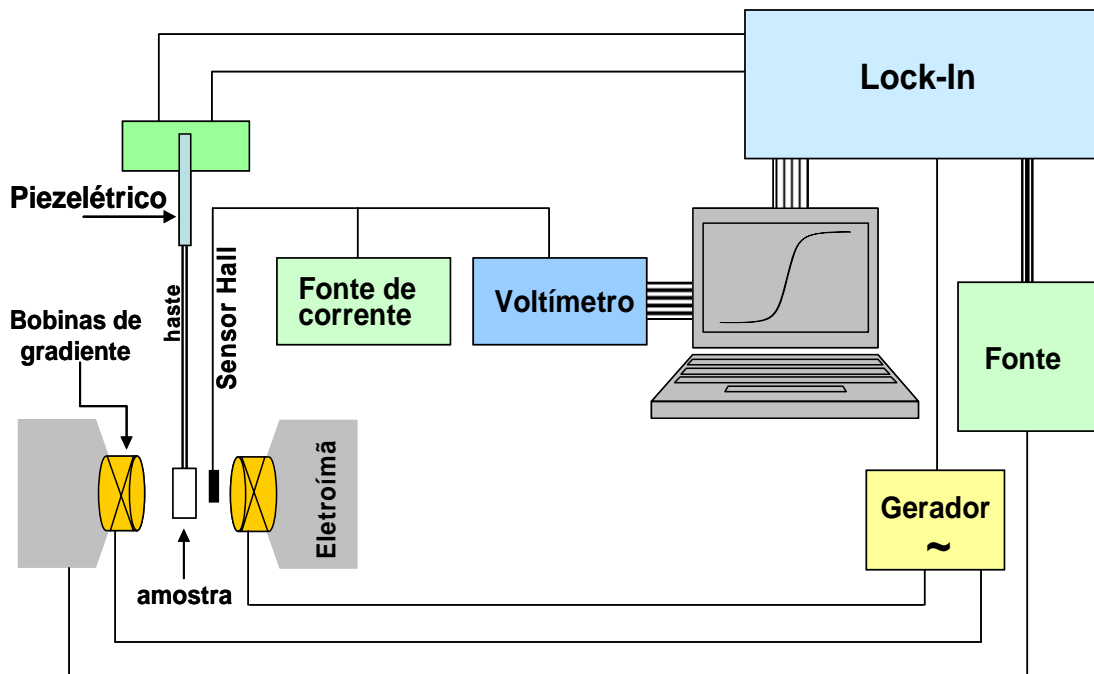


Figura 2.2 : Diagrama de blocos e configuração do AGFM.

A Figura 2.3 mostra uma curva de histerese típica de um sistema com EB obtida com o AGFM,

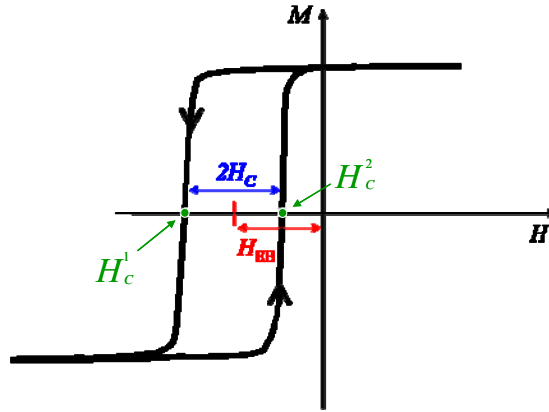


Figura 2.3: Curva de histerese típica de AGFM para amostras que apresetam *Exchange Bias*.

onde está representado o campo coercivo definido como

$$H_C = -\frac{H_C^1 - H_C^2}{2}, \quad (2.2)$$

e o campo de Exchange Bias definido por

$$H_{EB} = \frac{H_C^1 + H_C^2}{2}, \quad (2.3)$$

correspondendo ao deslocamento da curva de histerese em relação a $H = 0$.

2.3 Ressonância ferromagnética

A técnica de ressonância ferromagnética, ou FMR (“*FerroMagnetic Resonance*”), consiste em aplicar um campo de microondas H_{AC} numa amostra situada num campo magnético estático H_{DC} , de modo a estimular o movimento de precessão da magnetização em torno do campo efetivo do material. Para uma particular frequência de excitação (ω_0) observa-se o fenómeno de ressonância onde ocorre a máxima amplitude do movimento de precessão.

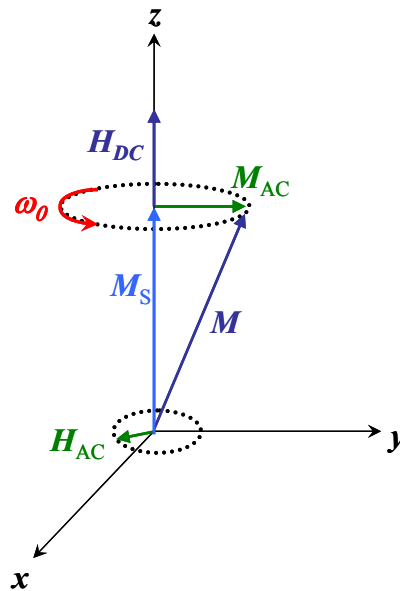


Figura 2.4: Representação da precessão da magnetização submetida a um campo magnético H_{DC} .

Experimentalmente isto coincide com a máxima absorção de potência média absorvida pela amostra, definida por:

$$P(\omega) = \frac{1}{2} \omega \chi''_{xx} H_x^2, \quad (2.4)$$

onde ω é a frequência do campo de rádio frequência (RF), χ''_{xx} é a parte imaginária do tensor susceptibilidade magnética e H_x é a componente do campo RF na direção x .

Nas experiências de FMR em geral a frequência RF é fixa, determinada pela cavidade de microondas. Para observar a ressonância, varia-se o campo H_{DC} e, portanto ω_0 .

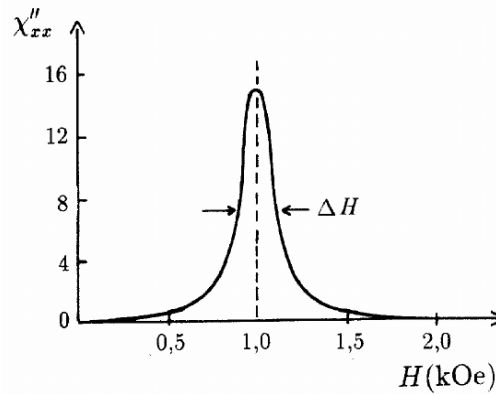


Figura 2.5: Parte imaginária da susceptibilidade magnética para uma ferrite em função de H_{DC} para $\omega = 17.6$ GHz⁴⁰, evidenciando a ressonância ferromagnética.

A Figura 2.5 mostra a curva característica de χ''_{xx} em função de H_{DC} para uma ferrite com $\omega = 17.6$ GHz. Neste caso observa-se a ressonância nessa frequência para o campo aplicado $H_{DC} = 1$ kOe. Esta é a forma típica do sinal de absorção de microondas num sistema ferromagnético simples, caracterizado por uma forma de linha que pode ser ajustada por uma função Lorentziana, com largura ΔH .

A expressão que relaciona a frequência de ressonância de modo uniforme com o campo efetivo interno do material foi obtida por Smit e Beljers⁴¹,

$$\omega_0^2 = \frac{\gamma^2}{M^2 \sin^2 \theta} (E_{\theta\theta} E_{\phi\phi} - E_{\theta\phi}^2)_{\theta_0, \phi_0}, \quad (2.5)$$

onde γ é o fator giromagnético, E é a energia livre do sistema e os subscritos indicam as derivadas parciais em relação aos ângulos polar θ e azimutal ϕ , que definem a orientação da magnetização, sendo θ_0 e ϕ_0 os seus valores de equilíbrio. A relação entre a frequência de ressonância e o campo externo aplicado é conhecida como a relação de dispersão ferromagnética.

Entretanto, a descrição anterior é válida apenas para um sistema simples sem interações. No nosso caso, em que existe o acoplamento entre duas camadas A e B, via interação de *exchange*, a relação de dispersão é definida pelas raízes do determinante da matriz 4×4 ^{42, 11},

$$\begin{bmatrix} E_{\theta_A \theta_A} & E_{\theta_A \phi_A} + iz_A & E_{\theta_A \theta_B} & E_{\theta_A \phi_B} \\ E_{\theta_A \phi_A} - iz_A & E_{\phi_A \phi_A} & E_{\theta_B \phi_A} & E_{\phi_A \phi_B} \\ E_{\theta_A \theta_B} & E_{\theta_B \phi_A} & E_{\theta_B \theta_B} & E_{\theta_B \phi_B} + iz_B \\ E_{\theta_A \phi_B} & E_{\phi_A \phi_B} & E_{\theta_B \phi_B} - iz_B & E_{\phi_B \phi_B} \end{bmatrix}, \quad (2.6)$$

onde z_A e z_B são dadas pelas equações (1.16) e (1.17) respectivamente,

$$z_A = (\omega / \gamma_A) t_A M_A \text{sen} \theta_A, \quad (2.7)$$

e

$$z_B = (\omega / \gamma_B) t_B M_B \text{sen} \theta_B, \quad (2.8)$$

sendo γ_A e γ_B as razões giromagnéticas das duas camadas.

A partir de um modelo apropriado para a expressão da energia, onde se consideram as contribuições para o campo efetivo do material, é possível calcular as relações de dispersão ($\omega_0 \times H$) ou uma relação entre as frequências de ressonância e a direção em que o campo externo é aplicado ($\omega_0 \times \phi_H$). Os parâmetros da função de energia cujos cálculos de $\omega_0 \times H$ ou $\omega_0 \times \phi_H$ melhor reproduzam os resultados experimentais (este último acessível experimentalmente neste trabalho) são admitidos como aqueles que caracterizam efetivamente o sistema.

3 AMOSTRAS

3.1 Introdução

O sistema IrMn/Co foi escolhido para realizar o estudo de acoplamento entre a camada FM e AFM pois apresenta várias propriedades de importância tecnológica, tais como boa resistência à corrosão, relativamente grande constante de anisotropia unidirecional, alta temperatura de bloqueio e baixa espessura crítica do IrMn¹⁴, isto é, poucas camadas atômicas são suficientes para se manifestar o fenômeno de EB.

Neste capítulo serão apresentados os detalhes de produção e preparação das amostras, bem como sua caracterização estrutural.

As amostras foram depositadas pela técnica de desbastamento iônico na Unité Mixte de Physique CNRS/Thales, Université Paris-Sud, Orsay, França, por C. Deranlot e F. Petroff, e posteriormente realizamos tratamentos térmicos com campo magnético aplicado em um forno com fluxo de argônio, no Laboratório de Magnetismo da Universidade Federal de Santa Maria. A caracterização estrutural foi obtida a partir de medidas de difração de raios-X em alto ângulo realizadas no Laboratório de Altas Pressões deste Instituto.

3.2 Preparação das amostras

Os filmes foram produzidos pela técnica de desbastamento iônico (“*Magnetron Sputtering*”). Esta técnica consiste em aplicar uma diferença de potencial entre um alvo (que é composto pelo material que queremos depositar) e o substrato no qual o filme será depositado. A câmara de deposição é antecipadamente esvaziada, e depois preenchida com um gás inerte, geralmente o argônio, evitando assim reações químicas com o alvo. Uma diferença de potencial é aplicada entre o alvo e o substrato, ionizando o gás e criando um “plasma” que consiste de elétrons e íons do gás em um estado de alta energia. Durante o *Sputtering*, os íons

acelerados do plasma se chocam com o alvo, arrancando átomos do material com energia suficiente para serem arremessados na direção do substrato, formando assim o filme. Para aumentar a eficiência, utilizam-se certas configurações de ímãs abaixo do alvo, moldando o plasma e direcionando as colisões dos íons contra o alvo em certas regiões. Uma fonte, que usa rádio frequência, é usada para a deposição de materiais isolantes, mas também pode ser usada para materiais condutores.

Nossos filmes foram depositados via a técnica de *Magnetron Sputtering* RF, utilizando uma pressão de base na câmara de 5×10^{-8} mbar. A deposição dos filmes foi feita em uma atmosfera de Ar com uma pressão de 2.5×10^{-3} mbar para deposição do Ru, Cu e Co, e 1.0×10^{-2} mbar para o IrMn. Todas as amostras foram depositadas em substratos de Si(100) à temperatura ambiente.

As amostras estudadas neste trabalho são constituídas da bicamada IrMn/Co e tricamada de IrMn/Cu/Co, com espessuras de 15 nm de IrMn, 5 nm de Co, e espessura do espaçador de cobre (t_{Cu}), variada de 0 a 5 nm. Os filmes foram crescidos sobre o substrato de Si(100), utilizando o rutênio como camada semente (“*buffer*”) de 15 nm e como camada protetora de 3 nm. A camada semente influencia na cristalinidade, na aderência e na rugosidade dos filmes^{43,44}, parâmetros importantes para o controle do EB.



Figura 3.1 : Figura esquemática da amostra Si(100)/Ru(15 nm)/IrMn(15 nm)/Cu (t_{Cu})/Co(5 nm)/Ru(30 nm), $t_{Cu} = 0, 0.25, 0.5, 0.75, 1, 1.5, 2, 3, 5$ nm.

Tratamos as amostras termicamente na presença de um campo magnético a fim de maximizar o efeito de *Exchange Bias*. O tratamento térmico foi feito em um forno resistivo com fluxo de argônio a temperatura fixa de 200 ± 2 °C por 15 min sob um campo magnético de 1.6 kOe aplicado no plano do filme. As amostras foram aquecidas e resfriadas com campo aplicado.

3.3 Caracterização estrutural das amostras: Difração de raios-X

Foi utilizada a técnica padrão de difração de raios-X para todas as amostras tratadas termicamente. Alguns destes espectros estão mostrados na Figura 3.2.

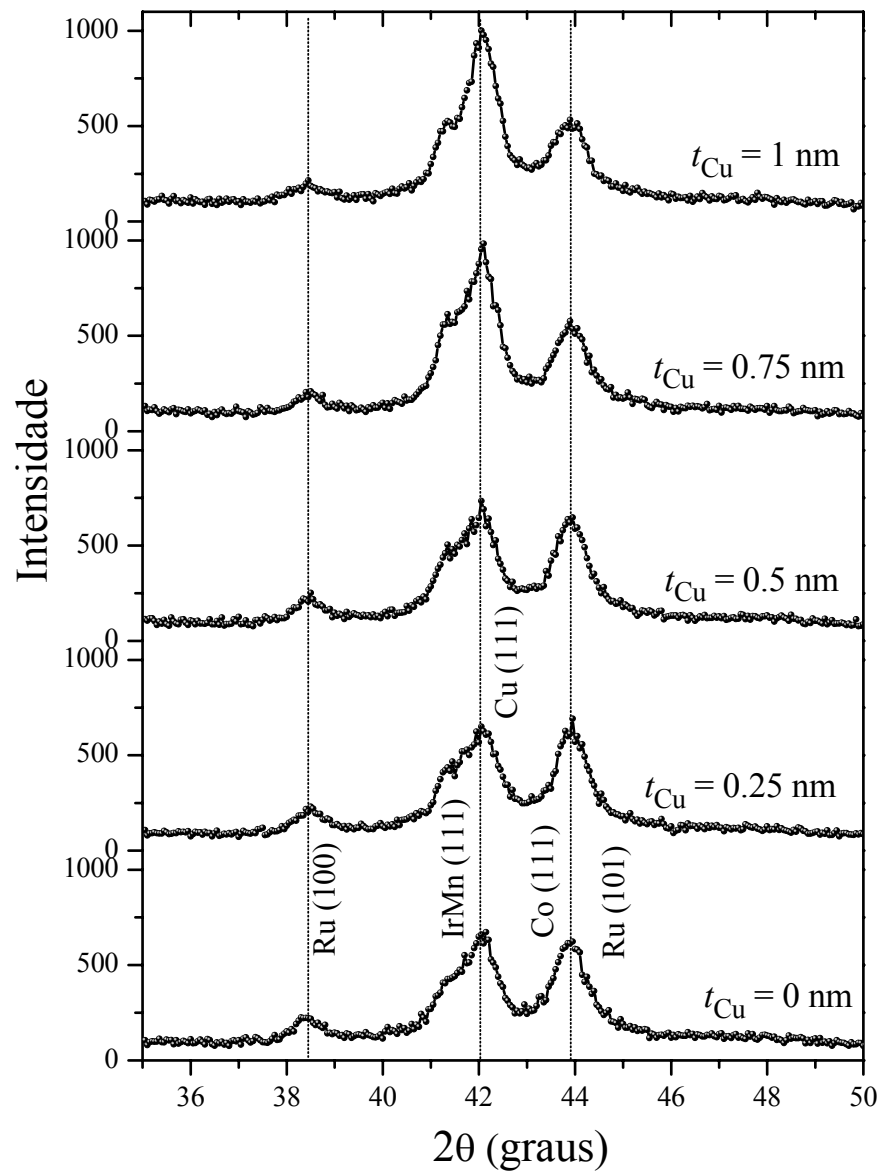


Figura 3.2: Difratogramas de raios-X para as amostras submetidas a tratamento térmico com $t_{Cu} = 0, 0.25, 0.5, 0.75$ e 1 nm.

Observa-se que os espectros para todas as amostras são similares, mostrando picos característicos do IrMn fcc com textura [111], parcialmente sobreposto ao pico do Cu fcc com essa mesma textura. O pico do Cu aumenta de intensidade com o aumento de sua textura e encontra-se deslocado para menores ângulos ($2\theta = 42,11^\circ$) em relação ao pico do Cu massivo ($2\theta = 43,33^\circ$). Isto indica que ocorreu uma expansão na distância interplanar, $d_{[111]}$ na formação do filme, influenciada pelo IrMn. Observa-se também um pico em $2\theta = 43,90^\circ$, que é atribuído ao Co fcc com textura [111] e ao Ru [101].

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

Foram realizadas medidas de magnetização e de ressonância ferromagnética, antes e depois do tratamento térmico feito para reforçar o EB. Os parâmetros obtidos por essas técnicas foram comparados com aqueles obtidos a partir de cálculos numéricos baseados em um modelo fenomenológico. Os resultados experimentais mostram um grande aumento de H_{EB} e uma significativa diminuição de H_C com o tratamento térmico para as amostras com $t_{Cu} \leq 1$ nm. A partir de 1 nm de espaçador de cobre o deslocamento da curva de histerese tende a zero, inexistindo o fenômeno de *Exchange Bias*. H_C e o H_{EB} em função de t_{Cu} mostram uma tendência geral de rápida diminuição com o aumento de t_{Cu} para todas as amostras.

Uma análise mais detalhada dos resultados foi realizada apenas nas amostras que apresentavam EB, ou seja, t_{Cu} de 0 a 1 nm que é o objetivo deste estudo. A fim de descrever o comportamento magnético do sistema, utilizamos um modelo teórico fundamentado no modelo de Mauri e colaboradores (Seção 1.3.2). Os resultados experimentais são comparados com os do modelo, utilizando-se um programa computacional, obtendo assim parâmetros de anisotropia fenomenológicos.

4.1 Resultados experimentais

4.1.1 Medidas de magnetização

As medidas de magnetização foram feitas via AGFM, descrito anteriormente na Seção 2.2. As medidas foram realizadas à temperatura ambiente, com o campo magnético máximo de 600 Oe aplicado no plano do filme. As amostras foram cortadas aproximadamente no tamanho de 0.3×0.3 cm² e as medidas foram realizadas variando as direções de campo aplicado ϕ_H (com passo de 10°) definido em relação à direção que corresponde ao máximo

de H_{EB} . Também foram feitas medidas de magnetização na direção perpendicular ao plano do filme, com campo máximo aplicado de 4 kOe, mas nestas medidas as curvas de magnetização para esse campo aplicado não saturaram, apresentando remanência nula.

Na Figura 4.1 são mostradas as curvas de magnetização das amostras como-feitas para diferentes espessuras do espaçador de cobre ($t_{Cu} = 0, 0.25, 0.5, 0.75, 1$ e 1.5 nm) para dois ângulos diferentes de aplicação de campo, $\phi_H = 0^\circ$ e 90° . Para $t_{Cu} < 1$ nm, a forma das curvas é característica de um sistema que contém dois tipos de domínios localmente orientados em direções opostas como resultado de uma impressão dos padrões de domínio AFM na camada FM durante sua deposição⁴⁵.

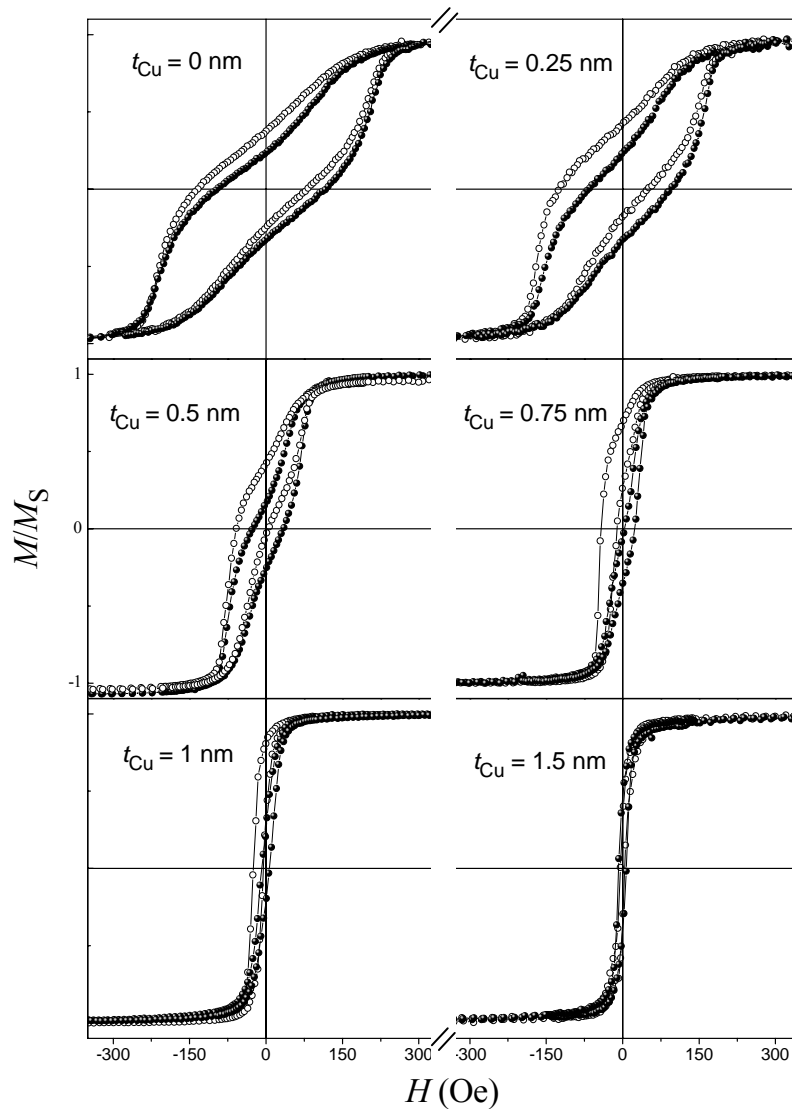


Figura 4.1: Curvas de histerese das amostras como-feitas para diferentes t_{Cu} (0, 0.25, 0.5, 0.75, 1, 1.5 nm) onde o símbolo vazado corresponde a $\phi_H = 0^\circ$ e o símbolo cheio a $\phi_H = 90^\circ$.

