

Universidade Federal do Rio Grande do Sul

Instituto de Física

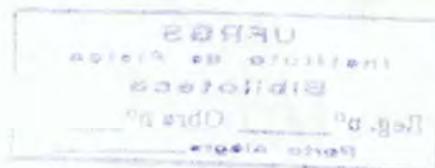
Magnetostricção em filmes finos †

Alexandre Da Cas Viegas

Disertação realizada sob a orientação do Prof. João Edgar Schmidt, apresentada ao Instituto de Física da UFRGS em preenchimento final dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em física.

Porto Alegre, Agosto de 1993.

†Trabalho Parcialmente Financiado pelo Conselho Nacional de Apoio a Pesquisa-CNPq, Fundação de Amparo à Pesquisa do Rio Grande do Sul- FAPERGS e Financiadora de Estudos e Projetos- FINEP.



AGRADECIMENTOS

- Ao **Prof. João Schmidt** pela oportunidade de realizar este trabalho e pela prontificação em ajudar a resolver inúmeros problemas surgidos ao longo do desenvolvimento da parte experimental, e entre muitas outras coisas pela confiança depositada.
- Aos amigos Marcos Carara, Cláudia Haetinger, e Luis Fernando Schelp pelo agradável ambiente de trabalho proporcionados durante este período, e pelas proveitosas discussões nos mais variados assuntos!
- Ao Herlon Morsh pela constante disposição em esclarecer e discutir as questões ligadas a eletrônica.
- Aos funcionários do instituto de física que de uma forma ou outra colaboraram na realização deste trabalho.

RESUMO

Neste trabalho desenvolveu-se uma técnica de medir a magnetostricção em filmes, determinando-se a deflexão do substrato devido à tensão elástica magnetostrictiva originada no filme pela aplicação de um campo externo. Para isto desenvolveu-se um sistema de medir microdeslocamentos baseado no desbalanceamento de uma ponte capacitiva formado pelo próprio filme, numa configuração inédita até o momento. O sistema permite obter além da magnetostricção de saturação, a curva de histerese magnetostrictiva com resolução na medida do deslocamento de $5nm$. O estudo da magnetostricção em filmes finos ferromagnéticos tem particular importância para o controle da anisotropia, uma vez que a tensão intrínseca do filme, vinculado ao seu caráter magnetostrictivo contribui para a anisotropia efetiva. Foi instalada também uma técnica de estimar a tensão do filme, medindo a curvatura do substrato pela reflexão de um feixe de Laser. Com a informação da tensão efetiva e a magnetostricção de saturação pode-se determinar a contribuição magnetoelástica para a anisotropia efetiva do material. Como aferição do método obteve-se curvas de magnetostricção para um filme de Níquel. Estudou-se ainda a evolução da magnetostricção associada as propriedades magnéticas e estruturais de multicamadas de Cobalto-Paládio sujeitas a tratamentos térmicos.

ABSTRACT

In this work an experimental setup has been developed in order to measure magnetostriction of thin films based on the measurement of the magnetostrictive deflection of the end of a beam formed by the film and the substrate, when a magnetic field is applied. For this purpose, a system to measure very small displacements was constructed based on a capacitance bridge in which the film itself is a plate of the a capacitor. The final setup has new and original features. The measuring system allows one to extract, besides the saturation magnetostriction, the magnetostrictive hysteresis curve with a resolution of 5nm in the beam's end deflection. The study of magnetostriction in very thin films has a specific importance because of the possibility of controlling the anisotropic features through the intrinsic stress within the material, which is related to the magnetostrictive character, and which contributes to the effective anisotropy. In this work it was also developed a technique to measure the film's stress, measuring the curvature of the substrate and film based on the reflection of a laser beam. Extracting both informations, the magnetostriction and the stress, one can determine the magnetoelastic contribution to the effective anisotropy of the material. For the purpose of testing the measuring systems that were installed, the magnetostriction curve of pure nickel film was measured. The evolution of the magnetostrictive properties of Co/Pd multilayers films were also studied as a function of different annealing temperatures and of their cristalline and magnetic status.

Sumário

1	Magnetização e filmes finos	4
1.1	Introdução	4
1.2	Ordem magnética	7
1.2.1	Origem do magnetismo	7
1.2.2	A magnetização	11
1.2.3	Paramagnetismo	12
1.2.4	Ferromagnetismo	14
1.3	Filmes finos	21
1.3.1	Conceitos fundamentais	21
2	Fenomenologia da magnetostricção	26
2.1	A origem da magnetostricção	27
2.2	Magnetostricção espontânea	31
2.3	Magnetostricção de saturação	33
2.4	Magnetostricção volumétrica	35
2.5	Magnetostricção e o processo de magnetização	36
2.5.1	Movimento de paredes	37
2.5.2	Rotação de domínios	39
2.5.3	Magnetização sob o efeito da tensão	40
2.5.4	Magnetostricção sob o efeito da tensão	43
2.6	Magnetostricção em filmes	45

3	Magnetostricção e estrutura cristalina	49
3.1	Magnetostricção em cristais cúbicos	49
3.1.1	Procedimento prático para determinar λ_{si}	53
3.2	Magnetostricção em cristais hexagonais	56
3.3	Magnetostricção em materiais policristalinos	57
3.4	Modelamento da curva de magnetostricção em função do campo	58
3.5	Magnetostricção em materiais amorfos	60
3.6	Filmes finos e multicamadas	61
4	Anisotropia Magnética	65
4.1	Definição	65
4.2	Energia livre	67
4.2.1	Energia de anisotropia Magnetocristalina	68
4.2.2	Energia de troca	69
4.2.3	Energia Magnetoestática	70
4.2.4	Energia de parede	74
4.2.5	Energia magnetoelástica	76
4.2.6	Energia elástica	76
4.2.7	Energia de anisotropia induzida por tensão mecânica	77
4.3	Anisotropia efetiva em filmes	81
5	Construção do Magnetostrictomêtro e o método de estimar a tensão em filmes finos	82
5.1	Revisão dos métodos experimentais de medir λ	82
5.2	Métodos diretos	83
5.2.1	Método Resistivo	83
5.2.2	Método capacitivo	83
5.3	Metodos indiretos	90
5.3.1	Ressonância ferromagnética modulada por tensão -SFMR	90

5.3.2	Varição da magnetoresistência por efeito de tensão mecânica	94
5.3.3	Varição da permeabilidade	95
5.3.4	Varição da velocidade da onda magnetoelástica	97
5.3.5	Medida de magnetostricção por rotação de magnetização - SAMR	99
5.4	Magnetostrictômetro para filmes desenvolvido neste trabalho	102
5.4.1	Primeira versão do instrumento	103
5.4.2	Segunda versão do instrumento	109
5.5	Método desenvolvido neste trabalho para determinar a tensão em filmes	119
6	Características magnetostrictivas do filme de níquel policristalino e da multicamada Co/Pd sujeita a tratamentos térmicos	126
6.1	Níquel policristalino	126
6.2	Sistema multicamada Co/Pd	130
6.2.1	Tratamento térmico	131
6.2.2	Difração de raios-x	132
6.2.3	Caracterização magnética	137
6.2.4	A contribuição magnetoelástica na anisotropia	146
6.3	Conclusões	147

Capítulo 1

Magnetização e filmes finos

1.1 Introdução

A deformação que os materiais ferromagnéticos experimentam quando magnetizados foi descoberta em 1842 por Joule e logo imaginou-se uma aplicação tecnológica para o efeito: Movimentar máquinas. Motivado, Joule conseguiu importantes resultados com experimentos minuciosos, relacionando a deformação do material com o campo magnético aplicado e descrevendo a conservação do seu volume durante a deformação. Entretanto Joule concluiu também que a deformação era limitada a valores relativamente pequenos e que não haveria possibilidade de seu uso para movimentar máquinas. Mesmo assim os estudos prosseguiram e descobriu-se novas aplicações para o efeito magnetostrictivo como os transdutores de ultra som, linhas de retardo e sensores de posição. Além da aplicação direta do efeito, a magnetostricção é um importante mecanismo condicionador da própria característica magnética do material. Materiais ultra macios magneticamente possuem magnetostricção nula. Portanto, um controle do efeito pode induzir uma propriedade magnética macroscópica específica ao material. A crescente necessidade de aumento de densidade de informação armazenada por meios magnéticos, ampliou as pesquisas de novos materiais, e em particular, a tecnologia de filmes finos tem-se mostrado promissora pela relativa facilidade de controle do processo de fabricação. Nestes sistemas as propriedades magnetostrictivas podem influenciar no condicionamento das características magnéticas, induzindo algumas

vezes, o surgimento de eixos fáceis de magnetização. O estado de tensão mecânica intrínseco do filme, originado naturalmente pelo processo de deposição, é um dos principais mecanismos responsáveis pela manifestação desta propriedade. Neste caso, em consequência do processo inverso à magnetostricção, ou seja a magnetização induzida por tensão mecânica, surgem anisotropias que podem ser significativas em alguns casos. Ainda sobre estes sistemas, existem os efeitos de interface que predominam especialmente no caso de multicamadas. Nestas interfaces a diferença entre parâmetros de rede dos materiais depositados origina uma tensão local, criando condições para o surgimento de anisotropias induzidas por tensão. A qualidade da interface no que se refere a interdifusão, a rugosidade e ao grau de cristalinidade também são importantes pois condicionam o valor da magnetostricção localmente.

Este trabalho investiga magnetostricção em filmes de Níquel e principalmente a relação entre as propriedades magnéticas (magnetostricção, campo coercivo, anisotropia, magnetização de saturação) em multicamadas de Co/Pd e sua evolução devido ao processo de difusão induzida por tratamentos térmicos. Descreve-se a construção de um dispositivo específico para medir a magnetostricção em filmes finos e as curvas de histerese magnetostrictivas obtidas para os sistemas estudados. É descrito um método simples de estimar a tensão intrínseca de um filme baseado na medida da curvatura do substrato, o que possibilita extrair esta contribuição para a anisotropia efetiva.

No primeiro capítulo são revistos os conceitos básicos do magnetismo como a sua origem e as fases paramagnética e ferromagnética. Os conceitos fundamentais relacionados com filmes finos e os processos de deposição também são comentados neste capítulo. Nos capítulos 2 e 3 define-se a magnetostricção e descreve-se a sua relação com os processos de magnetização, e com a simetria cristalina do sistema. É descrito ainda a fenomenologia da magnetostricção em filmes finos. No capítulo 4 são descritos os conceitos de anisotropia magnética e a contribuição da anisotropia induzida por tensão para a anisotropia efetiva de um material ferromagnético. Uma revisão dos métodos experimentais de obter a magnetostricção em filmes finos é apresentada no capítulo 5. A descrição do instrumento

desenvolvido neste trabalho para determinar a magnetostricção e o método utilizado para determinar o estado de tensão do filme também são descritas neste capítulo. No capítulo 6 são apresentados os resultados obtidos para um filme de níquel policristalino e para multicamadas Cobalto-Paládio sujeitas a tratamento térmico. Neste último sistema é avaliada a contribuição da anisotropia induzida por tensão através dos valores obtidos da magnetostricção e da tensão no filme.

1.2 Ordem magnética

1.2.1 Origem do magnetismo

O magnetismo tem duas origens: a primeira é devido a ocupação de estados orbitais específicos pelos elétrons em um átomo, quer seja um estado orbital localizado como no caso dos terras raras ou itinerante como nos metais de transição. Do ponto de vista clássico estes movimentos orbitais equivalem a laços de corrente, aos quais associa-se um momento magnético. A outra origem é o momento magnético de spin associado ao momento angular de spin do próprio elétron. Existe ainda o momento magnético associado ao núcleo atômico mas este é muito pequeno comparado com a contribuição eletrônica.

Num átomo isolado a zero Kelvin, os elétrons ocupam estados de energia de acordo com a regra de Hund. Neste caso o momento magnético de spin associado ao átomo será proporcional a diferença entre o número de elétrons nos estados de spin "up" e o número de elétrons nos estados de spin "down".

$$M_s = -\mu_B(n_+ - n_-) \quad (1.1)$$

onde μ_B é o momento magnético de spin associado a um elétron, n_+ e n_- são densidades de elétrons no estado "up" e "down" respectivamente. M_s é a densidade de magnetização do material devida somente aos spins. O momento magnético total será a contribuição orbital, também descrito pela regra de Hund, mais a contribuição de spin.

A tabela 1.1 mostra como preencher os estados de energia, o momento de spin e o momento orbital resultantes em cada configuração de ocupação. J é o momento angular total, e está relacionado com o momento magnético total.

A relação entre os momentos magnéticos de spin e o momento angular de spin para um elétron é dado por:

$$\vec{\mu}_S = -\frac{g_S \mu_B}{\hbar} \vec{S} \quad (1.2)$$

onde g_S é o fator g de spin, μ_B é o magneton de Bohr ou o momento magnético de um elétron. O momento magnético orbital está relacionado com o momento orbital angular

d-shell ($l = 2$)						S	$L = \Sigma l_z $	J	SYMBOL	
n	$l_z = 2,$	$1,$	$0,$	$-1,$	-2					
1	↓					1/2	2	3/2	$J = L - S $	${}^2D_{3/2}$
2	↓	↓				1	3	2		3F_2
3	↓	↓	↓			3/2	3	3/2		${}^4F_{3/2}$
4	↓	↓	↓	↓		2	2	0	$J = L - S$	5D_0
5	↓	↓	↓	↓	↓	5/2	0	5/2		${}^6S_{5/2}$
6	↑↓	↑	↑	↑	↑	2	2	4	$J = L + S$	5D_4
7	↑↓	↑↓	↑	↑	↑	3/2	3	9/2		${}^4F_{9/2}$
8	↑↓	↑↓	↑↓	↑	↑	1	3	4		3F_4
9	↑↓	↑↓	↑↓	↑↓	↑	1/2	2	5/2	$J = L + S$	${}^2D_{5/2}$
10	↑↓	↑↓	↑↓	↑↓	↑↓	0	0	0		1S_0
f-shell ($l = 3$)						S	$L = \Sigma l_z $	J		
n	$l_z = 3,$	$2,$	$1,$	$0,-1,-2,-3$						
1	↓					-1/2	3	5/2	$J = L - S $	${}^2F_{5/2}$
2	↓	↓				-1	5	4		3H_4
3	↓	↓	↓			-3/2	6	9/2		${}^4I_{9/2}$
4	↓	↓	↓	↓		-2	6	4	$J = L - S $	5I_4
5	↓	↓	↓	↓	↓	-5/2	5	5/2		${}^6H_{5/2}$
6	↓	↓	↓	↓	↓	-3	3	0	$J = L - S$	7F_0
7	↓	↓	↓	↓	↓	-7/2	0	7/2		${}^8S_{7/2}$
8	↑↓	↑	↑	↑	↑	3	3	6		7F_6
9	↑↓	↑↓	↑	↑	↑	5/2	5	15/2	$J = L + S$	${}^6H_{15/2}$
10	↑↓	↑↓	↑↓	↑	↑	2	6	8		5I_8
11	↑↓	↑↓	↑↓	↑↓	↑	3/2	6	15/2		${}^4I_{15/2}$
12	↑↓	↑↓	↑↓	↑↓	↑	1	5	6	$J = L + S$	3H_6
13	↑↓	↑↓	↑↓	↑↓	↑	1/2	3	7/2		${}^2F_{7/2}$
14	↑↓	↑↓	↑↓	↑↓	↑↓	0	0	0	1S_0	

*↑ = spin $\frac{1}{2}$; ↓ = spin $-\frac{1}{2}$.

Tabela 1.1: Preenchimento dos estados eletrônicos para um átomo isolado no estado fundamental de acordo com a regra de Hund [1]

por

$$\vec{\mu}_L = -\frac{g_L \mu_B}{\hbar} \vec{L} \quad (1.3)$$

O momento de spin total é dado pela soma vetorial de todos os momentos de spin do átomo. Analogamente o momento orbital total.

$$\vec{S} = \vec{S}_1 + \vec{S}_2 + \vec{S}_3 + \dots \quad (1.4)$$

$$\vec{L} = \vec{L}_1 + \vec{L}_2 + \vec{L}_3 + \dots \quad (1.5)$$

O momento magnético total é dado então por

$$\vec{m} = -\frac{g_L \mu_B}{\hbar} \vec{L} - \frac{g_S \mu_B}{\hbar} \vec{S} \quad (1.6)$$

onde $g_L = 1$ e $g_S = 2$ são os fatores g orbital e de spin respectivamente. Representando-se o momento magnético total em termos do momento angular total \vec{J} definido como

$$\vec{J} = \vec{L} + \vec{S} \quad (1.7)$$

obtem-se o momento magnético total

$$\vec{\mu} = -g \mu_B \vec{J} \quad (1.8)$$

onde g é fator de Landé dado por

$$g = \frac{3}{2} + \frac{1}{2} \frac{S(S+1) - L(L+1)}{J(J+1)} \quad (1.9)$$

e assume o valor 1 se o momento angular total tiver contribuição somente de momento angular, e valor 2 se a contribuição for unicamente de spin. Estas considerações são válidas para átomos isolados e no estado fundamental, ou seja a temperatura zero e sem ação de campos externos.

Num sólido real os átomos experimentam a ação de campos cristalinos intensos, que modificam radicalmente a configuração dos níveis de energia mais elevados que são ocupados pelos elétrons mais externos. Com a sobreposição das núvens de elétrons o princípio de Pauli deve considerar o grupo de N átomos do sólido. Os níveis de energia antes discretos desdobram-se em N níveis, assumindo agora um caráter contínuo dando origem às bandas de energia.

A figura 1.1 representa o desdobramento dos níveis de átomos isolados em função da distância interatômica.

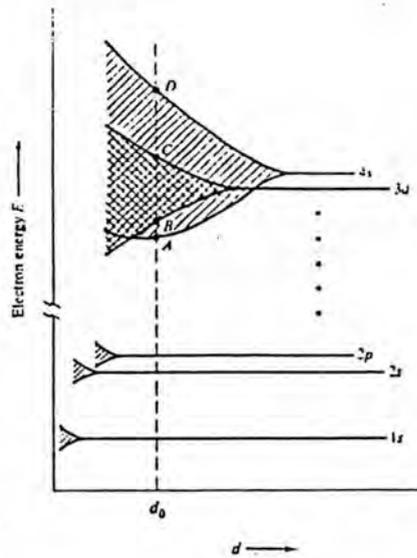


Figura 1.1: Representação da formação da estrutura de bandas num sólido em função da separação interatômica. Extraído de Cullity [8]

As bandas não possuem uma distribuição uniforme de níveis, como pode ser visto na figura 1.2, onde representa-se a distribuição de níveis numa banda 3d para o níquel. Além disso, observa-se que há regiões de energia em que há sobreposição de bandas, resultando numa distribuição de estados bastante complexa.

Na figura 1.3 representa-se a densidade de níveis para as bandas 3d e 4s, segundo o modelo da banda rígida, para alguns metais de transição, e o nível ocupado pelo elétron mais energético (nível de Fermi). A ocupação de níveis até o nível de Fermi pode resultar num desbalanço entre o número de elétrons com spin "up" e "down", sendo o principal mecanismo para o surgimento do momento magnético efetivo do átomo. Com o conhecimento da estrutura de bandas e do nível de Fermi, é possível determinar quais estados serão populados. O caráter magnético é dado pela diferença entre o número de estados com spins "up" e "down" mais as contribuições orbitais, de caráter localizado ou itinerante.

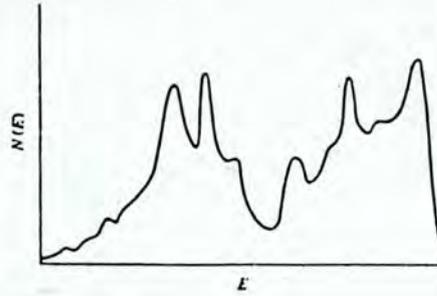


Figura 1.2: Densidade de níveis em função da energia para a banda 3d do níquel. Extraído de Cullity [8].

1.2.2 A magnetização

É uma propriedade proporcional a quantidade de material e indica uma densidade de dipolos magnéticos associados aos átomos. A expressão 1.10 é uma boa definição de \vec{M} .

$$\vec{M} = \lim_{\Delta v \rightarrow 0} \frac{1}{\Delta v} \sum_i \vec{\mu}_i \quad (1.10)$$

Os momentos de dipolo magnéticos estão contidos num volume Δv , suficientemente pequeno mas que contenha um grande número de átomos. A divisão por Δv resulta num momento de dipolo por unidade de volume ou magnetização. O momento de dipolo magnético $\vec{\mu}$ tem dimensão de *Weber.metro*, logo a magnetização tem dimensão de *Weber/m²* ou *Tesla* no sistema MKS, sendo igual a $\frac{10^4}{4\pi} \text{ emu/cm}^3$ no sistema CGS. A indução magnética representa o campo magnético originado pela distribuição de momentos magnéticos em um certo volume caracterizado pela sua magnetização. É dado por

$$\vec{B} = \mu_0(\vec{M} + \vec{H}) \quad (1.11)$$

A magnetização \vec{M} é função do campo aplicado e da temperatura. Baseando-se numa teoria de resposta linear pode ser representado como

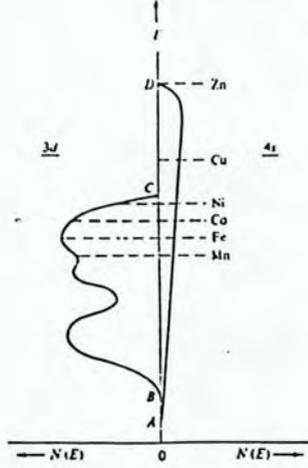


Figura 1.3: Estrutura de bandas 3d e 4s esquematizada, com os níveis de Fermi representados para alguns elementos. Extraído de Cullity [8].

$$\vec{M} = \chi(T, H)\vec{H} \quad (1.12)$$

onde $\chi(T, H)$ é a susceptibilidade magnética do material.

1.2.3 Paramagnetismo

Para um material com momentos localizados em que a relação 1.8 seja aceitável, a energia livre F do sistema formado por N átomos cujos $2j + 1$ estados individuais sejam termicamente excitados será dado pela relação

$$\begin{aligned} e^{-F\beta} &= \sum_n e^{\frac{E_n(H)}{K_B T}} \\ &= \sum_{J_z=-J}^J e^{-\beta\gamma H J_z} \end{aligned} \quad (1.13)$$

onde $\beta = \frac{1}{K_B T}$, $\gamma = g(J, L, S)\mu_B$, K_B é a constante de Boltzman e J_z são os possíveis estados magnéticos do átomo. Dos conceitos de mecânica estatística a magnetização de N

átomos num volume V é definida como

$$M = -\frac{N}{V} \left(\frac{\partial F}{\partial H} \right)_T. \quad (1.14)$$

Realizando a soma da expressão 1.13 segue que

$$M = \frac{N}{V} \gamma J B_J(\beta \gamma J H) \quad (1.15)$$

onde $B_J(x)$ é a função de Brillouin definida como

$$B_J(x) = \frac{2J+1}{2J} \coth \frac{2J+1}{2J} x - \frac{1}{2J} \cot \frac{1}{2J} x \quad (1.16)$$

A susceptibilidade $\chi = \left(\frac{\partial M}{\partial H} \right)_T$ é escrita então como

$$\begin{aligned} \chi &= \frac{N (g\mu_B)^2 J(J+1)}{V \cdot 3 \cdot K_B T} \\ &= \frac{C}{T} \end{aligned} \quad (1.17)$$

válida como uma aproximação para $K_B T \gg g\mu_B H$. A relação 1.17, $\chi = \frac{C}{T}$, é conhecida como a lei de Curie para a susceptibilidade paramagnética. Na fase paramagnética a susceptibilidade é um termo constante com magnitude entre 10^{-3} e 10^{-5} . Neste estado a excitação térmica faz com que os momentos locais mudem sua orientação constantemente e como há igual probabilidade de localmente assumirem todas as orientações permitidas, a média resultante é nula. A aplicação do campo favorece o alinhamento dos momentos magnéticos numa competição com o efeito da agitação térmica. Abaixo de uma temperatura crítica denominada temperatura Curie os níveis de energia são ocupados de maneira a promover o surgimento de ordem magnética. A curva $M \times H$ de um material paramagnético é tipicamente linear, cujo coeficiente de inclinação ou a susceptibilidade, é inversamente proporcional a temperatura como se observa na figura 1.4.

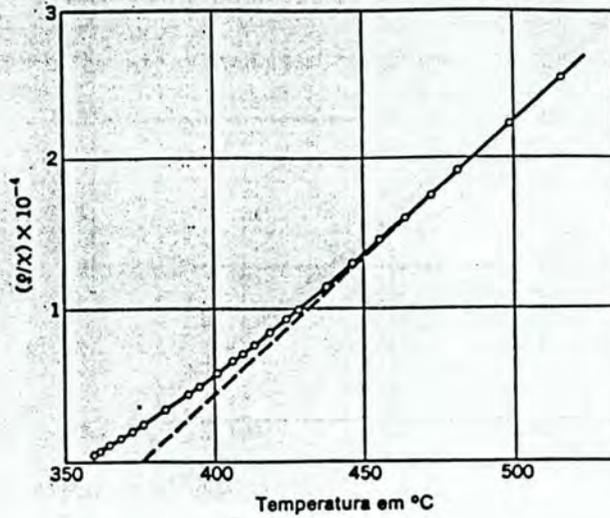


Figura 1.4: Dependência do inverso da susceptibilidade paramagnética com a temperatura para o níquel. Extraído de Kittel [6].