A Figura 4.2 mostra as curvas de histerese para cada ângulo (ϕ_H de 0° a 360° com passo de 10°) de aplicação do campo magnético, da amostra tratada termicamente com $t_{Cu} = 0.25$ nm em três perspectivas diferentes, onde podemos observar a dependência do Exchange Bias em relação à direção do campo aplicado.

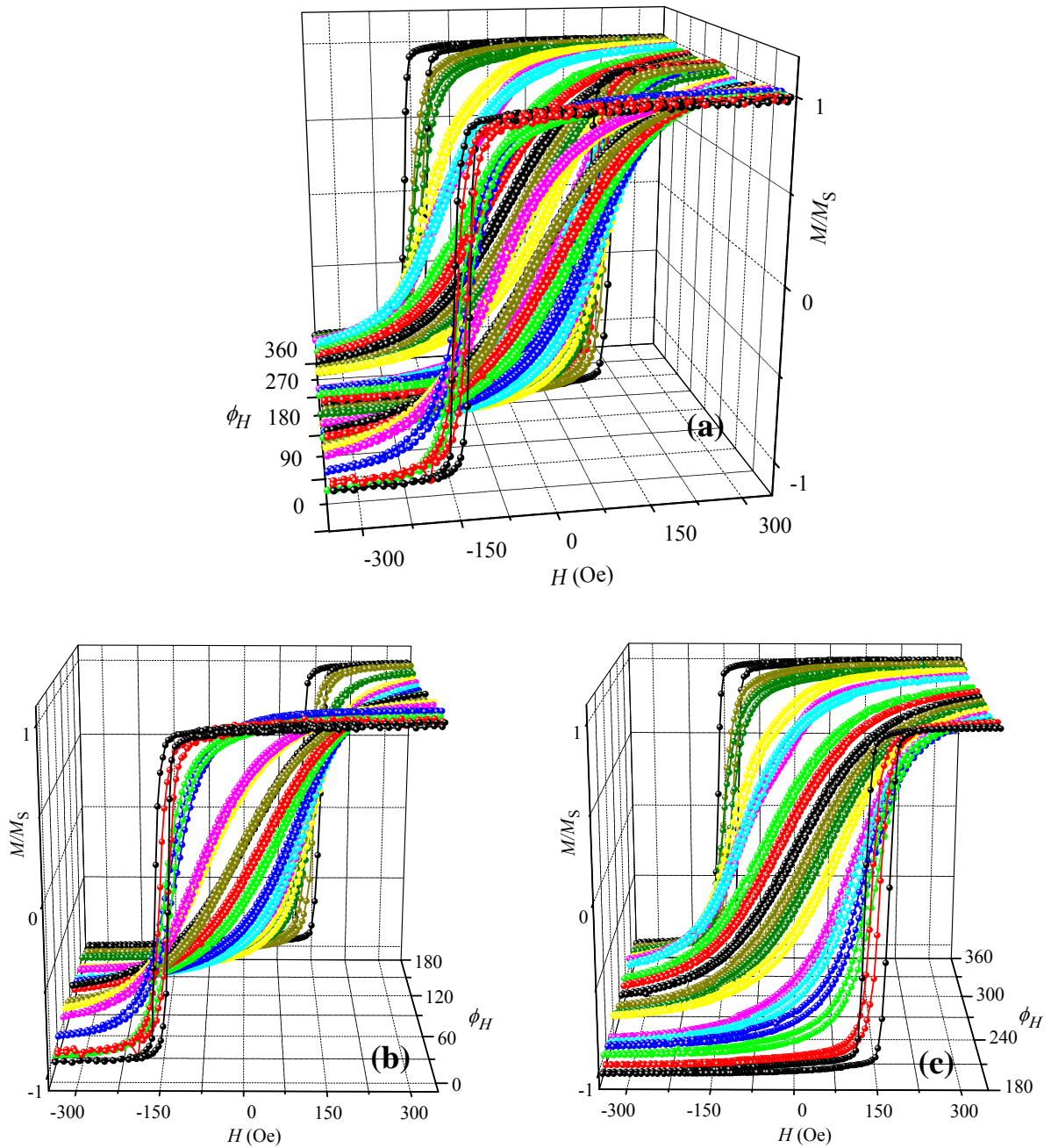


Figura 4.2: Curvas de magnetização da amostra com $t_{Cu} = 0.25$ nm (a) para ϕ_H variando de 0° a 360° com passo de 10° ; (b) ϕ_H variando de 0° a 180° e em (c) ϕ_H variando de 180° a 360° .

Mesmo sem tratamento térmico, as curvas de magnetização destas amostras apresentam um pequeno deslocamento em campo. Isto pode ser consequência do processo de deposição, pois as amostras estão submetidas ao campo do magnétron que, mesmo fraco, pode ser suficiente para induzir certa orientação dos momentos magnéticos dos filmes. As curvas de magnetização para as amostras como-feitas apresentam forma similar, alta coercividade e baixo valor de Exchange Bias ($H_C = 107$ Oe e $H_{EB} = 27$ Oe para $\phi_H = 0^\circ$ para a amostra com $t_{Cu} = 0$ nm). À medida que se aumenta o espaçador de cobre tanto para amostras como-feitas ou tratadas termicamente, o campo de EB diminui, tornando-se praticamente zero a partir $t_{Cu} = 1.5$ nm, onde as camadas magnéticas de Co e IrMn estão praticamente desacopladas.

As curvas de magnetização das amostras tratadas termicamente mostram que o tratamento aumentou significativamente H_{EB} e diminuiu H_C para as amostras com $t_{Cu} \leq 1$ nm. Para ambas as amostras, tratadas e como-feitas, H_C diminui rapidamente com o aumento do espaçador de cobre. A substancial redução de H_C é bastante incomum, visto que o aumento da coercividade é uma das características do fenômeno de EB.

Nas Figuras 4.3 a 4.7 estão mostradas as curvas de histerese para as amostras tratadas termicamente com espaçadores de cobre de 0, 0.25, 0.5, 0.75 e 1 nm, para alguns ângulos selecionados ($\phi_H = 0, 30, 60, 90, 150, 180^\circ$) de cada amostra, onde se pode visualizar melhor a dependência angular e sua variação. Note que as curvas de histerese dos ângulos 0° e 180° deveriam ser simétricas como um “espelho”, mas não são, pois a posição angular do sistema experimental não é totalmente precisa apresentando uma incerteza de $\pm 2^\circ$. A forma das curvas mudou bastante em relação às não tratadas. As curvas obtidas para os filmes tratados termicamente, nas direções de campo próximo aos eixos fáceis, indicam rotação da magnetização assimétrica apresentando uma curva de histerese fechada para $\phi_H = 90^\circ$, e para $\phi_H = 0^\circ$ uma histerese quase retangular para as espessuras de cobre de 0 e 0.25 nm.

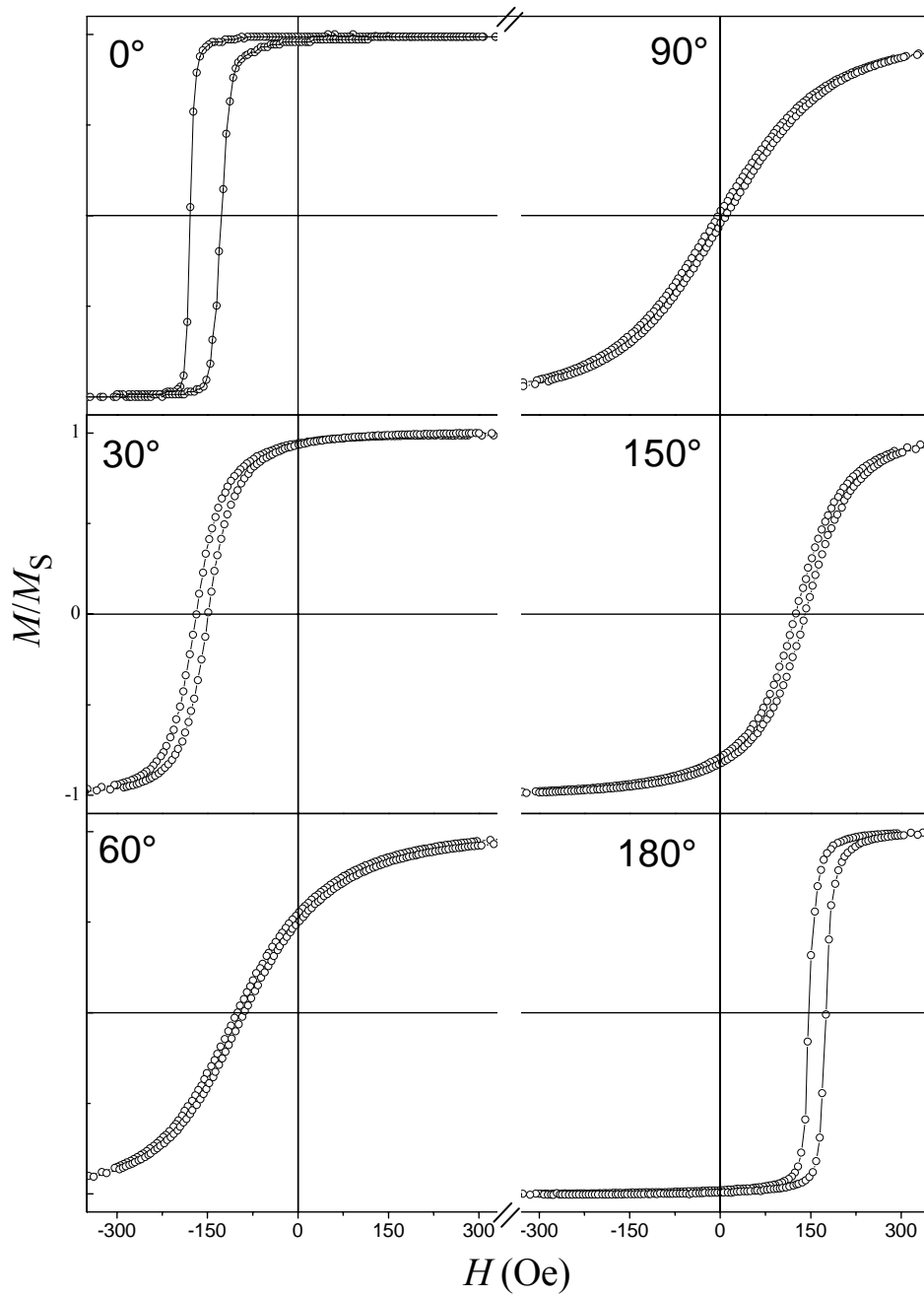


Figura 4.3: Curvas de histerese da amostra tratada termicamente com $t_{Cu} = 0$ nm, para $\phi_H = 0, 30, 60, 90, 150$ e 180 graus.

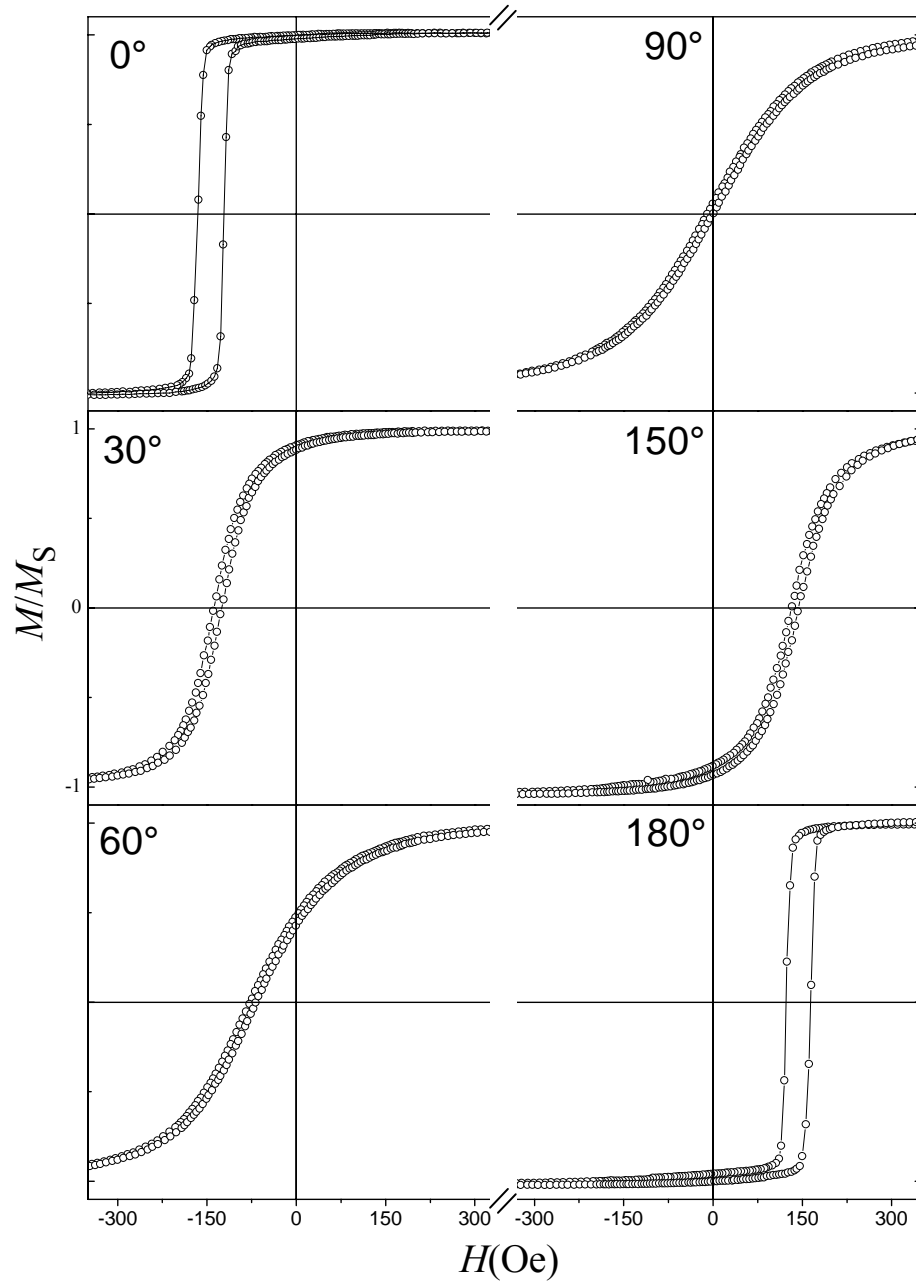


Figura 4.4: Curvas de histerese da amostra tratada termicamente com $t_{\text{Cu}} = 0.25$ nm, para $\phi_H = 0, 30, 60, 90, 150$ e 180 graus.

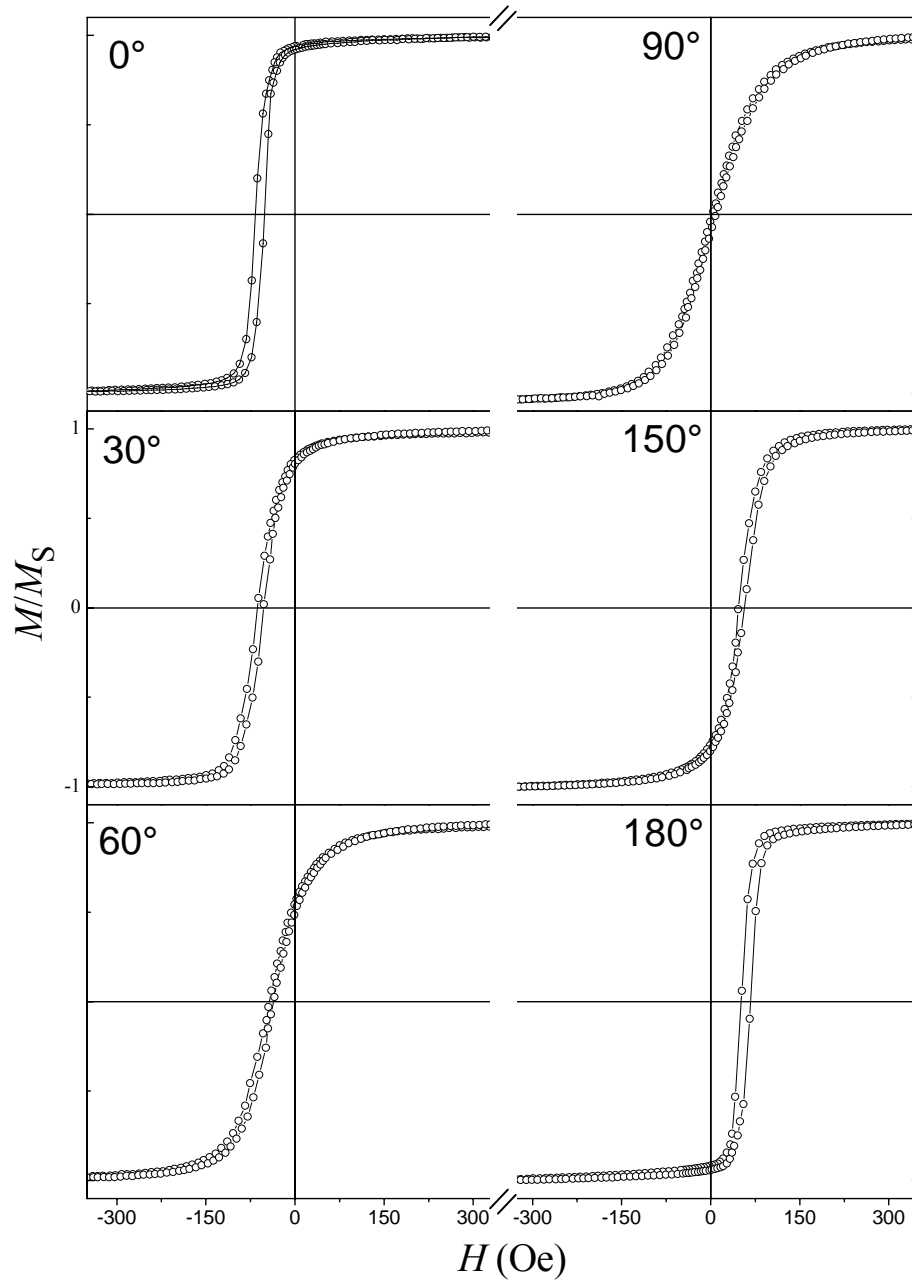


Figura 4.5: Curvas de histerese da amostra tratada termicamente com $t_{\text{Cu}} = 0.5$ nm, para $\phi_H = 0, 30, 60, 90, 150$ e 180 graus.

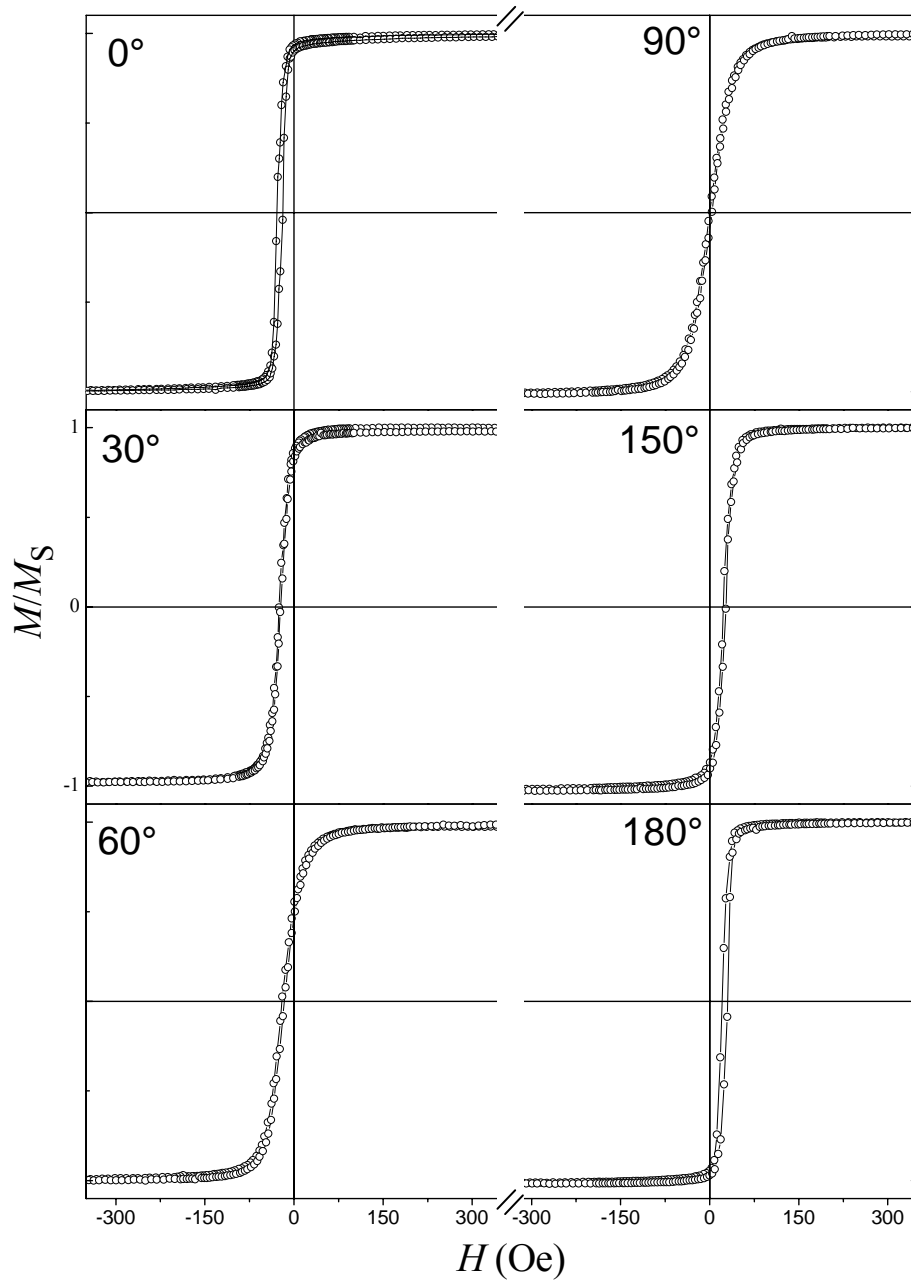


Figura 4.6: Curvas de histerese da amostra tratada termicamente com $t_{\text{Cu}} = 0.75$ nm, para $\phi_H = 0, 30, 60, 90, 150$ e 180 graus.

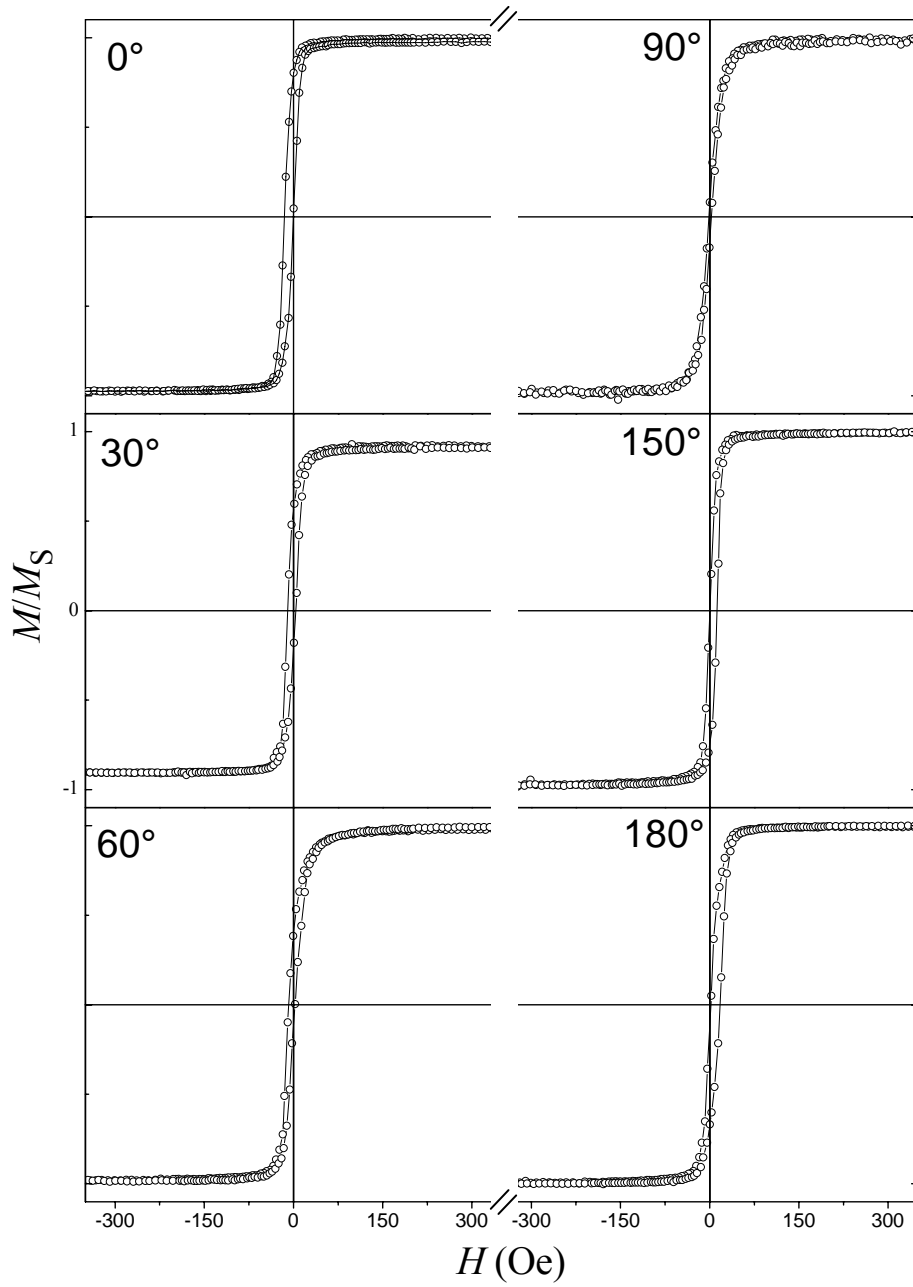


Figura 4.7: Curvas de histerese da amostra tratada termicamente com $t_{Cu} = 1$ nm, para $\phi_H = 0, 30, 60, 90, 150$ e 180 graus.

A Figura 4.8 mostra o campo de EB em função de ϕ_H para as amostras tratadas termicamente com $t_{Cu} = 0, 0.25, 0.5, 0.75$ e 1 nm, onde podemos observar a diminuição do H_{EB} com o aumento de t_{Cu} . Os valores de H_{EB} foram extraídos das curvas de histerese para cada valor de ϕ_H .

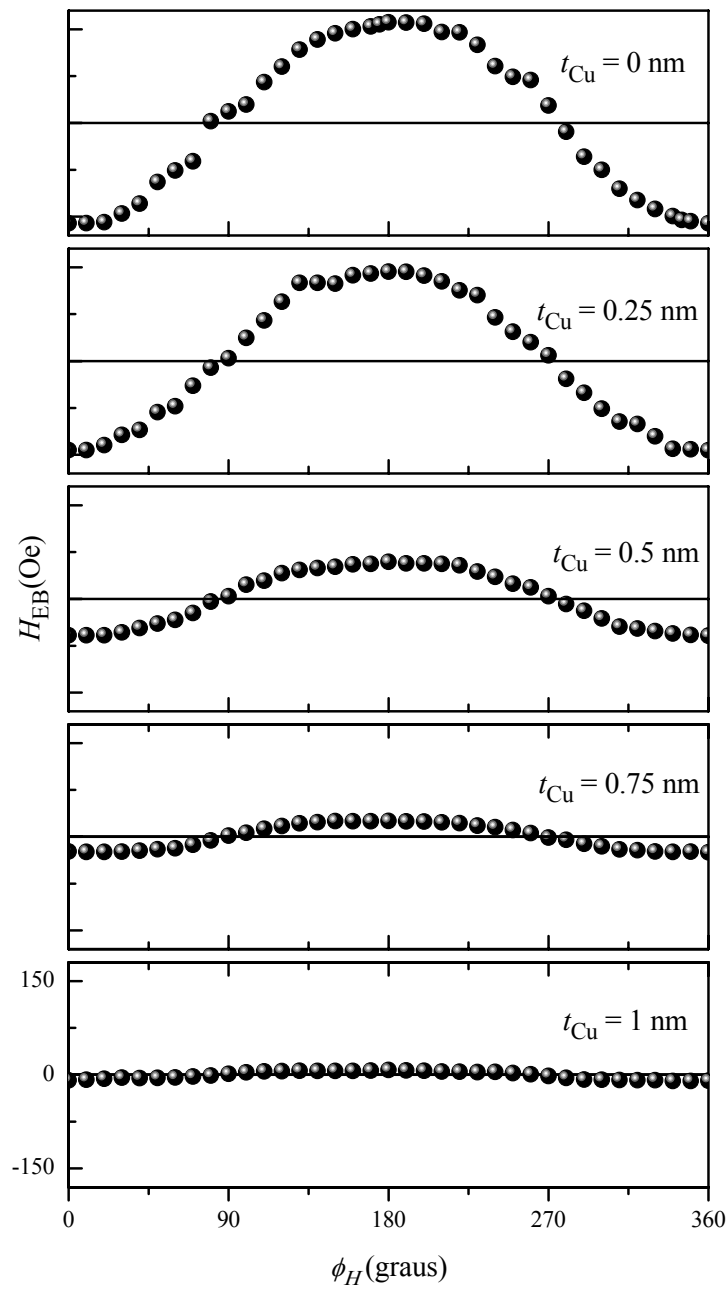


Figura 4.8: Variação angular de H_{EB} das amostras tratadas termicamente com $t_{Cu} = 0, 0.25, 0.5, 0.75$ e 1 nm.

Com o objetivo de confirmar ou não a ausência de *training effect*³⁰ (efeito de treinamento) frequentemente observado em sistemas que apresentam EB, foram realizadas 30 medidas de curvas de magnetização consecutivas para amostra tratada termicamente com $t_{\text{Cu}} = 0$ nm; treze destas são mostradas na Figura 4.9. Todas as curvas se sobrepuseram, sendo quase indiferenciáveis, demonstrando assim que o sistema IrMn/Co estudado neste trabalho não apresenta efeito de treinamento. Assim como os filmes sem camada de cobre, nenhuma das amostras da série apresentou este efeito. Amostras com efeito de treinamento apresentam H_{EB} dependente do número de medidas realizadas, decrescendo à medida que este número aumenta, podendo estabilizar após um certo número de medidas.

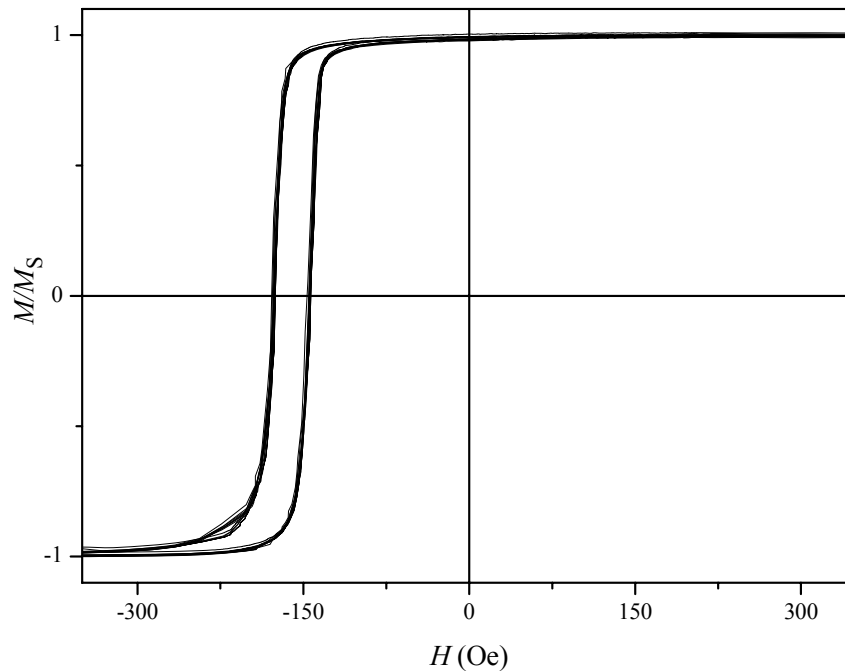


Figura 4.9: Treze curvas consecutivas de magnetização da amostra tratada termicamente com $t_{\text{Cu}} = 0$ nm.

Para obter informações a cerca dos parâmetros de anisotropia das camadas magnéticas individuais e da intensidade de acoplamento AFM/FM, é necessário realizar simulações via modelos que ajustem as curvas de magnetização experimental, o que será apresentado a seguir, na Seção 4.2.

4.1.2 Medidas de FMR

As medidas de ressonância ferromagnéticas foram obtidas com um espectrômetro operando na banda-X com frequência de excitação $\omega = 8.261$ GHz. A amostra foi montada no pino de um goniômetro externo para permitir as medidas do campo de ressonância no plano H_{res} , em função do ϕ_H , e realizadas a temperatura ambiente. As dimensões das amostras foram as mesmas das medidas de AGFM, ou seja, aproximadamente 0.3×0.3 cm². Em todas as medidas o campo magnético foi aplicado no plano do filme.

A Figura 4.10 mostra o campo de ressonância ferromagnética H_{res} em função de ϕ_H para a amostra tratada termicamente com $t_{Cu} = 0$ nm.

Em seguida, a Figura 4.11 apresenta H_{res} em função de ϕ_H para as amostras tratadas termicamente com $t_{Cu} = 0.25, 0.5, 0.75$ e 1 nm, onde podemos observar a diminuição da amplitude do campo de ressonância ferromagnética com o aumento da espessura do espaçador de cobre.

Nestas figuras, os símbolos fechados correspondem às medidas experimentais, e as linhas vermelhas correspondem aos ajustes segundo um modelo fenomenológico, que será discutido mais tarde, na Seção 4.2.2.

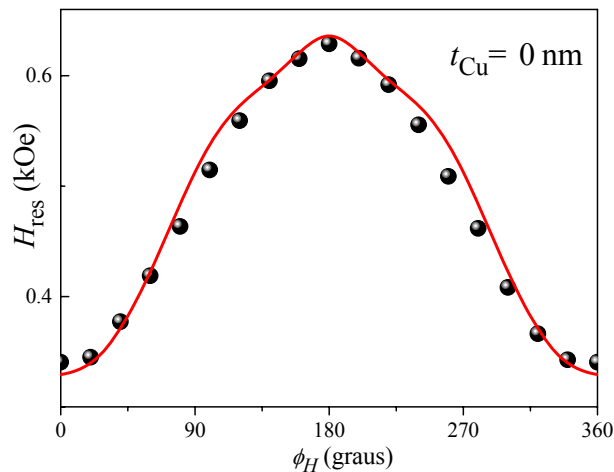


Figura 4.10: Campo de ressonância ferromagnética em função de ϕ_H para $t_{Cu} = 0$ nm da amostra tratada termicamente, onde símbolos são as medidas experimentais, e a linha vermelha o ajuste que será discutido mais tarde.

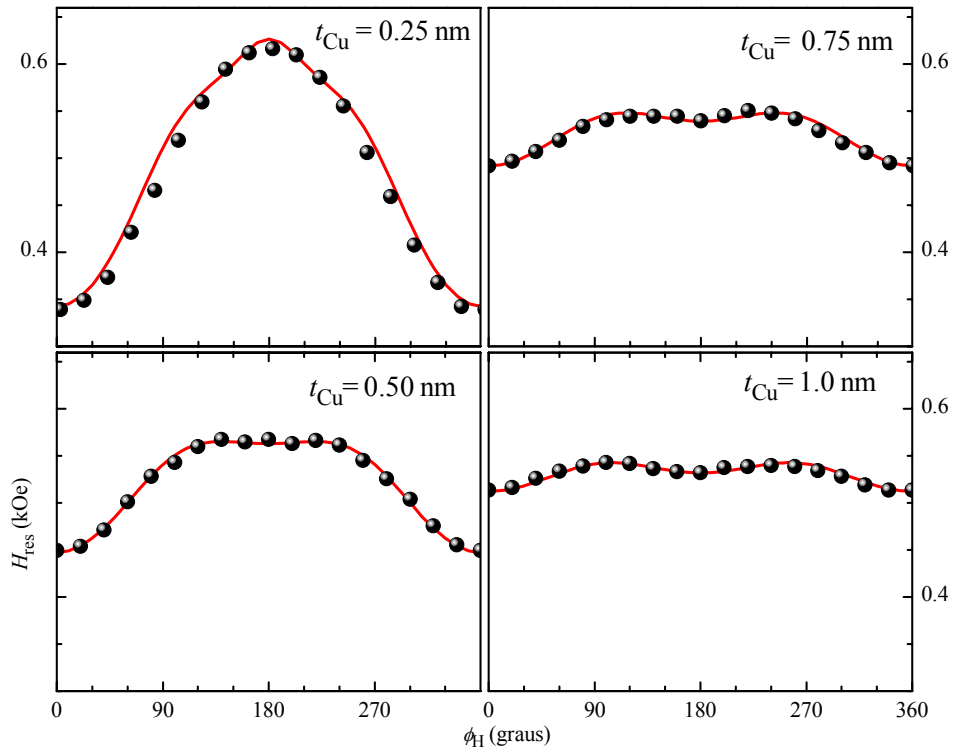


Figura 4.11: Campo de ressonância ferromagnética em função de ϕ_H para as diferentes espessuras de $t_{Cu} = 0.25$, 0.5, 0.75 e 1 nm das amostras tratadas termicamente, onde os símbolos correspondem às medidas experimentais, e as linhas vermelhas correspondem aos ajustes, que serão discutidos mais tarde.

A Figura 4.12 mostra a variação da largura de linha do espectro de FMR em função de t_{Cu} , onde podemos observar a diminuição de ΔH com o aumento da espessura do espaçador de cobre.

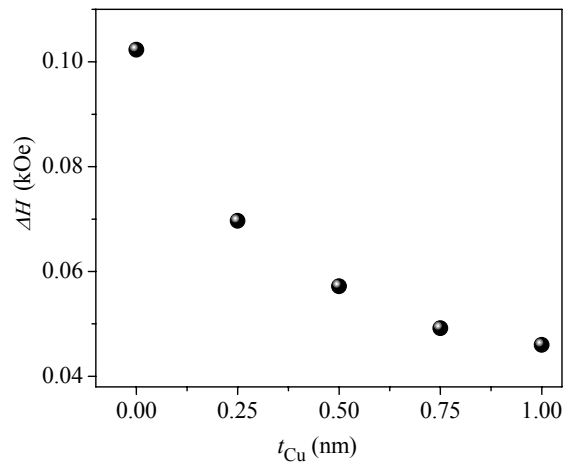


Figura 4.12: Largura de linha em função t_{Cu} para as amostras tratadas termicamente.

4.2 Descrição do modelo

Os ajustes das curvas de magnetização experimentais e FMR foram obtidos por um procedimento numérico baseado na minimização de energia^{46, 47}, de onde se obtém os ângulos de equilíbrio θ e ϕ da magnetização definidos na Figura 4.13.

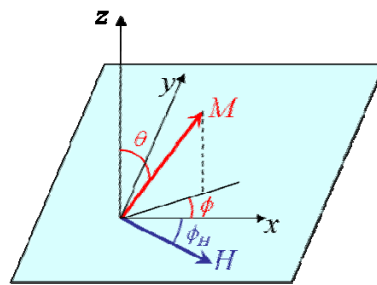


Figura 4.13: Representação dos ângulos θ e ϕ que definem a direção da magnetização no sistema de coordenadas cartesiano.

Para reproduzir as medidas experimentais de FMR, foi utilizado o modelo de formação de parede de domínio de Mauri e colaboradores^{34,10}, *Domain-Wall Formation* (DWF), que assume a formação de uma parede de domínio planar no lado AFM não compensado na interface AFM/FM. Considerando uma camada FM e outra AFM como se fossem dois momentos (A e B) interagentes via acoplamento bilinear FM como ilustrado na Figura 4.14.

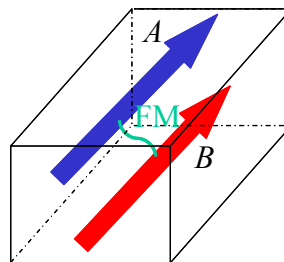


Figura 4.14 : Diagrama esquemático do modelo onde a linha verde corresponde ao acoplamento FM.

Definimos a energia livre por unidade de volume como

$$\mathbf{E} = E_{FM} + E_{AFM} + E_{int}, \quad (4.1)$$

onde a energia da camada FM é dada por

$$\frac{E_{FM}}{t_{FM}} = -\mathbf{H} \cdot \mathbf{M}_{FM}^A + 2\pi (\mathbf{M}_{FM}^A \cdot \hat{\mathbf{n}})^2 - K_{FM}^A \left(\frac{\mathbf{M}_{FM}^A \cdot \hat{\mathbf{u}}_{FM}}{M_{FM}} \right)^2 - K_{ra} \left(\frac{\mathbf{M}_{FM}^A \cdot \hat{\mathbf{h}}}{M_{FM}} \right)^2, \quad (4.2)$$

sendo o primeiro termo da equação 4.2 o termo Zeeman, o segundo é a anisotropia de forma ou desmagnetizante, o terceiro termo é a anisotropia uniaxial FM e o último, o termo de anisotropia rodável. Aqui M_{FM} é a magnetização de saturação, $\hat{\mathbf{u}}_{FM}$ é o vetor unitário que representa a direção da anisotropia uniaxial da camada FM, $\hat{\mathbf{n}}$ é o vetor unitário normal à superfície do filme e $\hat{\mathbf{h}}$ é o vetor unitário que da direção do campo aplicado.

A energia da parte interfacial da camada AFM (segundo termo da equação 4.1) é definida somente pela anisotropia unidirecional de parede de domínio AFM,

$$E_{AFM}^B = -\sigma_w^B \frac{\mathbf{M}_{AFM}^B \cdot \hat{\mathbf{u}}_{AFM}}{M_{AFM}}, \quad (4.3)$$

onde o vetor unitário $\hat{\mathbf{u}}_{AFM}$ representa a direção da anisotropia do momento B e σ_w^B é a energia por unidade de área de uma parede de domínio.

O terceiro termo da equação 4.1 é a energia de interação bilinear, de interação de troca entre as camadas AFM e FM

$$E_{int}^{AB} = -J_{AB} \left(\frac{\mathbf{M}_{FM}^A \cdot \mathbf{M}_{AFM}^B}{M_{FM} M_{AFM}} \right), \quad (4.4)$$

onde J é a constante de acoplamento AFM/FM.

Os campos efetivos usados nesse trabalho são: de anisotropia uniaxial da camada FM (H_U), de acoplamento bilinear (H_E), de anisotropia de parede de domínio da camada AFM

(H_W), de anisotropia rodável (H_{ra}) e o desmagnetizante (H_D). Estes campos são definidos pelas seguintes expressões:

$$H_U = \frac{2K_{FM}}{M_{FM}}, \quad (4.5)$$

onde K_{FM} é a constante de anisotropia uniaxial da camada FM,

$$H_E = \frac{J}{(t_{FM} M_{FM})}, \quad (4.6)$$

sendo t_{FM} é a espessura da camada FM,

$$H_W = \frac{\sigma_W}{(t_{FM} M_{FM})}, \quad (4.7)$$

$$H_{ra} = \frac{2K_{ra}}{M_{FM}}, \quad (4.8)$$

onde K_{ra} é a constante de anisotropia rodável, e

$$H_D = 4\pi M_S. \quad (4.9)$$

Considerando o campo \mathbf{H} e os eixos fáceis localizados no plano do filme, a energia livre do sistema em função dos ângulos da magnetização pode ser expressa como

$$\begin{aligned} \frac{E}{(t_{FM} M_{FM})} = & -H \cos(\phi_H - \phi_{FM}) - \frac{1}{2} H_U \cos^2 \phi_{FM} - H_W \cos \phi_{AFM} \\ & - \frac{1}{2} H_{ra} \cos^2 (\phi_H - \phi_{FM}) - H_E \cos(\phi_{FM} - \phi_{AFM}). \end{aligned} \quad (4.10)$$

Para reproduzir as curvas de magnetização experimentais das amostras tratadas termicamente, foi usado o modelo DWF com algumas modificações. Consideramos duas camadas, uma FM e outra AFM, e um acoplamento de troca ferromagnético entre pares de momentos, utilizando uma distribuição Gaussiana de eixos fáceis (com desvio padrão σ) no plano do filme.

Também foi testado o modelo de momentos AFM fixos (FAF) que é um caso especial do DWF para anisotropia AFM extremamente alta. O modelo FAF, apesar das suas simplicidade e limitação, pareceu funcionar muito bem para filmes IrMn/Co⁴⁸ similares aos nossos. Entretanto, mesmo que as variações angulares de H_{EB} e H_C extraídas das curvas de histerese calculadas através desse modelo coincidem bem próximo com aqueles obtidos via DWF, a forma das curvas de histerese experimentais são melhor reproduzidas usando o modelo DWF, que é mais flexível. Por essa razão, este foi usado para todos os ajustes.

Tendo em vista a complexidade das formas das curvas de magnetização das amostras como-feitas, considerou-se que a parte FM da amostra é formada por duas fases magnéticas. Sendo uma dessas fases um sistema desordenado com interface AFM quase compensada, tornou-se necessário para o modelo a inserção de mais dois momentos (C e D), e as respectivas interações, como ilustrado na Figura 4.15, utilizando distribuição Gaussiana de eixo fácil comum (com desvio padrão σ) deste sistema de quatro momentos, dado pelo vetor unitário \hat{u} .

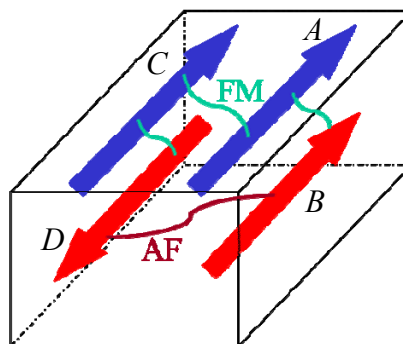


Figura 4.15: Diagrama esquemático do modelo onde as linhas verdes correspondem ao acoplamento FM e a linha vermelha ao acoplamento AFM.