1.2.4 Ferromagnetismo

Os materiais ferromagnéticos possuem átomos com um momento magnético efetivo, existindo uma interação de troca entre os momentos magnéticos vizinhos. Neste caso esta interação favorece energeticamente uma orientação paralela entre eles e a magnetização espontânea resultante é grande, em uma determinada região na amostra. A nível macroscópico a magnetização efetiva muitas vezes é nula pois o material fica dividido em regiões com magnetização espontânea em diferentes direções, caracterizando uma estrutura de domínios

Interação de troca

A condição necessária para um material manifestar um magnetismo espontâneo é a existência de momento magnético atômico, mas não é condição suficiente. Deve também haver uma ordem entre os momentos vizinhos. Esta ordem é devida a interação de troca

que surge como consequência do princípio de exclusão de Pauli, onde se estabelece que dois elétrons podem ter a mesma energia, ou ocupar o mesmo estado quântico, somente se tiverem spins opostos. Isto é sempre satisfeito se a autofunção total de um átomo multieletrônico for antisimétrica frente a troca de posição entre quaisquer dois elétrons, exigida pela condição de indistinguibilidade entre elas [4]. Num átomo real a interação coulombiana depende da interação de troca, uma vez que a distância média entre dois elétrons com spins opostos é menor que a distância de elétrons com mesmo spins. Logo a energia coulombiana resulta menor para os elétrons mais afastados. Neste sentido, a interação de troca é um fator importante no processo de distribuição de carga eletrônica. A modificação da distribuição eletrônica implica na mudança de alinhamento entre spins e vice-versa. Numa rede, as órbitas eletrônicas mais externas misturam-se com as dos átomos vizinhos, resultando numa interação de troca entre estes elétrons. Portanto, existe a possibilidade de orientação do momento magnético atômico vizinho. A energia potencial entre dois elétrons com spins \vec{s}_i e \vec{s}_j é dado por

$$w_{ij} = -J_{ij}\vec{s}_i \cdot \vec{s}_j \quad (1.18)$$

onde J_{ij} é chamada integral de troca, representando a sobreposição das funções de onda dos elétrons. Esta integral tem a forma

$$J_{ij} = \int d\vec{r}_i d\vec{r}_j \frac{e^2 \psi_a^*(\vec{r}_i) \psi_b^*(\vec{r}_j) \psi_a(\vec{r}_j) \psi_b(\vec{r}_i)}{|\vec{r}_i - \vec{r}_j|}. \quad (1.19)$$

A extensão da expressão 1.19 para dois átomos vizinhos foi feita por Heisemberg em 1928. Neste caso tem-se

$$\mathcal{H}_E = -\frac{1}{2} \sum_{ij} J_{ij} \vec{S}_i \cdot \vec{S}_j \quad (1.20)$$

onde \vec{S}_i são os momentos magnéticos dos átomos vizinhos i, j . Observa-se que a orientação entre os momentos dependerá da condição de mínima energia de \mathcal{H}_E . Se J_{ij} for zero não haverá interação entre spins vizinhos. Para $J_{ij} > 0$ a energia potencial será mínima

para uma orientação paralela entre spins, caracterizando a ordem ferromagnética. Caso contrário $J_{ij} < 0$ a orientação de mínima energia será antiparalela, típica de uma ordem antiferromagnética. Na figura 1.5 observa-se o valor relativo da integral de troca para diversos elementos.

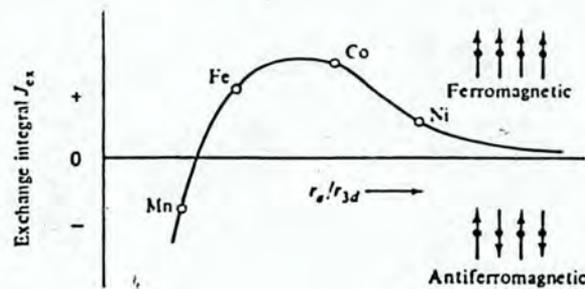


Figura 1.5: Curva de Bethe-Slater esquematizando os valores das integrais de troca para alguns elementos ferromagnéticos. Extraído de Cullity [8].

Campo molecular

A interação de troca pode ser vista como um campo interno que mantém a orientação magnética local, cuja intensidade é proporcional a própria magnetização. Esta idéia de campo interno ou campo de troca ou ainda, campo molecular, foi imaginada por Weiss. Reescrevendo a equação 1.12 onde inclui-se este campo tem-se

$$\begin{aligned}
 M &= \chi(H_E + H_M) \\
 M &= \chi(H_E + \lambda M)
 \end{aligned}
 \tag{1.21}$$

Utilizando a forma paramagnética para χ obtém-se

$$M = \frac{C}{T - \lambda C} H_E
 \tag{1.22}$$

onde identifica-se o termo $\frac{C}{T-\lambda C}$ como a susceptibilidade paramagnética para temperaturas superiores a temperatura Curie $T_C = \lambda C$. Esta relação é conhecida como lei de Curie-Weiss que descreve bem o comportamento da magnetização para temperaturas maiores que T_C .

A mudança de fase magnética pode ser descrita por conceitos termodinâmicos onde se estabelecem relações baseadas em expoentes críticos em que a magnetização e a susceptibilidade são representadas sob as formas

$$M(T) \sim (T_C - T)^\beta \quad (1.23)$$

$$\chi(T) \sim (T - T_C)^{-\gamma} \quad (1.24)$$

Os valores de β estão em geral entre 0.33 e 0.37 enquanto que os valores de γ tipicamente encontram-se entre 1.3 e 1.4.

Magnetismo itinerante

A magnetização originada por elétrons de condução (itinerantes) pode ser estimada considerando um gás de elétrons livres. A energia de um elétron num campo magnético

$$E = m_s g \mu_B H \quad (1.25)$$

assume dois valores dependendo da orientação de spin do elétron e portanto do número quântico $m_s = +\frac{1}{2}$ ou $-\frac{1}{2}$. A magnetização resultante da ocupação destes estados para temperaturas relativamente altas é dado por

$$M \cong \frac{N \mu^2 H}{K_B T} \quad (1.26)$$

Este resultado considera que todos os elétrons possam mudar de nível o que é irreal pois não há esta disponibilidade de estados. Pauli em 1927 calcula o número de elétrons em cada estado magnético, para um gás de elétrons, utilizando a função de distribuição de Fermi-Dirac e a densidade de níveis para este sistema.

$$N_+ = \frac{1}{2} \int_{-\mu H}^{\epsilon_f} f(\epsilon) D(\epsilon + \mu H) d\epsilon \quad (1.27)$$

$$N_- = \frac{1}{2} \int_{-\mu H}^{\epsilon_f} f(\epsilon) D(\epsilon - \mu H) d\epsilon \quad (1.28)$$

Para baixas temperaturas a distribuição de Fermi-Dirac é aproximada por uma função salto (figura 1.6) e as integrais acima reduzem-se a

$$N_+^- = \frac{1}{2} \int_0^{\epsilon_f} f(\epsilon) D(\epsilon) d\epsilon \mp \frac{1}{2} \mu H D(\epsilon_f) \quad (1.29)$$

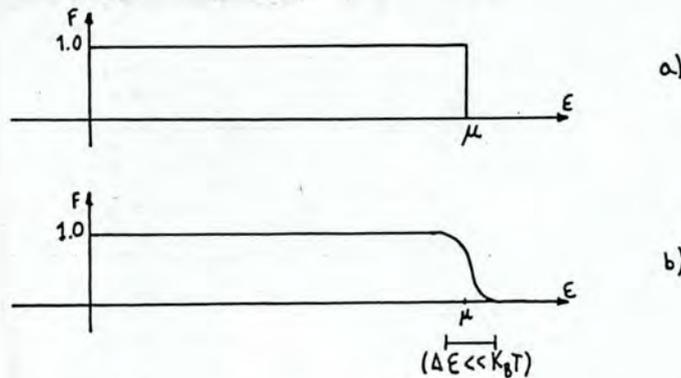


Figura 1.6: Função distribuição de Fermi-Dirac. a) para $T \approx 0$ b) $T \gg 0$.

A diferença entre o número de níveis ocupados por elétrons com spins diferentes resulta numa magnetização líquida dada por

$$\begin{aligned} M &= \mu(N_+ - N_-) \\ &= \mu^2 D(\epsilon_f) H \end{aligned} \quad (1.30)$$

Observa-se que a magnetização é proporcional a densidade de elétrons no nível de Fermi. O termo multiplicando o campo na relação 1.30, é conhecida como susceptibilidade de Pauli, no qual contribuem somente os elétrons de condução.

Critério de Stoner

Este critério estabelece uma condição para a existência de ordem ferromagnética num sistema de elétrons itinerantes. A partir de um sistema de gás de elétrons e supondo uma interação repulsiva entre elétrons de spin opostos do tipo

$$H_R = U \sum_i^N N_{+,i} + N_{-,i} \quad (1.31)$$

onde U é um parâmetro da interação Coulombiana. A energia total do sistema será a energia cinética mais este termo repulsivo

$$H = T + H_R \quad (1.32)$$

Numa fase paramagnética inicial há igual número de elétrons com spin opostos de modo que $n_{0+} = n_{0-} = \frac{n}{2}$. A figura 1.7 esquematiza a estrutura de bandas onde separa-se os níveis ocupados por elétrons com spin (+) e (-). Supondo que alguns elétrons (+) ocupem os estados (-) resultando num desbalanço entre n_+ e n_- , a questão a considerar é se haverá estabilidade nesta configuração de estados. No caso afirmativo deve haver uma diminuição na energia total do sistema, caso contrário a energia total aumenta caracterizando uma fase instável. Deve-se portanto estimar se a variação

$$\delta H = \delta T + \delta H_R \quad (1.33)$$

é positiva ou negativa.

A variação na energia cinética é estimada pelo número de elétrons transferidos δn . Considerando que cada um deles tenha a mesma energia $\delta\epsilon$, esta variação será

$$\delta T = \delta\epsilon\delta n = \delta\epsilon(\rho(\epsilon_f)\delta\epsilon) = (\delta\epsilon)^2\rho(\epsilon_f) > 0 \quad (1.34)$$

onde $\rho(\epsilon_f)$ é a densidade de estados no nível de Fermi. A variação na energia de interação será dada por

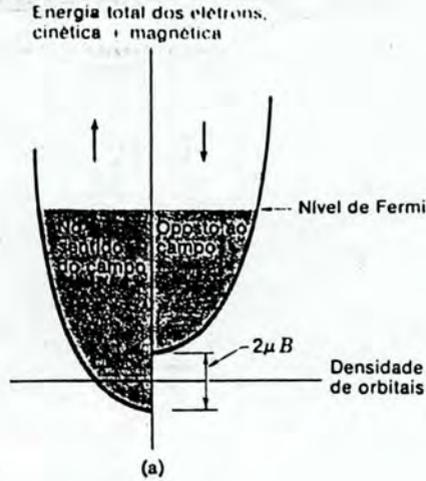


Figura 1.7: Representação dos estados ocupados num sistema de elétrons livres considerando a diferença de energia entre estados com spin "up" e "down".

$$\begin{aligned}
 \delta H_R &= U(n_0 + \delta n)(n_0 - \delta n) - U n_0^2 \\
 &= U(n_0^2 - (\delta n)^2) - U n_0^2 \\
 &= -U(\delta n)^2 \\
 &= -U\rho(\epsilon_f)^2(\delta\epsilon)^2
 \end{aligned} \tag{1.35}$$

onde U é um parâmetro da interação. A variação total fica

$$\begin{aligned}
 \delta H &= (\delta\epsilon)^2\rho(\epsilon_f) - U\rho(\epsilon_f)^2(\delta\epsilon)^2 \\
 &= \rho(\epsilon_f)(\delta\epsilon)^2[1 - U\rho(\epsilon_f)]
 \end{aligned} \tag{1.36}$$

Conclui-se então que se $1 > U\rho(\epsilon_f)$ a fase ferromagnética será instável. Caso contrário, $U\rho(\epsilon_f) > 1$, esta fase será estável e poderá ser estabelecida. Observa-se portanto que uma maior densidade de estados no nível de Fermi aumenta a tendência de formar-se a fase ferromagnética.

1.3 Filmes finos

1.3.1 Conceitos fundamentais

A deposição individual ou em grupos de átomos sobre um meio sólido (substrato) formando uma fina camada, caracteriza um filme fino. A deposição compreende o desprendimento de um único ou de um grupo de átomos do material a ser depositado e o seu transporte até a superfície do substrato sob o qual ocorre a condensação destes átomos. A condensação inicia num estágio de nucleação onde os átomos inicialmente formam ilhas isoladas que evoluem em tamanho. A densidade e o tamanho médio das ilhas depende de parâmetros como a energia dos átomos incidentes, da taxa de incidência, energia de ativação de adsorção, difusão térmica, temperatura, topografia e natureza química do substrato. Num estágio posterior há interligação das ilhas. Esta tendência aumenta com a elevação da temperatura do substrato devido a maior mobilidade dos átomos. No estágio de crescimento começam a aparecer falhas estruturais devido a topografia irregular e orientação cristalográfica variada (policristalinidade). Sob condições particulares de deposição é possível minimizar estes defeitos e inclusive crescer um filme monocristalino ou seja, com uma orientação cristalográfica predominante. Estruturas multicamadas formadas pela deposição alternada de dois ou mais componentes apresentam propriedades exclusivas, uma vez que as propriedades de superfície/interface começam a ter o mesmo peso das propriedades de amostras massivas. Encontram-se aplicações para os filmes finos na área de optoeletrônica, microeletrônica, magnetismo, supercondutividade entre outras.

Processos de deposição

Os principais métodos de deposição são a deposição por evaporação, eletrodeposição, "sputtering" e deposição química. Neste trabalho serão descritos somente o "sputtering" e os métodos por evaporação, pela maior qualidade dos filmes obtidos, necessários para aplicações magnéticas.

Evaporação

No processo de evaporação o material a ser depositado é fundido em ambiente a vácuo (da ordem de 10^{-7} Torr ou menos) e os vapores originados depositam-se no substrato, colocado logo acima da fonte de vapor (distância da ordem de 30 cm). O material pode ser fundido no interior de cadinhos de cerâmica aquecidos por resistência, ou utilizando-se a técnica de fusão por indução. Outro método é fazer circular uma corrente elevada num cadinho metálico com ponto de fusão superior ao do material a ser depositado. Estes métodos de fusão não são recomendados onde exige-se filmes com materiais de elevada pureza, pois os cadinhos podem contaminar o filme. Sistemas de deposição que utilizam raios Laser, feixe de elétrons ou arco voltaico para fundir o material são comumente utilizados, pois aquece-se localmente um bloco do material, dispensando-se o cadinho. A taxa de evaporação depende de fatores geométricos da fonte e do substrato: Para o caso ideal de uma fonte muito localizada com emissão uniforme e um substrato plano a taxa de deposição varia com $\frac{\cos \theta}{r^2}$ (Lei do Coseno de Knudsen) onde r é a distância radial entre o ponto de emissão e o substrato e θ é o ângulo entre a normal ao plano do substrato e o vetor radial. A espessura do filme depende da distância entre o ponto de incidência e o ponto de emissão de vapor. Assumindo que t_0 seja a espessura no ponto de incidência normal dos vapores e t a espessura num ponto localizado a distância x deste, a relação entre t e t_0 é dada por:

$$\frac{t}{t_0} = \frac{1}{\left(1 + \left(\frac{x}{h}\right)^2\right)^{\frac{3}{2}}} \quad (1.37)$$

onde h é a distância normal entre o plano do substrato e o ponto de emissão.

MBE (Molecular Beam Epitaxy)

No sistema de deposição MBE obtém-se um ou mais feixes de vapor de reduzida densidade e bastante direcionados. O Objetivo principal da técnica é conseguir uma alta qualidade da estrutura cristalina para o filme a ponto de obter-se um filme monocristalino. O sistema exige ultra alto vácuo (10^{-9} Torr), uma pequena taxa de deposição e um feixe

de vapor bastante direcionável. O vapor é originado por células de Knudsen que consistem num cadinho e seu respectivo aquecedor blindados por isolantes térmicos. Nesta blindagem existe um pequeno orifício por onde escapa o vapor que no interior da célula estava em alta pressão. Na figura 1.8 observa-se uma célula de Knudsen e uma típica configuração prática de montagem de várias células.

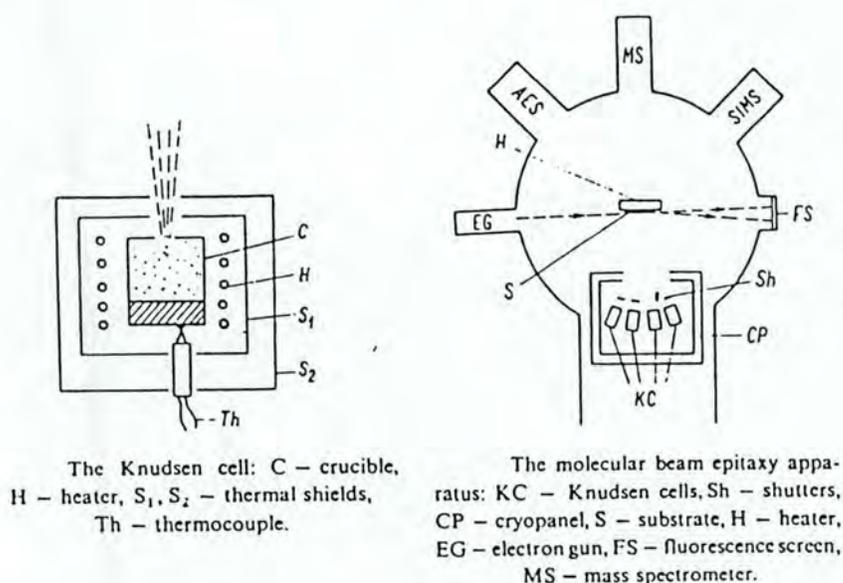


Figura 1.8: Célula de Knudsem para MBE.

Sputtering

No processo de deposição por sputtering faz-se incidir sobre um bloco de material a ser depositado, chamado alvo, um feixe de átomos inertes como argônio por exemplo. Existem várias maneiras de produzir estes íons e acelera-los ao alvo. Estes detalhes não serão discutidos neste trabalho mas podem ser encontrados em Chopra e Kaur [2] e Eckertová [3]. Estes átomos ao colidirem no alvo arrancam pedaços que depositam-se no substrato. O material ejetado, um grupo de átomos, é em geral neutro e sua energia depende da energia

dos íons incidentes. A quantidade de partículas arrancadas aumenta por um fator $\frac{1}{\cos\theta}$ onde θ é a obliquidade dos íons incidentes. Esta quantidade também depende do material do alvo e da energia dos íons, sendo limitada pela corrente iônica (um dos parâmetros do processo de formação dos íons) e pela saturação da emissão para energias muito grandes dos íons incidentes. A energia das partículas no sputtering é duas ordens de grandeza maior que no método da evaporação térmica, e a taxa de deposição é uma ou duas ordens de grandeza menor, considerando-se condições normais de deposição por evaporação.

Magnetismo em filmes finos

Os sistemas magnéticos baseados em filmes finos podem apresentar uma ampla variedade estrutural e morfológica passíveis de controle. Em monocamadas crescidas em substratos com uma orientação cristalográfica definida e com um processo de deposição adequado é possível induzir uma textura no filme. Em estruturas multicamadas aspectos como a mistura de elementos e a rugosidade típicos da região de interface, a relação entre as espessuras das camadas individuais, a policristalinidade (presença de grãos) podem ser controlados pelo processo de deposição. Cada um destes fatores induz propriedades magnéticas específicas. Sistemas de multicamadas envolvendo o paládio junto ao ferro ou cobalto apresentam um aumento da magnetização de saturação devido a polarizabilidade do Pd. Sob este aspecto a magnetização pode fornecer informação da mistura na interface. No caso do cromo a proximidade com vizinhos magnéticos (ou não magnéticos) pode mudar radicalmente o seu caráter magnético. Na proximidade do ferro uma superfície de cromo adquire um grande momento magnético que se propaga através de várias camadas do filme. Este efeito de propagação origina um acoplamento de troca entre as camadas e tem sido observado em muitos outros sistemas, inclusive estabelecendo ordem antiferromagnética entre as camadas. A relação de espessuras entra como parâmetro para efetivação de uma ordem em particular. A presença de deformação relativa na interface devido ao desemparelhamento de parâmetros de rede, e à diferença de coeficientes de expansão térmica entre substrato e componentes da multicamada na temperatura de deposição, modificam as pro-

priedades magnéticas via acoplamento magnétoelástico. Propriedades como a anisotropia, magnetostricção e magnetoresistência podem ser manipulados para aplicação tecnológica. No caso da anisotropia perpendicular ao plano da amostra, obtida para uma série de sistemas, os estudos tentam avaliar precisamente as contribuições de superfície e interface, uma vez que há estudos relacionando a anisotropia perpendicular com o estado de tensão na interface. A magnetoresistência gigante caracterizada por uma grande variação na resistividade do material pela aplicação de um campo magnético tem grande importância tecnológica no desenvolvimento de cabeças leitoras de dados. O efeito descoberto originalmente em multicamadas de Fe/Cr [72], até o momento tem explicação apenas qualitativa. O acoplamento antiparalelo entre as camadas de ferro e a rugosidade da interface estão entre os parâmetros investigados como responsáveis pelo efeito. Uma revisão de magnetismo em filmes finos pode ser obtida no artigo de Falicov et al [5].

Capítulo 2

Fenomenologia da magnetostricção

A variação relativa das dimensões de um material ferromagnético como consequência da aplicação de um campo magnético recebe o nome de magnetostricção. Esta deformação macroscópica quando linear, é representada pelo símbolo λ que representa a variação relativa $\frac{\Delta L}{L}$ do comprimento numa direção específica conforme representado na figura 2.1.

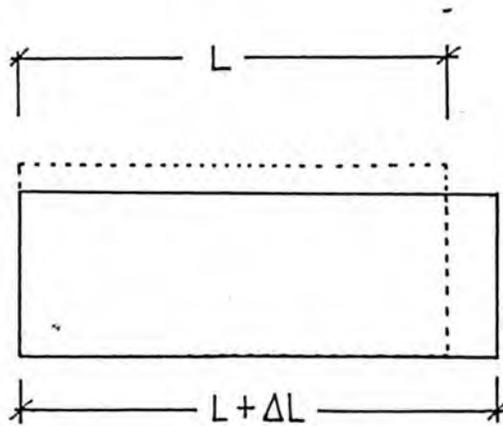


Figura 2.1: Variação relativa do comprimento de uma amostra ferromagnética pela aplicação de um campo.

2.1 A origem da magnetostricção

A deformação macroscópica observada reflete a pequena variação nas posições atômicas na rede cristalográfica. O mecanismo que condiciona a deformação da rede em função da orientação dos momentos magnéticos é o mesmo que origina a anisotropia magnetocristalina: a interação spin-órbita. Os átomos ou íons de uma rede geram um campo elétrico chamado campo cristalino, com a mesma simetria desta rede. A distribuição eletrônica de um átomo envolvido por um campo com uma simetria cúbica, por exemplo, terá também esta simetria com favorecimento de estados orbitais específicos. A figura 2.2 exemplifica a interação para os orbitais dos estados 3d não degenerados.

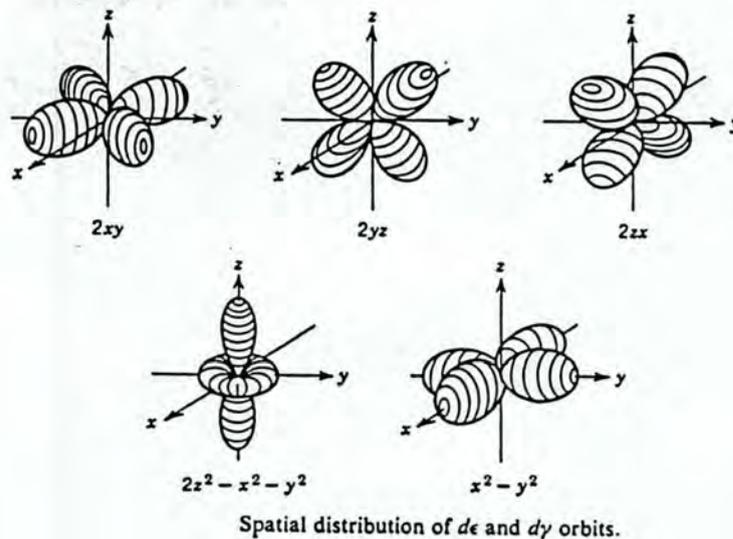


Figura 2.2: Distribuição espacial dos orbitais 3d com degenerescência levantada pelo campo cristalino de simetria cúbica. Extraído de Chikazumi [71].

Os estados orbitais ficam então fortemente acoplados à rede. Chamaremos a isso um acoplamento rede-órbita. Entretanto existe o acoplamento spin-órbita, que imaginaremos por um momento seja muito forte. Neste caso, com a aplicação de um campo e conseqüente orientação dos momentos, também haverá uma reorientação das órbitas.

A modificação do estado orbital reflete-se numa deformação na rede via o forte acoplamento rede-órbita, caracterizando a magnetostricção. Estas considerações são ilustradas na figura 2.3. As distribuições eletrônicas estão representadas por elipses, para evidenciar a orientação dos orbitais. As distribuições eletrônicas reais não são necessariamente elípticas. Num estado paramagnético, o comprimento definido pela distância entre os átomos é L' . Num estado ferromagnético, passa a existir uma ordem entre os momentos vizinhos pela interação de troca predominante com conseqüente reorientação das núvens eletrônicas, provocando uma expansão (ou contração) em relação ao estado paramagnético. Com a aplicação do campo numa direção perpendicular à orientação dos momentos, a rotação de 90° destes induz um encolhimento no parâmetro de rede.

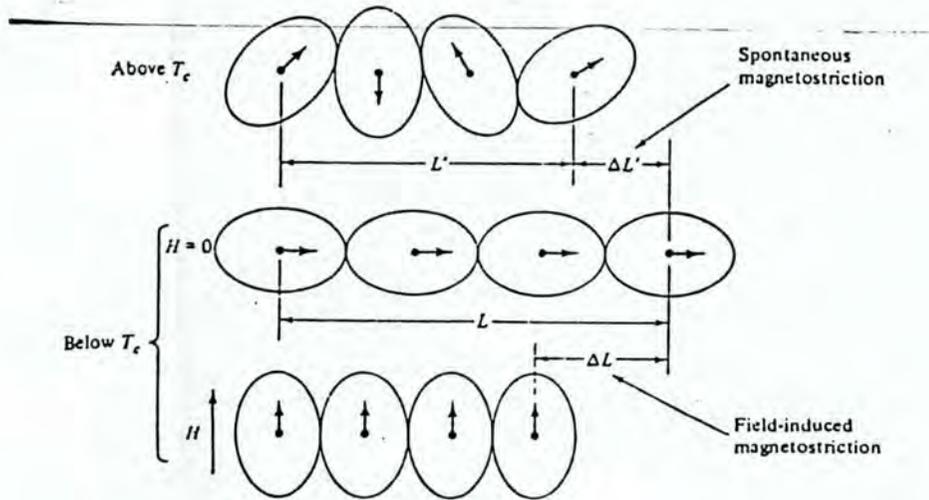


Figura 2.3: Representação do mecanismo da magnetostricção. As elipses sugerem a distribuição eletrônica e as setas o momento magnético local. Extraído de Cullity [8].

Numa situação real, para a maioria dos materiais ferromagnéticos, o momento angular é muito pequeno, o que torna o acoplamento spin-órbita relativamente fraco. Isto não suprime o efeito mas faz com que seja muito sutil. A deformação magnetostrictiva $\frac{\Delta L}{L}$ fica em torno de 10^{-5} , ao contrário do representado na figura 2.3 que representa $\frac{\Delta L}{L}$ da ordem de

0.3. Os terras raras entretanto, a baixas temperaturas, mostram-se com magnetostricção da ordem de 100 vezes maior que os ferromagnéticos "normais". Isto se deve ao grande momento angular originado pelos seus estados 4f ocupados. As deformações sofridas pelo material podem ser mais complicadas que a simples variação do comprimento (podem ocorrer torsões). A definição anterior $\frac{\Delta L}{L}$ é conhecida como longitudinal ou magnetostricção Joule, que ignora estes efeitos.

Em geral existe uma correlação entre a constante de anisotropia K_1 e a magnetostricção. Um valor grande de K_1 é acompanhado de valores elevados de λ , existindo exceções. Kittel [6], estabelece a dependência da energia de anisotropia com a deformação magnetostrictiva:

$$E = (K + \Delta K)(\alpha_1^2\alpha_2^2 + \alpha_2^2\alpha_3^2 + \alpha_3^2\alpha_1^2) \quad (2.1)$$

com

$$\Delta K = \frac{9}{4}((C_{11} - C_{12})\lambda_{100}^2 - 2C_{44}\lambda_{111}^2) \quad (2.2)$$

onde C_{ij} são constantes elásticas para uma simetria cúbica e λ_{ijk} são as constantes de magnetostricção. A constante de anisotropia magnetocristalina efetiva $K_1 = K + \Delta K$ incorpora um termo envolvendo a magnetostricção.

O valor assumido por λ pode ser positivo, negativo ou nulo. Materiais com λ positivo, quando experimentam uma deformação originada por uma tensão mecânica, em geral tem a sua magnetização aumentada no sentido desta tensão. Estes mesmos materiais expandem na mesma direção do campo quando magnetizados. A expressão "tensão" designa um esforço negativo. A figura 2.4 representa esta observação.

Materiais com λ negativo são magnetizados mais facilmente na direção de aplicação de uma compressão e quando magnetizados por um campo externo tem sua dimensão reduzida nesta direção. O termo compressão designa um esforço positivo e está representado na figura 2.4.

O valor absoluto de λ_s para os ferromagnéticos usuais (ferro, cobalto e níquel) está por volta de 10^{-6} a temperatura ambiente. Os elementos terras raras possuem a maior magnetostricção conhecida [47] mas a baixas temperaturas. A fase de Laves $TeFe_2$ apresenta magnetostricção gigante a temperatura ambiente e campo de 25 KOe: $\lambda_s > 1200 \times 10^{-6}$.

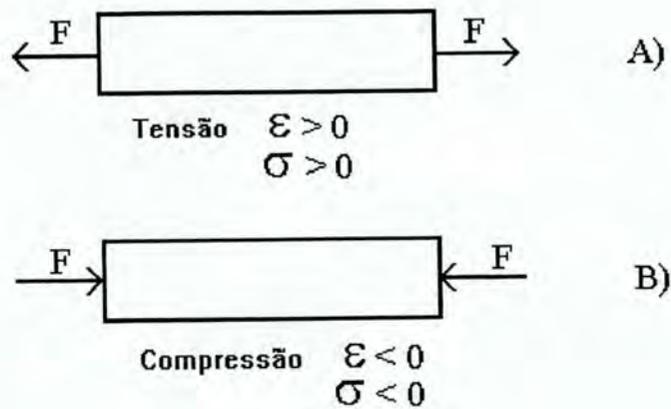


Figura 2.4: Definição de tensão e compressão.

O efeito magnetostrictivo, sem considerar o estado de tensão do material, pode ser descrito em 3 situações: Na ausência de campo observa-se a variação de dimensão entre o estado paramagnético e o estado ferromagnético, estabelecendo-se a magnetostricção espontânea. A segunda situação é aquela em que, na fase ferromagnética, aplica-se um campo até saturar o material. O comportamento magnetostrictivo nesta fase é descrito em termos da variação da estrutura de domínios ou da mudança de direção das magnetizações locais. Quando o material está saturado, portanto com estrutura de monodomínio, a magnetostricção atinge seu valor máximo, recebendo o nome de magnetostricção de saturação λ_s . A magnetostricção é uma grandeza anisotrópica nos monocristais pois depende da direção da medida e da direção da magnetização. Nos materiais policristalinos ou amorfos λ é em geral isotrópico.

Finalmente, a última situação é aquela em que se aplica um campo superior àquele necessário para saturar o material. Observa-se nesta fase uma variação isotrópica nas dimensões do material caracterizando a magnetostricção volumétrica.

2.2 Magnetostricção espontânea

Acima da temperatura de Curie T_c , a célula unitária do ferro é exatamente cúbica. Abaixo de T_c ela passa a ser ligeiramente tetragonal com $a = b$ e $c > a$, ou seja surge uma deformação espontânea. Esta deformação é entretanto muito pequena para ser detectada por raios x sendo por isso considerada como cúbica (bcc) mesmo na fase ferromagnética [8].

Magnetostricção espontânea é observada por uma anomalia na curva do coeficiente de dilatação térmica próxima de T_c (figura 2.5), para vários materiais.

No caso do Invar ($Fe36\% - Ni64\%$) há um baixo coeficiente de expansão térmica próximo a temperatura ambiente. Ocorre que neste caso, a temperatura de Curie também é próxima da ambiente e por isso, observa-se uma compensação entre a magnetostricção que tende a encolher o material e a expansão térmica. A magnetostricção espontânea esta vinculada aos graus de ordem dos spins, e à interação de troca resultante.

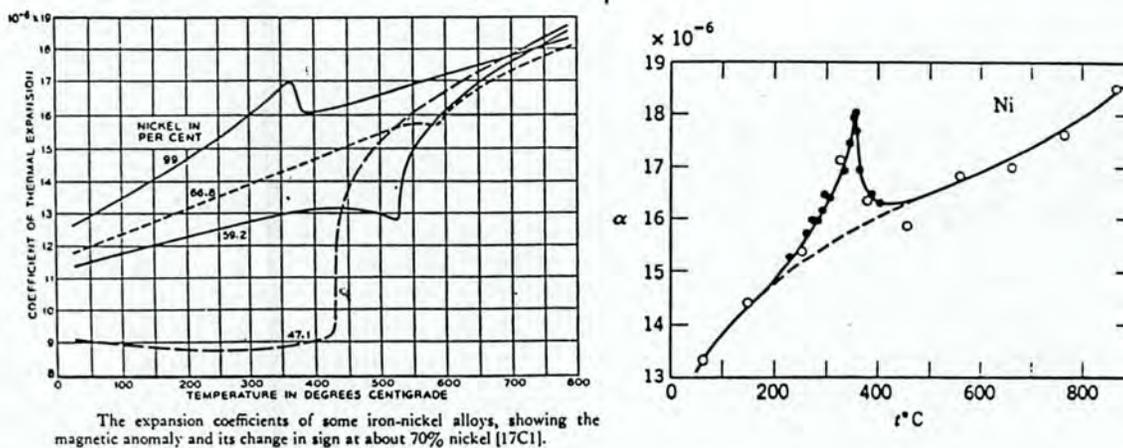


Figura 2.5: a) Expansão térmica para o invar b) para o níquel. A anomalia está relacionada com a magnetostricção espontânea. Extraído de Bozhorth [57] e Chikazumi [71].

No caso do ferro a magnetização de saturação associada à célula unitária está na mesma

direção do seu alongamento. Numa amostra macroscópica à temperatura $T < T_c$, caracterizada por uma estrutura multidomínios, estes serão também formados por células unitárias tetragonais com alongação no sentido da magnetização de saturação local.

A dependência com a temperatura dos coeficientes de magnetostricção para o ferro estão representadas na figura 2.6. Observa-se que em T_c estes valores anulam-se.

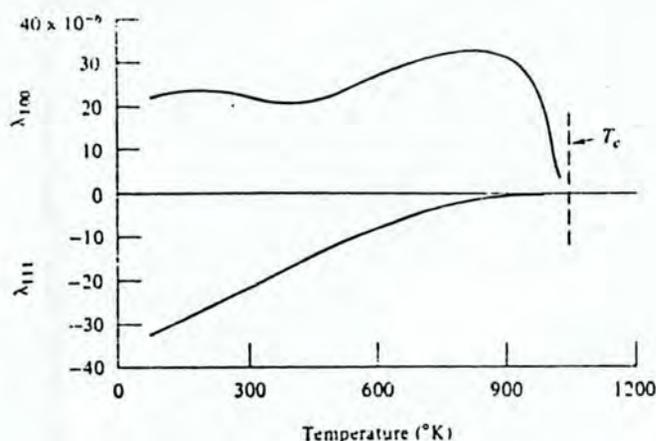


Figura 2.6: Dependência com a temperatura das constantes de magnetostricção para o ferro. Extraído de Cullity [8].

Estado desmagnetizado ideal

Dependendo da particular configuração de domínios do espécime, será caracterizado um estado magnetostrictivo específico, ou seja, a deformação macroscópica do material refletirá como estão distribuídas as deformações de cada domínio. Se houver a predominância de um tipo de domínio com M_s numa particular direção haverá também uma deformação macroscópica mais acentuada nesta direção. Um estado de tensão com uma direção específica, pode resultar num arranjo de domínios preferencial, assim como uma textura cristalina.

Um estado desmagnetizado real pode ser obtido por um grande número de arranjos de domínios diferentes, ou seja, a estrutura que resulta em um estado desmagnetizado, não é

única. Em geral todas as amostras tem uma estrutura de domínios definida pela sua história térmica, mecânica e magnética. Isto origina uma ambiguidade quando se define um estado com magnetostricção nula e que poderia prejudicar a precisa avaliação experimental do valor de λ_{si} . Um tal estado com $\lambda = 0$ seria possível para um material em que todos os tipos de domínios (todas as orientações de M_s locais) participassem com a mesma frequência, contribuindo com o mesmo volume. Neste caso seria definido um estado desmagnetizado ideal com magnetostricção nula. A magnetostricção de saturação medida a partir deste estado ideal será representada neste trabalho por λ_{si} .

2.3 Magnetostricção de saturação

Nesta fase ocorre a maior variação na dimensão do material. A variação de $\lambda = \lambda_{min}$ à λ_s é obtida pela aplicação de um campo suficiente para saturar o material, tornando-o com uma estrutura de domínio único.

A figura 2.7 exemplifica a variação de tamanho num cristal com estrutura de domínio idealizado entre estados desmagnetizado e saturado.

Entre o estado desmagnetizado e o saturado o volume da amostra, na maioria dos materiais, permanece constante com uma boa aproximação. Por isso deverá existir uma magnetostricção transversa que se relaciona com a longitudinal da seguinte forma:

$$\lambda_t = -\frac{\lambda_l}{2} \quad (2.3)$$

A medida que o material dilata na direção em que se aplica o campo (λ positivo) deve-se observar um encolhimento na direção perpendicular a este. No cobalto hcp a conservação de volume não ocorre [9].

Pelo desconhecimento da configuração inicial de domínios a magnetostricção deve ser definida mais detalhadamente:

A magnetostricção de saturação definida a partir de um estado desmagnetizado ideal até o valor de saturação é uma constante do material. Este estado com magnetostricção nula dificilmente se manifesta, e portanto a determinação de λ_{si} é feita experimentalmente

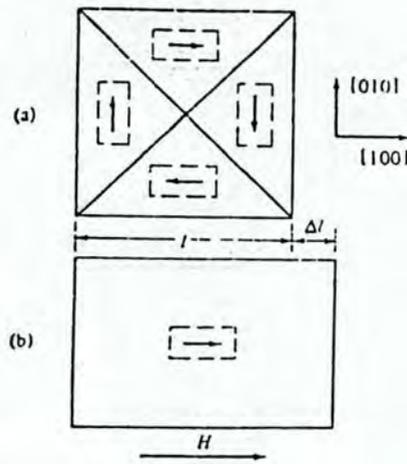


Figura 2.7: Arranjo de domínios idealizado do ferro e a deformação macroscópica associada. a) Estado desmagnetizado b) estado saturado. Extraído de Cullity [8].

utilizando-se um procedimento adequado, que evita a necessidade de partir necessariamente deste estado. Este procedimento é descrito no capítulo 3.

A magnetostricção de saturação medida a partir de um estado com magnetostricção remanente é conhecida como magnetostricção de engenharia λ_{se} , que depende da configuração inicial de domínios, determinados pela história térmica, magnética, mecânica e da forma da amostra em particular.

A figura 2.8 mostra a variação de λ em função do campo aplicado.

2.4 Magnetostricção volumétrica

A variação no volume da amostra em geral ocorre na transição para a fase ferromagnética ou quando o campo aplicado é muito intenso, ultrapassando a fase de saturação do material. O efeito é caracterizado por uma variação isotrópica nas dimensões da amostra de modo que $\frac{dv}{v} = \omega$ e

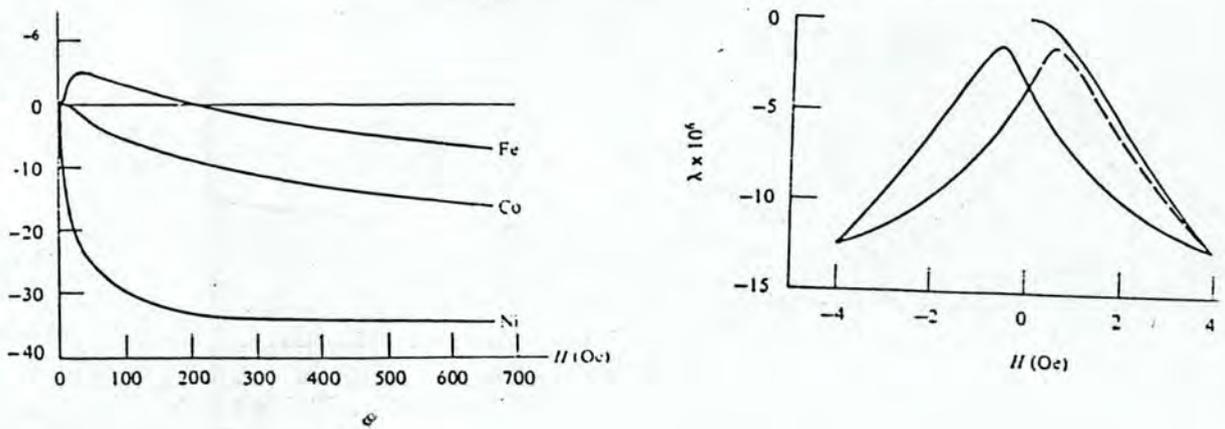


Figura 2.8: a) Magnetostricção em função do campo aplicado para o ferro, cobalto e níquel. b) Curva de histerese magnetostrictiva para o níquel. Extraído de Cullity [8].

$$\omega = \lambda_{100} + \lambda_{010} + \lambda_{001} \quad (2.4)$$

para um cristal cúbico. Na fase de magnetostricção forçada a variação das dimensões ortogonais tem o mesmo sinal e no caso isotrópico espera-se que tenham a mesma magnitude. O efeito está associado à variação na interação de troca que acompanha a transição de fase e à ação de campos elevados. O cobalto experimenta variação volumétrica na fase de rotação de momentos [9].

2.5 Magnetostricção e o processo de magnetização

Com a aplicação do campo magnético a configuração inicial de domínios evolui, acompanhando o aumento da sua intensidade até que os momentos estejam alinhados com a direção de sua aplicação, configurando um domínio único. Esta evolução proporciona um aumento gradual da magnetização, pois aumenta-se o grau de ordenamento dos momentos

magnéticos. Consiste tipicamente de dois mecanismos: o movimento de paredes e a rotação de domínios. Na figura 2.9 a curva de magnetização mostra estas fases.

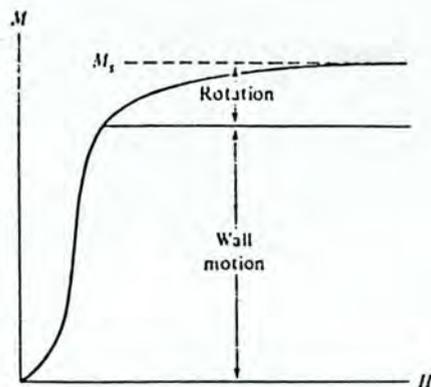


Figura 2.9: Curva de magnetização e os processos envolvidos. Extraído de Cullity [8].

Para campos baixos predomina o movimento de paredes, pois a energia requerida neste processo é menor. A rotação de momentos envolve energias da ordem das anisotropias e portanto, manifestam-se em altos campos. Isto não é uma regra geral pois existem materiais que predominam somente um ou outro mecanismo, e em outros ocorrem simultaneamente. Na figura 2.10 a curva de magnetização quadrada de uma amostra de FeSi (3.8%Si), cujo campo coercivo menor que 0.02 Oe revela um material extremamente macio magneticamente. Neste caso o mecanismo de movimento de paredes predomina em todo o processo.

2.5.1 Movimento de paredes

O movimento de paredes é caracterizado pelo aumento de volume de um domínio na mesma proporção que diminui o volume de um domínio vizinho. As direções dos momentos destes domínios não são modificadas nesta fase. Na figura 2.11 observa-se esta evolução.

O movimento das paredes é bloqueado pela existência de defeitos na estrutura cristalina do material. O aumento do campo favorece a transposição das barreiras, resultando numa variação abrupta da magnetização numa pequena escala. Estes mecanismos de saltos são

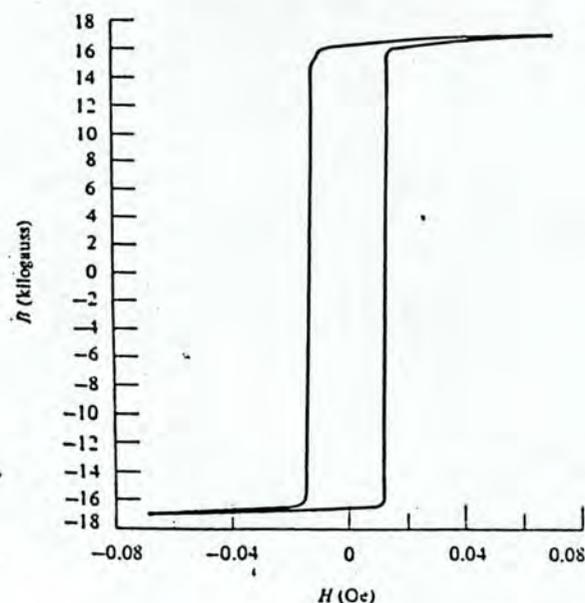


Figura 2.10: Curva de histerese quadrada para um FeSi (3.8% Si). O processo de magnetização predominante é o movimento de paredes. Extraído de Cullity [8].

comprovados pelo ruído característico induzido pela rápida variação na magnetização conhecido como ruído Barkhausen. A forma histerética da curva de magnetização é originada pelos mecanismos irreversíveis da magnetização relacionados com a dificuldade do movimento das paredes originada por estes defeitos. O processo de rotação de momentos é reversível pois não há impedimentos. A magnetização residual adquirida é chamada magnetização remanente e o campo necessário para retornar ao estado de magnetização nula inicial é chamado campo coercivo, ambos dependentes da densidade de defeitos.

Basicamente existem dois tipos de paredes de domínios: Paredes de 180° , que separam domínios cujos vetores magnetização fazem um ângulo de 180° entre si e paredes não- 180° que separam domínios em que os ângulos são 90° , ou qualquer outro diferente de 180° . Em geral o conjunto de tipos de domínios é uma particularidade do sistema em análise. O aspecto a considerar é o efeito diferenciado entre os tipos de paredes e processo mag-

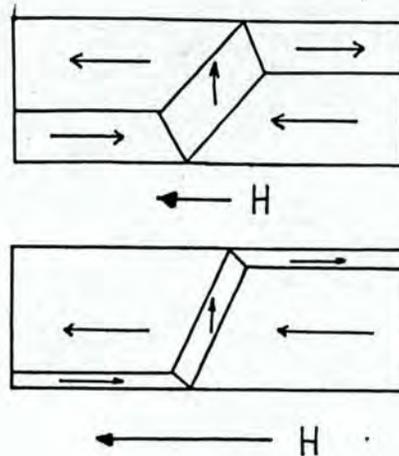


Figura 2.11: Processo de magnetização mostrando a fase de movimento de paredes. Não há mudança nas direções das magnetizações em cada domínio. Extraído de Cullity [8].

netostrictivo. Movimento de paredes de 180° não contribui para a magnetostricção pois há apenas uma inversão da orientação da magnetização entre um lado e outro da parede, permanecendo a deformação espontânea na mesma direção. Nos processos que envolvem movimento de paredes de não- 180° ocorre uma variação na orientação da magnetização espontânea e consequente mudança na deformação local. Como efeito das diferentes deformações em cada domínio o material fica sujeito a tensões locais nas proximidades das paredes de domínios. Isto está representado na figura 2.12.

2.5.2 Rotação de domínios

A rotação do vetor magnetização de um domínio sempre é acompanhada de variação dimensional, no material com magnetostricção não nula, pois a magnetostricção espontânea depende da direção da magnetização e da orientação cristalográfica local. Em geral os dois processos (rotação e movimento de paredes) ocorrem simultaneamente em diferentes proporções. Um modelamento adequado que reproduza a deformação efetiva observada é uma boa maneira de complementar as informações obtidas das curvas de magnetização. Exis-

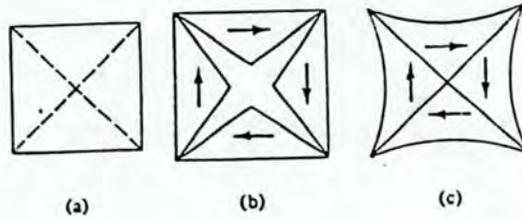


Figura 2.12: Representação da deformação de cada domínio. As paredes de domínios originam uma tensão local. Extraído de Cullity [8].

tem entretanto as complicações estruturais que precisam ser consideradas, o que dificulta a investigação do problema.

A relação entre a magnetostricção e a magnetização pode ser facilmente verificada considerando-se um processo em que ocorra somente a rotação de domínios. Para um material policristalino isotrópico (demonstrado no capítulo 3) tem-se

$$\lambda = \frac{3}{2} \lambda_{si} \left(\cos^2 \theta - \frac{1}{3} \right) \quad (2.5)$$

onde θ é o ângulo entre a magnetização e a direção de medida da deformação (mesma direção de aplicação do campo). Como

$$M = M_s \cos \theta \quad (2.6)$$

a expressão para λ resulta em

$$\lambda = \frac{3}{2} \lambda_{si} \left(\frac{M}{M_s} \right)^2 \quad (2.7)$$

Esta relação é algumas vezes observada experimentalmente para altos valores de campo de modo que M seja aproximadamente maior que $0.7M_s$, evidenciando que o processo predominante é a rotação de domínios. No níquel sob tensão a relação anterior é válida inclusive para valores baixos de campo.

2.5.3 Magnetização sob o efeito da tensão

A figura 2.13 mostra a dependência das curvas de magnetização com a aplicação de uma tensão mecânica num amostra de níquel policristalino, com o campo aplicado na mesma direção da tensão.

O níquel policristalino possui magnetostricção de saturação negativa (-34×10^{-6}). Observa-se, portanto, que uma tensão de tração (esticada) aumenta a permeabilidade ($\mu = \frac{\partial M}{\partial H}$) a baixo campo, tornando o material mais "macio" magneticamente. A tensão compressiva diminui a permeabilidade, tornando a relação entre M e H praticamente linear a baixos campos. Neste estado de tensão o material é mais "duro" magneticamente.

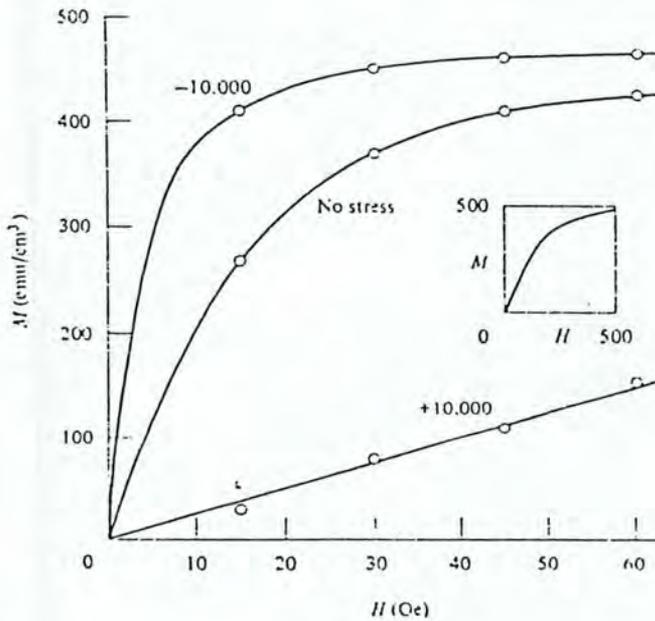


Figura 2.13: Efeito da tensão tensil (+) e compressiva (-) sobre a magnetização do níquel. Extraído de Cullity [8].

Para um material com magnetostricção positiva como o Permalloy 68 (68% níquel, 32% ferro), na figura 2.14 observa-se que a permeabilidade é maior para uma tensão compressiva, ao contrário do níquel. O efeito da tensão manifesta-se tanto na presença de campo quanto

na sua ausência. Observando a figura 2.15 percebe-se um aumento na magnetização tanto remanente (pontos C e D) quanto na magnetização induzida por campo externo (pontos A e B) devido à tensão compressiva no material com λ positivo.

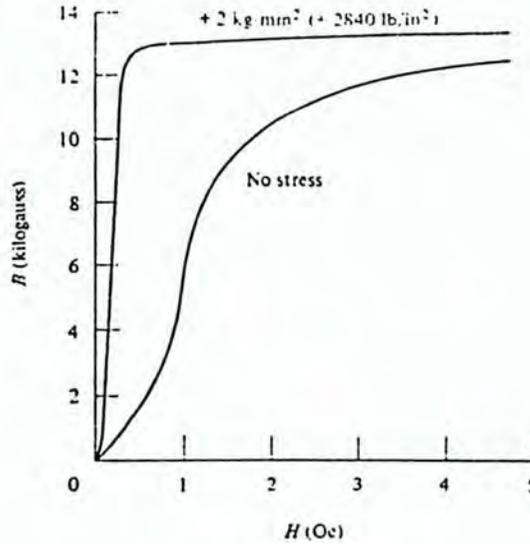


Figura 2.14: Efeito da tensão tensil sobre a curva de magnetização do Permalloy 68. Extraído de Cullity [8].