Desta forma, acrescentando à expressão de energia livre cinco novos termos, isto é, um termo de energia uniaxial de mais um momento FM na equação 4.2,

$$E_U^C = -K_{FM}^C \left(\frac{\mathbf{M}_{FM}^C \cdot \hat{\mathbf{u}}}{M_{FM}} \right)^2, \quad (4.11)$$

mais um termo de energia de anisotropia unidirecional de parede de domínio AFM correspondente ao momento magnético D na equação 4.3,

$$E_{AFM}^D = -\sigma_W^D \frac{\mathbf{M}_{AFM}^D \cdot \hat{\mathbf{u}}}{M_{AFM}}, \quad (4.12)$$

e mais três termos de interação bilinear na equação 4.4, duas interações FM e uma AFM,

$$E_{\text{int}} = -J_{AC} \left(\frac{\mathbf{M}_{FM}^A \cdot \mathbf{M}_{FM}^C}{M_{FM}^2} \right) + J_{DB} \left(\frac{\mathbf{M}_{AFM}^D \cdot \mathbf{M}_{AFM}^B}{M_{FM}^2} \right) - J_{DC} \left(\frac{\mathbf{M}_{FM}^D \cdot \mathbf{M}_{AFM}^C}{M_{FM} M_{AFM}} \right). \quad (4.13)$$

Na outra fase, as curvas de magnetização das amostras como-feitas foram calculadas seguindo o modelo Stoner-Wohlfarth (partículas desordenadas, não interagentes, com anisotropia uniaxial) considerando um sistema que contenha domínios desordenados não interagentes no plano do filme.

4.2.1 Ajustes das curvas de magnetização

No programa que calcula a magnetização, os parâmetros variados são H_U , H_W , H_E , H_{ra} e σ . Os valores utilizados como “*chute inicial*” para os parâmetros das simulações das amostras tratadas termicamente foram os seguintes: H_U igual ao valor de H_C obtido das medidas de magnetização experimental da amostra como feita; H_E igual ao campo de deslocamento obtido experimentalmente; utilizamos um valor fixo de $H_W = 510$ Oe em todos os cálculos para as amostras tratadas termicamente, pois uma vez que a camada AFM é depositada antes do espaçador e da camada FM, não é esperado uma alteração de H_W com a variação de t_{Cu} . A partir destes valores iniciais são feitos os melhores ajustes.

Na Figura 4.16 (a) a seguir, são mostradas as curvas experimentais da amostra tratada termicamente com $t_{Cu} = 0$ nm e os resultados dos melhores ajustes ($H_U = 59$ Oe, $H_E = 152$ Oe) para dois ângulos selecionados de campo magnético aplicado ($\phi_H = 0^\circ$ e 90°), assim como a variação angular do campo de EB extraídas das curvas individuais, Figura 4.16 (b).

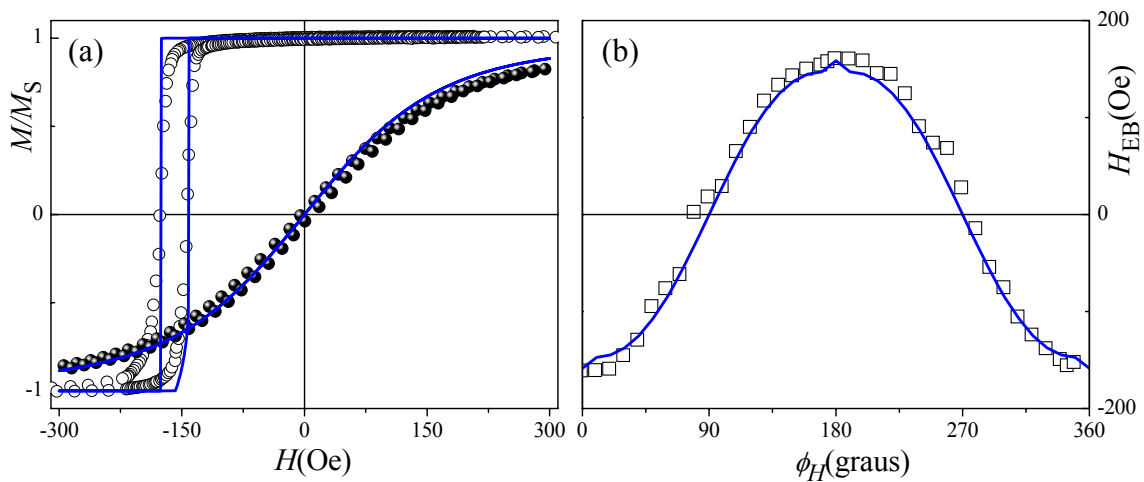


Figura 4.16 : Esquerda: curvas de magnetização no plano do filme tratadas termicamente com $t_{Cu} = 0$ nm e para o campo aplicado nas direções de eixo fácil (círculos abertos) e eixo duro (círculos cheios). A variação angular de H_{EB} é mostrada no gráfico à direita (quadrados). As linhas correspondem ao melhor ajuste obtido sem introdução de distribuição de eixos fáceis e os parâmetros usados encontram-se no corpo do texto.

Devido à forma arredondada das curvas de histerese experimentais, mesmo para H aplicado ao longo dos eixos fáceis das amostras ($\phi_H = 0$), foi necessário introduzir certas texturas nos cálculos considerando distribuições Gaussianas de direções de eixos fáceis (FM e AFM independentes) com máximo na direção de Exchange Bias.

Na Figura 4.17 a seguir são mostradas as curvas experimentais da amostra tratada termicamente com $t_{Cu} = 0$ nm e os resultados dos ajustes para dois ângulos selecionados de campo magnético aplicado ($\phi_H = 0^\circ$ e 90°), usando distribuições de eixos fáceis (σ_{FM} e σ_{AFM})(a), assim como a variação angular do campo de EB extraídas das curvas individuais (b).

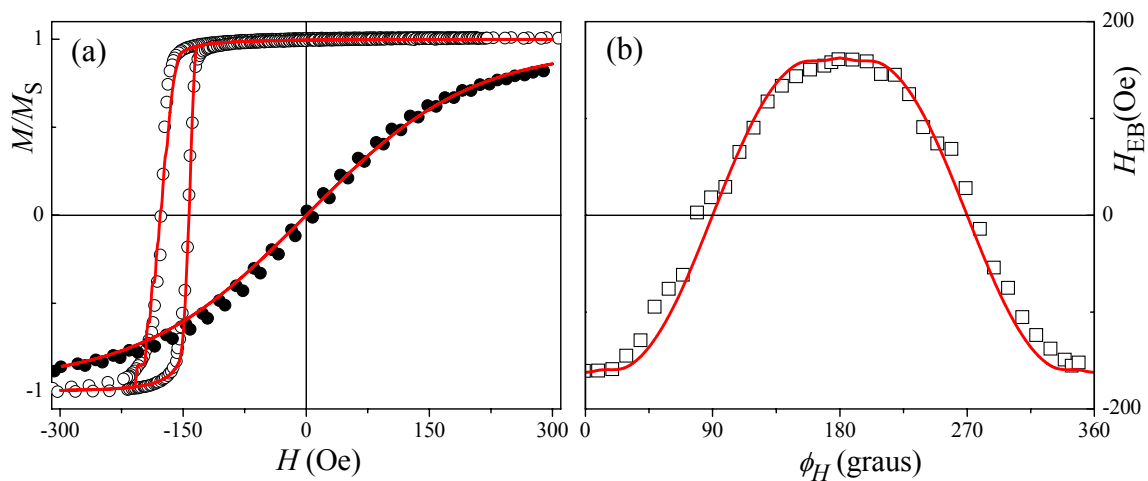


Figura 4.17: Esquerda: curvas de magnetização no plano do filme tratadas termicamente com $t_{Cu} = 0$ nm e para o campo aplicado nas direções de eixo fácil (círculos abertos) e eixo duro (círculos cheios). A variação angular de H_{EB} é mostrada no gráfico à direita (quadrados). As linhas correspondem ao melhor ajuste obtido utilizando distribuições de eixos fáceis e os parâmetros usados encontram-se no Anexo A.

Podemos observar que com a introdução das distribuições, o modelo reproduz com mais rigorosidade as formas das curvas de histerese e a amplitude da variação angular de H_{EB} . Por isso, utilizamos distribuições de eixos fáceis para todas as simulações das amostras tratadas termicamente. Os resultados para as amostras com $t_{Cu} = 0, 0.25, 0.5, 0.75$ e 1 nm tratadas termicamente, são mostrados na Figura 4.18.

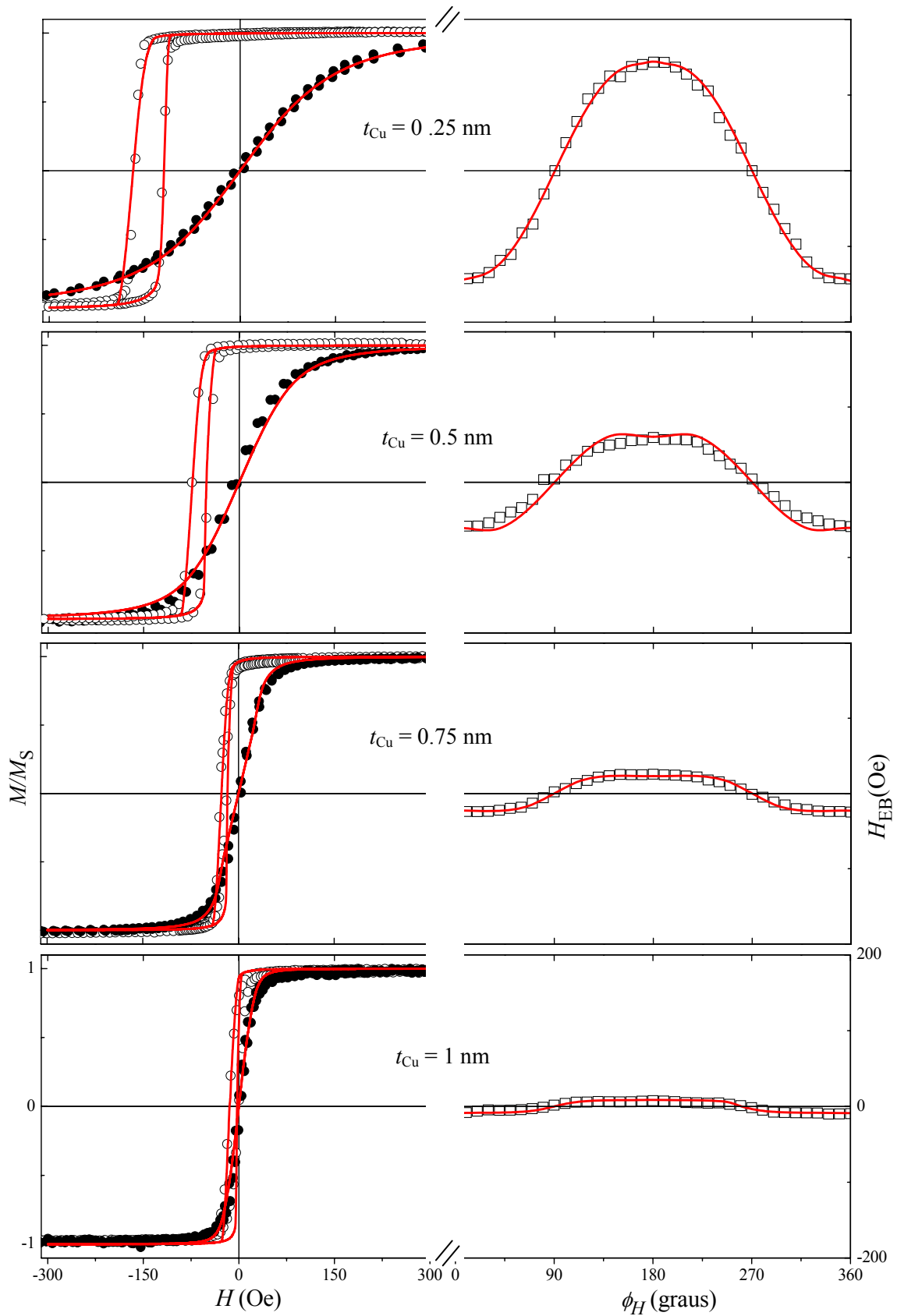


Figura 4.18: O mesmo da Figura 4.17 para $t_{\text{Cu}} = 0.25, 0.5, 0.75$ e 1 nm.

Há uma boa concordância entre o modelo e o experimento para ambas as direções fácil e difícil, e o mesmo acontece para $H_{EB}(\phi_H)$, confirmando que as propriedades magnéticas deste sistema IrMn/Co pode ser muito bem explicadas utilizando este modelo fenomenológico.

A seguir na Figura 4.19 são mostrados os gráficos de σ_{FM} e σ_{AFM} em função de t_{Cu} usados nas simulações das amostras tratadas. O gráfico indica que quanto mais espessa a camada de cobre mais texturizada magneticamente torna-se a camada AFM. Este resultado é esperado já que a camada de Cu dificulta o alinhamento dos momentos AFM durante o resfriamento. A diminuição gradual de σ_{FM} indica um melhoramento na cristalinidade do filme pela influência da camada de Cu, ou seja, à medida que se aumenta a espessura da camada de cobre, melhor torna-se a estrutura cristalina da camada de cobalto crescida sobre o cobre.

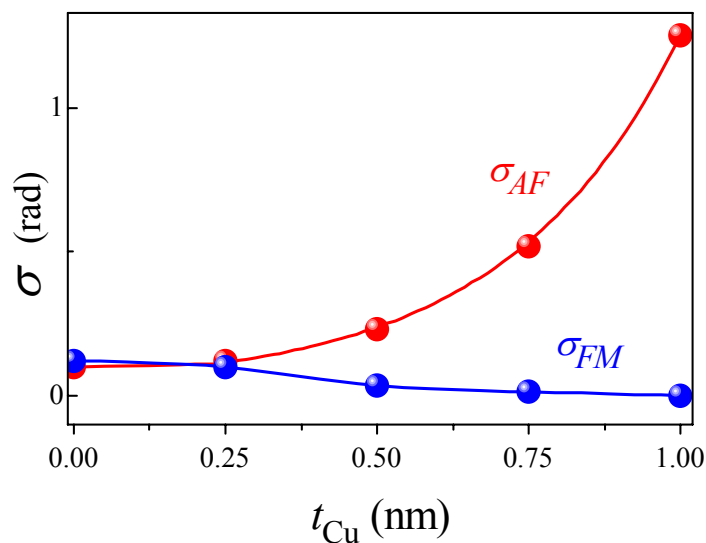


Figura 4.19: Distribuições de eixos fáceis FM (azul) e AFM (vermelho) em função de t_{Cu} , onde as linhas são apenas guia aos olhos.

O ajuste da curva experimental para a amostra como-feita com $t_{Cu} = 0$ nm mostrado na Figura 4.20 foi obtido assumindo que a parte FM da amostra é formada por duas fases magnéticas, a primeira contendo domínios desordenados não interagentes no plano do filme com $H_U = 360$ Oe, cujos laços de histerese foram calculados seguindo o modelo Stoner-Wohlfarth. A segunda fase consiste de pares de momentos do Co com exatamente a mesma

anisotropia uniaxial efetiva ($H_U + H_{ra} = 90$ Oe) usada no ajuste da amostra tratada, acoplados ferromagneticamente com $H_{E,FM} = 160$ Oe. Cada um destes momentos é também acoplado com o momento adjacente (o mais próximo) da parte AFM na interface; neste caso, o H_E usado é o mesmo do ajuste da amostra tratada. Os dois momentos AFM são por sua vez acoplados antiferromagneticamente ($H_{E,AFM} = -140$ Oe), tendo menor anisotropia que àquela das amostras tratadas, $H_W = 370$ Oe. H_{EB} é obtido assumindo o conjunto quase desordenado de tais arranjos usando distribuições de eixos fáceis com $\sigma = 2.5$ rad.

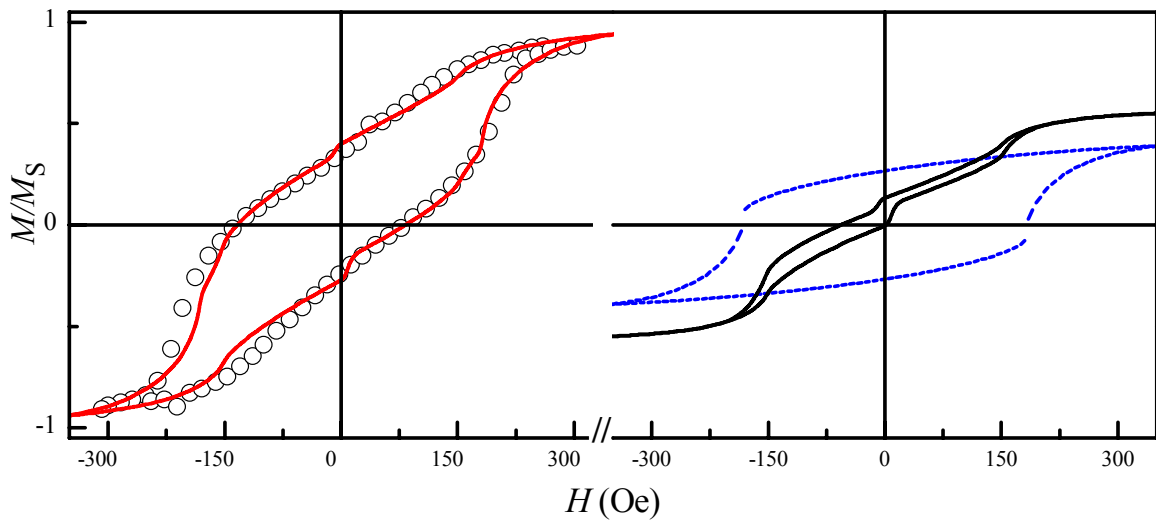


Figura 4.20: O gráfico a esquerda mostra a curva de histerese para a amostra como-feita sem espaçador de Cu. A curva do modelo (linha contínua vermelha) é a soma das duas curvas de histerese do gráfico à direita. A linha tracejada azul é a simulada considerando domínios FM desordenados. A linha contínua preta representa um sistema de EB desordenado com interface AFM quase compensada. Os parâmetros usados para calcular estas curvas encontram-se no corpo do texto.

Como pode ser visto, há uma boa concordância entre a simulação e a curva de magnetização experimental para a amostra como-feita também. O alto valor de H_U obtido da primeira fase do Co pode ser entendido assumindo que este representa a anisotropia efetiva de uma grande área de domínios de Co acoplados a muitos spins AFM adjacentes desordenados. O baixo valor de H_W da segunda fase, quando comparado com as amostras tratadas, prova que o tratamento térmico aumenta a anisotropia AFM, melhorando o alinhamento dos momentos AFM.

A Figura 4.21 apresenta os valores de H_E e H_U usados nas simulações das curvas de magnetização das amostras tratadas termicamente, junto com H_{EB} e H_C das amostras tratadas termicamente e como-feitas para $\phi_H = 0^\circ$.

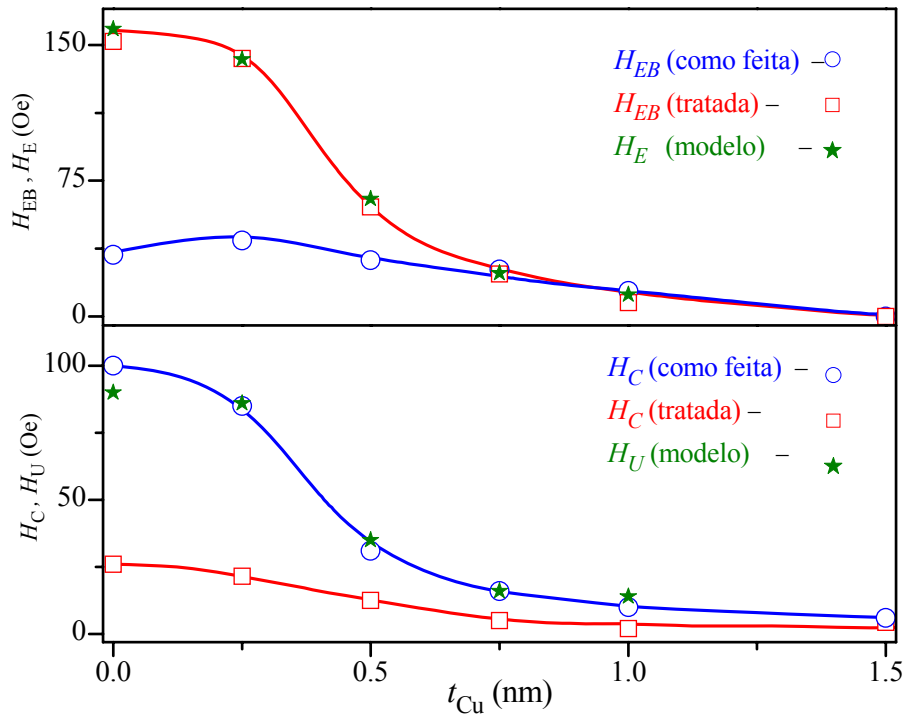


Figura 4.21: Os símbolos vazados representam H_{EB} e H_C em função de t_{Cu} para as amostras como-feitas e tratadas termicamente para $\phi_H = 0^\circ$. O símbolo (estrela) cheio representa os valores de H_U e H_E usados nas simulações para as amostras tratadas termicamente; as linhas aqui são apenas guia para os olhos.

Notavelmente, os valores de H_U praticamente coincidem com as coercividades dos filmes como-feitos e os valores de H_E são os mesmos dos valores experimentais de H_{EB} , isto já era esperado para o modelo DWF visto que $H_W \gg H_E$ ^{34, 10}.

4.2.2 Ajuste das curvas de FMR

No programa que calcula as curvas das variações do campo de FMR em função do ângulo entre o campo e o eixo de fácil magnetização os parâmetros que são variados são H_U , H_W , H_E , H_{ra} , M_S e ω/γ (onde ω é a frequência de excitação e γ o fator giromagnético). Os ajustes foram feitos com o mesmo modelo, e expressões de energia usados para o cálculo das curvas de magnetização, utilizando o procedimento numérico descrito nas referências 11, 26 e 49. Assim como nas simulações das curvas de magnetização, usamos um valor fixo de $H_W = 510$ Oe para todos os cálculos para as amostras tratadas termicamente. O campo de anisotropia rodável foi incluído devido aos resultados das simulações de FMR terem apresentado um deslocamento do campo de ressonância, indicando assim a existência um campo adicional atuando nas amostras. O valor de 1372 emu/cm^3 para a magnetização de saturação do cobalto, estimado a partir do ajuste do $H_{res}(\phi_H)$ para o filme com $t_{Cu} = 1$ nm (onde $H_{ra} = 0$), foi subsequentemente usado em todas as simulações. A razão ω/γ usado em todas as simulações foi de 3.075 kOe .