Assim como a anisotropia magnetocristalina a tensão aplicada modifica a direção de fácil magnetização. A energia magnetoelástica associada com a orientação dos momentos magnéticos em relação a tensão será deduzida no capítulo 5. A expressão resultante, considerando um material com magnetostricção isotrópica é

$$E_{me} = -\frac{3}{2}\lambda_{si}\sigma \cos^2 \theta \quad (2.8)$$

onde θ é o ângulo entre a magnetização e a direção da tensão. A minimização desta energia refletirá no comportamento do material frente a tensão aplicada. Considerando o produto $\lambda\sigma$ positivo a mínima energia será obtida para $\theta = 0$. Quando λ e σ tiverem sinais opostos a magnetização e a tensão aplicada deverão ser perpendiculares ($\theta = \frac{\pi}{2}$). Este termo compete

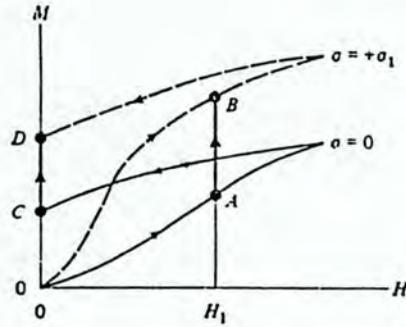


Figura 2.15: Influência da tensão sobre a magnetização de um material com magnetostricção positiva. Extraído de Cullity [8].

com a anisotropia magnetocristalina e com o fator de forma para definir a direção de fácil magnetização pela minimização da energia livre do sistema.

O efeito sobre a estrutura de domínios ao aplicar-se uma tensão compressiva em materiais com magnetostricção positiva é mostrado na figura 2.16. Observa-se que os domínios orientam-se com a magnetização perpendicular à direção da compressão. Neste caso o produto $\lambda\sigma$ é negativo. O campo necessário para saturar o material nesta direção é maior, pois o processo envolve rotação de momentos. Portanto o eixo de tensão torna-se um eixo de difícil magnetização. No caso de um material com λ positivo os momentos orientam-se no mesmo sentido da aplicação da tensão. O processo de magnetização nesta direção fica então facilitado.

Tendo em vista as propriedades apresentadas faz sentido considerar o eixo da tensão ou compressão como um eixo de anisotropia, pois induz uma direção de maior facilidade para a magnetização. A relação para a anisotropia induzida por tensão é dada por

$$E = K_{\sigma} \sin^2 \theta \quad (2.9)$$

com

$$K_{\sigma} = \frac{3}{2} \lambda_{si} \sigma \quad (2.10)$$

A contribuição para a anisotropia efetiva deste termo será discutida no capítulo 5.

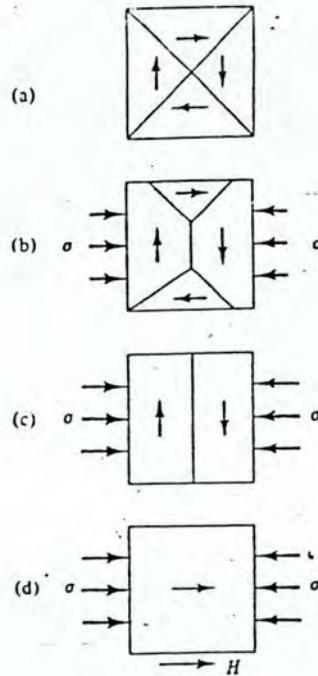


Figura 2.16: Influência da tensão compressiva (σ negativo) sobre a configuração de domínios de um material com λ positivo. Extraído de Cullity [8].

2.5.4 Magnetostricção sob o efeito da tensão

A tensão além de modificar a forma da curva de magnetostricção com o campo pode modificar também o valor de λ_s . A figura 2.17 mostra a dependência de λ_s com a tensão aplicada. Observa-se que este resultado não é em relação a um estado desmagnetizado ideal ou seja $\lambda_s \neq \lambda_{si}$.

Este resultado é entendido com base na configuração de domínios dependente da tensão. Numa distribuição com predominância de domínios de 180° a saturação ocorrerá predominantemente por movimento de paredes o que diminuirá o valor de λ . A magnetostricção

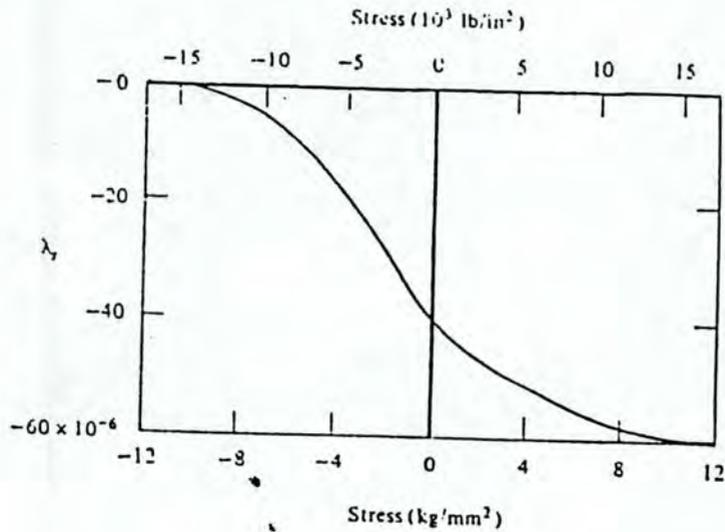


Figura 2.17: Magnetostricção de saturação em função da tensão aplicada para o níquel. Extraído de Cullity [8].

em função do ângulo entre o vetor magnetização e a direção do alongamento é descrita por

$$\lambda_{\theta} = \frac{3}{2} \lambda_{si} \left(\cos^2 \theta - \frac{1}{3} \right) \quad (2.11)$$

considerando o estado desmagnetizado inicial ideal, e material isotrópico. Para um certo valor de campo aplicado, a distribuição de vetores magnetização estará entre os ângulos θ_a e θ_b representados na figura 2.18. Esta distribuição também reflete o estado de tensão do material. Em relação ao eixo λ_{θ} na figura 2.18 a magnetostricção será dada em termos de uma média destas direções, implícito na média do coseno quadrado

$$\lambda = \frac{3}{2} \lambda_{si} \left(\langle \cos^2 \theta \rangle - \frac{1}{3} \right). \quad (2.12)$$

Se o sistema evoluir de um estado 1 para um estado 2 caracterizados por cosenos quadrados médios $\langle \cos^2 \theta \rangle_1$ e $\langle \cos^2 \theta \rangle_2$ respectivamente a magnetostricção observada entre estes dois estados será

$$\lambda = \frac{3}{2} \lambda_{si} \left(\left(\langle \cos^2 \theta \rangle_1 - \frac{1}{3} \right) - \left(\langle \cos^2 \theta \rangle_2 - \frac{1}{3} \right) \right) \quad (2.13)$$

$$\lambda = \frac{3}{2} \lambda_{si} (\langle \cos^2 \theta \rangle_1 - \langle \cos^2 \theta \rangle_2) \quad (2.14)$$

Como o estado final é frequentemente o de saturação $\theta = 0$, teremos

$$\lambda_s = \frac{3}{2} \lambda_{si} (1 - \langle \cos^2 \theta \rangle_1) \quad (2.15)$$

Este resultado permite que seja determinada a magnetostricção de saturação λ_{si} para qualquer estado inicial desde que se conheça a distribuição dos vetores magnetização neste estado.

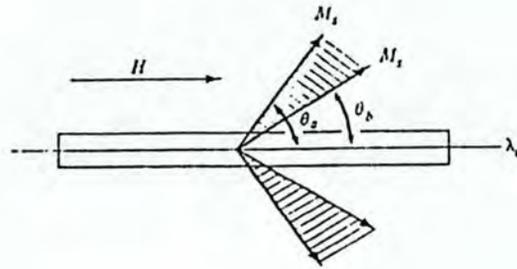


Figura 2.18: Representação da distribuição dos vetores magnéticos numa amostra, para um particular valor de campo magnético aplicado. Extraído de Cullity [8].

2.6 Magnetostricção em filmes

Um filme fino consiste numa fina camada de material depositado numa das faces de um substrato. A deformação magnetostrictiva do filme origina uma tensão elástica em uma das faces do substrato provocando uma deflexão no sistema, de maneira análoga à deformação de um par bimetálico. A figura 2.19 mostra a deformação característica do sistema quando aplicado um campo.

Fixando uma das extremidades do substrato pode-se relacionar o deslocamento da extremidade livre com a variação relativa do comprimento do filme (alongamento) λ .

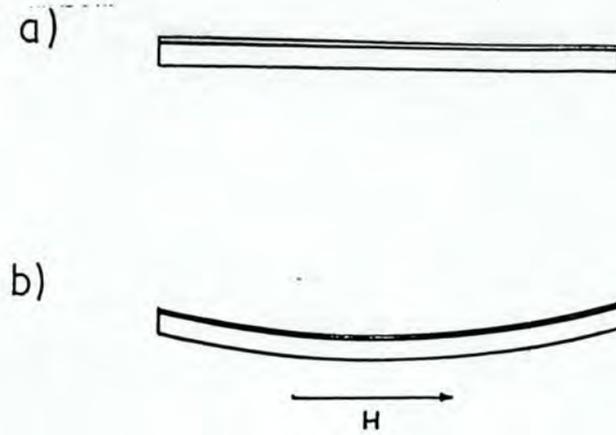


Figura 2.19: a) Substrato livre de tensão b) Deformação apresentada pelo substrato pela ação da tensão magnetostrictiva originada pelo filme na presença de um campo magnético.

Klokholm [37], relaciona a tensão magnetostrictiva S com λ ,

$$S = \lambda \frac{E_f}{1 + \nu_f} \quad (2.16)$$

onde E e ν são o módulo de Young e coeficiente de Poisson do filme respectivamente. Para um substrato retangular de comprimento L , espessura t , coeficiente de Poisson ν , módulo de Young E_s com um filme de espessura t_s depositado sobre este, a deflexão da extremidade livre D é dada por

$$D = 3L^2 S t_f \frac{1 - \nu_s}{E_s t_s^2}. \quad (2.17)$$

Substituindo 2.16 em 2.17, a variação do comprimento relativo $\frac{\Delta L}{L} = \lambda$ do filme é dado por

$$\lambda = \frac{t_s^2}{3L^2 t_f} \left(\frac{1 + \nu_f}{E_f} \right) \left(\frac{E_s}{1 - \nu_s} \right) D \quad (2.18)$$

O sinal da tensão S indica se a deflexão é para cima ou para baixo evidenciando o sinal da magnetostricticção. Os métodos diretos de determinar a magnetostricticção medem esta deflexão. Estes serão comentados no capítulo 5. Para um substrato de vidro, retangular de comprimento $L = 7 \text{ cm}$ espessura 0.035 cm e largura $w = 1 \text{ cm}$ sobre o qual foi depositado



Figura 2.20: A deflexão da extremidade livre com a aplicação de um campo magnético é proporcional à magnetostricção.

um filme de níquel com $\lambda = -34 \times 10^{-6}$ e espessura $t_s = 100 \text{ nm}$ a deflexão será de $0.8 \mu\text{m}$. Portanto o método experimental deve medir deslocamentos da ordem de fração de microns.

Deve-se observar que neste arranjo experimental a direção de medida é fixa uma vez que a deflexão observada é consequência de uma elongação no sentido de maior comprimento do filme. Evidentemente existe uma elongação no sentido da largura do substrato, devido a relação de Poisson que resulta em uma deflexão nesta direção, mas que não é detectado para um substrato retangular. A deflexão sendo proporcional ao quadrado do comprimento, no caso de uma relação comprimento/largura de 5/1 é da ordem de 25 vezes menor no sentido da largura.

A medida da magnetostricção revela um efeito médio dos alongamentos locais do filme. No caso de multicamadas alguns trabalhos [11] [12] procuram relacionar a magnetostricção observada em função das constantes λ dos materiais de cada camada e das respectivas espessuras. Em muitos sistemas a interface assume as propriedades da liga com um novo valor de magnetostricção. Um adequado modelamento pode revelar características inaccessíveis por outros métodos, devido ao seu caráter localizado. Aspectos estruturais da interface e da própria camada individual podem ser investigados pela magnetostricção.

Capítulo 3

Magnetostricção e estrutura cristalina

Neste capítulo serão mostradas as expressões que descrevem a magnetostricção de saturação, obtidas pelo modelo de pares para cristais cúbicos e hexagonais, e como são utilizados para determinar as constantes de magnetostricção. No caso de sistemas policristalinos é discutido como obter λ_s considerando a média das deformações individuais dos monocristais e a anisotropia elástica de cada grão. A magnetostricção nos amorfos é discutido sob o aspecto das informações que podem ser obtidas a partir de modelos que a descrevam baseados em mecanismos específicos da sua estrutura. Apesar do pouco material relacionando a magnetostricção e a estrutura de multicamadas, há estudos descrevendo as suas propriedades elásticas em termos das camadas individuais que podem ser extendidas para a magnetostricção. Isto é discutido na seção "Filmes finos e multicamadas" .

3.1 Magnetostricção em cristais cúbicos

Em 1954 Neel [22] desenvolveu um modelo descrevendo a energia de interação entre um par de átomos (modelo de pares) como função apenas da distância entre eles e da orientação do momento magnético associado ao sítio. A figura 3.1 ilustra os parâmetros mencionados. O objetivo do seu cálculo foi relacionar a variação das posições interatômicas com uma variação na orientação dos momentos magnéticos locais, o que caracteriza a magnetostricção.

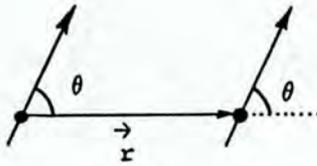


Figura 3.1: Representação geométrica do modelo de pares.

A energia associada ao par de átomos, separados por um vetor \vec{r} , é representada então por

$$\begin{aligned}\omega_{AB}(\vec{\alpha}, \vec{r}) &= u_1(r)P_2(\cos \phi) + u_2(r)P_4(\cos \phi) \\ &= u_1(r)\left(\cos^2 \phi - \frac{1}{3}\right) + u_2(r)\left(\cos^4 \phi - \frac{6}{7}\cos^2 \phi + \frac{3}{35}\right)\end{aligned}\quad (3.1)$$

Trata-se de uma expansão em polinômios de Legendre que de maneira muito geral contém a dependência presumida e não particulariza a simetria do sistema. Considera-se que a magnetização local em todos os sítios tem a mesma direção indicada pelo vetor $\vec{\alpha}$, portanto está se descrevendo o comportamento de um domínio simples. O ângulo entre o vetor \vec{r} que une os átomos vizinhos e a direção da magnetização é ϕ . O primeiro termo é identificado como um termo dipolar e o segundo um termo de quadripolo. Para um cristal cúbico não deformado o primeiro termo é nulo, entretanto se houver deformação a variação de energia será predominantemente devido ao termo dipolar. Conservando somente o primeiro termo, numa aproximação de primeira ordem, esta variação de energia será dada por

$$\begin{aligned}\delta\omega_{AB} &= \left(\cos^2 \phi - \frac{1}{3}\right)\frac{du_1}{dr}\delta r + u_1(r)\delta(\cos^2 \phi) \\ &= p\delta(\cos^2 \phi) + q\left(\cos^2 \phi - \frac{1}{3}\right)\delta r.\end{aligned}\quad (3.2)$$

Observa-se que p e q são funções de r e de suas derivadas. A forma destas funções não são analisadas mas nelas estão implícitas todas as interações interatômicas e eletrônicas do sistema. A variação da energia está associada a uma variação na distância entre os átomos através do termo δr e a variação na orientação dos momentos magnéticos através do termo

$\delta(\cos^2 \phi)$. A contribuição de todos os átomos do conjunto que forma o sistema equivale à energia magnetoelástica acrescida devido à deformação:

$$E_{me} = \frac{1}{2} \sum_{AB} \delta\omega_{AB} \quad (3.3)$$

A estrutura cristalográfica define as formas de δr e $\delta(\cos^2 \phi)$ da expressão 3.2 [34], e a forma do tensor que descreve a deformação. Para uma estrutura cúbica este termo magnetoelástico resulta em

$$E_{me} = B_1(\epsilon_{11}\alpha_1^2 + \epsilon_{22}\alpha_2^2 + \epsilon_{33}\alpha_3^2) + 2B_2(\epsilon_{12}\alpha_1\alpha_2 + \epsilon_{23}\alpha_2\alpha_3 + \epsilon_{31}\alpha_3\alpha_1) + B_3(\epsilon_{11} + \epsilon_{22} + \epsilon_{33}) \quad (3.4)$$

onde α_i são os cossenos diretores dos momentos magnéticos, ϵ_{ij} são os componentes do tensor deformação e B_i são as constantes magnetoelásticas definidas como

$$\begin{aligned} B_1 &= \frac{Nz}{2}(2p(S_{22} + S_2 - S_4) + qr(S_4 - S_{22})) \\ B_2 &= \frac{Nz}{2}(2p(S_2 - 2S_{22}) + 2qrS_{22}) \\ B_3 &= \frac{Nz}{2}(qr(S_{22} - \frac{1}{3}S_2) - 2pS_{22}) \end{aligned} \quad (3.5)$$

onde N é o número de átomos envolvidos na somatória, z é o número de vizinhos mais próximos e S_{ij} e S_k são constantes relacionadas com a estrutura cristalina [34].

O cálculo da magnetostricção consiste em determinar os componentes do tensor deformação na condição de mínima energia. Os termos da energia livre total F que dependem da deformação são o termo magnetoelástico anterior e o termo elástico dado por :

$$E_{el} = \frac{1}{2}C_{11}(\epsilon_{11}^2 + \epsilon_{22}^2 + \epsilon_{33}^2) + \frac{1}{2}C_{44}(\epsilon_{12}^2 + \epsilon_{23}^2 + \epsilon_{31}^2) + C_{12}(\epsilon_{11}\epsilon_{22} + \epsilon_{22}\epsilon_{33} + \epsilon_{33}\epsilon_{11}) \quad (3.6)$$

onde C_{ij} são componentes do tensor elástico. Da condição de mínima energia em relação a variação nas deformações segue que

$$\begin{aligned} \frac{\partial F}{\partial \epsilon_{11}} &= C_{11}\epsilon_{11} + C_{12}(\epsilon_{22} + \epsilon_{33}) + B_1\alpha_1^2 + B_3 = 0 \\ \frac{\partial F}{\partial \epsilon_{22}} &= C_{11}\epsilon_{22} + C_{12}(\epsilon_{33} + \epsilon_{11}) + B_1\alpha_2^2 + B_3 = 0 \end{aligned} \quad (3.7)$$

$$\begin{aligned}\frac{\partial F}{\partial \epsilon_{33}} &= C_{11}\epsilon_{33} + C_{12}(\epsilon_{11} + \epsilon_{22}) + B_1\alpha_3^2 + B_3 = 0 \\ \frac{\partial F}{\partial \epsilon_{12}} &= C_{44}\epsilon_{12} + 2B_2\alpha_1\alpha_2 = 0 \\ \frac{\partial F}{\partial \epsilon_{23}} &= C_{44}\epsilon_{23} + 2B_2\alpha_2\alpha_3 = 0 \\ \frac{\partial F}{\partial \epsilon_{31}} &= C_{44}\epsilon_{31} + 2B_2\alpha_3\alpha_1 = 0.\end{aligned}$$

Deste sistema de equações lineares em ϵ_{ij} obtém-se

$$\epsilon_{ii} = -\frac{B_1\alpha_i^2}{C_{11} - C_{12}} \quad (3.8)$$

$$\epsilon_{ij} = \frac{2B_2\alpha_i\alpha_j}{C_{44}} \quad (3.9)$$

desde que se despreze a deformação isotrópica dada por

$$\begin{aligned}\Delta &= \epsilon_{11} + \epsilon_{22} + \epsilon_{33} \\ &= -\frac{B_1 + 3B_3}{C_{11} - 2C_{12}}.\end{aligned} \quad (3.10)$$

Este termo independente da direção da magnetização é responsável pela dilatação volumétrica, originado pela variação da energia de troca em função da separação entre os átomos.

Em geral este termo começa a manifestar-se em altos campos.

A deformação observada em uma direção definida pelos cosenos diretores $\beta_1, \beta_2, \beta_3$ é dada por

$$\frac{\delta l}{l} = \sum \epsilon_{ij}\beta_i\beta_j \quad (3.11)$$

$$\begin{aligned}\frac{\delta l}{l} &= -\frac{B_1}{C_{11} - C_{12}}(\alpha_1^2\beta_1^2 + \alpha_2^2\beta_2^2 + \alpha_3^2\beta_3^2 - \frac{1}{3}) \\ &\quad - \frac{B_2}{C_{44}}(\alpha_1\alpha_2\beta_1\beta_2 + \alpha_2\alpha_3\beta_2\beta_3 + \alpha_3\alpha_1\beta_3\beta_1)\end{aligned} \quad (3.12)$$

onde identifica-se

$$-\frac{2B_1}{3(C_{11} - C_{22})} = \lambda_{100} = \left(\frac{\delta l}{l}\right)_{100} \quad (3.13)$$

$$-\frac{B_2}{3C_{44}} = \lambda_{111} = \left(\frac{\delta l}{l}\right)_{111}, \quad (3.14)$$

logo

$$\begin{aligned} \frac{\delta l}{l} = & -\frac{3}{2}\lambda_{100}(\alpha_1^2\beta_1^2 + \alpha_2^2\beta_2^2 + \alpha_3^2\beta_3^2 - \frac{1}{3}) \\ & -3\lambda_{111}(\alpha_1\alpha_2\beta_1\beta_2 + \alpha_2\alpha_3\beta_2\beta_3 + \alpha_3\alpha_1\beta_3\beta_1) \end{aligned} \quad (3.15)$$

Os fatores λ_{100} e λ_{111} definem a magnetostricção de saturação quando a deformação é medida na mesma direção da magnetização que neste caso são as direções [100] e [111] respectivamente. A deformação em qualquer outra direção será descrita como uma combinação destas duas constantes: Exemplificando para a direção de magnetização [111] e direção de medida [111] tem-se $\alpha_1 = \alpha_2 = \alpha_3 = \beta_1 = \beta_2 = \beta_3 = \frac{1}{\sqrt{3}}$

$$\lambda_{si} = \frac{3}{2}\lambda_{111}\left(\frac{1}{3} - \frac{1}{3}\right) + 3\lambda_{111}\frac{1}{3} = \lambda_{111} \quad (3.16)$$

A alongação na direção [110] com o campo aplicado na mesma direção, saturando o material resulta $\alpha_1 = \alpha_2 = \beta_1 = \beta_2 = \frac{1}{\sqrt{2}}$, $\alpha_3 = \beta_3 = 0$

$$\lambda_{si} = \frac{1}{4}\lambda_{100} + \frac{3}{4}\lambda_{111}. \quad (3.17)$$

As contantes λ_{100} e λ_{111} assumem valores particulares para cada material e devem ser obtidos experimentalmente medindo-se λ_{si} . Até o momento não existe uma teoria de primeiros princípios para predizer os seus valores.

3.1.1 Procedimento prático para determinar λ_{si}

Como uma amostra apresenta uma magnetostricção remanescente no estado desmagnetizado, não podemos utilizar a equação anterior diretamente pois esta considera um domínio simples. Para determinar-se estas constantes deve-se medir a variação de λ entre estados saturados em diferentes direções de magnetização. A equação 3.15 permite determinar as constantes características sem precisar partir de um estado desmagnetizado ideal. O

procedimento consiste em mudar a direção da magnetização de saturação medindo-se a deformação sempre na mesma direção.

Supondo um cristal inicialmente magnetizado na direção [001], faz-se a magnetização mudar de direção fazendo um ângulo δ com a direção inicial mas sempre no plano 001. Os cosenos diretores de M_s serão $\alpha_1 = \cos(90 - \delta) = \sin \delta$, $\alpha_2 = 0$, $\alpha_3 = \cos \delta$. A intenção é conhecer a deformação relativa na direção [001]. Portanto $\beta_1 = \beta_2 = 0$ e $\beta_3 = 1$. Substituindo em 3.15 obtém-se :

$$\lambda_{si}(\delta) = \frac{3}{2}\lambda_{100}(\cos^2 \delta - \frac{1}{3}) \quad (3.18)$$

Quando $\delta = 0$, $\lambda_{si} = \lambda_{100}$. Fazendo o estado de saturação ao longo de [001] como estado inicial, a variação relativa da dimensão entre este estado e aquele saturado na direção dada por δ será:

$$\begin{aligned} \frac{\delta l}{l} &= \lambda_{si}(\delta = \delta) - \lambda_{si}(\delta = 0) \\ &= \frac{3}{2}\lambda_{100}(\cos^2 \delta - \frac{1}{3}) - \lambda_{100} \\ &= -\frac{3}{2}\lambda_{100} \sin^2 \delta \end{aligned} \quad (3.19)$$

Para uma magnetização perpendicular à inicial obtem-se $\delta = 90$ e $\frac{\delta l}{l}$ será dada por $-\frac{3}{2}\lambda_{100}$.

Pressupondo um método direto de medida de λ (os métodos de medida serão descritos no capítulo 5) o valor de $\frac{\delta l}{l}$ resultante da variação de direção da magnetização é facilmente determinado. O valor de uma das constantes características é dado por:

$$\lambda_{100} = -\frac{2}{3} \frac{\delta l}{l} \quad (3.20)$$

A outra constante é determinada de maneira análoga medindo-se a variação da dimensão [110].

Os valores descritos na literatura de λ_{110} e λ_{111} para o ferro são 21×10^{-6} e -21×10^{-6} , respectivamente. Para o níquel encontra-se $\lambda_{100} = -46 \times 10^{-6}$ e $\lambda_{111} = -24 \times 10^{-6}$.