As Figuras 4.10 e 4.11, apresentadas anteriormente, mostram os ajustes da variação angular da frequência de ressonância em função de ϕ_H para as amostras tratadas termicamente com $t_{Cu} = 0, 0.25, 0.5, 0.75$ e 1 nm. Observa-se uma excelente concordância entre as curvas experimentais e as calculadas. Os parâmetros usados que melhor reproduzem as curvas experimentais encontram-se no Anexo A deste trabalho.

A diferença significativa entre a forma das curvas $H_{res}(\phi_H)$ para $t_{Cu} = 0$ e 0.25 nm em relação as outras com $t_{Cu} = 0.5, 0.75$ e 1 nm indica que quando t_{Cu} aumenta, a intensidade do acoplamento diminui e as curvas $H_{res}(\phi_H)$ tornam-se típicas aos casos em que $H_U < H_E \ll H_W$ ¹¹. A boa concordância entre o ajuste e o experimento confirma esta observação.

4.3 Discussões

O acoplamento de troca entre materiais FM e AFM tem sido extensivamente estudados nas últimas duas décadas devido ao seu papel determinante no fenômeno de EB. Uma das características polêmicas e ainda não suficientemente esclarecida é o fato de que técnicas experimentais diferentes (reversíveis e não-reversíveis) podem resultar em valores distintos para os campos H_{EB} .

O campo de EB, obtido das medidas de ressonância em função do ângulo do campo aplicado $H_{EB}^{FMR}(\phi_H)$, é definido como¹¹

$$H_{EB}^{FMR}(\phi_H) = \frac{1}{2} [H_{res}(\phi_H) - H_{res}(\pi - \phi_H)], \quad (4.14)$$

para $H_E \neq 0$, obtido usando os campos medidos $H_{res}(\phi_H)$.

Diferentemente dos resultados até agora conhecidos, as variações experimentais de H_{EB}^{MAG} e H_{EB}^{FMR} coincidem no nosso sistema para espessuras de cobre menores que 1 nm, como podemos ver na Figura 4.22, onde são apresentadas as variações angulares do campo de EB das curvas de magnetização e FMR para as amostras com $t_{Cu} = 0.25, 0.5, 0.75$ e 1 nm. As curvas para $t_{Cu} = 0$ nm não são apresentadas, pois são muito similares àquelas com $t_{Cu} = 0.25$ nm.

No sistema IrMn/Cu/Co aqui estudado, os H_{EB} estimados através das duas técnicas (MAG e FMR), H_{EB}^{MAG} e H_{EB}^{FMR} coincidem, fato já esperado para H_E ligeiramente maior que H_U . Mesmo que tal coincidência seja observada também para as outras amostras, não se pode concluir que os momentos magnéticos das camadas de Co e IrMn sejam fortemente acoplados somente a partir da análise destas curvas experimentais. A razão é que na estimativa da margem de erro dos experimentos, ambos os tipos de campos H_{EB} deveriam ser da ordem da diferença entre eles, quando H_E e H_U têm valores comparáveis. As curvas de $H_{EB}^{FMR}(\phi_H)$ para filmes com espaçador de cobre mais grosso mostrado na Figura 4.22 são exatamente o que se esperaria para uma bicamada muito fracamente acoplada: quando H_{EB}^{FMR} apresenta uma variação de $\sin 2\phi_H$, H_{EB}^{MAG} desvia-se da característica senoidal nas vizinhanças de $\phi_H = 0$ e π , como exemplificado na referência 11.

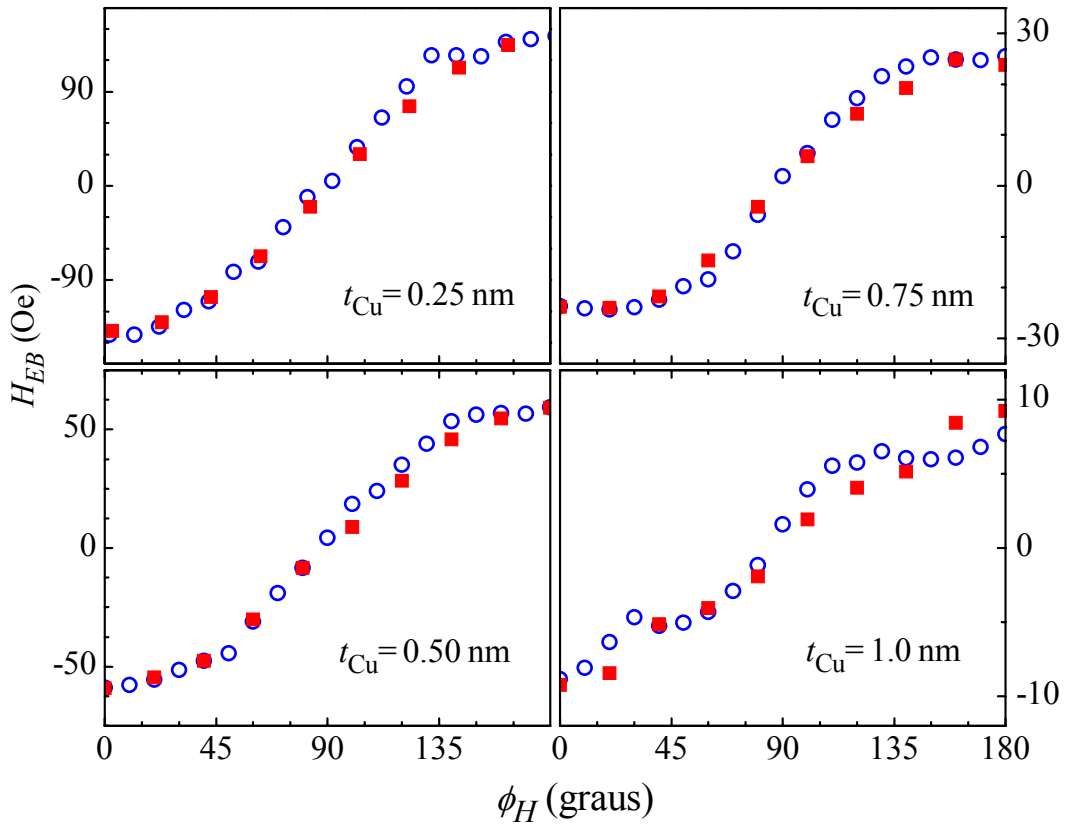


Figura 4.22: Variação angular experimental do H_{EB}^{MAG} (círculo vazado azul) e do H_{EB}^{FMR} (quadrado cheio vermelho).

Os valores de H_{EB} extraídos através das duas técnicas (MAG e FMR) são praticamente iguais, mas as interações e as anisotropias uniaxiais obtidas dos ajustes são diferentes, como pode ser observado na Figura 4.23. Nesta figura são mostradas as variações de $J (= t M_s H_E)$, H_U , e H_{ra}^{FMR} em função de t_{Cu} , obtidos dos ajustes. Ambos J^{FMR} e J^{MAG} decrescem exponencialmente, isto é, $J \propto \exp(-t_{Cu}/\lambda)$, quando t_{Cu} aumenta. Os comprimentos de decaimento λ são estimados como sendo $\lambda^{FMR} = 2.9 \text{ \AA}$ e $\lambda^{MAG} = 3.1 \text{ \AA}$, valores ligeiramente menores que aqueles descritos por Gökemeijer e colaboradores¹² e comparáveis com aqueles de Thomas e colaboradores¹². O valor baixo de λ , de alguns angstroms, indica o chamado acoplamento de curto alcance. O termo correto, entretanto, deve ser acoplamento direto visto que este é devido à existência do contato interfacial direto através de “pinholes” (neste caso, buracos preenchidos de Co como “pontes” que atravessam a intercâmara de Cu) entre as

camadas IrMn e de Co, que ocorrem normalmente até espessuras de intercamadas de ≈ 1 nm^[12, 50, 51]. À medida que t_{Cu} torna-se maior, o número de *pinholes* em sua área diminui até que o acoplamento se torne inexistente. H_U e H_{ra}^{FMR} , entretanto, depois de um rápido decaimento inicial com t_{Cu} , permanecem quase inalterados para $t_{Cu} > 0.75$ nm. É importante notar que $J^{FMR} > J^{MAG}$ e $H_U^{FMR} < H_U^{MAG}$ para todos os t_{Cu} .

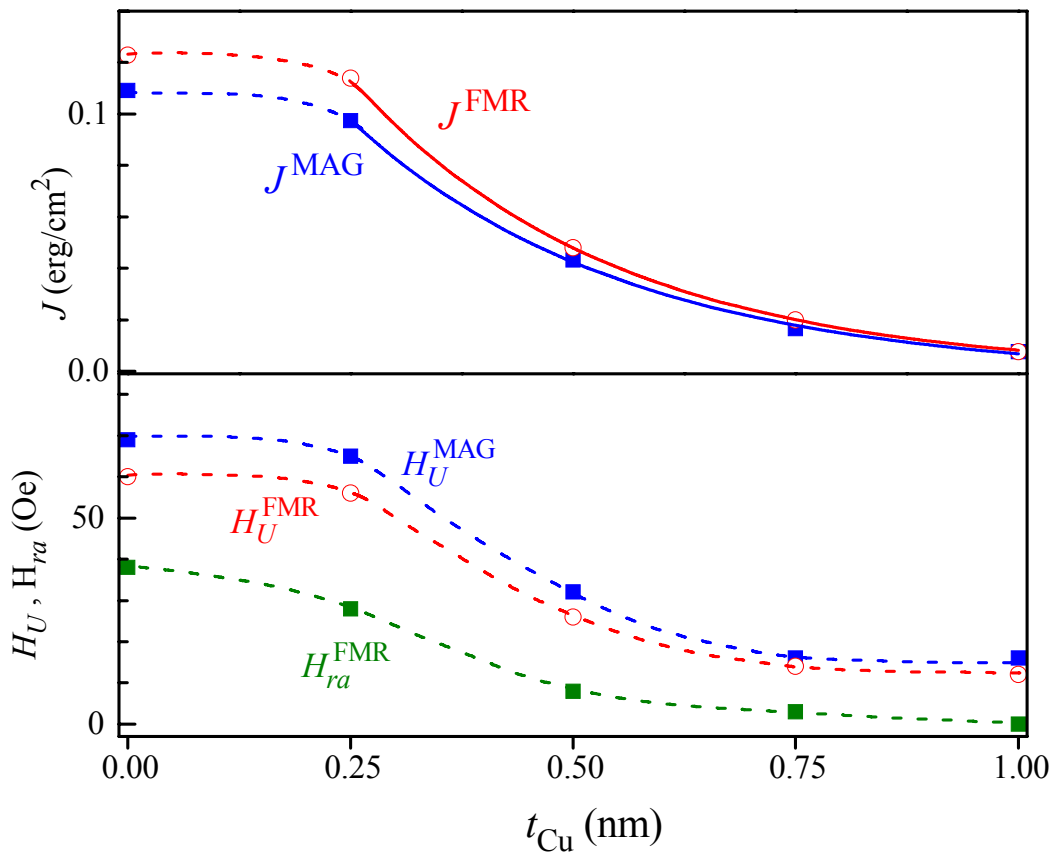


Figura 4.23: Dependência de J , H_U e H_{ra} usado nos os ajustes de MAG (quadrado cheio azul) e FMR (círculo vazado vermelho) em função de t_{Cu} . As linhas contínuas são os melhores ajustes obtidos com um decaimento exponencial e as linhas tracejadas são apenas guias ao olho.

A dependência de J e dos parâmetros de anisotropia com a espessura t_{Cu} em nossas amostras é consistente com o seguinte cenário. Começaremos a discussão com as características da camada FM de Co. Mesmo que ambas as camadas FM e AFM sejam policristalinas, o alinhamento de Co é melhorado quando se aumenta a espessura da camada de Cu, devido ao melhoramento de sua estrutura cristalográfica. Isto é confirmado pela diminuição gradual da distribuição de eixos fáceis FM, σ_{FM} , com o aumento da espessura de

t_{Cu} , estimada das simulações das curvas de magnetização mostradas na Figura 4.19, e também da diminuição das larguras de linha ΔH das medidas de FMR, que estão mostradas na Figura 4.12. Em materiais policristalinos, o aumento da largura de linha é originado da dispersão nos parâmetros de anisotropia que fazem com que regiões magnéticas separadas passem a sofrer ressonância em diferentes campos aplicados. Parte da diminuição de ΔH pode ser atribuída á diminuição do acoplamento⁵².

Contrariamente à variação dos arranjos de spins FM, o alinhamento dos arranjos AFM diminui quando t_{Cu} é aumentado como indicado pela curva $\sigma_{AFM}(t_{Cu})$ na Figura 4.19. O aumento de σ_{AFM} com t_{Cu} é naturalmente explicado tendo em mente que os spins da interface AFM não estão acoplados diretamente ao campo, mas sim com a magnetização do FM. Isto se deve ao mesmo motivo da diminuição de J , ou seja, a diminuição dos *pinholes* com o aumento de t_{Cu} . Assim, a potencialidade do tratamento térmico para formar arranjos colineares diminui gradualmente, pois a área de contato AFM/FM atribuída aos *pinholes* também diminui com t_{Cu} , mesmo que o IrMn tenha um bom potencial para melhorar o alinhamento de spin sendo um material com anisotropia cúbica com mais de duas direções de eixos fáceis de magnetização, quando não há mais interação, a magnetização do FM não consegue mais alinhar os spins AFM.

Vamos agora discutir as características da camada AFM. Existem duas frações de grãos coexistindo na parte AFM da interface, isto é, grãos cuja estabilidade magnética é determinada pela intensidade do acoplamento entre os momentos destes grãos e os domínios FM adjacentes. Em experimentos de FMR, se um momento magnético é estável ou não, depende de seu tempo de relaxação τ , relativo ao período de excitação de microondas, τ_{res} . Foi mostrado⁴⁹ que o EB deve depender da frequência, isto é, $H_{res}(\phi_H)$ obtido a duas frequências diferentes de excitação no mesmo pedaço de amostra pode diferir consideravelmente, sendo a curva obtida em menor ω característica de um forte acoplamento de troca e aquela medida a ω menores, ser típica de fracas interações. A razão para este comportamento é que somente grãos com $\tau > \tau_{res}$ contribuem para o EB. Neste presente caso alguns dos momentos, que são estáveis em uma medida de FMR, são instáveis em uma medida de curva de magnetização, visto que o tempo de medida na técnica de MAG é muito maior do que em τ , assim explicando o valor efetivo de J^{MAG} menor quando comparado àquele extraído da técnica FMR.

Grãos AFM com $\tau \approx \tau_{res}$ contribuem para a anisotropia rodável e não para EB nas medidas de FMR^[5, 24, 49]. Foi utilizado nas simulações $H_{ra}^{FMR} = 2H_{ra}^{MAG}$ para todas as amostras sendo a causa novamente àquela responsável por $J^{FMR} > J^{MAG}$: devido ao seu baixo valor de τ , alguns dos momentos que contribuem para H_{ra}^{FMR} são detectados como superparamagnéticos em uma medida de magnetização DC.

Ambas as técnicas FMR e MAG mostram que H_U aumenta rapidamente com a diminuição de t_{Cu} partindo de $t_{Cu} \approx 0.75$ nm, como pode ser visto na Figura 4.23. H_U permanece aproximadamente constante para valores de t_{Cu} maiores (onde $J \approx 0$), o que claramente indica que o aumento de H_U é um efeito induzido por EB. Isto deve ser atribuído à presença de subsistemas AFM/FM com interfaces completamente compensadas ao longo dos eixos fáceis efetivos da amostra, que resulta em um aumento da largura dos laços de histerese⁵³. Este aumento é interpretado como uma contribuição adicional da anisotropia uniaxial pelo nosso modelo, o qual não leva em conta as configurações do tipo um momento FM acoplado a dois momentos da sub-rede AFM. Visto que J torna-se fraco com o aumento de t_{Cu} , o papel deste sistema de três momentos também é de diminuir H_U . Estas considerações também explicam o menor valor de H_U estimado dos dados de FMR comparados àqueles extraídos dos ajustes de MAG. Alguns dos grãos AFM com $\tau > \tau_{res}$, mesmo que estáveis para as medidas de FMR contribuem para EB e não resultam num aumento adicional H_U^{FMR} , entretanto, estes contribuem para H_U nas medidas de MAG, que são mais lentas.

Em resumo, os H_{EB} observados são iguais (o que difere dos resultados ate agora conhecidos), mas as interações e as anisotropias uniaxiais são diferentes, pois as técnicas estão detectando coisas diferentes. Ou seja, a medição estática prioriza a amostra como um todo, enquanto o FMR (o qual depende da frequência de oscilação das partículas) observa somente os momentos cujo tempo de relaxação é menor do que o tempo de excitação da microonda. Quando o contato, e conseqüentemente a interação, acabar, as diferenças entre as medidas não são mais observadas, o que nos leva supor que a origem da diferença está justamente no comportamento das partículas AFM na interface.

CONCLUSÕES

Neste trabalho foi estudado o comportamento magnético de filmes de IrMn/Cu/Co depositado por *Magnetron Sputtering* que apresentam o fenômeno de *Exchange Bias* (EB), visando analisar a influência da camada de Cu no comportamento magnético do sistema. Foram comparados os resultados obtidos por técnicas distintas, uma vez que o tema EB é bastante controverso.

Após a sua caracterização estrutural e magnética, os filmes receberam um tratamento térmico posterior na presença de um campo magnético. A intensidade de interação entre as camadas AFM de IrMn e a FM de Co através do espaçador de Cu, assim como os parâmetros de anisotropia, foram analisados em função da espessura de cobre. A interpretação dos resultados foi feita comparando os dados experimentais obtidos usando medidas de curvas de magnetização (MAG) e de ressonância ferromagnética (FMR), com as respectivas simulações utilizando um modelo fenomenológico.

A seguir, serão destacados os principais resultados deste trabalho.

♦ As medidas de magnetização e de FMR mostraram um grande aumento de H_{EB} e uma significativa diminuição de H_C com o tratamento térmico para as amostras com $t_{Cu} \leq 1$ nm. H_C e H_{EB} em função de t_{Cu} apresentaram uma tendência geral de rápida diminuição com o aumento de t_{Cu} para todas as amostras. À medida que t_{Cu} aumenta, tanto para amostras como-feitas quanto para as tratadas termicamente, o campo de *Exchange Bias* diminui, tornando-se praticamente nulo a partir $t_{Cu} = 1.5$ nm, quando as camadas de Co e IrMn estão praticamente desacopladas magneticamente. Nenhuma das amostras da série apresentou efeito de treinamento.

♦ Os parâmetros obtidos destas medidas foram comparados com os respectivos valores utilizados em simulações através do modelo fenomenológico que considera camadas magnéticas policristalinas com distribuições de eixos fáceis FM e AFM independentes. Uma concordância muito boa entre o experimento e as simulações foi observada para todas as amostras.

♦ Os valores de H_U , usados nos ajustes para as medidas de MAG das amostras tratadas termicamente, praticamente coincidem com os campos coercivos dos filmes como-feitos e os valores de H_E são os mesmos dos valores experimentais de H_{EB} .

♦ A parte FM da amostra como-feita com $t_{Cu} = 0$ nm é formada por duas fases magnéticas. A primeira contém domínios desordenados não-interagentes no plano do filme. A segunda fase consiste de pares de momentos de Co, acoplados entre si e também com os seus vizinhos mais próximos da parte AFM da interface os quais, por sua vez, estão acoplados antiferromagneticamente. Estes arranjos, de quatro momentos interagentes cada, apresentam uma distribuição quase aleatória dos seus eixos fáceis.

♦ Comparando os resultados observou-se que:

(a) as variações experimentais de H_{EB}^{MAG} e H_{EB}^{FMR} coincidem para $t_{Cu} < 1$ nm;

(b) as intensidades de acoplamento e os campos de anisotropia da camada de Co, obtidos via simulação numérica, são diferentes, sendo que $J^{FMR} > J^{MAG}$ e $H_U^{FMR} < H_U^{MAG}$;

(c) a interação de troca diminui exponencialmente com o aumento de t_{Cu} a partir de 0.25 nm, sendo esta uma interação de curto alcance mediada por *pinholes*;

(d) H_U e H_{ra}^{FMR} , depois de um rápido decaimento inicial com o aumento de t_{Cu} , permanecem quase inalterados para $t_{Cu} > 0.75$ nm.

♦ O fato dos H_{EB} observados serem iguais (diferentemente dos resultados até agora conhecidos) e as interações, assim como as anisotropias uniaxiais, serem diferentes, foi atribuído ao fato de que as técnicas detectam processos físicos diferentes. A medição estática prioriza a amostra como um todo, enquanto a FMR (a qual depende da frequência de oscilação da magnetização) detecta somente os momentos magnéticos cujos tempos de relaxação são menores do que o tempo de excitação da microonda. Quando o contato entre as camadas de IrMn e Co (e conseqüentemente a interação) acabar, as diferenças entre as medidas não são mais observadas.

Como conseqüência deste trabalho, três artigos foram publicados,

1. S. Nicolodi, L. G. Pereira, J. E. Schmidt, L. C. C. M. Nagamine, A. D. C. Viegas, C. Deranlot, F. Petroff, and J. Geshev, “Angular dependence of the exchange bias and coercivity of IrMn/Co bilayers,” *Physica B: Condensed Matter* **384**(1-2), (2006) 141.

2. S. Nicolodi, L. C. C. M. Nagamine, A. D. C. Viegas, J. E. Schmidt, L. G. Pereira, C. Deranlot, F. Petroff, J. Geshev, “Copper spacer thickness dependence of the exchange bias in IrMn/Cu/Co ultrathin films,” *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **316**, (2007) e97-e100.

3. J. Geshev, S. Nicolodi, L. G. Pereira, L. C. C. M. Nagamine, J. E. Schmidt, C. Deranlot, F. Petroff, R. L. Rodríguez-Suárez, and A. Azevedo, “Exchange bias through a Cu interlayer in an IrMn/Co system,” *Physical Review B*” **75**, (2007) 214402.

REFERÊNCIAS

-
- ¹ MEIKLEJOHN, W. H., and BEAN, C. P., New magnetic anisotropy. **Physical Review**. Woodbury, v. 102, p. 1413-1414, 1956.
- ² XI, H., WHITE, R. M., and REZENDE, S. M., Irreversible and reversible measurements of exchange anisotropy. **Physical Review B**. Woodbury, v.60, p. 14837-14840, 1999.
- ³ RODRÍGUES-SUÁREZ., R. L., VILELA LEÃO, L. H., AGUIAR, de F. M., REZENDE, S. M., and AZEVEDO, A., Exchange anisotropy determined by magnetic field dependence of ac susceptibility. **Journal of Applied Physics**. Woodbury, v. 94, p. 4544-4550, 2003.
- ⁴ STRÖM, V., JÖNSSON, B. J., DAHLBERG, E. D., and RAO, K. V., Determination of exchange anisotropy by means of ac susceptometry in Co/CoO bilayers. **Journal of Applied Physics**. Woodbury, v. 81, p. 5003-5005, 1997.
- ⁵ MCMICHAEL, R. D., STILES, M.D., CHEN, P. J., and EGELHOF, W. F. JR., Ferromagnetic resonance studies of NiO-coupled thin films of Ni₈₀Fe₂₀. **Physical Review B**. Woodbury, v. 58, n. 13, p. 8605-8612, 1998.
- ⁶ DAHLBERG, E. D., MILLER, B., HILL, B., JONSSON, B. J., STROM, V., RAO, K. V., NOGUES, J., and SCHULLER, I. K., Measurements of the ferromagnetic/antiferromagnetic interfacial exchange energy in CO/CoO and Fe/FeF₂ layers (invited). **Journal of Applied Physics**. Woodbury, v. 83, p. 6893-6895, 1998.
- ⁷ MILTÉNYI, P., GRUYTERS, M., and GÜNTHERODT, D., Spin waves in exchange-biased Fe/FeF₂. **Physical Review B**. Woodbury, v. 59, n. 6, p. 3333-3336, 1999.