O desenvolvimento da equação 3.1 com o segundo termo resulta numa expressão com 5 constantes para um cristal de simetria cúbica :

$$\begin{aligned}
\lambda_{si} = & h_1(\alpha_1^2\alpha_1^2 + \alpha_2^2\alpha_2^2 - \frac{1}{3}) \\
& + 2h_2(\alpha_1\alpha_2\beta_1\beta_2 + \alpha_3\alpha_2\beta_3\beta_2 + \alpha_3\alpha_1\beta_3\beta_1) \\
& + h_4(\alpha_1^4\beta_1^2 + \alpha_2^4\beta_2^2 + \alpha_3^4\beta_3^2 + \frac{2s}{3} - \frac{1}{3}) \\
& + 2h_5(\alpha_1\alpha_2\alpha_3^2\beta_1\beta_2 + \alpha_2\alpha_3\alpha_1^2\beta_2\beta_3 + \alpha_3\alpha_1\alpha_2^2\beta_3\beta_1) + h_3
\end{aligned} \tag{3.21}$$

onde $s = \alpha_1^2\alpha_2^2 + \alpha_2^2\alpha_3^2 + \alpha_3^2\alpha_1^2$ se [110] é a direção de fácil magnetização ou $s = \alpha_1^2\alpha_2^2 + \alpha_2^2\alpha_3^2 + \alpha_3^2\alpha_1^2 - \frac{1}{3}$ se [111] é a direção de fácil de fácil magnetização. Para o níquel obtém-se $h_1 = -68.8 \times 10^{-6}$, $h_2 = -36.5 \times 10^{-6}$, $h_3 = -2.8 \times 10^{-6}$, $h_4 = -7.5 \times 10^{-6}$, $h_5 = 7.7 \times 10^{-6}$. Observa-se que duas constantes são bem maiores que as demais. Isto mostra que os termos acrescentados na expansão não contribuem significativamente no resultado final, não justificando portanto o uso desta equação, na maioria dos casos.

Cristal cúbico isotrópico

Supondo que o material tenha magnetostricção isotrópica

$$\lambda_{100} = \lambda_{111} = \lambda_{si} \tag{3.22}$$

com isso a equação 3.15 é reescrita com o novo símbolo:

$$\begin{aligned}
\lambda_\theta &= \frac{3}{2}\lambda_{si}[(\alpha_1^2\beta_1^2 + \alpha_2^2\beta_2^2 + \alpha_3^2\beta_3^2 - \frac{1}{3}) + 2(\alpha_1\alpha_2\beta_1\beta_2 + \alpha_2\alpha_3\beta_2\beta_3 + \alpha_3\alpha_1\beta_3\beta_1)] \\
\lambda_\theta &= \frac{3}{2}\lambda_{si}[(\alpha_1\beta_1 + \alpha_2\beta_2 + \alpha_3\beta_3)^2 - \frac{1}{3}]
\end{aligned} \tag{3.23}$$

onde θ é o ângulo definido entre a direção de magnetização e a direção da medida logo

$$\lambda_\theta = \frac{3}{2}\lambda_{si}(\cos^2\theta - \frac{1}{3}) \tag{3.24}$$

3.2 Magnetostricção em cristais hexagonais

A expressão da magnetostricção para cristais hexagonais tem a mesma origem da expressão anterior para cristais cúbicos ou seja o modelo de pares. Seguindo o mesmo procedimento de minimização de energia, com os componentes de tensor de módulos elásticos

e de deformação adequados à nova simetria obtém-se uma expressão de 4 constantes considerando apenas o primeiro termo da equação 3.2 :

$$\begin{aligned}
 \lambda_{si} = & \lambda_A[(\alpha_1\beta_1 + \alpha_2\beta_2)^2(\alpha_1\beta_1 + \alpha_1\beta_1 + \alpha_3\beta_3)] \\
 & + \lambda_B[(1 - \alpha_3)^2(1 - \beta_3)^2 - (\alpha_1\beta_1 + \alpha_2\beta_2)^2] \\
 & + \lambda_C[(1 - \alpha_3)^2\beta_3^2 - (\alpha_1\beta_1 + \alpha_1\beta_2)\alpha_3\beta_3] \\
 & + 4\lambda_D(\alpha_1\beta_1 + \alpha_2\beta_2)\alpha_3\alpha_3
 \end{aligned} \tag{3.25}$$

Os cosenos diretores da magnetização α_i e da direção da medida β_i referem-se ao sistema ortogonal x, y, z . A figura 3.2 mostra a relação entre o sistema cartesiano e o hexagonal.

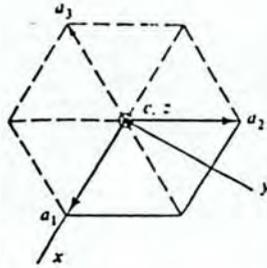


Figura 3.2: Relação entre sistemas ortogonal e hexagonal.

Os eixos comumente utilizados para descrever o sistema são representados por a_1, a_2, a_3 e c . Os eixos a_i estão no mesmo plano e c é ortogonal a este. A equação 3.25 é válida somente para cristais com fácil magnetização na direção do eixo c .

3.3 Magnetostricção em materiais policristalinos

A magnetostricção de saturação para policristais é descrito como uma média das deformações individuais dos monocristais. O grau de orientação dos monocristais com preferência ou não de uma orientação de grão e a sua anisotropia elástica, determinam o valor da magnetostricção. Cada elemento de volume com magnetização homogênea origina uma

tensão que deforma o próprio elemento e as regiões vizinhas. Estas deformações refletem por sua vez a característica elástica da vizinhança, e portanto espera-se que não sejam uniformes nem as tensões internas nem as deformações relativas .

Para cristalitos de estrutura cúbica Callen e Goldberg[13], admitem que a magnetostricção possa ser descrito em termos de uma combinação linear de suas constantes de magnetostricção

$$\lambda_{si} = \alpha\lambda_{100} + (1 - \alpha)\lambda_{111} \quad (3.26)$$

Admitindo a condição ideal de que o alongamento relativo é uniforme e a tensão interna variando de grão para grão (isto implica em módulo elástico variável de grão para grão ao longo de uma direção), a constante α é obtida mediante uma simples média das deformações dos grãos individuais. A deformação total na direção do campo para todas as orientações cristalinas é dado neste caso por

$$\lambda_{si} \frac{1}{2\pi} \int_0^{\frac{\pi}{2}} \int_0^{\frac{\pi}{2}} \lambda_{si}(\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3) \sin \phi d\phi d\theta \quad (3.27)$$

Substituindo λ_{si} pela expressão 3.15 com $\beta_i = \alpha_i$ (direção da medida igual à direção do campo) obtém-se o valor de $\frac{5}{2}$ para α da expressão 3.26. O valor de α , obtido por estas considerações é conhecido como relação de Akulov.

$$\lambda_{si} = \frac{5}{2}\lambda_{100} + \frac{3}{2}\lambda_{111} \quad (3.28)$$

Outra aproximação extrema admite que a tensão é uniforme de grão para grão, e a deformação é variável. Obtem-se neste caso $\alpha = \frac{2}{2+3c}$ conhecido como aproximação de Voigt, onde $c = \frac{2C_{44}}{C_{11}-C_{12}}$ é um parâmetro da anisotropia elástica de monocristais cúbicos e C_{11}, C_{12} e C_{44} são constantes elásticas do cristal.

Uma aproximação intermediária desenvolvida por Wladimirsky e simplificada por Callen e Goldberg obtém para α o valor $\frac{2}{5} - \frac{\ln c}{8}$. Esta aproximação mostra-se a mais satisfatória em relação aos resultados experimentais [14].

3.4 Modelamento da curva de magnetostricção em função do campo

Assumindo uma função de distribuição conhecida para os vetores magnetização em um policristal, Lee [14], modela a curva de magnetostricção para o níquel em função da magnetização reduzida $M/M_s = \eta$. Conhecendo-se as constantes de magnetostricção do material monocristalino e assumindo a forma da magnetostricção isotrópica para uma simetria cúbica equação 3.24 , a magnetostricção média observada neste caso será dado por

$$\frac{dl}{l} = \frac{\int F \lambda d\omega}{\int F d\omega} \quad (3.29)$$

onde F é a função de distribuição da orientação dos momentos magnéticos relacionados aos domínios, e que naturalmente é função do campo aplicado. As integrais são calculadas sob o volume do material. A magnetização reduzida $\eta = \frac{M}{M_s}$ escrita em termos da função distribuição é dada por

$$\eta = \langle \cos \theta \rangle = \frac{\int F \cos \theta d\omega}{\int F d\omega} \quad (3.30)$$

Na figura 3.3 observa-se a curva experimental para níquel policristalino, e as curvas calculadas utilizando-se duas distribuições e as hipóteses de isotropia. A curva 1 é obtida assumindo uma distribuição tipo Boltzman da forma [15] $F = A \exp(LHM)$ onde A e L são parâmetros de ajuste e H é o campo aplicado. A curva 2 foi calculada utilizando-se a seguinte distribuição:

$$\begin{aligned} F(\theta) &= \text{Const.} & 0 < \theta < \theta_m \\ F(\theta) &= 0 & \theta_m < \theta < \pi \end{aligned} \quad (3.31)$$

onde θ é, neste caso, a direção entre a magnetização e o campo aplicado.

Esta distribuição indica uma uniformidade na orientação dos domínios independente do estágio da magnetização. Apesar da distribuição tipo Boltzman mostrar-se claramente mais adequada para descrever o sistema estudado, existem casos (Ferro por ex.) em que se observam a oposição de sinal da magnetostricção para campos baixos e a distribuição

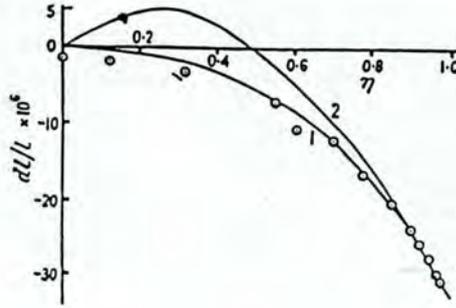


Figura 3.3: Relação entre a magnetização reduzida e a magnetostricção para o níquel. As curvas 1 e 2 são calculadas. Os círculos indicam a curva experimental. Extraído de Lee [14].

admitida constante, parece reproduzir este detalhe, merecendo portanto uma certa atenção. Estes métodos, particularmente para a distribuição tipo Boltzman exigem solução numérica.

O mesmo tratamento baseado na distribuição de domínios também é feito para magnetostricção anisotrópica. Neste caso a função distribuição tem um parâmetro vinculado à orientação do vetor magnetização em relação aos eixos fáceis dos grãos. Detalhes deste tratamento são discutidos por Lee [14].

A magnetostricção resultante tem a forma de uma combinação entre os coeficientes obtidos para um monocristal cúbico:

$$\frac{dl}{l}(\eta) = C_{100}(\eta)\lambda_{100} + C_{111}(\eta)\lambda_{111} \quad (3.32)$$

C_{111} e C_{100} são funções da magnetização reduzida η calculada como no caso anterior, mas incluindo um parâmetro que representa o efeito da anisotropia.

3.5 Magnetostricção em materiais amorfos

O grande interesse no estudo de alguns amorfos está na ausência de anisotropia magnetocristalina o que os faz bastante macios magneticamente se não houver o acoplamento

magnetoelástico. É o que observa-se em amorfos como $(FeCoNi)_{80}(SiB)_{20}$ [16]. O que limita a "macies" magnética neste caso é a interação das paredes de domínios com as regiões de tensão o que impede a sua livre mobilidade durante o processo de magnetização. A principal questão em aberto é se estes acoplamentos existem mesmo se não houver uma magnetostricção macroscópica observável.

O estudo da magnetostricção nestes sistemas ainda fornece importante contribuição para o conhecimento da sua estrutura magnética local através de modelos. A característica orbital dos elétrons, por exemplo, pode ser investigada. Nestas estruturas costuma-se utilizar o modelo de um íon com anisotropia variando aleatoriamente em cada sítio, para descrever o seu comportamento magnetostrictivo. Fähnle e Furthmüller [17], descrevem dois mecanismos que minimizam a energia do sistema. No mecanismo "convencional" ocorre uma diminuição na intensidade local da anisotropia e ao mesmo tempo uma reorientação do eixo fácil local induzido pelo deslocamento dos sítios como representado na figura 3.4.

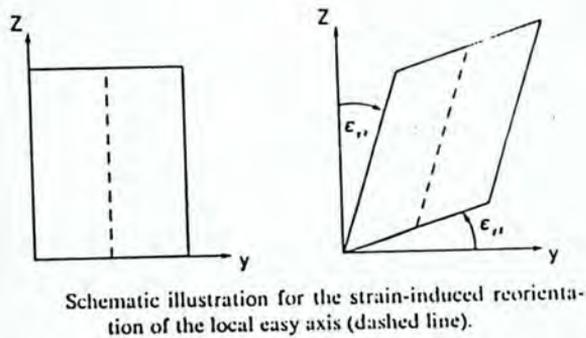


Figura 3.4: Ilustração da reorientação do eixo de anisotropia induzido[17] .

No outro mecanismo descrito ocorre uma rotação estrutural a nível local para favorecer o alinhamento entre a magnetização e o eixo fácil. Em geral a contribuição desta rotação não é muito significativa prevalecendo o mecanismo convencional. Por isto um tensor magnetoelástico local do tipo

$$B_{klij} = \frac{\partial K_{ij}}{\partial \epsilon_{kl}} \quad (3.33)$$

é utilizado para descrever a interação magnetoelástica, onde K_{ij} são os componentes do tensor da anisotropia e ϵ_{kl} do tensor de deformação. O problema então consiste em calcular um tensor magnetoelástico efetivo, resultado de uma média das contribuições locais (intensidade e orientação da anisotropia e a deformação), considerando-se ainda que existe um acoplamento elástico entre vizinhos, ou seja, esta média não deve supor os sítios independentes. Em trabalhos anteriores Lachowicz e Szymczak [18] em sua pequena revisão sobre o assunto, comentam que o tensor magnetoelástico efetivo B^{eff} deve ter propriedades isotrópicas e que deve ser uma combinação linear dos componentes do tensor local B_{ij} ou seja

$$B^{eff} = \sum_{ij} A_{ij}(H, T) B_{ij} \quad (3.34)$$

3.6 Filmes finos e multicamadas

Um sólido massivo de estrutura cúbica tem em sua superfície uma deformação desta simetria devido à relaxação pela diminuição do número de vizinhos. Estabelece-se portanto uma simetria tetragonal com diferença de parâmetro de rede de até 10% em relação a estrutura original. Os filmes finos podem ser considerados como superfícies pois experimentam a mesma deformação na sua estrutura. Isto é resultado da pequena espessura no caso de filmes ultra finos (menor que 10 camadas atômicas), do desemparelhamento de parâmetros de rede entre o substrato e o material depositado ou entre dois materiais diferentes no caso de estruturas multicamadas. Entre as diversas propriedades modificadas pela alteração destes parâmetros estão incluídas as propriedades magnetoelásticas (O'Handley et al [19]). Esta é portanto uma abordagem mais próxima da estrutura real observada nos filmes, que visa descrever mais precisamente a sua contribuição magnetoelástica. Do ponto de vista experimental existem dificuldades particulares para representar a magnetostricção efetiva de multicamadas em relação a sua estrutura. A curvatura associada ao alongamento efetivo é relacionada ao módulo de Young efetivo da multicamada, ou seja perde-se a informação a nível das camadas individuais e da interface. Alguns trabalhos entretanto calculam algumas "propriedades efetivas" em termos das propriedades de cada camada. Grimsditch

e Nizzoly [20], apresentam um formalismo para descrever a constante elástica efetiva C destas estruturas.

$$C = \frac{f_1 C_1 M + f_2 C_2}{f_1 M + f_2 I} \quad (3.35)$$

onde f_1 e f_2 são as quantidades de material das camadas 1 e 2. C_1 e C_2 são tensores elásticos de cada camada. I é a matriz identidade e M é um tensor que descreve a relação entre os componentes do alongamento relativo de uma camada e outra:

$$\mu_1 = M\mu_2 \quad (3.36)$$

que deve satisfazer certas condições de contorno nas interfaces.

Townsend et al [21], descrevem as relações elásticas de uma multicamada em função das características de cada camada. A figura 3.5 mostra as camadas constituintes do compósito, em um estado livre de tensão.

Na figura 3.5 as camadas empilhadas sugerem que estão em estados de tensão diferentes para adequar-se à dimensão do substrato. Cada camada experimenta um alongamento dado por

$$\epsilon_i = -\ln d_i + \sum_j \frac{t_j}{t} \ln d_j + (\pi - z)K \quad (3.37)$$

onde d_i são as dimensões das camadas livres, t_j é a espessura de cada uma, t é a espessura total da multicamada, π é a posição do plano neutro e z a distância normal ao plano do compósito a partir de sua base (fig. 3.5). K é a curvatura do sistema sendo originado pelo gradiente de tensão ao longo do eixo z (fig. 3.5). É definido também como o inverso do raio de curvatura. Supondo o módulo de Young igual em cada camada as respectivas tensões são

$$\sigma_i = E\epsilon_i \quad (3.38)$$

O parâmetro experimentalmente acessível, a curvatura, é dada por

$$K = \frac{6}{t^3} \sum_i^N \ln d_i t_i (t - z_i + z_{i-1}) \quad (3.39)$$

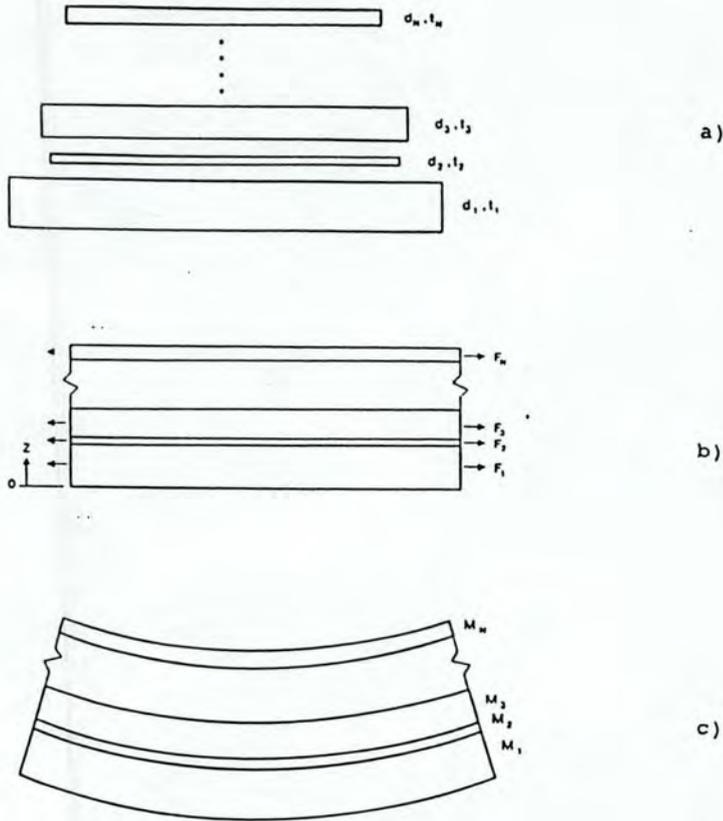


Figura 3.5: Morfologia do composto e os parâmetros envolvidos no modelo a) Conjunto das camadas livres de tensão que formarão o compósito, d são os comprimentos de cada uma na condição relaxada. b) Para formar o compósito cada camada fica sujeita a uma força que as mantém no comprimento de equilíbrio. c) A curvatura é resultado de um momento de torção não nulo. Extraído de Townsend et al [21].

O substrato é incorporado na análise fazendo-se uma das camadas com espessura muito maior que a do compósito restante. Neste caso a tensão em cada camada será

$$\sigma_s = \frac{E_s}{1 - \nu_s} \left(\frac{t_s}{3} - z \right) K \quad (3.40)$$

$$\sigma_i = \frac{E_s t_s^2}{6(1 - \nu_i) t_i} K_i \quad (3.41)$$

onde os índices "s" e "i" representam o substrato e as demais camadas respectivamente.

A curvatura K neste caso é descrita por

$$K = \sum_i^N K_i \quad (3.42)$$

$$K_i = 6 \frac{E_i(1 - \nu_s) t_i}{E_s(1 - \nu_i) t_s^2} \ln\left(\frac{d_s}{d_i}\right) \quad (3.43)$$

Com este formalismo é possível ajustar os parâmetros das camadas individuais ao resultado experimental. Todos os parâmetros são experimentalmente acessíveis com exceção de d_i , devendo ser estimado teoricamente.

Capítulo 4

Anisotropia Magnética

4.1 Definição

O termo anisotropia magnética designa a dependência da magnetização com a direção da medida. Na figura 4.1 observa-se as curvas de magnetização para o ferro com o campo aplicado em direções diferentes em relação a uma amostra monocristalina massiva (bulk). Percebe-se que para saturar a amostra na direção [100] um campo menor que 100 Oe é suficiente. Nas direções [110] e [111] a amostra satura com um campo próximo de 400 Oe. Além disso a própria forma da curva é diferente nos tres casos. Diz-se que a direção [100] para o ferro é um eixo fácil por saturar com um campo menor que nas outras direções.

O interesse tecnológico no controle da anisotropia está no aperfeiçoamento da mídia para gravação magnética de dados. Um material que magnetize-se facilmente numa direção normal a sua superfície permite armazenar uma quantidade de dados maior pois a região magnetizada pode ser sensivelmente reduzida. Na figura 4.2 observa-se as curvas de magnetização de uma multicamada Co/Pd com eixo fácil perpendicular ao plano [23].

Como será visto, os filmes possuem uma grande anisotropia de forma que tende a tornar o eixo fácil paralelo ao plano do filme. Entretanto existem mecanismos que podem superar este fator de forma induzindo um eixo fácil na direção perpendicular ao plano. Neste capítulo serão descritos alguns destes mecanismos enfatizando a importante contribuição da magnetostricção em alguns casos.

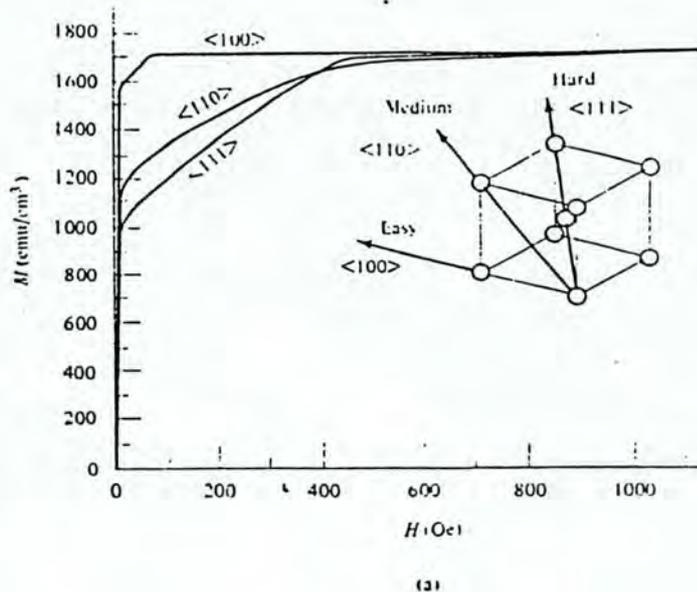


Figura 4.1: Curvas de magnetização dependentes da direção de aplicação do campo para o ferro numa amostra massiva monocristalina. Extraído de Cullity [8].

São inúmeros os sistemas que possuem anisotropia perpendicular tanto em estado amorfo quanto em policristalino ou epitaxial. No caso de filmes de $CoCr$ e $BaFe_{12}O_{19}$, de estrutura hexagonal e eixo c perpendicular ao plano, a anisotropia perpendicular é devido à anisotropia cristalina [24],[25]. Em amorfos como $GdCo$ a anisotropia perpendicular é originada pelo ordenamento em pares do cobalto no filme [26]. Em sistemas multicamadas surge uma nova anisotropia originada pela quebra de simetria nas interfaces. Neel [22], relacionou a origem da anisotropia de superfície ou interface com a magnetostricção, uma vez que nas interfaces, pela diferença de parâmetros de rede o material fica localmente sob tensão, e como será visto, isto dá origem a anisotropias, mesmo em materiais massivos. Exemplos disto são encontrados em sistemas como o Co/Pd . Engel et al[27], descrevem a anisotropia deste sistema em função da espessura do cobalto em diferentes estados cristalinos, obtidos pela deposição por MBE em substratos adequados. Foram crescidos filmes com direção $[111]$, $[001]$, $[100]$ normais ao plano do filme e policristalinos. Constatou-se que a partir de uma espessura crítica mínima de cobalto, dependente da orientação do

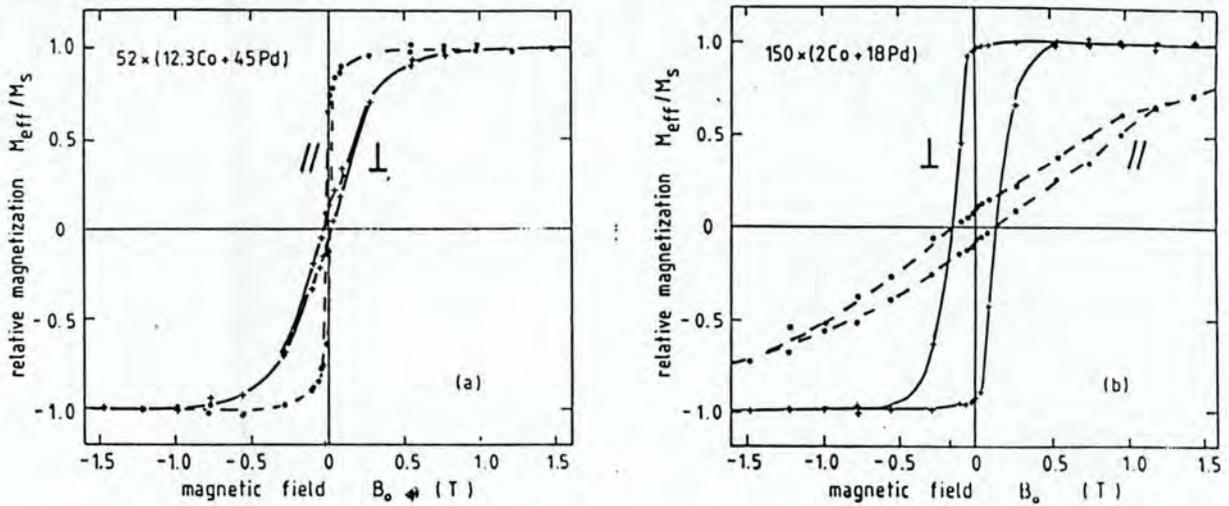


Figura 4.2: Curvas de magnetização de multicamadas Co/Pd para campo aplicado paralelo e normal ao plano do filme a) $12.3 \text{ \AA} \text{ Co} + 45 \text{ \AA} \text{ Pd}$, b) $150 \times (2 \text{ \AA} \text{ Co} + 18 \text{ \AA} \text{ Pd})$. Extraído de Draaisma e De Jonge [23].

crescimento, todos apresentam eixo fácil perpendicular. Atribuem o efeito à contribuição magnetoelástica para a anisotropia de volume.

4.2 Energia livre

O trabalho realizado pelo campo magnético externo ao mudar a direção dos momentos magnéticos locais, é armazenado pelo material na forma de energia potencial. Esta energia "armazenada" é função da direção do campo em relação à amostra. Nos chamados eixos fáceis de magnetização o trabalho realizado pelo campo é menor que nas outras direções. Chama-se então de energia de anisotropia efetiva ao trabalho realizado pelo campo para saturar o material em uma certa direção. Esta energia depende principalmente da sua estrutura cristalina, da forma da amostra e do seu estado de tensão mecânica. A direção

da magnetização local em relação a estrutura cristalina, como consequência de campos ou tensões mecânicas aplicadas, define um estado de energia para o átomo envolvido. A somatória das energias de todos os átomos corresponde à energia interna da amostra sendo que a distribuição de orientações dos momentos magnéticos deve minimizá-la. Os termos da energia livre que são alterados pela aplicação de campo magnético externo estão representados pela equação 4.1. Cada um deles representa um mecanismo envolvido no processo de magnetização:

$$E_L = E_{magnetocristalina} + E_{magnetoestática} + E_{tensão} \\ + E_{magnetoelástica} + E_{elástica} + E_{troca} + E_{parede} + E_{Zeeman}. \quad (4.1)$$

4.2.1 Energia de anisotropia Magnetocristalina

A energia de anisotropia magnetocristalina está relacionada com a estrutura cristalográfica do sistema. Esta energia é descrita em termos dos vetores magnetização locais em relação aos eixos cristalográficos:

$$E_{anis} = K_1(\alpha_1^2\alpha_2^2 + \alpha_2^2\alpha_3^2 + \alpha_3^2\alpha_1^2) + K_2(\alpha_1^2\alpha_2^2\alpha_3^2) \quad (4.2)$$

onde K_1 e K_2 são constantes de anisotropia e $\alpha_i, i = 1, 2, 3$ são os cossenos diretores da magnetização. A expressão anterior, válida para cristais de simetria cúbica, deve ser interpretada considerando-se uma orientação magnética local fixa, com um particular conjunto de α_1, α_2 e α_3 que minimize a energia livre do sistema. Esta particular orientação define então a energia de anisotropia magnetocristalina. Considerando $K_2 = 0$, o sinal de K_1 determinará a direção de fácil magnetização: Se $K_1 < 0$, pela expressão 4.2. $E_{100} < E_{110} < E_{111}$ onde os índices designam os cossenos diretores da magnetização. A direção fácil, portanto é a [100]. Para $K_1 > 0$ a direção de fácil magnetização passa a ser a [111]. Se K_2 for diferente de zero a direção fácil dependerá de K_1 e K_2 , conforme representado na tabela 4.3. Para cristais hexagonais, define-se um ângulo θ entre o eixo c do cristal e a direção da

Figura 4.3: Dependência da direção de fácil magnetização com os valores das constantes de anisotropia para um cristal cúbico. Extraído de Cullity [8].

$[uvw]$	a	b	c	α_1	α_2	α_3	E
[100]	0	90°	90°	1	0	0	K_0
[110]	45°	45°	90°	$1/\sqrt{2}$	$1/\sqrt{2}$	0	$K_0 + K_1/4$
[111]	54.7°	54.7°	54.7°	$1/\sqrt{3}$	$1/\sqrt{3}$	$1/\sqrt{3}$	$K_0 + K_1/3 + K_2/27$

Directions of Easy, Medium, and Hard Magnetization in a Cubic Crystal
(from Bozorth [G.4])

K_1	+	+	+	-	-	-
K_2	$+\infty$ to $-9K_1/4$	$-9K_1/4$ to $-9K_1$	$-9K_1$ to $-\infty$	$-\infty$ to $9 K_1 /4$	$9 K_1 /4$ to $9 K_1 $	$9 K_1 $ to $+\infty$
Easy	$\langle 100 \rangle$	$\langle 100 \rangle$	$\langle 111 \rangle$	$\langle 111 \rangle$	$\langle 110 \rangle$	$\langle 110 \rangle$
Medium	$\langle 110 \rangle$	$\langle 111 \rangle$	$\langle 100 \rangle$	$\langle 110 \rangle$	$\langle 111 \rangle$	$\langle 100 \rangle$
Hard	$\langle 111 \rangle$	$\langle 110 \rangle$	$\langle 110 \rangle$	$\langle 100 \rangle$	$\langle 100 \rangle$	$\langle 111 \rangle$

magnetização. A energia de anisotropia para esta simetria é representada por

$$E_a = K_1 \sin^2 \theta + K_2 \sin^4 \theta + \dots + K_n \sin^{2n} \theta \quad (4.3)$$

onde K_n são as constantes de anisotropia. Em geral os termos de ordem maior são desprezados devido a sua pequena contribuição. Esta forma de expressão é típica de sistemas com anisotropia uniaxial ou seja que apresentam uma simetria cilíndrica em relação a variação da energia. A origem física da anisotropia magnetocristalina é a mesma da magnetostricção. O acoplamento spin-órbita neste caso atua como um impedimento para a livre "rotação" do momento local. Esta restrição é maior em certas direções cristalinas manifestando-se como direções de difícil magnetização.

4.2.2 Energia de troca

A energia entre dois átomos i e j com momentos angulares totais \vec{S}_i e \vec{S}_j devida somente à interação de troca é dado por :

$$E_{troca} = -2J_{ex} \vec{S}_i \cdot \vec{S}_j \quad (4.4)$$

onde J_{ex} é a chamada integral de troca e ϕ é o ângulo entre os spins. A integral de troca define a orientação relativa, e a intensidade da interação entre os momentos angulares de dois átomos vizinhos: Se J_{ex} for positiva a energia de troca será mínima para $\phi = 0$ ou seja uma orientação ferromagnética. Se J_{ex} for negativa o ângulo entre os spins deverá ser igual a π , caracterizando uma orientação antiferromagnética.

4.2.3 Energia Magnetoestática

Esta energia é originada por um campo antiparalelo à magnetização, que surge devido à própria magnetização, pela formação de polos magnéticos nas superfícies opostas da amostra. Internamente à ela, estes polos representam um campo contrário à magnetização, sendo chamado portanto campo desmagnetizante. Isto é representado na figura 4.4.

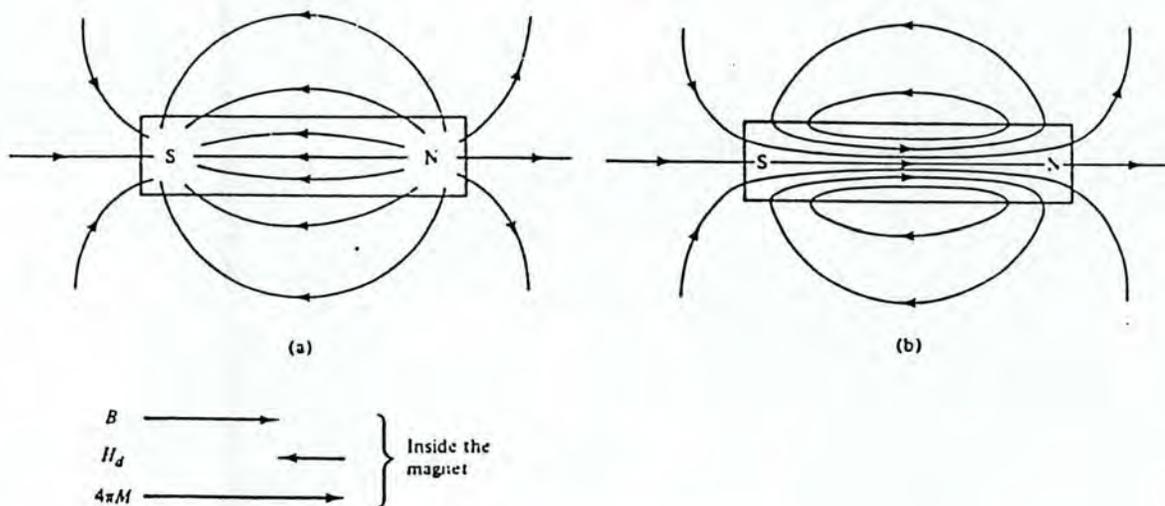


Figura 4.4: Campo desmagnetizante: a) As linhas de campo do campo desmagnetizante H_d , b) Linhas de indução $B = -H_d + 4\pi M$. Extraído de Cullity [8].

Este campo desmagnetizante H_d depende somente da magnetização e da geometria da

amostra.

$$\vec{H}_d = N_d \vec{M} \quad (4.5)$$

Os cálculos para os fatores de desmagnetização N_d para alguns formatos de amostras foram feitos por Stoner [28], e Osborn [29]. No caso de uma amostra esférica o fator de desmagnetização é $\frac{4}{3}\pi$. Expressões analíticas para os fatores de desmagnetização, em função da forma da amostra, são obtidas considerando-se amostras elipsoidais. Para um filme fino aproxima-se o seu fator de desmagnetização ao de um esferóide oblato, figura 4.5, com eixos b e c muito maior que a . Neste caso o fator de desmagnetização para uma amostra magnetizada na direção do eixo a é dado por:

$$N_a = \frac{4\pi r^2}{r^2 - 1} \left(1 - \sqrt{\frac{1}{r^2 - 1}} \sin^{-1} \frac{\sqrt{r^2 - 1}}{r} \right) \quad (4.6)$$

onde $r = \frac{c}{a}$. Para $r \rightarrow \infty$, no caso de um filme, $N_a = 4\pi$.

Para os eixos b e c

$$N_a = N_c = \frac{4\pi - N_a}{2}. \quad (4.7)$$

Nos filmes, portanto, o efeito de desmagnetização no plano é muito pequeno quando a amostra esta magnetizada nesta direção.

Conclui-se até aqui que devido ao campo de desmagnetização, é mais difícil magnetizar uma amostra na direção de menor eixo, pois o campo efetivo interno é menor nestas direções. A energia magnetoestática ou anisotropia de forma explica o surgimento da estrutura de domínios. Esta energia pode ser expressa como

$$E_f = -\frac{1}{2} \int_v \vec{M} \cdot \vec{H} dv \quad (4.8)$$

onde \vec{M} é a magnetização local no elemento de volume dV e \vec{H} é o campo local efetivo. A estrutura de domínios será tal que minimize o valor da integral 4.8. Considerando que uma amostra esteja espontaneamente magnetizada em uma única direção, os polos magnéticos formados na sua superfície originarão um campo desmagnetizante relativamente intenso. Neste caso a energia magnetoestática será dada por $\frac{1}{2}N_d M^2$. Se o domínio original for dividido em dois, com momentos em direções opostas, o fator de desmagnetização para cada

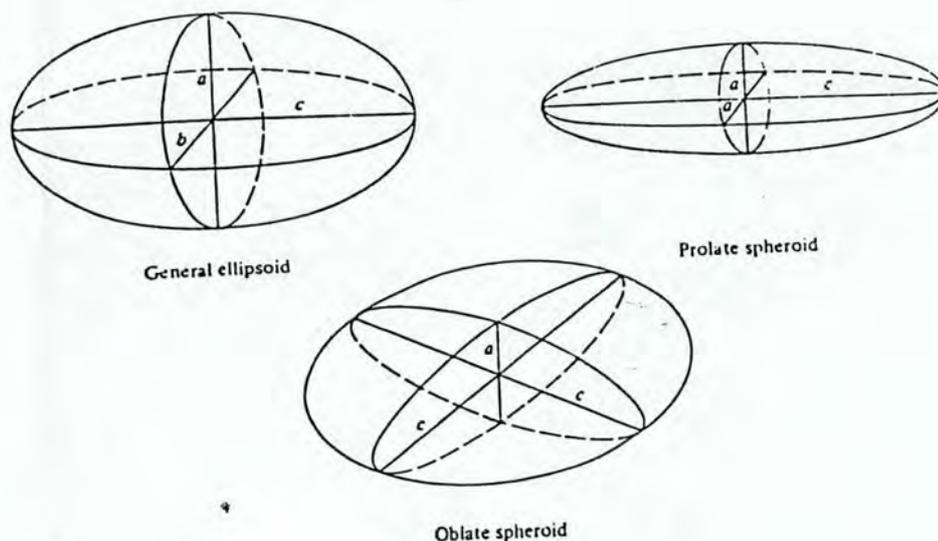


Figura 4.5: Expressões analíticas simples para os fatores de desmagnetização são obtidas para geometrias elipsoidais. Extraído de Cullity [8] .

domínio será menor que a anterior e a energia magnetoestática será menor. Uma nova divisão dos domínios em dois, com momentos opostos, reduziria ainda mais o fator de desmagnetização de cada domínio, reduzindo ainda mais a energia magnetoestática. Na figura 4.6 representa-se uma estrutura de domínios idealizada exemplificando uma configuração de mínima energia magnetoestática. Observa-se que a divisão da região em um número cada vez maior de domínios é impedido pelo aumento da energia de parede.

Anisotropia de forma num filme

Como foi mencionado, um elipsoide oblato com eixos b e a iguais, e muito maiores que o eixo c , é uma boa aproximação de um filme fino para efeitos do cálculo do fator de desmagnetização para uma amostra saturada. Neste caso o fator de desmagnetização no eixo a , perpendicular ao plano do filme será 4π , como foi mostrado na equação 4.6. Os

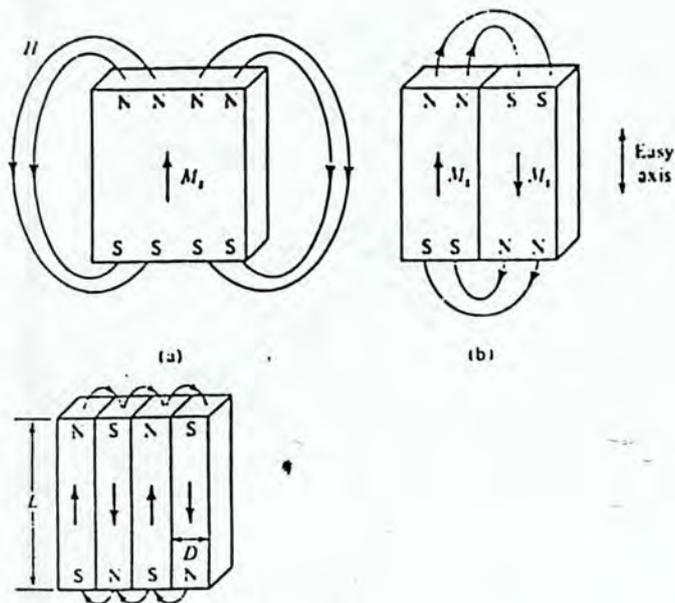


Figura 4.6: Configuração de domínios idealizada para mínima energia magnetoestática. Extraído de Cullity [8].

fatores de desmagnetização no plano do filme são em princípio praticamente nulos.

Anisotropia de superfície devido à rugosidade

A análise do fator de desmagnetização feito sob o elipsóide oblato, como aproximação para um filme fino sugerem que o campo desmagnetizante ao longo do plano do filme seja desprezível. Entretanto a rugosidade das interfaces induz uma energia magnetoestática extra como descreve Bruno [30], pela formação de polos magnéticos nas paredes das rugosidades. Esta energia é determinada num modelo em que a rugosidade é definida em termos de um parâmetro σ , que representa o desvio médio da altura/profundidade dos terraços/crateras em relação a um plano de referência, e um parâmetro ξ que descreve o comprimento médio característico destes terraços e crateras. A figura 4.7 ilustra estes parâmetros. A distância entre as interfaces é representada por t .

Os valores de σ e ξ são determinadas experimentalmente com técnicas de raios x e

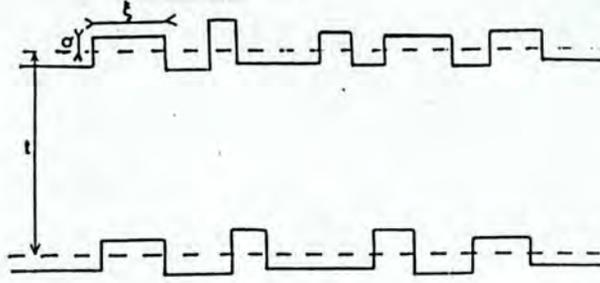


Figura 4.7: Modelo de rugosidade de interface e/ou superfície em um filme fino. Extraído de Bruno [30].

microscopia eletrônica. A energia associada é dada por

$$K_{sr} = \frac{1}{2} 4\pi \frac{3}{4} \sigma \left[1 - f\left(2\pi \frac{\sigma}{\xi}\right) \right] \quad (4.9)$$

onde $f(0) = 1$, no caso de uma superfície suficientemente lisa e $f(\infty) = 0$, para uma superfície muito rugosa. Este termo é uma contribuição de superfície e tem dimensão de erg/cm^2 . Em outro artigo de Bruno e Seiden [33], o efeito da rugosidade é descrito como reduzindo a anisotropia efetiva de superfície pela quantidade

$$\frac{\Delta K_s}{K_s} \cong -\frac{2\sigma}{\xi} \quad (4.10)$$

4.2.4 Energia de parede

Para minimizar a energia magnetoestática, a distribuição de orientações de momentos magnéticos é tal que forma uma estrutura de domínios que consistem em regiões limitadas onde todos os momentos magnéticos tem a mesma direção. Entre um domínio e outro vizinho ocorre uma mudança na orientação de seus momentos. O volume máximo destes domínios está relacionado com a forma da amostra e com todos os termos da energia livre do material. As fronteiras entre os diversos volumes com magnetização espontânea em diferentes direções são chamadas paredes de domínios. A energia associada à parede vem

da interação de troca entre os momentos magnéticos que a formam. Supondo uma mudança abrupta de orientação magnética na fronteira dos domínios, definindo assim uma parede com largura zero, a energia de troca entre dois spins naturalmente ferromagnéticos, dispostos agora antiparalelos seria relativamente grande. Esta energia poderia ser diminuída se a direção do spin fosse gradualmente mudando sobre N átomos, sendo que o ângulo entre dois spins vizinhos seria $180^\circ/N$. Estes N átomos definem então a largura da parede. A figura 4.8 ilustra o exposto acima.

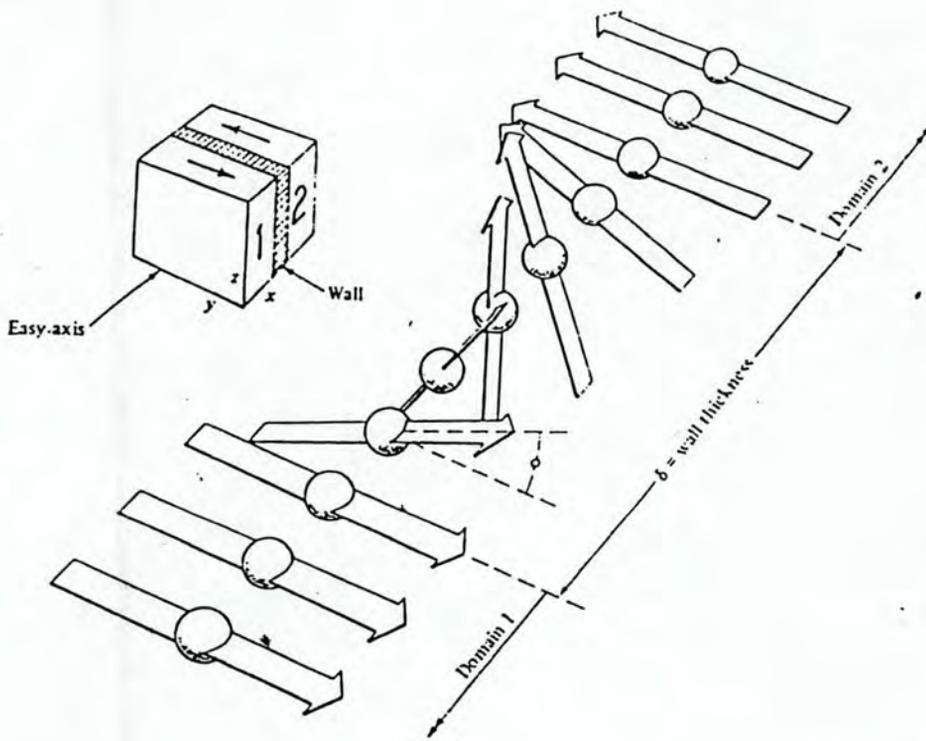


Figura 4.8: Estrutura de uma parede de domínio de 180° . Extraído de Cullity [8].

4.2.5 Energia magnetoelástica

Para um cristal cúbico a expressão da energia magnetoelástica é dada por

$$\begin{aligned} E_{me} = & B_1(\epsilon_{11}\alpha_1^2 + \epsilon_{22}\alpha_2^2 + \epsilon_{33}\alpha_3^2) \\ & + 2B_2(\epsilon_{12}\alpha_1\alpha_2 + \epsilon_{23}\alpha_1\alpha_2 + \epsilon_{31}\alpha_1\alpha_2) \\ & + B_3(\epsilon_{11} + \epsilon_{22} + \epsilon_{33}) \end{aligned} \quad (4.11)$$

onde ϵ_{ij} são componentes do tensor deformação, α_i são os cossenos diretores da magnetização e B_i são coeficientes magnetoelásticos. Observa-se a dependência linear com a deformação. Este termo é deduzido no capítulo 3. Numa definição mais genérica pode-se escrever

$$E_{me} = B_{ij}\alpha_i\alpha_j\epsilon_{ij}. \quad (4.12)$$

As constantes de acoplamento magnetoelásticas B_{ij} definem quanto o alongamento colabora na energia de anisotropia efetiva. Como $|B| \approx E\lambda_s$ [31], onde E é o módulo de Young ($E \approx 10^{11} J/m^2$), alongamentos da ordem de 1% podem resultar numa grande contribuição ($\approx 10^4 J/m^2$) para um material com $\lambda_s \approx 10^{-5}$.

4.2.6 Energia elástica

Este termo compreende a lei de Hooke generalizada :

$$E_{el} = \frac{1}{2} \sum C_{ijkl}\epsilon_{ij}\epsilon_{kl}. \quad (4.13)$$

Para uma estrutura cristalina cúbica o tensor de constantes elásticas reduz-se a 3 componentes e a expressão anterior resulta

$$\begin{aligned} E_{el} = & \frac{1}{2}C_{11}(\epsilon_{11}^2 + \epsilon_{22}^2 + \epsilon_{33}^2) \\ & + \frac{1}{2}C_{44}(\epsilon_{12}^2 + \epsilon_{23}^2 + \epsilon_{31}^2) \\ & + \frac{1}{2}C_{12}(\epsilon_{11}\epsilon_{22} + \epsilon_{22}\epsilon_{33} + \epsilon_{33}\epsilon_{11}) \end{aligned} \quad (4.14)$$

onde C_{ij} são constantes elásticas e ϵ_{ij} são componentes do tensor deformação, definidas em um sítio. De maneira mais geral deve-se considerar as constantes elásticas e as deformações

dependentes da posição, assim como a própria simetria cristalina, no caso de sistemas policristalinos.

4.2.7 Energia de anisotropia induzida por tensão mecânica

A tensão mecânica externa, ou inerente a própria amostra, origina uma anisotropia nos materiais em que a magnetostricção não é nula. Supondo que os alongamentos na amostra originam-se ou por magnetostricção (pela aplicação de um campo externo) ou pela deformação mecânica (inerente ao material ou aplicada externamente) o alongamento resultante é dado por:

$$\epsilon_{ij} = \epsilon_{ij}^{\lambda} + \epsilon_{ij}^{\sigma} \quad (4.15)$$

Para um sistema com simetria cúbica, o alongamento resultante da magnetostricção está acoplado com a magnetização como segue

$$\epsilon_{ij}^{\lambda} = \frac{B_1 \alpha_i^2}{C_{12} - C_{44}} \quad i = j \quad (4.16)$$

$$\epsilon_{ij}^{\lambda} = \frac{B_2 \alpha_i \alpha_j}{2C_{44}} \quad i \neq j \quad (4.17)$$

onde ϵ_{ij} são os elementos do tensor de alongamento , B_i são constantes de acoplamento magnetoelásticas, α_i são os cossenos diretores da magnetização em relação aos eixos cristalinos e C_{ij} são constantes elásticas do material. Considera-se aqui a simetria cúbica. O alongamento resultante da tensão mecânica é descrito como:

$$\epsilon_{ii} = \frac{1}{C_{11} - C_{12}} \sigma_{ii} - \frac{C_{12}}{(C_{11} - C_{12})(C_{11} + 2C_{12})} (\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}) \quad (4.18)$$

$$\epsilon_{ij} = \frac{1}{2C_{44}} \sigma_{ij} \quad i \neq j \quad (4.19)$$

onde σ_{ij} são os elementos do tensor de tensão da amostra. Deve-se notar que tanto ϵ_{ij} quanto σ_{ij} são funções da posição, devido a inhomogeneidade da estrutura cristalina. Entretanto, para efeitos de análise são consideradas independentes da posição.

Os termos da energia livre que dependem explicitamente da magnetização, da tensão e do alongamento são a anisotropia magnetocristalina, a energia elástica e a energia magne-

toelástica. Manipulando-os convenientemente obtém-se:

$$\begin{aligned}
 E = & \left[K_1 + \frac{9}{4} \left((C_{11} - C_{12}) \lambda_{100}^2 - 2C_{44} \lambda_{111}^2 \right) \right] \left[\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2 \right] \\
 & - \frac{3}{2} \lambda_{100} (\sigma_{11} \alpha_1^2 + \sigma_{22} \alpha_2^2 + \sigma_{33} \alpha_3^2) \\
 & - \frac{3}{2} \lambda_{111} (2\sigma_{12} \alpha_1 \alpha_2 + 2\sigma_{23} \alpha_2 \alpha_3 + 2\sigma_{31} \alpha_3 \alpha_1). \tag{4.20}
 \end{aligned}$$

O primeiro termo está relacionado com a energia cristalina. Observa-se que neste termo a constante de anisotropia efetiva incorpora a constante de anisotropia magnetocristalina K_1 e as constantes de magnetostricção. O segundo e terceiro termos dependem explicitamente da tensão aplicada e da magnetostricção e é portanto chamada de energia de anisotropia induzida por tensão. Supondo que se conheça a direção da tensão que atua na amostra, pode-se escrever os elementos do tensor σ_{ij} em termos dos cosenos diretores da sua direção de atuação $\gamma_i, i = 1, 2, 3$:

$$\sigma_{ij} = \sigma \gamma_i \gamma_j. \tag{4.21}$$

Neste caso reescreve-se o segundo e terceiro termos, resultando em

$$\begin{aligned}
 E_\sigma = & -\frac{3}{2} \lambda_{100} \sigma (\alpha_1^2 \gamma_1^2 + \alpha_2^2 \gamma_2^2 + \alpha_3^2 \gamma_3^2) \\
 & - \frac{3}{2} \lambda_{111} \sigma (2\alpha_1 \alpha_2 \gamma_1 \gamma_2 + 2\alpha_2 \alpha_3 \gamma_2 \gamma_3 + 2\alpha_3 \alpha_1 \gamma_3 \gamma_1) \tag{4.22}
 \end{aligned}$$

considerando uma magnetostricção isotrópica ($\lambda_{111} = \lambda_{100}$) pode-se escrever

$$E_\sigma = -\frac{3}{2} \lambda \sigma \cos^2 \phi \tag{4.23}$$

onde ϕ é o ângulo entre a magnetização e a direção da tensão aplicada. Em filmes finos o estado de tensão pode ser obtido determinando a curvatura do substrato, como será mostrado no capítulo 5. Um fator que origina a tensão em filmes finos é a diferença de parâmetro de rede entre o filme e o substrato, ou nas interfaces no caso de multicamadas. Bruno e Renard [32], descrevem um modelo fenomenológico para a anisotropia resultante destes desemparelhamentos entre os átomos nas interfaces. Na figura 4.9 observa-se a interface com os deslocamentos e ausência de átomos em alguns sítios.