-
- ⁸ FERMIN, J. R., LUCENA, M.A., AZEVEDO, A., AGUIAR, F. M., and REZENDE, S. M., Measurements of exchange anisotropy in NiFe/NiO films with different techniques. **Journal of Applied Physics**. Woodbury, v. 87, p. 6421-6423, 2000.
- ⁹ MILLER, B. H. and DAHLBERG, E. DAN., Use of the anisotropic magnetoresistance to measure exchange anisotropy in Co/CoO bilayers. **Applied Physics Letters**. v. 69, p. 3932-3934, 1996.
- ¹⁰ GESHEV, J. , Analytical solutions for exchange bias and coercivity ferromagnetic/antiferromagnetic bilayers. **Physical Review B**. Woodbury, v. 62, n. 9, p. 5627-5633, 2000.
- ¹¹ GESHEV, J., PEREIRA, L. G. and SCHMIDT, J. E., Angular dependence of the exchange bias obtained from magnetization and ferromagnetic resonance measurements in exchange-coupled bilayers. **Physical Review B**. Woodbury, v. 64, p. 184411(1-5), 2001.
- ¹² THOMAS, L., KELLOCK, A. J., and PARKIN, S. S. P., On the exchange biasing through a nonmagnetic spacer layer. **Journal of Applied Physics**. Woodbury, v. 87, p. 5061-5063, 2000.
- ¹³ GOKEMEIJER, J. N., AMBROSE, T., and CHIEN, C. L., Long-Range Exchange Bias across a Spacer Layers. **Physics Review Letters**. v. 79, p. 4270-4273, 1997.
- ¹⁴ DIJKEN, S. Van., MORIT, J., and COEY, J. M. D., IrMn as exchange-biasing material in systems with perpendicular magnetic anisotropy. **Journal of Applied Physics**. Woodbury, v. 97, p. 10K114(1-3), 2005.
- ¹⁵ CULLITY, B. D., **Introduction to Magnetic Materials**. Massachusetts: Addison Wesley, 1972.

¹⁶ KITTEL, C., **Introduction to Solid State Physics**. New York, John Wiley & Sons, 1976.

¹⁷ HUANG, F., KIEF, M. T., MANKEY, G. J., WILLIS, R. F., Magnetism in the few-monolayers limit. **Physical Review B**. Woodbury, v. 49, n. 6, p. 3962-3971, 1994.

¹⁸ CHIKAZUMI, S., **Physics of Magnetism**. New York: Robert E. Krieger, 1978.

¹⁹ GÜNDEL, A. Anisotropias em magnetismo. **Ciência & Natura**, Santa Maria, v. especial, p. 63-70, 2003.

²⁰ O'HANDLEY, R. C., **Modern Magnetic Material: Principles and Applications**, John Siley & Sons, USA, 1999.

²¹ GESHEV, J., PEREIRA, L. G., SCHMIDT, J. E., and MIKHOV, M., Dependence of the magnetization and remanence of single-domain particles on the second cubic anisotropy constant. **Journal Applied Physics**. Woodbury, v. 90, p. 6243-6250, 2001.

²² PROSEN, R. J., HOLMEN, J. O. and GRAN, B. E., **Journal of Applied Physics**. Woodbury, v. 32, p. 91S, 1961.

²³ LOMMEL, J. M. and GRAHAM, C. D. Jr., Rotatable Anisotropy in Composite Films. **Journal of Applied Physics**. Woodbury, v. 33, n. 3, p. 1160-1161, 1962.

²⁴ FULCOMER, E., and CHARAP, S. H., Thermal fluctuation aftereffect model some systems with ferromagnetic-antiferromagnetic coupling. **Journal of Applied Physics**. Woodbury, v. 43, p. 4190-4199, 1972.

-
- ²⁵ STILES, M. D. and MCMICHAEL, R. D., Model for exchange bias in polycrystalline ferromagnetic-antiferromagnetic bilayers. **Physical Review B**. Woodbury v. 59, p. 3722, 1999.
- ²⁶ GESHEV, J., PEREIRA, L. G. and SCHMIDT, J. E., Rotatable anisotropy and coercivity in exchange-bias bilayers. **Physical Review B**. Woodbury v. 66, p. 134432(1-8), 2002.
- ²⁷ NOGUES, J., SORTA, J., LANGLAIS, V., SKUMRYEV, V., SURINACH, S., MUNOZ, J.S., BARÓ, M.D. Exchange bias in nanostructures. **Physics Reports**. v. 422, p. 65, 2005.
- ²⁸ MEIKLEJOHN, W. H., and BEAN, C. P., New magnetic anisotropy. **Physical Review**. Woodbury, v. 105, p. 904, 1957.
- ²⁹ MEIKLEJOHN, W. H., Exchange anisotropy - a review. **Journal of Applied Physics**. Woodbury, v. 33, p. 1328-1335, 1962.
- ³⁰ NOGUES, J., SCHULLER, Ivan K., Exchange bias. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**. Amsterdam, v. 192, p. 203, 1999.
- ³¹ KIWI, M., Exchange bias theory. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**. Amsterdam, v. 234, p 584, 2001.
- ³² NÉEL, L., Ferro-antiferromagnetic coupling in thin layers. **Annals of Physics**. Paris, v. 2, p. 61-80, 1967.
- ³³ MOLOZEMOFF, A.P., Random-field model of exchange anisotropy at rough ferromagnetic-antiferromagnetic. **Physical Review B**. Woodbury, v. 35, p. 3679-3682, 1987.

-
- ³⁴ MAURI, D., SIEGMANN, H. C.; BAGUS, P. S., KAY, E., Simple model for thin ferromagnetic films exchange coupled to an antiferromagnetic substrate. **Journal of Applied Physics**. Woodbury, v. 62, n. 3047-3049, 1987.
- ³⁵ KOON, N. C., Calculations of Exchange Bias in Thin Films with ferromagnetic/antiferromagnetic. **Physics Review Letters**. v. 78, p. 4865-4868, 1997.
- ³⁶ SCHULTHESS, T. C., BUTLER, W. H., Coupling mechanisms in exchange biased films .invited. **Journal of Applied Physics**. Woodbury, v. 85, p. 5510- 5515, 1999.
- ³⁷ KIWI, M. MEJÍA-LÓPEZ, J., PORTUGAL, R. P., RAMÍREZ, R., Exchange bias model for Fe/FeF₂: Role of domains in the ferromagnet. **Europhys Letters**. v. 48, p. 573-579, 1999.
- ³⁸ VIEGAS, A. D. C., CORRÊA, M. A., SANTI, L., SILVA, R. B. DA, BOHN, F., CARARA, M. and SOMMER, R. L., Thickness dependence of the high frequency magnetic permeability in amorphous FeCuNbSiB thin films. **Journal of Applied Physics**. Woodbury, v. 101, p. 033908(1-7), 2007.
- ³⁹ FLANDERS, P. J., An alternating-gradient magnetometer (invited). **Journal of Applied Physics**. Woodbury, v. 63, n. 8, p. 3940, 1988.
- ⁴⁰ REZENDE, S.M., Ressonância Ferromagnética e Ondas de Spin, **II Escola Brasileira de Magnetismo**, 1999.
- ⁴¹ SMIT, J. and BELJER, H. G., Ferromagnetic Resonance Absorption in BaFe₁₂O₁₂, A Highly Anisotropic Crystal. **Philips research report**. v. 10, p. 113- 130, 1955.

⁴² ZANHG, Z. Y. and WIGEN, P. E., Magnetic Resonance in Exchange-Coupled Multilayers. **High frequency processes in magnetic materials**. Singapore: G. Srinivasan e A. N. Slavin, 1995.

⁴³ COLIS, S., DINIA, A., DECK, D., SCHMERBER, G., and COSTA, V. Da., Influence of the nature of the buffer on the coupling and the transport proprieties in Co/Ru/Co sandwiches. **Journal of Applied Physics**. Woodbury, v. 88, n. 3, p. 1552-1558, 2000.

⁴⁴ PLATT, C. L., WIERMAN, K. W., SVEDBERG, E. B., KLEMMER, T. J., HOWARD, J. K., SMITH, David J., Strutural and magnetic properties of CoCrPt perpendicular media grown on different buffer layers. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**. Amsterdam, v. 247, p 153, 2002.

⁴⁵ BRÜCK, S., SORT, J., BALTZ, V., SURIÑACH, S., MUÑOZ, J. S., DIENY, B., BARÓ, M. D., NOGUÉS, J., Exploiting Length Scales of Exchange-Bias Systems to Fully Tailor Double-Shifted Hysteresis Loops. **Advanced Materials**, v. 17 p. 2978-1983, 2005.

⁴⁶ GESHEV, J., POPOV, O., MASHEVA, V., and MIKHOV, M., Thermomagnetic curves for a disordered system of sibgle-domain ferromagnetic particles with cubic anisotropy. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**. v. 92, p. 185, 1990.

⁴⁷ GESHEV, J., VIEGAS, A. D. C. and SCHMIDT, J. E., Negative remanent magnetization of fine particles with competing cubic and uniaxial anisotropies. **Journal of Applied Physics**. Woodbury, v. 84, n. 3, p. 1488-1792, 1998.

⁴⁸ CAMARO, J., SORT, J., HOFFMANN, A., GARCÍA-MARTÍN, J. M., DIENY, B., MIRANDA, R., NOGUÉS, J., Origin of the Asymmetric Magnetization Reversal Behavior in Exchange-Biased Systems: Competing Anisotropies. **Physics Review Letters**. v. 95, p. 057204, 2005.

⁴⁹ GESHEV, J., PERIERA, L.G., SCHMIDT, J.E., NAGAMINE, L.C.CM., SAITOVITCH, E.B., PELEGRENI, F., Frequency-dependent exchange bias in NiFe/NiO films. **Physical Review B**. Woodbury, v.67, p. 132401(1-4), 2003.

⁵⁰ YOO, Y. G., MIN, S. G. and YU, S. C., Influence of spacer layer in exchange coupled NiFe/Cu/IrMn trilayer structure. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**. v.304, p. e718-e720, 2006.

⁵¹ WANG. J., WANG, W. N., CHEN, X., ZHAO, H. W., ZHAO, J. G. and ZHAN W. Sh., The effect of the interlayer on the exchange bias in FeMn/Cu/Co system. **Journal of Applied Physics**. Woodbury v. 91, p. 7236-7238, 2006.

⁵² MCMACHAEL, R. D., STILES, M. D., CHEN, P. J. and EGELHOFF, Jr. W. F., Ferromagnetic resonance line width in thin coupled to NiO. **Journal of Applied Physics**. Woodbury, v.83, p. 7037-7039, 1998.

⁵³ CAMLEY, R. E., MCGRATH B. V., ASTALOS, R.J., STAMPS, R.L. , KIM, JOO-VON, AND WEE, L., Magnetization dynamics: A study of the ferromagnet/antiferromagnet interface and exchange biasing. **Journal of Vacuum Science and Technology A**. v. 17, p. 1335, 1999.

Anexo A - Parâmetros das simulações.

Parâmetros usados nas simulações de MAG das amostras tratadas termicamente.						
t_{Cu} (nm)	H_{W} (Oe)	H_{E} (Oe)	H_{U} (Oe)	H_{ra} (Oe)	σ_{FM} (rad)	σ_{AFM} (rad)
0	510	159	69	19	0.12	0.1
0.25	510	142	65	14	0.10	0.12
0.5	510	63	32	4	0.035	0.23
0.75	510	25	16	1.5	0.013	0.52
1	510	11	16	0	0	1.25

Parâmetros usados nas simulações de FMR das amostras tratadas termicamente.				
t_{Cu} (nm)	H_{W} (Oe)	H_{E} (Oe)	H_{U} (Oe)	H_{ra} (Oe)
0	510	179	60	38
0.25	510	166	56	28
0.5	510	70	26	8
0.75	510	29	14	3
1	510	12	12	0

Anexo B - Artigos publicados.

Angular dependence of the exchange bias and coercivity of IrMn/Co bilayers

S. Nicolodi^{a,*}, L.G. Pereira^a, J.E. Schmidt^a, L.C.C.M. Nagamine^a, A.D.C. Viegas^b,
C. Deranlot^c, F. Petroff^c, J. Geshev^a

^aInstituto de Física–UFRGS, CP 15051, 91501-970 Porto Alegre, RS, Brazil

^bDepartamento de Física, CCNE, UFSM, 97105-900, Santa Maria, RS, Brazil

^cUnité Mixte de Physique CNRS/Thales, 91767 Palaiseau and Université Paris-Sud, 91405 Orsay, France

Abstract

In this study we present the in-plane angular dependences of the exchange-bias and coercive fields of magnetron-sputtered IrMn/Co exchange-coupled system before and after magnetic field annealing. Two experimental techniques were employed for the magnetic characterization of the samples, i.e., alternate gradient field magnetometry and anisotropic magnetoresistance measurements, which gave practically the same value for the exchange-bias field shift. An increase of the exchange-bias field and a substantial decrease of the coercivity are observed after the annealing. A phenomenological model was also used to adjust the data and to derive the anisotropy characteristics.

© 2006 Elsevier B.V. All rights reserved.

PACS: 75.30.Gw; 75.60.-d; 75.70.Ak

Keywords: Magnetic anisotropy; Domain effects; Magnetization curves; Hysteresis

The exchange bias has been extensively studied in the last decade because of its intriguing physics and crucial role in magneto-electronic devices. One of the most known manifestations of this effect is the dislocation of the hysteresis loop of a ferromagnetic material (FM) when placed in atomic contact with an antiferromagnetic material (AF). In order to achieve ultrahigh recording density in hard-disk drives, the reduction of spin-valve thickness is essential. IrMn/Co is a promising candidate to realize very thin spin valves since it combines large unidirectional anisotropy constant, high blocking temperature, and small critical AF thickness [1].

It is frequently accepted that different measurement techniques give distinct values for the exchange-bias field, H_{EB} . To verify such a statement, in the present work we used two experimental techniques, i.e., alternate gradient field magnetometry (AGFM) and anisotropic magnetore-

sistance (MR) measurements, in order to obtain the magnetic characteristics of exchange-biased IrMn/Co bilayers. The MR measurements were performed with a standard four-point method with DC current parallel to the easy-axis direction. We investigated the in-plane angular dependences of the exchange bias and coercivity of a Ru(150 Å)/IrMn(150 Å)/Co(50 Å)/Ru(30 Å) film deposited at room temperature by RF magnetron sputtering onto Si(100) substrate. The base pressure was 5×10^{-8} mbar and the Ar pressure during deposition was varied from 2.5×10^{-3} mbar for Ru and Co deposition, and 1.0×10^{-2} mbar for IrMn. A piece of the sample was cut and submitted to thermal annealing for 15 min at 200 °C in inert gas atmosphere at 1.6 kOe in-plane magnetic field in order to enhance the exchange-bias effect. Conventional X-ray diffractometry showed that both IrMn and Co layers are (111)-textured.

Fig. 1(a) shows in-plane hysteresis loops for the as-made sample for $\theta_H = 0^\circ$, 60° and 90° , where θ_H is the angle between the direction of the magnetic field H , and the one

*Corresponding author. Tel.: +55 51 3316 6505; fax: +55 51 3316 7216.
E-mail address: nicolodi@if.ufrgs.br (S. Nicolodi).

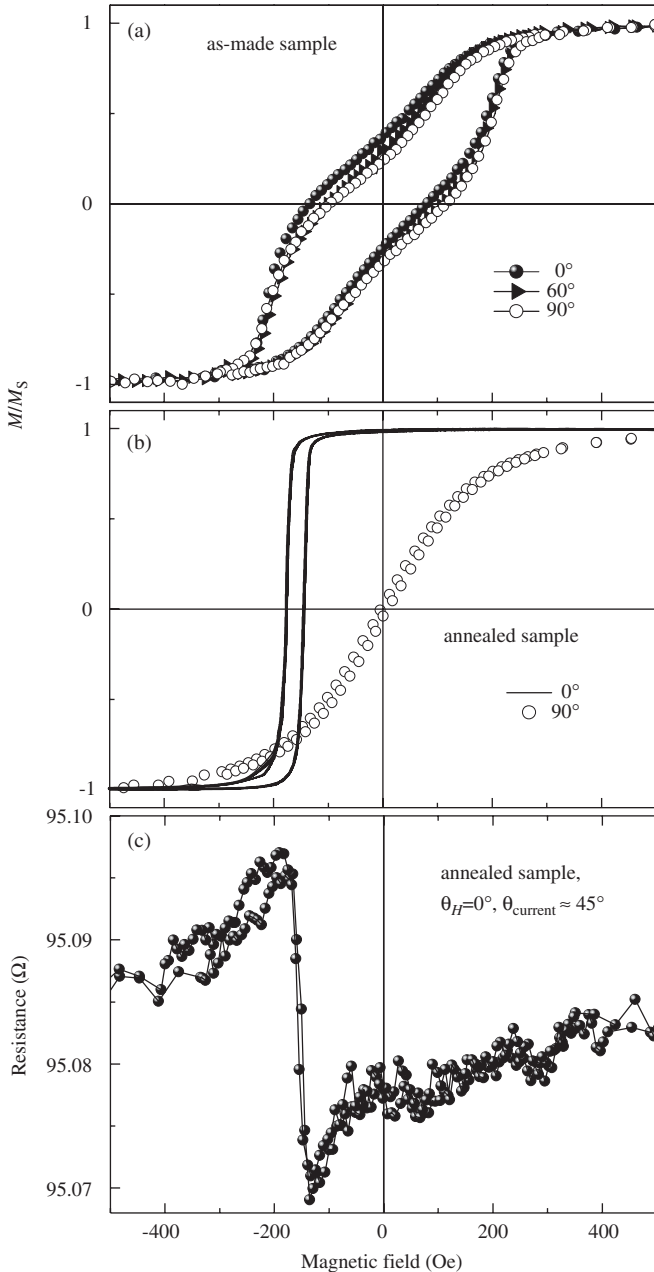


Fig. 1. (a) Hysteresis loops for the as-made sample for $\theta_H = 0^\circ$, 60° and 90° . (b) Hysteresis loops for the annealed sample for $\theta_H = 0^\circ$ and 90° . The solid lines are 13 consecutively measured curves. (c) Magnetoresistance vs. H curve for the annealed sample, $\theta_H = 0^\circ$ and $\theta_{\text{current}} \approx 45^\circ$; the line is only a guide to the eye.

that correspond to the H_{EB} maximum. As can be seen, they are nearly the same in shape and in characteristics, i.e., almost identical coercivity and very weak H_{EB} angular variation. We estimated $H_C = 107$ Oe and $H_{EB} = 27$ Oe for $\theta_H = 0^\circ$. The composite shape of these loops (each of them seems to be a sum of a rectangular, FM and an anhysteretic, AF, curves) can be explained as follows. Even before the annealing, the spins of the interface AF layer present some preferential distribution of their easy axes in the film's plane, giving rise to the small field shift

since the spin alignment in FM part close to the interface is determined, domain by domain, by the spin directions in the adjacent AF region; such an assumption is supported by Nolting et al. [2]. The other, disordered part of the system, contributes with an anhysteretic loop.

The magnetization curves for $\theta_H = 0^\circ$ and 90° for the annealed sample are shown in Fig. 1(b). Now, the $\theta_H = 0^\circ$ configuration gives $H_C = 26$ Oe and $H_{EB} = 152$ Oe, i.e., a considerable increase of the exchange-bias field and, quite unusually, a substantial decrease of the coercivity are observed after the annealing. The shape of the curves changed a lot as well. The $\theta_H = 90^\circ$ shows almost no hysteresis and the 0° one is nearly rectangular. Furthermore, as can be seen in this panel, the superposition of the first thirteen sequentially acquired loops is almost undetectable, thus demonstrating the absence of training effects in this sample.

The MR data for the annealed sample are shown in Fig. 1(c) for $\theta_H = 0^\circ$ and current direction angle, $\theta_{\text{current}} \approx 45^\circ$. The shift field of the (zero internal magnetic field) transition is practically the same as that of the magnetic hysteresis loop. Here, in order to fit the experiment, we used the Mauri et al. model [3,4] that assumes a formation of a planar domain wall at the AF side of the interface. Fig. 2 shows the experimental (symbols) and calculated (line) hysteresis loops, corresponding to $\theta_H = 0$. The best fitting was obtained by considering a FM uniaxial anisotropy field $H_U (= 2K_{FM}/(t_{FM} M_{FM})) = 77$ Oe, AF domain-wall anisotropy field $H_W (= \sigma_W/(t_{FM} M_{FM})) = 510$ Oe, and bilinear exchange-coupling field, $H_E (= J_1/(t_{FM} M_{FM})) = 160$ Oe, where t_{FM} is the thickness of the FM layer and M_{FM} and K_{FM} are its saturation magnetization and anisotropy constant, respectively, J_1 is the interfacial coupling constant and σ_W the energy per unit surface of a AF domain wall. Despite the apparently good coincidence between model and experimental curves, however, the use of the same parameters did not give realistic results for the

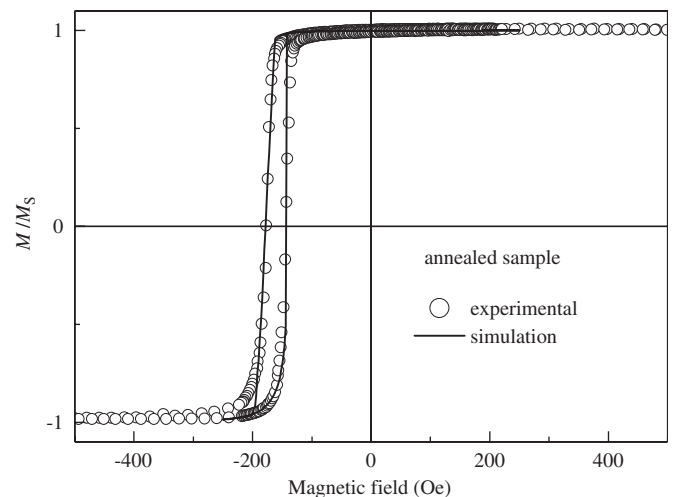


Fig. 2. Experimental (symbols) and calculated (line) hysteresis loops for the annealed sample, $\theta_H = 0^\circ$. See text for the parameters used in the calculations.