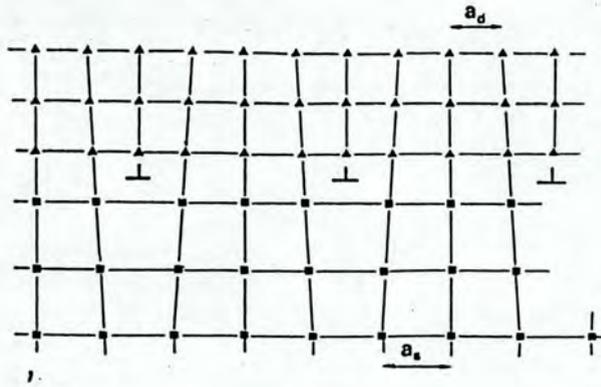


Figura 4.9: Discordâncias na interface de um filme devido a diferença de parâmetros de rede entre o substrato e o filme.

A energia associada aos deslocamentos (strain) é dado por

$$E_s = V \frac{1}{2} C \epsilon^2 \quad (4.24)$$

onde C é uma constante elástica, V é o volume e ϵ o deslocamento do átomo de sua posição de equilíbrio. À falta de átomos em certos sítios associa-se uma energia

$$E - f = S \alpha \mu \left| \frac{1}{a} - \frac{1}{a_s} \right| \quad (4.25)$$

onde S é a área, μ é a energia de falta por unidade de comprimento, $\alpha \approx 1$ é um fator geométrico adimensional e $\left| \frac{1}{a} - \frac{1}{a_s} \right|$ é a densidade de faltas por unidade de comprimento com $a = a_d(1 + \epsilon)$ onde a_d é o parâmetro de rede do filme depositado e a_s é o parâmetro de rede do substrato. Para um particular ϵ de equilíbrio a soma das energias será mínima.

$$\frac{d}{d\epsilon} \left[V \frac{1}{2} C \epsilon^2 + S \alpha \mu \left| \frac{1}{a_d(1 + \epsilon)} - \frac{1}{a_s} \right| \right] = 0 \quad (4.26)$$

As soluções dependerão da espessura do filme: Para espessuras menores que uma espessura crítica dada por

$$t_c \approx \frac{\alpha \mu}{a_d C |\eta|} \quad (4.27)$$

onde

$$\eta = \frac{a_d - a_s}{a_s} \quad (4.28)$$

a deformação relativa na interface é dita pseudomorfo com

$$\epsilon = -\eta \quad (4.29)$$

Acima da espessura crítica predomina o mecanismo de lacunas e os deslocamentos relativos típicos serão menores:

$$\epsilon \approx -\eta \frac{t_c}{t} \quad (4.30)$$

A figura 4.10, compara os resultados experimentais e a aproximação teórica, feita por Bruno e Renard [32], para um filme de níquel em substrato de cobre (001).

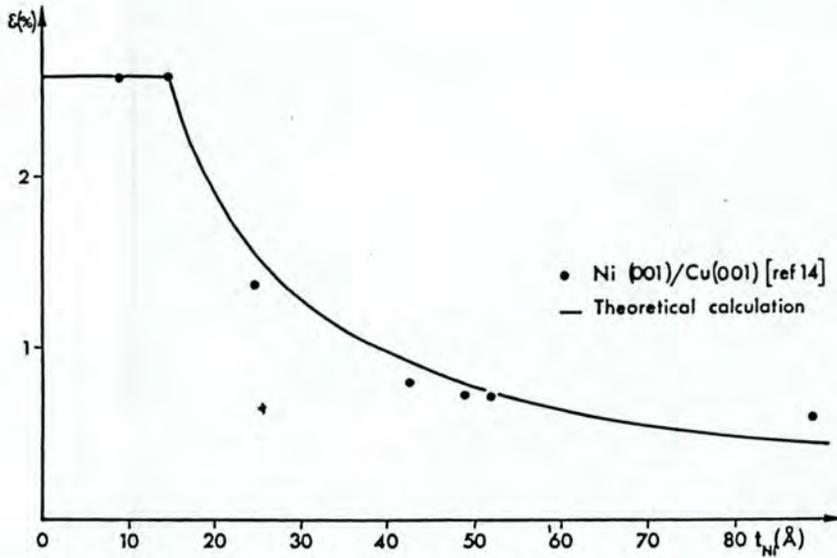


Figura 4.10: Dependência do alongamento na interface com a espessura do filme de níquel crescido sob substrato de cobre (001). Extraído de Bruno e Renard [32] .

Finalmente pode-se estimar a energia do acoplamento magnetoelástico induzida por estes deslocamentos.

$$E_{ME} = VB\epsilon \sin^2 \theta \quad (4.31)$$

onde θ é o ângulo entre a magnetização e o plano do filme e B é uma constante de acoplamento magnetoelástica efetiva. Para $t > t_c$, $\epsilon = -\eta t_c/t$ e a energia magnetoelástica é reescrita como

$$E_{ME} = S_{k_s} \sin \theta \quad (4.32)$$

com

$$K_s = -\beta \eta t_c \quad (4.33)$$

manifesta-se como uma anisotropia de superfície. Entretanto os valores encontrados para K_s no sistema Au/Co são maiores que os experimentais.

4.3 Anisotropia efetiva em filmes

A energia de anisotropia efetiva é definida em função da anisotropia de forma, da contribuição do bulk e da superfície, que nos filmes passa a ter um papel importante. É usual então descrever a energia de anisotropia efetiva para um filme como

$$K_{eff} = -2\pi V M_s^2 + K_b V + 2S K_s \quad (4.34)$$

onde V é o volume da amostra, S a área da superfície, K_b e K_s são as constantes de anisotropia de volume e superfície respectivamente. Este último termo costuma ser representado sob a forma $2K_s/t$ onde t é a espessura da camada considerada. Neste caso há diferença nas dimensões dos K_s que deve ser observada. A contribuição de superfície é originada pela rugosidade, pela alteração dos níveis de energia devido a modificação das ligações eletrônicas e pela anisotropia magnetocristalina de superfície ou interface, que tem origem na quebra de simetria em relação à uma amostra massiva.

A energia dispendida para modificar a orientação da magnetização é dada então por

$$E_{an} = K_{eff} \sin^2 \theta \quad (4.35)$$

onde θ é convencionado como sendo o ângulo entre a magnetização e a normal ao plano do filme, caracterizando uma anisotropia uniaxial com termos em primeira ordem. Observa-se que se $K_{eff} < 0$ a mínima energia será obtida quando eixo fácil estiver normal ao plano do filme ($\theta = \pi$). Caso $K_{eff} > 0$ a energia será mínima para $\theta = 0$ e o eixo fácil será paralelo a este plano.

Capítulo 5

Construção do Magnetostrictomêtro e o método de estimar a tensão em filmes finos

5.1 Revisão dos métodos experimentais de medir λ

Pode-se classificar em dois os tipos de técnicas experimentais para medir magnetostricção: métodos diretos, que determinam a deformação do material e para tal são usadas técnicas de medir microdeslocamentos; e métodos indiretos que medem propriedades que dependem da magnetostricção indiretamente. Nestes últimos costuma-se utilizar o efeito magnetostricção inverso: Aplica-se uma tensão elástica no material relacionando-a com a variação na propriedade associada indiretamente com a magnetostricção. Entre estes métodos indiretos o mais comumente utilizado é o SMFMR que consiste em modificar a ressonância ferromagnética pela aplicação de uma tensão elástica. Outros métodos associam por exemplo, a variação da magnetoresistência, da permeabilidade, da rotação do vetor magnetização da velocidade de propagação das ondas magnetoelástica entre outros, com a magnetostricção. Todos dependentes da aplicação de uma tensão elástica conhecida.

5.2 Métodos diretos

5.2.1 Método Resistivo

Neste método utiliza-se dispositivos dedicados a medida de pequenas deformações conhecidos como "strain-gauges". Estes sensores de deformação, disponíveis comercialmente, consistem em um fio em forma de filme metálico com o padrão de zig-zag típico da figura 5.1, depositados num material flexível (plástico). Este dispositivo é colado sobre o material estudado e a sua deformação provoca a variação da resistência elétrica do "strain-gauge". Esta variação na resistência é proporcional à variação do comprimento da amostra ou alongamento. O fator de proporcionalidade K é denominado fator de Gauge.

$$\frac{\delta R}{R} = K \frac{\delta L}{L} \quad (5.1)$$

Para detectar-se a pequena variação da resistência é usual utiliza-lo numa configuração em ponte de Wheatstone. Sullivan [35], descreve uma configuração típica de ponte utilizando o dispositivo para medir magnetostricção, e obtém resolução na medida de 8×10^{-8} . O método entretanto não pode ser utilizado em filmes pois estes dispositivos impedem a sua deformação natural e a medida, se observada, não seria confiável. Uma solução estaria em depositar-se o "strain-gauge" no próprio substrato na face oposta ao filme, sem utilizar o substrato plástico.

5.2.2 Método capacitivo

Baseia-se em medir a variação de capacitância devido a variação da separação das placas de um capacitor. No caso de filmes uma delas é o próprio filme como mostra a figura 5.2. Para amostras massivas faz-se um acoplamento mecânico entre uma das placas e a amostra.

A capacitância pode ser medida diretamente com uma ponte capacitiva de alta resolução, ou pode fazer parte de um circuito em que sua variação seja detectada. Noboru et al [36], descrevem uma célula capacitiva e medem magnetostricção de esferas com diâmetro entre 0.5 e 10 mm com resolução na variação dimensional de 0.1Å.

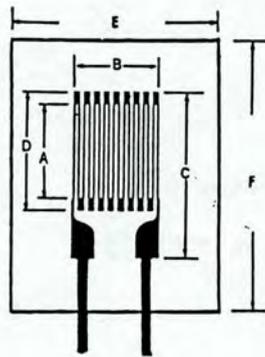


Figura 5.1: Um típico "strain-gauge".

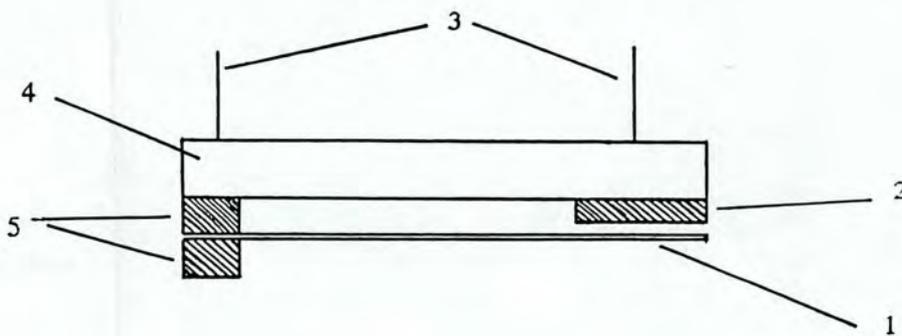
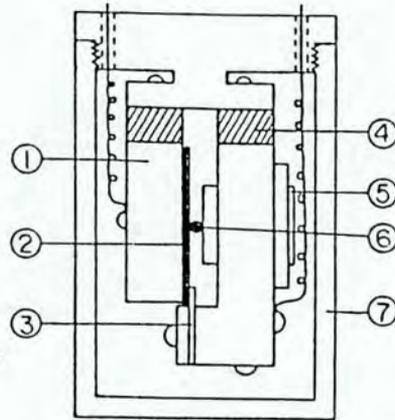


Figura 5.2: Configuração do método capacitivo para medir magnetostricção em filmes. 1) Filme, 2) Placa fixa, 3) Conexões elétricas, 4) Suporte isolante, 5) Presilhas condutoras

Klokholm em 1976 [37] desenvolveu o sistema da fig.5.2 para determinar a magnetostricção em filmes. Uma das placas do capacitor é o próprio filme, e a outra placa é fixa. A deflexão do substrato altera a separação entre estas placas, e a variação na capacitância altera a frequência de um oscilador. Com este sistema conseguiu medir magnetostricção tão pequena quanto 3×10^{-7} . A sensibilidade deste método é limitado pela espessura do substrato, separação inicial das placas, espessura do filme e pela técnica utilizada para determinar a variação da capacitância. Filmes muito finos tensionam fracamente o substrato



Construction of the capacitance cell for magnetostriction measurements of small spherical samples.

1. Fixed square plate (electrode).
2. Movable square plate (electrode).
3. Be-Cu ribbon.
4. Bakelite block.
5. Cu screw.
6. Sample.
7. Shielding case.

Figura 5.3: Célula capacitiva para amostras massivas desenvolvido por Noboru et al [36].

e a deflexão é pequena. A condição ideal para uma grande sensibilidade está em utilizar-se filmes grossos e substratos finos.

Os métodos capacitivos são muito utilizados para detectar microdeslocamentos e sob certas condições é possível atingir resolução de $10^{-12}m$ como descrevem Jones e Richards [38].

Metodos ópticos

Squire e Gibbs [39], utilizam um método em que a potência da luz transmitida pela extremidade de uma fibra óptica é modificada pela interposição de uma amostra (fita) no caminho do feixe. Na configuração inicial metade da secção da fibra é bloqueada pela fita. Metade da potência total atinge então um detetor de luz. Com a dilatação da fita a área de transmissão é modificada e relaciona-se então a potência transmitida com a dilatação da amostra. O método permite medir magnetostricção da ordem de 10^{-8} e a sua configuração

é mostrada na figura 5.4.

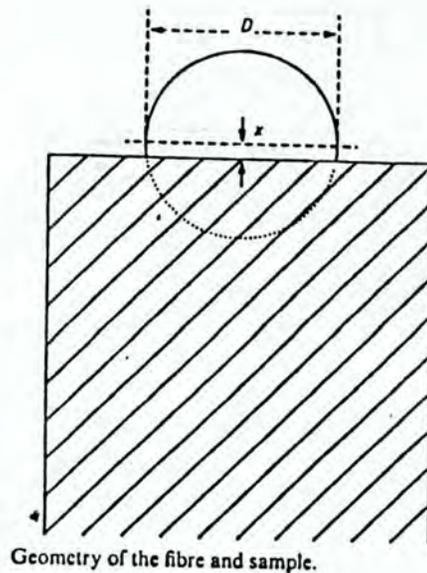
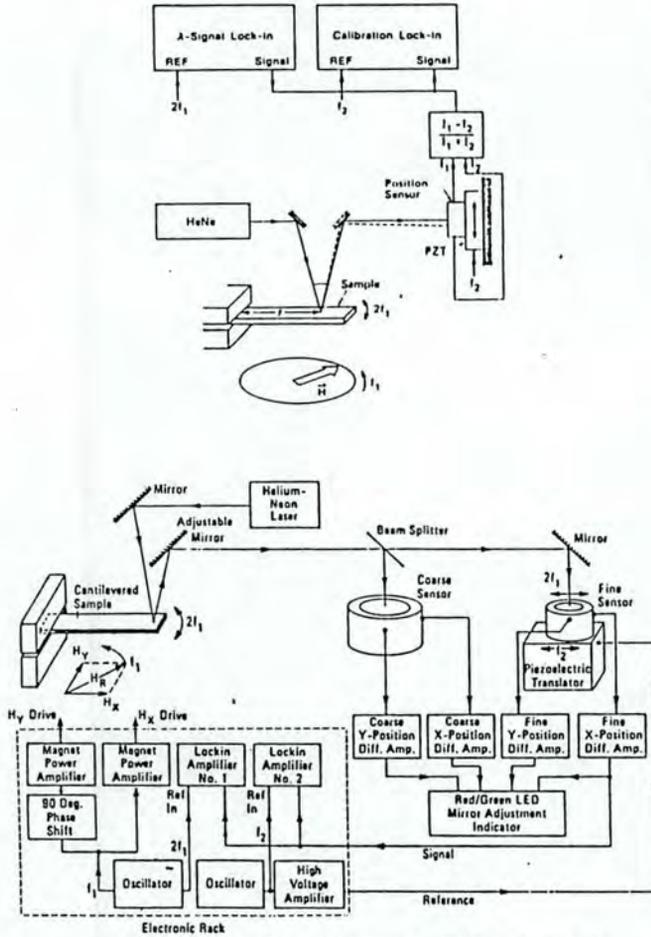


Figura 5.4: Método óptico baseado na interposição da amostra (fita) dilatada sobre a luz transmitida pela fibra óptica [39]

Tam e Schroeder [40], medem magnetostricção da ordem de 10^{-7} em filmes com espessura de 100\AA e comprimento de substrato de 5 cm. A técnica é baseada na reflexão de um laser na superfície do filme. Este fica posicionado no centro de um par de bobinas de Helmholtz perpendiculares entre si. A corrente de uma das bobinas é defasado de 90 graus em relação a outra simulando um campo que gira no plano da amostra, com uma frequência f . Com o campo girante a amostra oscila com uma frequência $2f$ por efeito magnetostrictivo. O laser refletido incide então num sensor apoiado sobre um piezoelétrico que executa um movimento de translação com frequência f_2 . O sinal resultante contém uma componente com frequência f_2 e outra com frequência $2f$. Cada componente do sinal é então amplificada por um lock-in independente. O sinal de saída do sensor é proporcional à excursão do feixe sobre este, e a calibração é feita determinando a sensibilidade do sensor ao movimento, aplicando um sinal com frequência f_2 no piezoelétrico que sustenta o sensor, o que causa

um deslocamento relativo conhecido. A figura 5.5 mostra o aparato completo.

Kaneko et al [41], utilizam um detector de deslocamento comercial baseado em fibras ópticas com resolução de $0.1\mu\text{m}$. Conseguem medir λ tão pequenos quanto 4×10^{-7} com filmes de 10000\AA em substratos de 0.15 mm de espessura.



More detailed electronic layout of the present optical magnetostriction tool.

Figura 5.5: Configuração experimental da técnica utilizada por Tam e Schroeder [40] para determinar magnetostricção em filmes.

Aray et al [42], depositam os filmes em substratos feitos com cerâmica piezoelétrica. Com isto conseguem compensar a deflexão do substrato com a aplicação de uma tensão no

piezo, pois a variação no comprimento do filme é compensado por uma igual variação no comprimento do substrato, anulando a deflexão. O filme magnético é depositado em uma das faces do substrato e na outra deve-se depositar um filme não magnético para servir de contato elétrico como mostra a figura 5.5. Um laser de He-Ne refletido na extremidade do substrato é usado como referência da deflexão, originando um sinal de erro que é minimizado por um circuito PI (proporcional - integral) realimentado. Este controla o amplificador de alta tensão que alimenta o piezoeletrico. A magnetostricção é proporcional à tensão aplicada no substrato.

$$\lambda_s = \frac{2}{3} d_{31} \frac{V}{t} \quad (5.2)$$

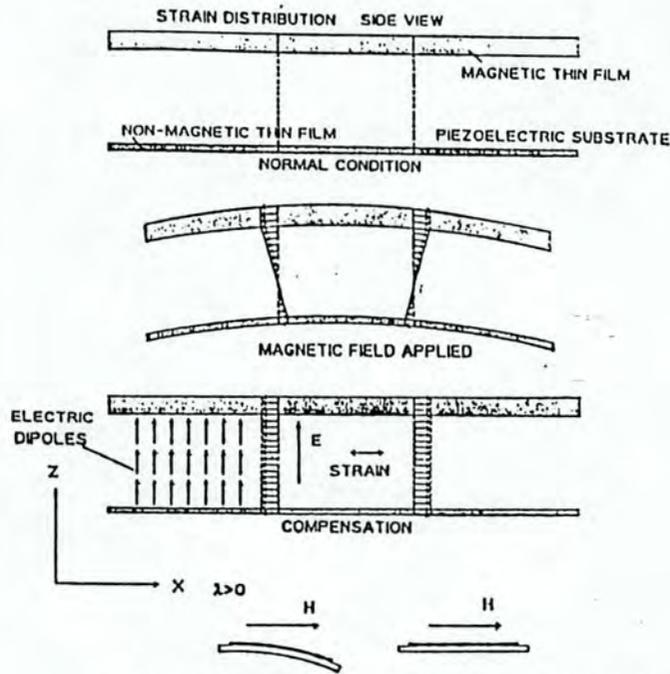
onde V é a tensão, d_{31} é um dos componentes do tensor deformação do substrato piezoeletrico e t é a sua espessura. As dimensões descritas para o substrato são 4 mm de largura 15 mm de comprimento e 0.15 mm de espessura. Filmes de níquel com 500Å de espessura foram medidos comprovando a boa sensibilidade. Deve-se observar que a ausência de muitos parâmetros no cálculo torna o método de grande precisão pois o erro relativo no valor de λ , dado por

$$\frac{\Delta\lambda}{\lambda} = \frac{\Delta d}{d} + \frac{\Delta V}{V} + \frac{\Delta t}{t} \quad (5.3)$$

é minimizado. Nos outros métodos diretos é necessário o conhecimento de parâmetros elásticos (módulo de Young e coeficiente de Poisson) do filme e do substrato além de suas espessuras. A incerteza ou imprecisão na avaliação de qualquer um deles reflete-se na precisão do valor de λ .

Tunelamento

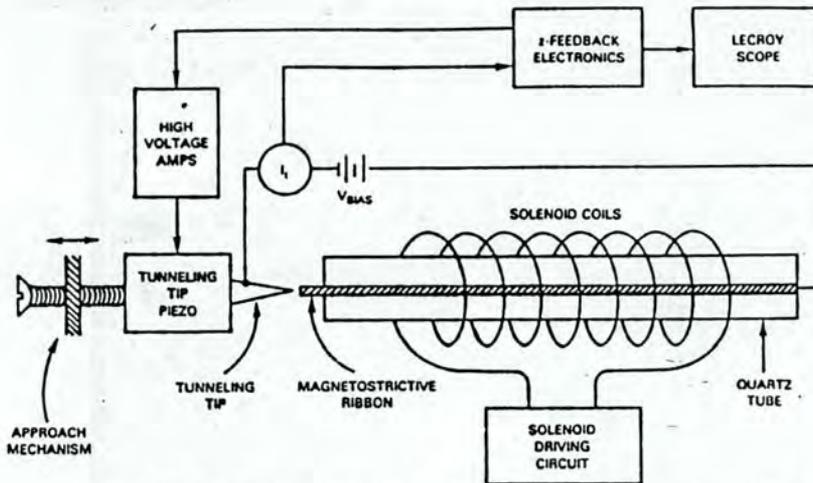
Brizzolara e Colton [43], desenvolveram um sistema baseado no efeito de tunelamento para medir magnetostricção em fitas: Entre uma fina ponta metálica e a superfície da amostra é mantido um potencial típico de 0.1 V. A aproximação da ponta com a superfície origina uma corrente de tunelamento que depende inversamente da exponencial da separação. Para uma separação da ordem de 1nm a corrente usual é de 10^{-9} Amperes. A ponta é montada sobre um piezoeletrico de modo a controlar a separação e manter a corrente



Strain distribution inside the thin film and the substrate before and after the bending compensation for a film with positive magnetostriction and the bending compensation idea.

Figura 5.6: A técnica de compensação do "strain" magnetostrictivo pela deformação do substrato piezoelétrico. Extraído do trabalho de Aray et al [42].

constante. Relaciona-se então a tensão aplicada ao piezoelétrico com o deslocamento da superfície. Este método tem se mostrado o de maior resolução: microscópios de tunelamento conseguem definir distâncias da ordem de 0.05 \AA no vácuo e sob adequado controle da vibração ambiente.



. Schematic diagram of the Tunneling Transducer-magnetostriction measurement device.

Figura 5.7: Dispositivo desenvolvido por Brizzollara e Colton [43], para medir magnetostricção em fitas, baseado no efeito de tunelamento.

5.3 Metodos indiretos

5.3.1 Ressonância ferromagnética modulada por tensão -SFMR

Antes de descrever a ressonância ferromagnética é conveniente discutir a precessão de Larmor, considerando apenas um elétron em sua órbita e o respectivo momento angular orbital. Aplicando-se um campo magnético constante e homogêneo ao sistema a interação entre o momento magnético orbital e o campo faz surgir um torque dado por

$$\vec{\tau} = \vec{\mu}_i \times \vec{B} \quad (5.4)$$

que tende a alinhar o momento magnético com o campo. Do ponto de vista clássico este torque faz com que o momento angular varie com o tempo, não necessariamente em magnitude mas em direção ou sentido.

$$\frac{d\vec{L}}{dt} = \vec{\tau} \quad (5.5)$$

Como pode ser observado na figura 5.8 o momento angular no tempo $t + dt$ é $\vec{L} + d\vec{L}$ onde $d\vec{L}$ tem a mesma direção de $\vec{\tau}$. Isto origina um movimento de precessão do momento angular e por sua vez, do momento magnético. O ângulo percorrido durante dt é ωdt , onde ω é a velocidade angular de precessão ou frequência de Larmor. Um tratamento quântico deste sistema simplificado mostra que o valor esperado do momento magnético na direção perpendicular ao campo varia com o tempo de forma cíclica de modo análogo ao tratamento clássico.