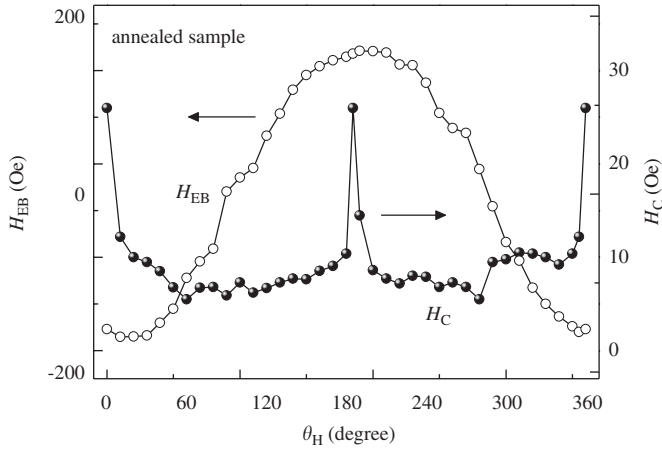


Fig. 3. Experimental H_{EB} and H_C angular dependences of the annealed sample.

other field configurations. The angular dependences of H_{EB} and H_C , extracted from a series of individual hysteresis loops, are given in Fig. 3. $H_C(\theta_H)$ presents a weak angular dependence in the most part of the angle range, except for the extreme regions. One notes that the H_C maxima locations do not coincide with those of the field shift extremes. Also, the shape of the $H_{EB}(\theta_H)$ curve indicates that either $H_W < H_E$, or there are appreciable rotatable anisotropy effects in our exchange-coupled bilayers [5].

Since H_W value used in the well-fitting curve given in Fig. 2 is rather higher than that of H_E , the inclusion of the rotatable anisotropy in the calculations seems to be necessary.

In summary, the in-plane angular dependences of the exchange-bias and coercive fields of IrMn/Co bilayer before and after magnetic field annealing were investigated. The two distinct experimental techniques used for the magnetic characterization of the samples, i.e., alternate gradient field magnetometry and anisotropic magnetoresistance measurements, gave practically the same value for the exchange-bias field shift. An increase of the exchange-bias field and a substantial decrease of the coercivity are observed after the annealing.

Research supported by the Brazilian agencies CNPq, FAPERGS and CAPES.

References

- [1] S. van Dijken, et al., J. Appl. Phys. 97 (2005) 10K114.
- [2] F. Nolting, et al., Nature 405 (2000) 767.
- [3] D. Mauri, et al., J. Appl. Phys. 62 (1987) 3047.
- [4] J. Geshev, Phys. Rev. B 62 (2000) 5627.
- [5] J. Geshev, L.G. Pereira, J.E. Schmidt, Phys. Rev. B 66 (2002) 134432.



ELSEVIER

Available online at www.sciencedirect.com

Journal of Magnetism and Magnetic Materials 316 (2007) e97–e100

www.elsevier.com/locate/jmmm

Copper spacer thickness dependence of the exchange bias in IrMn/Cu/Co ultrathin films

S. Nicolodi^a, L.C.C.M. Nagamine^a, A.D.C. Viegas^b, J.E. Schmidt^a, L.G. Pereira^a,
C. Deranlot^c, F. Petroff^c, J. Geshev^{a,*}

^aInstituto de Física, UFRGS, 91501-970 Porto Alegre, RS, Brazil

^bDepartamento de Física, CFM-UFSC, 88010-970, Florianópolis, SC, Brazil

^cUnité Mixte de Physique CNRS/Thales, 91767 Palaiseau and Université Paris-Sud, 91405 Orsay, France

Available online 1 March 2007

Abstract

The exchange-bias, H_{EB} and coercivity, H_C of IrMn/Cu(t_{Cu})/Co films have been investigated as a function of the Cu spacer thickness, t_{Cu} before and after magnetic annealing. A large increase of H_{EB} and a significant decrease of H_C with the treatment were observed for the samples with $t_{Cu} \leq 1.0$ nm. $H_C(t_{Cu})$ and $H_{EB}(t_{Cu})$ showed a general trend of rapid decrease for all samples. The phenomenological models used to derive the anisotropy and exchange coupling parameters from the magnetization data indicated that the antiferromagnetic part of the interface is fully spin-compensated for the as-made films and nearly uncompensated for the treated ones. The annealing, despite the H_{EB} and H_C changes, did not alter the Co anisotropy but only improved the interfacial IrMn spins alignment.

© 2007 Elsevier B.V. All rights reserved.

PACS: 75.30.Gw; 75.70.-i; 71.70.Gm; 75.60.-d

Keywords: Magnetic anisotropy; Magnetic thin films; Interfacial magnetic properties; Exchange bias

1. Introduction

The exchange-bias (EB) phenomenon has been extensively studied within the last decades owing to both its captivating physics and to the essential role of the effect in magneto-electronic devices. IrMn is a promising candidate for practical applications given that it presents large anisotropy constant, high blocking temperature, small critical antiferromagnetic (AF) layer thickness, and good corrosion resistance (see van Dijken et al. [1] and the references therein).

Here we present angular variations of the EB field, H_{EB} and coercivity, H_C of IrMn/Cu(t_{Cu})/Co films, where the thickness of the Cu layer, t_{Cu} has been varied between 0 and 5 nm. Furthermore, the study focuses on the applic-

ability of different models to describe the magnetic behavior of the samples.

2. Experiment and results

Our Ru(15 nm)/IrMn(15 nm)/Cu(t_{Cu})/Co(5 nm)/Ru(30 nm) films were deposited at room temperature by RF magnetron sputtering onto Si(100) substrates. The base pressure was 5×10^{-8} mbar, the Ar pressure during deposition was 2.5×10^{-3} mbar for the deposition of Ru, Cu and Co, and 1.0×10^{-2} mbar for IrMn. Pieces of each sample were cut and thermally annealed for 15 min at 200 °C in inert gas atmosphere with an in-plane magnetic field of 1.6 kOe in order to enhance the exchange bias field.

Conventional X-ray diffractometry showed that the Ru buffer promotes (111)-textured IrMn and Co layers. Alternate gradient field magnetometry was used for the magnetic characterization of the samples.

*Corresponding author. Tel.: +55 51 3316 6505; fax: +55 51 3316 7286.
E-mail address: julian@if.ufrgs.br (J. Geshev).

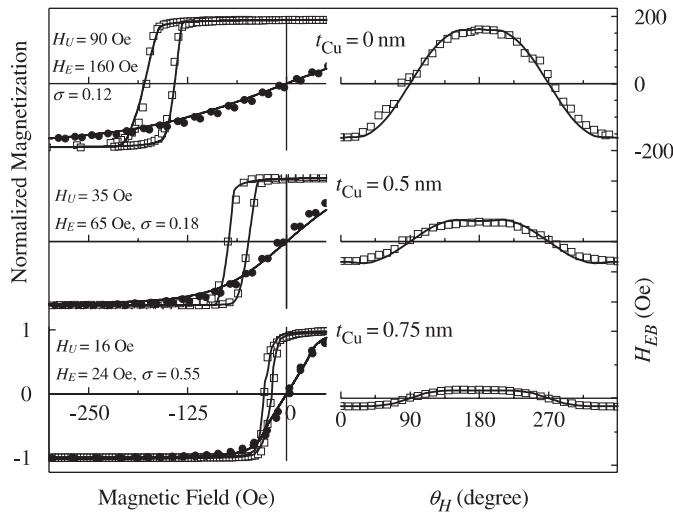


Fig. 1. Left: normalized to the saturation value in-plane hysteresis loops for the annealed samples with $t_{Cu} = 0, 0.5$, and 0.75 nm for $\theta_H = 0^\circ$ and 90° . Right: the related H_{EB} angular variations. Symbols (open squares for $\theta_H = 0^\circ$ and full circles for $\theta_H = 90^\circ$) represent the experiment; the lines are the model curves. A fitting value of 510 Oe for H_W has been used in all calculations.

Like the films without Cu layer [2], none of the samples of the series showed training effects. The magnetization curves of the as-made samples present similar shape, high coercivity and low H_{EB} up to $t_{Cu} \approx 1.0$ nm. Both as-made and treated films with thicker Cu spacer still show some in-plane magnetic anisotropy but practically zero H_{EB} .

Fig. 1 shows in-plane hysteresis loops for $\theta_H = 0^\circ$ and 90° (θ_H is the angle between the direction of the magnetic field, H , and the easy axis (EA) direction, i.e., that of maximum H_C) for the annealed samples with $t_{Cu} = 0, 0.5$ and 0.75 nm. The H_{EB} angular variations, extracted from the individual hysteresis loops, are plotted in the same figure. The lines in this figure are the corresponding fitting curves; the model employed and its parameters (i.e., H_U , H_E , H_W , and σ) are described in the next section. The $H_{EB}(t_{Cu})$ and $H_C(t_{Cu})$ dependences for both as-made and annealed samples for $\theta_H = 0^\circ$ are given in Fig. 2 as well.

3. Discussion

Figs. 1 and 2 show that the annealing has enhanced significantly the EB field and has decreased the coercivity for the samples with $t_{Cu} < 1.0$ nm. The substantial reduction of H_C is quite unusual since it is generally accepted that the raise of the coercivity is one of the characteristics of the EB phenomenon. It was also obtained that, for both as-made and annealed samples, H_C decreases rapidly with the increase of the Cu spacer thickness. $H_{EB}(t_{Cu})$ curve, however, shows a broad maximum at $t_{Cu} \approx 0.25$ nm for the as-made films series and a fast decline for the annealed samples. For $t_{Cu} \geq 1.5$ nm, the IrMn and Co layers

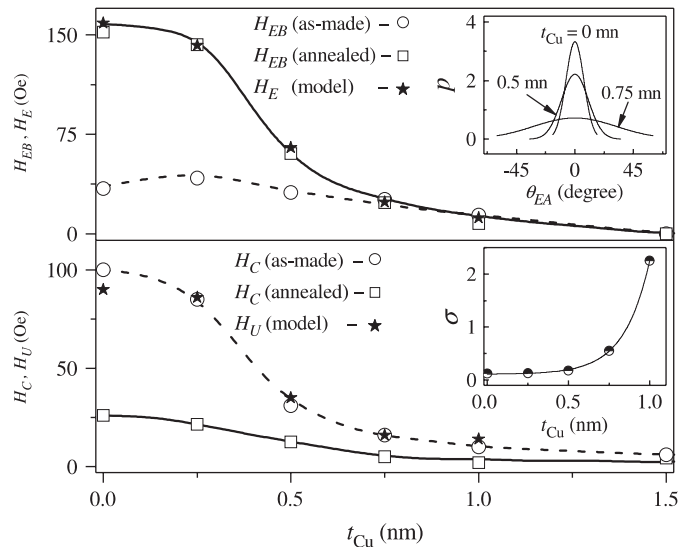


Fig. 2. H_{EB} and H_C as a function of t_{Cu} for both as-made and annealed samples for $\theta_H = 0^\circ$. Open symbols: experiment; stars: H_E and H_U employed in the simulations of the related hysteresis loops for the annealed samples; the insets show the used EA distributions (up) and σ (bottom). The lines are only guide to the eye.

are practically decoupled. The shape of the hysteresis loops of the thermally treated films for field directions close to the induced EA indicates asymmetric magnetization reversal.

In order to obtain information about the anisotropy parameters of the individual magnetic layers and the AF/FM coupling strength, it is necessary to perform model simulations that fit the experimental magnetization curves. Here we employed the Mauri et al. domain-wall formation (DWF) model [3,4] which assumes a formation of a planar domain wall at the (uncompensated) AF side of the interface. We also tested the fixed AF moment (FAF) model which, actually, is a special case of the DWF one for extremely high AF anisotropy. The FAF model, despite its simplicity and limitations, seemed to work very well for IrMn/Co films [5] similar to ours. However, even though the H_{EB} and H_C angular variations extracted from the loops calculated through this model nearly coincide with those obtained via the DWF approach, the shape of our experimental hysteresis loops is better reproduced by using the more flexible DWF model. For this reason, the DWF model has been employed in the present work for all fittings.

The solid lines in Fig. 1 represent the fitting magnetization curves as well as the corresponding H_{EB} and H_C angular variations. The fitting parameters are the ferromagnetic (FM) uniaxial anisotropy field $H_U (= 2K_{FM}/M_{FM})$, the AF domain-wall anisotropy field $H_W [= \sigma_W/(t_{FM}M_{FM})]$, and the exchange-coupling field, $H_E [= J/(t_{FM}M_{FM})]$, where t_{FM} is the thickness of the FM layer and M_{FM} and K_{FM} are its saturation magnetization and uniaxial anisotropy constant, respectively; J is the AF/FM coupling constant and σ_W is the energy per unit surface of a AF domain wall. Due to the

rounded shape of the hysteresis loops even for H applied along the samples EA, certain textures have been introduced in the calculations by considering AF Gaussian easy axis directions distributions with maxima at the EB directions. The fitting fields H_U and H_E , as well as the standard deviations, σ of the distributions, are also given in Fig. 1. Since the AF layer is deposited before the spacer and the FM layers, H_W is not expected to change with the t_{Cu} variation; therefore a constant fitting H_W value of 510 Oe has been used in all calculations.

The good agreement between the measured and calculated curves in Fig. 1 indicates that the underlying suppositions of the model are correct. H_E and H_U , used in the simulations of the magnetization curves of the annealed samples, are shown in Fig. 2 along with H_{EB} and H_C . The insets in this figure show the probabilities, p and the exponential growth of σ used in the simulations of the treated samples for three representative EA directions. They indicate that the thicker the Cu layer gets the less aligned, magnetically, the AF part of the interface becomes. The significant reduction of H_U when increasing t_{Cu} is most likely related to the increased texturing as well. Markedly, the fitting H_U values practically coincide with the coercivity of the as-made films and the H_E values are the same as the experimental H_{EB} ones. The latter is expected for the DWF model since $H_W \gg H_E$ [3,4]. The very similar dependences of H_U and H_C indicate that the annealing did not alter the Co anisotropy but only improved the interfacial AF spins alignment. Although this is *a priori* true for as-made samples with rectangular EA hysteresis loops (which is not the case of our films), the above statement still holds, as argued below.

The measured hysteresis loop for $\theta_H = 0^\circ$ for the as-made film with $t_{Cu} = 0$ is plotted in the left panel of Fig. 3. Its far from rectangular shape is typical for a system which contains two types of regions locally oriented in opposite directions as a result of an imprint of the domain pattern of the AF into the FM during its deposition [6]. If the IrMn part at the interface is fully compensated in the absence of magnetic field during the Co layer formation,

the latter is expected to evenly split into domains in which the magnetization is parallel and antiparallel to the EA direction resulting in the occurrence of double-shifted rectangular hysteresis loops. However, the stray field from the magnetron, although weak, disturbs the balance thus explaining the small H_{EB} for the as-made samples with low t_{Cu} ; the in-plane EA texture makes the curves rounded.

The above considerations are supported by the fitting loop plotted in Fig. 3. It was obtained by assuming that the FM part of the as-made film is formed by two magnetic phases (see the right panel of the figure). The first one contains disordered non-interacting in-plane domains with $H_U = 360$ Oe, whose hysteresis loop was calculated following the Stoner–Wohlfarth model. The second phase consists of pairs of exchange-coupled Co moments ($H_{E,FM} = 160$ Oe) with exactly the same anisotropy ($H_U = 90$ Oe) as that used in the fitting of the treated film. Each of these moments is also FM coupled (again, with the same H_E as that employed in the treated sample fitting) to the adjacent moment at the AF part of the interface. The latter moments are, on their turn, AF exchange-coupled ($H_{E,AF} = -140$ Oe) and have lower anisotropy ($H_W = 370$ Oe) than those of the annealed sample. The H_{EB} is obtained by assuming nearly disordered assembly of such spin arrangements with EA distribution with $\sigma = 2.5$. As can be seen, there is a quite good accordance between model and experiment for the as-made sample as well.

The rather high H_U value of the first Co phase could be understood assuming that it represents the effective anisotropy of large area Co domains coupled to many adjacent and disordered AF spins. The lower H_W value of the second phase, as compared to the treated sample, proves that the annealing increases the AF anisotropy by improving the AF moments alignment. These anisotropy parameters indicate that the role of the domains with low H_U is somehow opposite to that reported for NiFe/NiO bilayers [7]. Here, although the more stable regions are the larger ones, they do not contribute for the EB.

The very small non-zero values of H_C , measured for all samples in the whole field angle range (not shown), point out that the rotatable anisotropy should be taken into consideration in the calculations. Its inclusion in the simple form introduced recently [8] did not improve sufficiently our fittings which indicates that a different, more realistic way to account for this effect should be used, e.g., an anisotropy field which direction and strength vary with the amplitude of the external field [9].

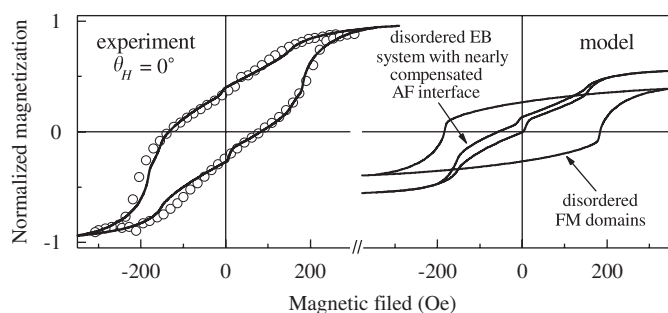


Fig. 3. Left panel: in-plane hysteresis loop (symbols) for the as-made film without Cu spacer. The fitting model curve (solid line) is a sum of a double shifted and isotropic loops plotted in the right panel. The parameters used in the simulations are given in the main text.

Acknowledgments

We thank J.K. da Rosa and D. Schafer for assistance with the magnetization measurements. The research has been partially supported by the Brazilian agencies CNPq and CAPES.

References

- [1] S. van Dijken, M. Besnier, J. Moritz, J.M.D. Coey, *J. Appl. Phys.* 97 (2005) 10K114.
- [2] S. Nicolodi, L.G. Pereira, J.E. Schmidt, L.C.C.M. Nagamine, A.D.C. Viegas, C. Deranlot, F. Petroff, J. Geshev, *Physica B: Condensed Matter* 384 (1–2) (2006) 141.
- [3] D. Mauri, H.C. Siegmann, P.S. Bagus, E. Kay, *J. Appl. Phys.* 62 (1987) 3047.
- [4] J. Geshev, *Phys. Rev. B* 62 (2000) 5627.
- [5] J. Camarero, J. Sort, A. Hoffmann, J.M. García-Martín, B. Dieny, R. Miranda, J. Nogués, *Phys. Rev. Lett.* 95 (2005) 057204.
- [6] S. Brück, J. Sort, V. Baltz, S. Suriñach, J.S. Muñoz, B. Dieny, M.D. Baró, J. Nogués, *Adv. Mater.* 17 (2005) 2978.
- [7] J. Geshev, L.G. Pereira, J.E. Schmidt, L.C.C.M. Nagamine, E.B. Saitovitch, F. Pelegrini, *Phys. Rev. B* 67 (2003) 132401.
- [8] J. Geshev, L.G. Pereira, J.E. Schmidt, *Phys. Rev. B* 66 (2002) 134432.
- [9] J.K. Kim, S.W. Kim, K.A. Lee, B.K. Kim, J.H. Kim, S.S. Lee, D.G. Hwang, C.G. Kim, C.O. Kim, *J. Appl. Phys.* 93 (2003) 7714.

Exchange bias through a Cu interlayer in an IrMn/Co system

J. Geshev,¹ S. Nicolodi,¹ L. G. Pereira,¹ L. C. C. M. Nagamine,¹ J. E. Schmidt,¹ C. Deranlot,² F. Petroff,²
R. L. Rodríguez-Suárez,³ and A. Azevedo³

¹Instituto de Física, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 91501-970 Porto Alegre, Rio Grande do Sul, Brazil

²Unité Mixte de Physique CNRS/Thales, 91767 Palaiseau, France and Université Paris-Sud, 91405 Orsay, France

³Departamento de Física, Universidade Federal de Pernambuco, 50670-901 Recife, Pernambuco, Brazil

(Received 3 May 2007; revised manuscript received 14 May 2007; published 1 June 2007)

Ferromagnetic resonance (FMR) and magnetization (MAG) measurements were used to study the exchange interaction between the antiferromagnetic and ferromagnetic layers in an IrMn/Cu/Co system as a function of the Cu spacer thickness. Although the experimental angular variations of the exchange-bias fields H_{eb}^{FMR} and H_{eb}^{MAG} coincide, the coupling strengths J and the Co layers' anisotropy fields H_U , obtained via numerical simulations, are different. For all Cu thicknesses $J^{FMR} > J^{MAG}$ and $H_U^{FMR} < H_U^{MAG}$. The exchange coupling decreases exponentially with the spacer thickness and is a short-range interaction. These characteristics were explained in the framework of a model considering polycrystalline magnetic layers with independent easy axis distributions, taking into account the rotatable anisotropy. The role of antiferromagnetic grains at the interface with different sizes and different magnetic stabilities is essential for understanding the behavior of this exchange-biased system.

DOI: 10.1103/PhysRevB.75.214402

PACS number(s): 75.30.Gw, 71.70.Gm, 75.60.-d, 76.50.+g

I. INTRODUCTION

Although the exchange coupling between ferromagnetic (FM) and antiferromagnetic (AF) materials has been extensively studied in the past two decades due to its determinant role in the exchange-bias (EB) phenomenon,¹ many of its characteristics remain unclear. For example, there still exists a controversy with respect to whether the AF/FM interactions are long² or short range.³ Also, the fact that different measurement techniques may yield distinct values for the exchange anisotropy⁴⁻¹³ has been attributed to twisting of the magnetization through the thickness of the FM film,⁴ to different numbers of stable AF moments at the AF/FM interface in low and high field measurements,¹¹ or to the inconsistency of the model used to interpret the experiment.¹² It has been shown that the exchange-bias fields, derived from reversible and irreversible measurements, must, in general, be different.¹³

In this paper, we show that the EB fields obtained by ferromagnetic resonance (FMR) and magnetization (MAG) measurements on our IrMn/Cu/Co films are *equal* and the coupling strengths and the FM anisotropy, estimated via model calculations, are *different* unless the direct AF/FM contact coupling is very weak. We demonstrate that the magnetic stability of the interfacial AF grains is essential for understanding such a behavior.

II. EXPERIMENT

Ru/IrMn(15 nm)/Cu(t_{Cu})/Co(5 nm)/Ru films, where the thickness t_{Cu} of the Cu layer has been varied between 0 and 5 nm, were deposited by magnetron sputtering (base pressure of 5.0×10^{-8} mbar, Ar pressure of 2.5×10^{-3} mbar for the deposition of Ru, Cu, and Co, and 1.0×10^{-2} mbar for IrMn) onto Si(100) substrates. In order to enhance the exchange-bias effect, the samples were submitted to posterior magnetic annealing for 15 min at 200 °C in Ar atmo-

sphere with magnetic field of 1.6 kOe applied in the plane of the films.

Conventional x-ray diffractometry analysis identified (111) texture of the IrMn and Co layers, promoted by the Ru buffer. The Cu (111) peak moved to a smaller angle, as compared to its bulk value, suggesting a Cu lattice expansion, which follows the IrMn face-centered-cubic structure as well.

Alternating gradient field magnetometry (AGFM) has been used for the magnetic characterization of the samples.^{14,15} FMR data were obtained with an X-band spectrometer operating at the microwave excitation frequency ω of 8.61 GHz, with the sample mounted on the tip of an external goniometer to allow measurement of the in-plane resonance field H_{res} as a function of the in-plane field angle ϕ_H . The latter is equal to zero for dc magnetic field H applied along the EB direction. The samples' preparation and their characterization were performed at room temperature, and in all measurements, H was applied in the film's plane.

III. RESULTS AND DISCUSSION

Very recently,¹⁴ the thickness dependence of the EB field, H_{eb}^{MAG} (i.e., the magnetization curve's field shift), and coercivity H_c of these films were investigated through AGFM. Rapid decrease of both H_{eb}^{MAG} and H_c was observed when increasing the spacer thickness, and also that for $t_{Cu} \geq 1.5$ nm, the magnetic layers are practically decoupled. None of the samples showed training effects. The magnetization curves and FMR characteristics of the sample without Cu layer and the one with $t_{Cu}=0.25$ nm are very similar. Representative easy and hard magnetization curves as well as $H_{eb}^{MAG}(\phi_H)$ for $t_{Cu}=0.25$ nm are plotted in Fig. 1.

To obtain the anisotropy parameters and the AF/FM interaction strength in such complex systems, i.e., films composed of two *interacting* magnetic phases, it is indispensable to perform model simulations that fit the experimental data.

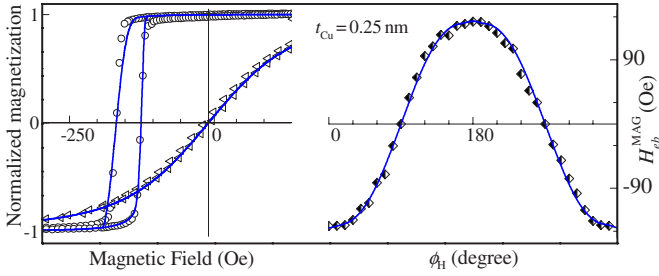


FIG. 1. (Color online) Left: In-plane magnetization curves for the sample with $t_{\text{Cu}}=0.25$ nm for field along the easy (circles) and hard (triangles) directions; right: the corresponding $H_{\text{res}}^{\text{MAG}}$ angular variation (diamonds). The lines are the best-fitting curves obtained using $H_U=65$ Oe, $H_W=510$ Oe, $H_E=142$ Oe, $H_{RA}=14$ Oe, $\sigma_{\text{AF}}=0.12$ rad, and $\sigma_{\text{FM}}=0.10$ rad.

In order to reproduce the rounded shape of the magnetization curves, one has to assume partly disordered interface moments by considering certain easy axis direction distributions (with standard deviation σ). Each exchange-coupled AF/FM pair was assumed to obey the model^{12,16} of Mauri *et al.*, which has the FM uniaxial anisotropy field $H_U(=2K/M)$, the AF domain-wall anisotropy field $H_W[=\sigma_W/(tM)]$, and the coupling field $H_E[=J/(tM)]$ as parameters. It is worth emphasizing that H_E , an intrinsic property of the AF/FM system, is different from H_{eb} which, in general, depends on J , H_U , and H_W .¹² Here, t is the thickness of the Co layer, and M and K are its saturation magnetization and uniaxial anisotropy constant, respectively, J is the AF/FM coupling constant, and σ_W is the energy per unit surface of an AF domain wall. The calculations for the as-made sample with $t_{\text{Cu}}=0$ nm have indicated that the AF part of the interface is almost fully spin compensated (though disordered) and nearly uncompensated after annealing, and that the annealing improved the interfacial IrMn spin alignment without changing the Co anisotropy.¹⁴

Our fittings of the FMR data (see below) showed that there is an additional field acting on the samples, i.e., the rotatable anisotropy field $H_{RA}(=2K_{RA}/M)$, a field that rotates to be parallel to the equilibrium direction of the FM magnetization and is responsible for the frequently observed resonance field shift.⁶ This originates from the unstable AF magnetic moments at the interface and can substantially change the shape of the magnetization curves and their characteristics.¹⁷ Here, we used H_{RA} as an additional parameter in both magnetization and FMR simulations. The magnetic free energy per unit area can be written as

$$E = -\mathbf{H} \cdot \mathbf{M} + 2\pi(\mathbf{M} \cdot \hat{\mathbf{n}})^2 - K \frac{(\mathbf{M} \cdot \hat{\mathbf{u}})^2}{M^2} - K_{RA} \frac{(\mathbf{M} \cdot \hat{\mathbf{h}})^2}{M^2} - \sigma_W \frac{\mathbf{M}_{\text{AF}} \cdot \hat{\mathbf{u}}_{\text{AF}}}{M_{\text{AF}}} - J \frac{\mathbf{M} \cdot \mathbf{M}_{\text{AF}}}{M M_{\text{AF}}}, \quad (1)$$

where the first four terms are the Zeeman, demagnetizing, FM uniaxial, and rotatable anisotropy energies, respectively. The last two terms are the AF domain-wall anisotropy and the AF/FM exchange coupling. The unit vectors $\hat{\mathbf{u}}$ and $\hat{\mathbf{u}}_{\text{AF}}$

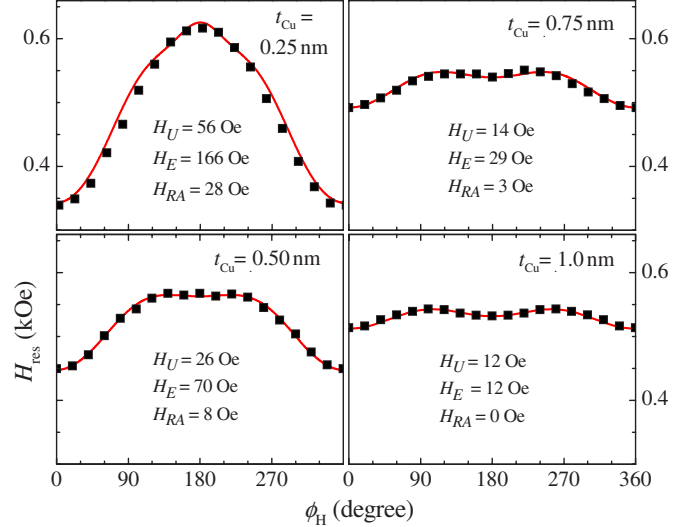


FIG. 2. (Color online) Angular variations of the resonance field for different t_{Cu} . Symbols represent the experimental data and the lines are calculated using the parameters given in each panel as well as $H_W=510$ Oe and $M_{\text{Co}}=1372$ emu/cm³.

represent the FM and AF layers' uniaxial anisotropy directions, respectively; $\hat{\mathbf{n}}$ and $\hat{\mathbf{h}}$ are the normal to the film surface and the applied field directions, respectively. The value of 1372 emu/cm³ for M of Co, estimated from the fitting of $H_{\text{res}}(\phi_H)$ for the film with $t_{\text{Cu}}=1.0$ nm (for which $H_{RA}=0$), was subsequently used in all simulations. In the latter, the normalized (to their saturation values) magnetizations, i.e., the cosines of the angles between \mathbf{M} (and \mathbf{M}_{AF}) and \mathbf{H} , are obtained by minimizing the energy given by Eq. (1); details on the numerical procedure employed can be found in Refs. 12 and 13.

The best-fitting magnetization curves for $t_{\text{Cu}}=0.25$ nm are plotted in Fig. 1. Note that independent AF and FM easy axis distributions were used. There is very good agreement between model and experiment for both easy and hard directions, and the same holds for $H_{\text{res}}^{\text{MAG}}(\phi_H)$, confirming that the magnetic behavior of such IrMn/Co systems can be very well explained using coherent rotation models.¹⁸ Since the AF layers were first deposited, their intrinsic anisotropy should not change distinctly after the subsequent growth of the Cu layers independently of their thickness, so $H_W=510$ Oe was used for all t_{Cu} . Although easy axis distributions have been used in the magnetization curve calculations only, the same energy expression has been employed in both MAG and FMR simulations.

The full squares in Fig. 2 represent the angular variations of the experimentally measured resonance fields. The lines in this figure give the corresponding best-fitting curves, calculated with the help of the previously derived¹³ [for the energy given by Eq. (1)] expression for $H_{\text{res}}(\phi_H)$ and using the parameters given in each panel. It is worth noting that the above cited analytical expression depends not only on M , t , H_U , H_W , J , and ω , but also on the equilibrium angles of \mathbf{M} and \mathbf{M}_{AF} . Here, these angles were estimated using the same numerical procedure as that employed in the magnetization curve fittings obtained in the present work.

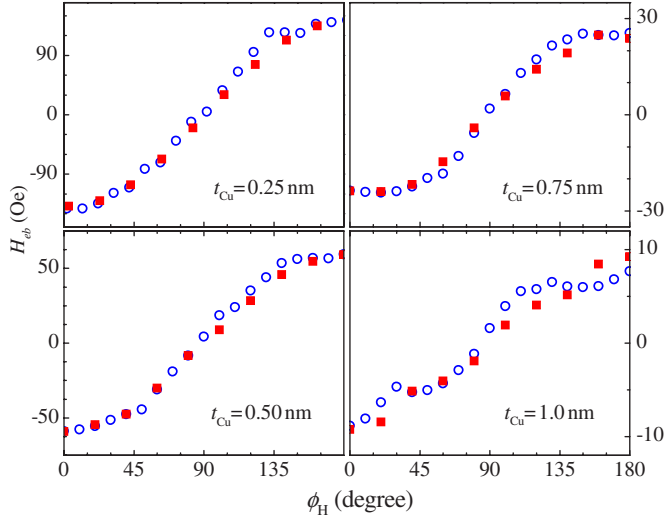


FIG. 3. (Color online) Experimental angular variations of H_{eb}^{FMR} (full squares) and of H_{eb}^{MAG} (empty circles).

The significant difference between the $H_{\text{res}}(\phi_H)$ curve for $t_{\text{Cu}} = 0.25$ nm and the others plotted in Fig. 2 indicates that when t_{Cu} increases, the coupling strength decreases and the $H_{\text{res}}(\phi_H)$ curves become typical of the case when $H_U < H_E \ll H_W$.¹³ The quite good coincidence between model and experiment confirms the above observations.

For $H_E \neq 0$, the EB field obtained from FMR measurements has been defined¹³ as $H_{eb}^{\text{FMR}}(\phi_H) = \frac{1}{2}[H_{\text{res}}(\phi_H) - H_{\text{res}}(\pi + \phi_H)]$ and, like H_{res} , strongly depends on the interaction strength. For high H_E/H_W ratios, its angular dependence becomes very close to that of H_{eb}^{MAG} ; they may, however, show rather different variations in the case of weak interactions (i.e., when $H_E \ll H_W$), depending on the H_U value as well.

H_{eb}^{FMR} versus ϕ_H , obtained using the measured $H_{\text{res}}(\phi_H)$ fields from Fig. 2, are plotted in Fig. 3 along with the experimental H_{eb}^{MAG} angular variations. Different from the data reported in the literature until now,^{4–11} these “field shifts,” obtained from different measurement techniques, coincide. The overlap between H_{eb}^{FMR} and H_{eb}^{MAG} is expected¹³ for H_E rather higher than H_U . Although such a coincidence is observed also for the other samples, one cannot conclude that they are strongly coupled from the analysis of their experimental curves only. The reason is that the error margin in the estimation, from the experiments, of both kinds of H_{eb} fields could be of the order of the difference between them when H_E and H_U are comparable in value.

The $H_{eb}(\phi_H)$ curves for the film with the thickest Cu spacer shown in Fig. 3 are exactly what one would expect for a very weakly coupled bilayer: while H_{eb}^{FMR} shows almost pure $\sin 2\phi_H$ variation, H_{eb}^{MAG} deviates from the sine behavior in the vicinities of $\phi_H = 0$ and π , as exemplified in Fig. 2(a) of Ref. 13.

Figure 4 shows the variations of J ($=tMH_E$), H_U , and H_{RA}^{FMR} vs t_{Cu} , obtained from the fittings. Both J^{FMR} and J^{MAG} decrease exponentially for $t_{\text{Cu}} \geq 0.25$ nm, i.e., $J \propto \exp(-t_{\text{Cu}}/\lambda)$, when t_{Cu} increases. The decay lengths λ are estimated to be $\lambda^{\text{FMR}} \approx 2.9$ Å and $\lambda^{\text{MAG}} \approx 3.1$ Å, values

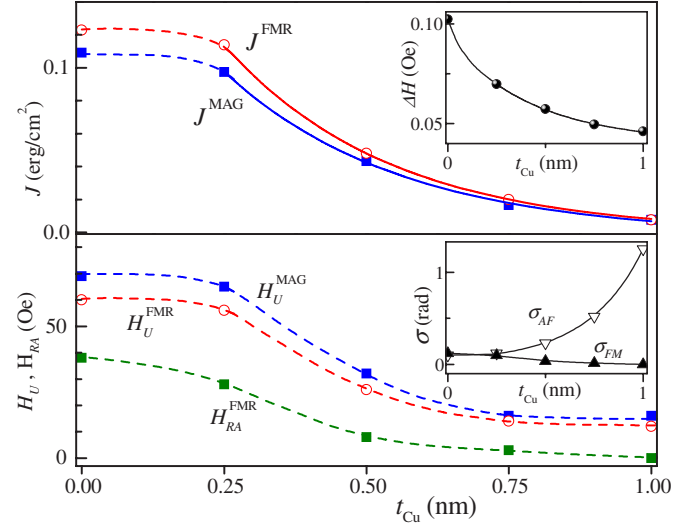


FIG. 4. (Color online) Spacer thickness dependencies of J , H_U , and H_{RA}^{FMR} as estimated by fitting the FMR and magnetization data. The FMR linewidth variation is plotted in the top-panel inset, and the bottom-panel inset shows the AF and FM easy axis distributions used in the magnetization curve fittings. The solid $J(t_{\text{Cu}})$ curves are best-fit results to exponential decay; all other curves are guides for the eyes.

rather smaller than those reported by Gökemeijer *et al.*² and comparable with those of Thomas *et al.*³ The short λ of a few angstroms indicates the so-called “short-range” coupling. The correct term, however, should be direct coupling, since it is, most probably, due to direct interfacial AF/FM contact through pinholes between the IrMn and Co layers, which normally occurs up to insertion layer thickness of ≈ 1 nm.^{3,20,21} As t_{Cu} gets thicker, the number of pinholes and their surface decrease and so does the effective coupling strength.

H_U and H_{RA} , however, after rapid initial decrease with t_{Cu} , remain almost constant for $t_{\text{Cu}} \geq 0.75$ nm. Remarkably, $J^{\text{FMR}} > J^{\text{MAG}}$ and $H_{RA}^{\text{FMR}} < H_{RA}^{\text{MAG}}$ for all t_{Cu} .

The thickness dependence of J and the anisotropy parameters of our samples are consistent with the following scenario. Let us start with the Co layer characteristics. Although both AF and FM layers are polycrystalline, the Co layer spin alignment is improved when increasing the thickness of the bottom-grown Cu layer due to the improvement of its crystallographic structure. This is corroborated by the gradual decreases with t_{Cu} of the FM easy axis distribution estimated from the magnetization curve simulations, σ_{FM} , shown in Fig. 4 and of the FMR linewidth, ΔH , also plotted in this figure. In polycrystalline materials, ΔH is increased because the dispersion in the anisotropy parameters (due to, e.g., interface roughness, defects, etc.) causes separate magnetic regions to resonate at different applied fields. Part of the ΔH decrease could also be attributed to the weakening of the coupling strength.²² Furthermore, ΔH could be interface dependent.²³

Contrary to the FM spin arrangement variation, the AF moment alignment becomes worse when t_{Cu} is increased, as indicated by the $\sigma_{\text{AF}}(t_{\text{Cu}})$ curve in Fig. 4. The increase of σ_{AF} with t_{Cu} at first sight may seem strange, since the IrMn layers

are deposited before the Cu ones. However, this increase is naturally explained, having in mind that the interfacial AF spins are not coupled directly to the field but to the FM magnetization. The AF/FM contact area decreases as the Cu layer gets thicker due to the decrease of the number and the surface of the pinholes, and so does the number of the AF spins possible to be aligned. Thus, the capability of magnetic annealing to form an AF collinear arrangement gradually decreases, despite the fact that IrMn is a cubic anisotropy material with four easy magnetization axes, i.e., with good potential for improving its spin alignment.

There are two coexisting fractions of grains at the AF part of the interface: magnetically stable and unstable AF grains.²⁴ In EB systems, the stability is predominantly determined by the coupling strength between these grains' moments and the adjacent FM domains. In FMR experiments, whether a magnetic moment is stable or not depends on its relaxation time τ relative to the period of the microwave excitation, τ_{res} . It has been shown¹⁹ that the exchange bias could be frequency dependent, i.e., $H_{\text{res}}(\phi_H)$ obtained at two different excitation frequencies on the same piece of sample could differ considerably, the curve being obtained at lower ω characteristic of strong exchange coupling and that measured at higher ω typical of weak interactions. The reason is that only grains with $\tau > \tau_{\text{res}}$ contribute to the exchange bias. Some of the moments which are stable in an FMR measurement are unstable in a magnetization curve trace, since the measurement time of the latter is longer than τ , thus explaining the effectively lower J^{MAG} value as compared to that extracted from the FMR technique.

AF grains with $\tau \approx \tau_{\text{res}}$ contribute to the rotatable anisotropy and not to the exchange bias in FMR measurement.^{6,24} Here, $H_{\text{RA}}^{\text{FMR}} = 2H_{\text{RA}}^{\text{MAG}}$ was used in the simulations for all samples, the cause being, once again, that responsible for $J^{\text{FMR}} > J^{\text{MAG}}$: due to their low τ values, some of the moments that contribute to $H_{\text{RA}}^{\text{FMR}}$ are "sensed" as superparamagnetic in a dc magnetization measurement.

Both FMR and magnetization techniques show that H_U rapidly increases with the decrease of t_{Cu} starting from $t_{\text{Cu}} \approx 0.75$ nm. It remains approximately constant for higher Cu thicknesses, where $J \approx 0$, which clearly indicates that the increase of H_U is an exchange-induced effect. This could be attributed to a presence of AF/FM subsystems with incompletely compensated AF interface along the effective easy axis of the sample, which results in an enhanced width of the hysteresis loops.²⁵ In the framework of our model, which does not account for configurations of the type where a FM moment is coupled to two AF sublattice moments, this enhancement is interpreted as an additional contribution to H_U . Since J becomes weaker with the increase of t_{Cu} , the role of this three-moment system decreases and, consequently, so does H_U .

The above considerations also explain the lower values of H_U estimated from FMR data as compared to those extracted from the magnetization curve fittings. Some of the AF grains with $\tau > \tau_{\text{res}}$, although stable for FMR and contributing to the EB, do not give an additional raise to H_U^{FMR} . They, however, contribute to H_U in the "slower" magnetization measurements.

In summary, we observed identical exchange-bias fields and different coupling strengths and anisotropy fields, obtained via FMR and magnetization measurements, when the direct coupling through pinholes in the Cu interlayer is not negligible in our IrMn/Cu/Co system. These features were attributed to magnetic layers with independent easy axis distributions, to the distinct measurement times of the techniques, and to the role of AF grains with different sizes and different magnetic stabilities at the AF side of the interface.

ACKNOWLEDGMENT

This work has been supported by the Brazilian agencies CNPq, FAPERGS, and CAPES.

¹W. H. Meiklejohn and C. P. Bean, *Phys. Rev.* **102**, 1413 (1956); **105**, 904 (1957).

²N. J. Gökemeijer, T. Ambrose, and C. L. Chien, *Phys. Rev. Lett.* **79**, 4270 (1997).

³L. Thomas, A. J. Kellock, and S. S. P. Parkin, *J. Appl. Phys.* **87**, 5061 (2000).

⁴B. H. Miller and E. Dan Dahlberg, *Appl. Phys. Lett.* **69**, 3932 (1996).

⁵V. Ström, B. J. Jönsson, and E. D. Dahlberg, *J. Appl. Phys.* **81**, 5003 (1997).

⁶R. D. McMichael, M. D. Stiles, P. J. Chen, and W. F. Egelhoff, Jr., *Phys. Rev. B* **58**, 8605 (1998).

⁷E. D. Dahlberg, B. Miller, B. Hill, B. J. Jönsson, V. Ström, K. V. Rao, J. Nogués, and Ivan K. Schuller, *J. Appl. Phys.* **83**, 6893 (1998).

⁸P. Miltényi, M. Gruyters, G. Güntherodt, J. Nogués, and Ivan K. Schuller, *Phys. Rev. B* **59**, 3333 (1999).

⁹H. Xi, R. M. White, and S. M. Rezende, *Phys. Rev. B* **60**, 14837 (1999).

¹⁰J. R. Fermin, M. A. Lucena, A. Azevedo, F. M. de Aguiar, and S. M. Rezende, *J. Appl. Phys.* **87**, 6421 (2000).

¹¹R. L. Rodríguez-Suárez, L. H. Vilela Leão, F. M. de Aguiar, S. M. Rezende, and A. Azevedo, *J. Appl. Phys.* **94**, 4544 (2003).

¹²J. Geshev, *Phys. Rev. B* **62**, 5627 (2000).

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

¹⁴S. Nicolodi, L. C. C. M. Nagamine, A. D. C. Viegas, J. E. Schmidt, L. G. Pereira, C. Deranlot, F. Petroff, and J. Geshev, *J. Magn. Magn. Mater.* (to be published).

¹⁵S. Nicolodi, L. G. Pereira, J. E. Schmidt, L. C. C. M. Nagamine, A. D. C. Viegas, C. Deranlot, F. Petroff, and J. Geshev, *Physica B* **384**, 141 (2006).

¹⁶D. Mauri, H. C. Siegmann, P. S. Bagus, and E. Kay, *J. Appl. Phys.* **62**, 3047 (1987).

¹⁷J. Geshev, L. G. Pereira, and J. E. Schmidt, *Phys. Rev. B* **66**, 134432 (2002).

¹⁸J. Camarero, J. Sort, A. Hoffmann, J. M. García-Martín, B. Dieny, R. Miranda, and J. Nogués, *Phys. Rev. Lett.* **95**, 057204

- (2005).
- ¹⁹J. Geshev, L. G. Pereira, J. E. Schmidt, L. C. C. M. Nagamine, E. B. Saitovitch, and F. Pelegri, *Phys. Rev. B* **67**, 132401 (2003).
- ²⁰Y. G. Yoo, S. G. Min, and S. C. Yu, *J. Magn. Magn. Mater.* **304**, e718 (2006).
- ²¹J. Wang, *J. Appl. Phys.* **91**, 7236 (2002).
- ²²R. D. McMichael, M. D. Stiles, P. J. Chen, and W. F. Egelhoff, Jr., *J. Appl. Phys.* **83**, 7037 (1998).
- ²³S. Mizukami, Y. Ando, and T. Miyazaki, *Phys. Rev. B* **66**, 104413 (2002).
- ²⁴E. Fulcomer and S. H. Charap, *J. Appl. Phys.* **43**, 4190 (1972); M. D. Stiles and R. D. McMichael, *Phys. Rev. B* **59**, 3722 (1999); **63**, 064405 (2001).
- ²⁵R. E. Camley, B. V. McGrath, R. J. Astalos, R. L. Stamps, Joo-Von Kim, and Leonard Wee, *J. Vac. Sci. Technol. A* **17**, 1335 (1999).