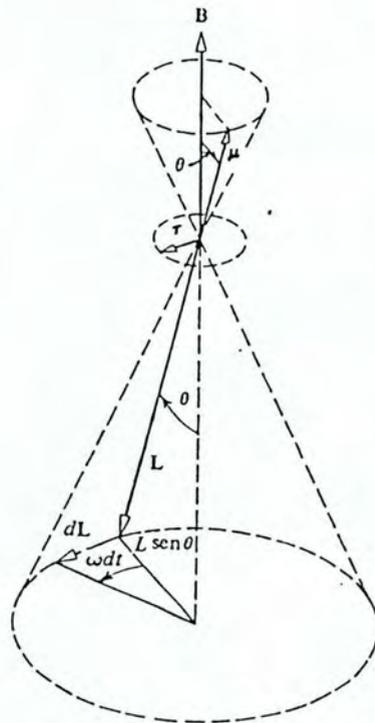


Figura 5.8: Dinâmica do momento angular devido a ação de um torque [4].

Ainda observa-se que

$$\begin{aligned} dL &= L \sin \theta \omega dt \\ \frac{dL}{dt} &= L \omega \sin \theta \end{aligned} \tag{5.6}$$

Da definição de torque e da relação entre momento magnético e momento angular chega-se a

$$\omega = g_l \mu_b \frac{B}{\hbar} \quad (5.7)$$

Num material ferromagnético a magnetização local também precessiona devido ao torque de um campo externo. Entretanto pela ação de "damping" ou frenagem da rede esta precessão é logo extinta. Este movimento pode manifestar-se de modo permanente se houver um estímulo externo na forma de um campo eletromagnético, com vetor campo magnético perpendicular a direção do campo constante como representado na figura 5.9.

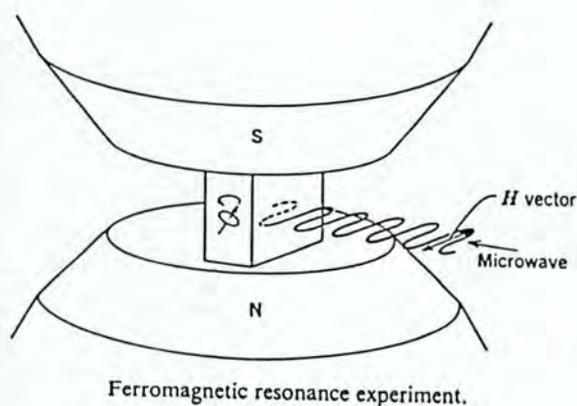
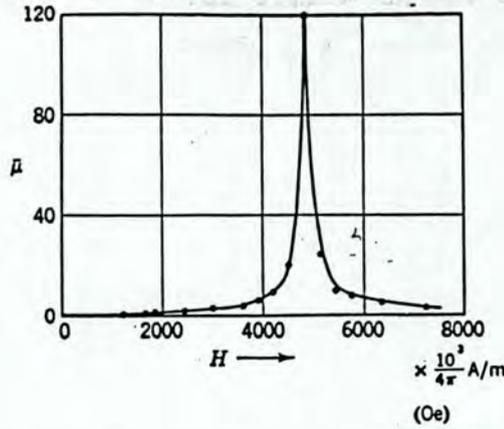


Figura 5.9: Arranjo experimental da ressonância ferromagnética [8] .

Para uma particular valor de campo H e frequência (em geral na faixa de microondas) ocorre a ressonância, onde a frequência de precessão é igual a do campo eletromagnético aplicado. Experimentalmente este estado manifesta-se pela absorção de energia eletromagnética na cavidade de ressonância, detectado por sensores específicos ou pela variação na permeabilidade do material. Como a ressonância ferromagnética depende do campo, é usual e mais prático manter a frequência de RF fixa e variar o campo aplicado. Na figura 5.10 observa-se uma curva característica do Supermalloy em que usou-se frequência de 24 GHz. O modo de detecção foi a variação da permeabilidade.



Ferromagnetic resonance curve observed for Supermalloy using 24,000 Mc microwaves (after Yager and Bozorth⁶).

Figura 5.10: Ressonância ferromagnética do Supermalloy utilizando microonda com frequência de 24 MHz [8].

A frequência de ressonância ω_0 pode ser relacionada com os parâmetros da energia livre do material. Considerando a magnetização com orientação definida pelos ângulos θ e ϕ de um sistema de coordenadas esférico, e módulo M_0 esta relação é dada por

$$\frac{\omega_0}{\gamma} = (M_0 \sin \theta)^{-1} \left[\frac{\partial^2 F}{\partial \theta^2} \frac{\partial^2 F}{\partial \phi^2} - \left(\frac{\partial^2 F}{\partial \theta \partial \phi} \right)^2 \right]^{\frac{1}{2}} \quad (5.8)$$

onde F é a energia livre, sendo representada por

$$F = -\vec{H} \cdot \vec{M} + K_1(\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_1^2 \alpha_3^2 + K_2 \alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \frac{1}{2} \vec{M} \cdot \vec{N} \cdot \vec{M} - \frac{3}{2} \tau \lambda_{100} (\alpha_1^2 \gamma_1^2 + \alpha_2^2 \gamma_2^2 \alpha_3^2 \gamma_3^2)) \quad (5.9)$$

O primeiro termo é a energia de Zeeman, os termos com K_1 e K_2 representam a anisotropia magnetocristalina para um sistema cúbico, o termo seguinte representa a energia de desmagnetização onde \vec{N} é um tensor de fatores de desmagnetização. Os últimos termos descrevem a contribuição magnetoelástica.

Para determinar as constantes de magnetostricção aplica-se à amostra uma tensão σ conhecida [44]. Isto muda o termo de energia magnetoelástica e conseqüentemente a frequência de ressonância. Se antes de aplicar a tensão o sistema encontrava-se em ressonância, para um particular valor de campo aplicado, a nova condição de ressonância será obtida com a sua variação δH . Smith [44] chega a uma expressão que pode ser aproximada, no caso de anisotropia magnetocristalina fraca, para

$$\lambda_{111} \approx -\frac{4M}{9\sigma}(\delta H_{110} + \frac{1}{2}\delta H_{111}) \quad (5.10)$$

Os índices no campo especificam a direção em que este é aplicado. A tensão σ é aplicada no plano zy ou direção [011].

Uma variação do método apresentado por Henning e Den Boef [45], é a ressonância ferromagnética com "strain" modulado (SMFMR), que consiste em aplicar uma tensão mecânica periódica na amostra, através de piezoelétricos, modulando com isto a posição da linha de ressonância ou mais exatamente o valor do campo que ocorre a ressonância. O sinal após detectado com detecção de fase é proporcional a amplitude da modulação definido como $m_s = \Delta H_\sigma$. Comparando a intensidade do sinal obtido com uma modulação do campo realizada simultaneamente obtém-se

$$\Delta H_\sigma = m_e \frac{I_s G_e}{I_e G_s} \quad (5.11)$$

onde I_s e I_e são os sinais da modulação por stress e campo respectivamente. G_e e G_s são os ganhos dos respectivos amplificadores. O método permite medir λ tão pequenos quanto 10^{-9} .

5.3.2 Variação da magnetoresistência por efeito de tensão mecânica

Neste método desenvolvido por Markham e Smith [46], a variação de anisotropia induzida por tensão é detectada pela variação na magnetoresistência, conseguindo-se medir λ tão pequenos quanto 10^{-7} em filmes de até 100\AA . A tensão mecânica é aplicada pelo dispositivo da figura 5.11 e a variação da resistividade em função do campo e da tensão mecânica

é observado na figura 5.12. O valor de λ_s é obtido dos valores experimentais da variação de H_{50} com a deflexão central Δ do substrato ($\frac{\partial H_{50}}{\partial \Delta}$) e da sua relação com o alongamento ϵ e com o campo de anisotropia H_k induzida por tensão. A energia magnetoelástica neste caso é aproximada por

$$E_{me} = \frac{3E\lambda_s}{2(1-\vartheta^2)}\epsilon_{xx}m_x^2 \quad (5.12)$$

onde E é o módulo de Young do filme ϑ é o seu coeficiente de Poisson (supostamente igual ao do substrato), m_x é a magnetização reduzida na direção x , e ϵ_{xx} é o alongamento na direção x . O campo de anisotropia associado é

$$H_K(\epsilon) = H_k(\epsilon = 0) + \frac{3E\lambda_s}{M_s(1-\vartheta^2)}\epsilon. \quad (5.13)$$

Diferenciando em relação à ϵ

$$\lambda_s = \frac{M_s(1-\vartheta^2)}{3E} \frac{\partial H_k}{\partial \epsilon} \quad (5.14)$$

O strain no plano do filme originado pela deflexão vertical Δ no centro da barra em que foi depositado, de comprimento $2L$, espessura T e suportado pelas suas extremidades é dado por

$$\epsilon = \frac{3T\Delta}{2L^2} \left[1 - \frac{x}{L} \right] \quad (5.15)$$

Substituindo-se esta expressão na eq. 5.14 obtém-se

$$\lambda_s = \frac{M_s(1-\vartheta^2)}{3E} \frac{3L^2}{3T(1-\frac{x}{L})} \frac{1}{\partial H_{50} \partial H_k} \frac{\partial H_k}{\partial \Delta} \quad (5.16)$$

O valores de $\partial H_{50}/\partial H_k$, obtido experimentalmente e o valor de $\partial H_k/\partial \Delta$ teórico são as inclinações das retas da figura 5.13.

5.3.3 Variação da permeabilidade

Baseados nas de equações de estado magnetomecânico do sistema

$$d\epsilon = S^H d\sigma + d dHdB = d d\sigma + \mu^\sigma dH \quad (5.17)$$

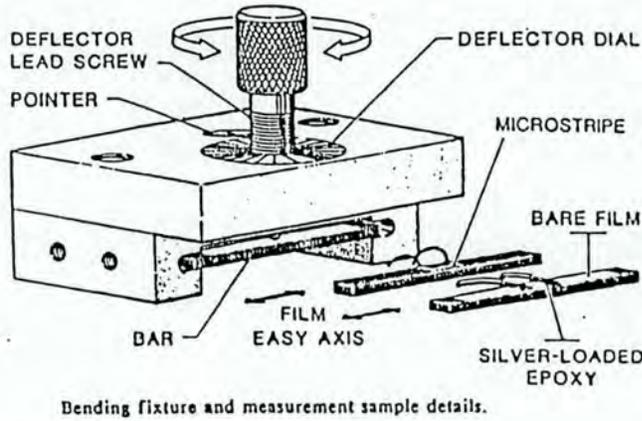


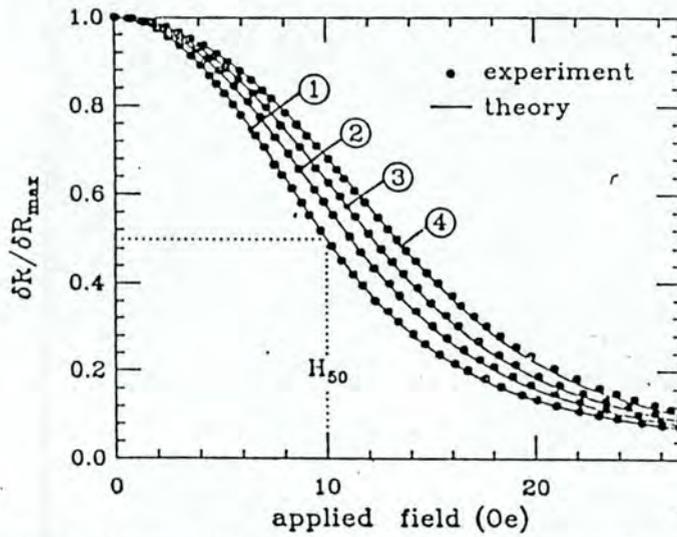
Figura 5.11: Aspecto do dispositivo utilizado por Markham e Smith [44] para produzir a tensão no filme.

onde ϵ é a deformação, σ a tensão, S^H é a compliância a campo constante, μ^σ é a permeabilidade a tensão constante, B a indução magnética e d é a magnetostrictividade. Clark e Wun-Fogle [47] obtém a forma de d e a partir dela a magnetostricção em termos da permeabilidade medida experimentalmente sob condições de tensão e deformação constantes

$$d = S^M (\chi^\sigma / \chi^\epsilon) (\chi^\sigma - \chi^\epsilon)^{\frac{1}{2}} \quad (5.18)$$

$$\lambda_s = \frac{2}{3} \int^{H_s} ddH \quad (5.19)$$

A expressão 5.18 pode ser escrita em termos das susceptibilidades χ desde que $\mu^\sigma \gg 1$. S^M é a compliância a magnetização constante. A expressão 5.19 é válida quando a magnetização inicial é perpendicular ao campo aplicado. O valor de S^M é assumido constante é igual a $6.7 \times 10^{-12} m^2/N$ para os materiais da figura 5.14, onde são mostrados os resultados típicos. Valores de χ^ϵ (susceptibilidade a deformação constante) são obtidos pela imersão das amostras em um fluido altamente viscoso o que impede a sua deformação durante a aplicação do campo para a medida da permeabilidade/susceptibilidade.



Normalized magnetoresistance vs. applied field as a function of Δ for a 28 nm thick, $150 \times 750 \mu\text{m}$ microstripe. Measurement conditions and values of H_{50} required to fit data are defined at right.

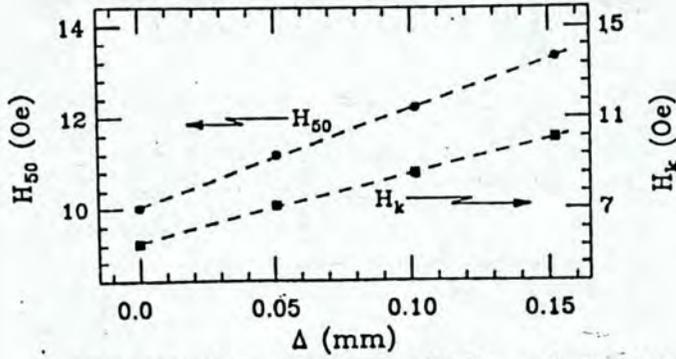
Curve #	Δ (mm)	H_{50} (Oe)
1	0	5.50
2	0.05	7.13
3	0.10	8.58
4	0.15	10.14

Figura 5.12: Curvas de resistividade em função do campo para 4 graus de tensão. O campo de "meia altura" H_{50} é o parâmetro dependente da tensão. Extraído de [44].

5.3.4 Variação da velocidade da onda magnetoelástica

Determinando a variação na velocidade de uma onda magnetoelástica numa fita em função de um campo ou tensão aplicados, Miyaima et al [48] obtiveram a constante magnetoelástica efetiva B e a magnetostricção $\lambda = 2B/3E$, onde E é o módulo de Young do material. Isto foi feito ajustando-se os as curvas experimentais com o resultados originados a partir de num modelo de propagação unidimensional em que B é um dos parâmetros. O modelo descreve a relação entre a velocidade do som num meio para um campo H_0 aplicado na direção y (fig 5.15.a) em relação a velocidade do estado saturado C_1

$$\frac{C}{C_1} = \left[\frac{2(x^2 + y^2)}{(x^2 + y^2)^{\frac{1}{2}} + x} \right]^{\frac{1}{2}} \quad (5.20)$$



Experimental H_{50} (see text) and theoretical H_k as a function of Δ , extracted from Fig. 2. 1σ measurement error bars approximate the size of symbols used. $\lambda_s = (-7.5 \pm 0.2) \times 10^{-7}$.

Figura 5.13: Resultados obtidos para um filme de permalloy de 280\AA de espessura. Extraído de [44]

onde

$$x = 1 - \frac{B^2}{E} F \quad (5.21)$$

e

$$x = 1 - \frac{B^2}{E} F_1(\Phi_0, M, H_o, K, \alpha, \sigma, \omega) \quad (5.22)$$

$$y = 1 - \frac{B^2}{E} F_2(\Phi_0, M, H_o, K, \alpha, \sigma, \omega). \quad (5.23)$$

Φ_0 e α definem as orientações do eixo da magnetização M , e da anisotropia K (E.A. na figura) respectivamente, σ é a condutividade do meio e ω a frequência da onda magnetoelástica induzida na amostra. O modelo associa ainda os valores de K e α ao alongamento originado da tensão aplicada externamente. A figura 5.15.b mostra o arranjo experimental para gerar e detectar a onda magnetoelástica e o recurso utilizado para tensionar a amostra. A sua velocidade de propagação é dada por $C = L/\Delta t$ onde L é a distância que separa as bobinas excitadora e detectora e Δt é o tempo de trânsito. Observa-se na figura 5.16 o desajuste entre teoria e experiência para valores abaixo de 3 Oe. Os autores explicam a discordância pela formação da estrutura de domínios o que não é considerado no mo-

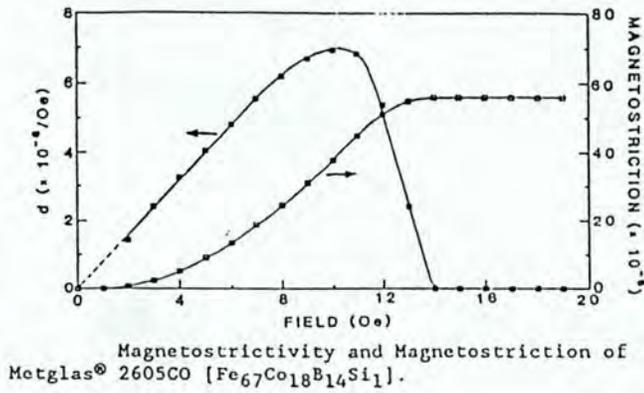


Figura 5.14: Magnetostrictividade e magnetostricção em função do campo aplicado obtidos das medidas de permeabilidade. Extraído de Clark e Wun-fogle [47] .

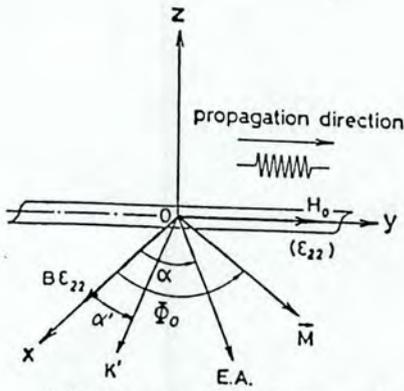
delo. Os melhores ajustes são obtidos com o valor $7 \times 10^7 \text{ erg/cm}^3$ para B resultando em $\lambda_s = -24 \times 10^{-6}$. O pequeno campo aplicado durante as medidas com tensão propõem-se a deixar a amostra num estado com uma configuração próxima ao de um monodomínio.

Os resultados são mostrados na figura 5.16 e 5.17. As curvas sólidas foram obtidas teoricamente para vários valores de B .

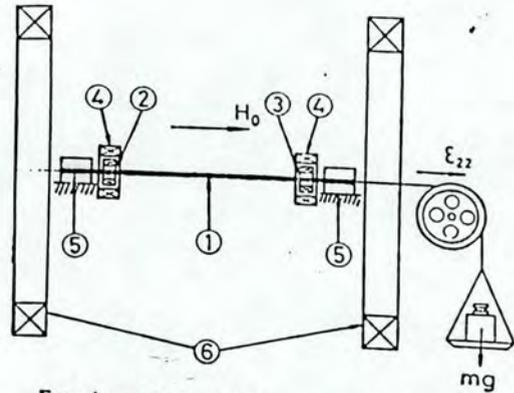
Curvas sólidas foram obtidas por modelos, sem aplicação de tensão,

5.3.5 Medida de magnetostricção por rotação de magnetização - SAMR

Neste método descrito por Narita et al, [49], a amostra (fita) é submetida a um campo constante no sentido longitudinal com intensidade suficiente para satura-la. Um campo alternado de pequena amplitude é aplicado no seu sentido transversal, provocando uma pequena rotação no vetor magnetização. Esta oscilação do vetor magnetização induz uma tensão numa bobina sensora que envolve a fita. A tensão induzida é proporcional a variação no tempo da componente longitudinal da magnetização:



Coordinate system and situation for analysis.



Experimental set-up for measurement of MEW velocity.
 ① Specimen, ② excitation coil, ③ detection coil, ④ bias coil, ⑤ damper, ⑥ Helmholtz coil.

Figura 5.15: a) Sistema de referência para o modelo utilizado. b) Arranjo experimental. Extraído de [48]

$$e = -NS \frac{d}{dt} (4\pi M_s \cos \theta) \quad (5.24)$$

onde N é o número de espiras da bobina e S a área de sua secção, M é a magnetização de saturação e θ é o ângulo entre M e o eixo longitudinal da fita. Aplicando-se uma tensão mecânica na direção deste eixo modifica-se a energia interna, dada por

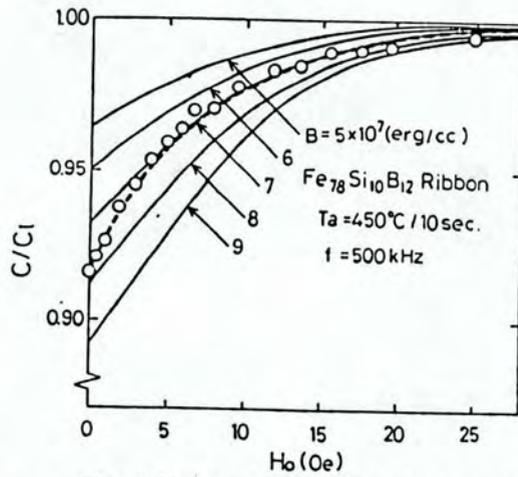
$$E = -H_{\perp} M_s \cos \theta - H_{\parallel} M_s \sin \theta + \frac{3}{2} \lambda_s \sigma \sin^2 \theta + \frac{1}{2} M_s (N_{\perp} \sin^2 \theta + N_{\parallel} \cos^2 \theta). \quad (5.25)$$

N é o fator de desmagnetização e os índices \perp e \parallel indicam direção perpendicular e paralela em relação ao eixo longitudinal da fita. O ângulo que minimiza esta energia ($dE/d\theta = 0$), considerando $\cos \theta = 1$ devido a pequena amplitude de oscilação, é tal que

$$\sin \theta = \frac{H_{\perp}}{H_{\parallel} + H_{\sigma} + H_s} \quad (5.26)$$

onde

$$H_{\sigma} = \frac{3\lambda_s \sigma}{M_s} \quad (5.27)$$



Bias field dependence of MEW velocity for an $Fe_{78}Si_{10}B_{12}$ ribbon. Solid curves are theoretical ones calculated by eq. (1) with B as a parameter, where the following parameters were used: $M = 1100$ G, $K = 6 \times 10^3$ erg/cc, $\alpha = 50^\circ$, $\sigma = 5 \times 10^{15}$ esu, $\eta = 2.5$, $E = 1.9 \times 10^{12}$ dyn/cm².

Figura 5.16: Resultados obtidos para fitas de $Fe_{78} Si_{10} B_{12}$. Extraído de [48].

é o campo de anisotropia induzido por tensão e

$$H_s = M_s(N_{\perp} - N_{\parallel}) \quad (5.28)$$

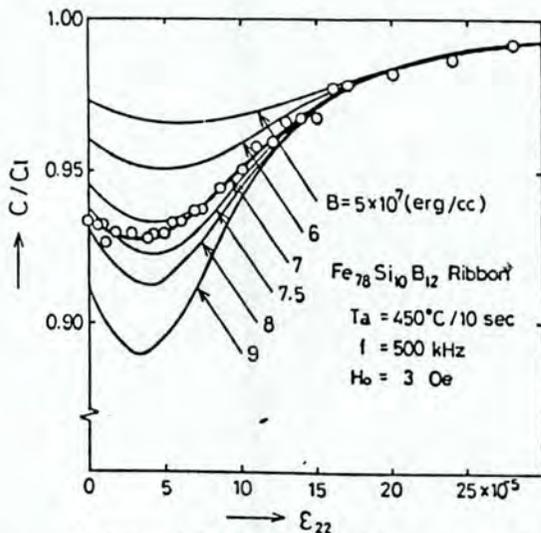
é o campo de anisotropia de forma. A expressão 5.26 ($\sin \theta$) é dependente do tempo pois $H_{\perp} = H_{\perp_{max}} \sin \omega t$. O sinal induzido na bobina sensora resulta em

$$e = 2\pi N S M_s \omega \sin^2 \theta_{max} \sin 2\omega t \quad (5.29)$$

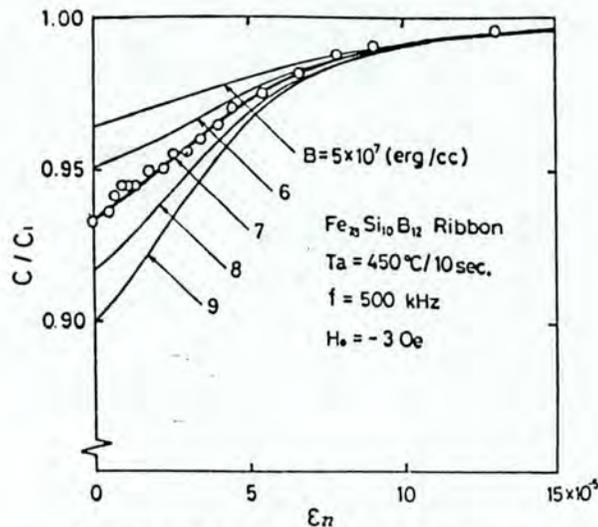
onde

$$\sin \theta_{max} = \frac{H_{\perp_{max}}}{H_{\parallel} + H_{\sigma} + H_s} \quad (5.30)$$

aplicando-se uma tensão elástica na fita modifica-se H_{σ} mudando a amplitude do sinal. É possível mante-lo constante variando o campo H_{\parallel} de maneira que $H_{\sigma} = \Delta H_{\parallel}$. Assim



Variation of C/C_1 versus uniaxial tensile strain ϵ_{22} for an $Fe_{78}Si_{10}B_{12}$ ribbon, where a constant field $H_0 = 3$ Oe was applied. The theoretical curves were obtained according to eq. (1) using the same parameters of fig. 3.



Variation of C/C_1 versus uniaxial tensile strain ϵ_{22} for an $Fe_{78}Si_{10}B_{12}$ ribbon, where a constant field $H_0 = -3$ Oe was applied.

Figura 5.17: Resultados obtidos para fitas de $Fe_{78} Si_{10} B_{12}$. Extraído de [48] .

$$\lambda_s = \frac{1}{3} \frac{H_\sigma}{\sigma} M_s. \quad (5.31)$$

Com este sistema é possível determinar λ tão pequenos quanto 2×10^{-7} .

5.4 Magnetostrictômetro para filmes desenvolvido neste trabalho

O aparelho desenvolvido propõe-se a medir magnetostricção de saturação em filmes finos, além de obter as curvas de histerese magnetostrictivas. Utilizou-se um método direto em que determina-se a deflexão da extremidade do filme, representado na figura 5.21, pois os métodos indiretos não fornecem a curva de histerese magnetostrictiva. Para isto utilizou-se o princípio capacitivo sugerido por Kloholm [37], comentado na introdução deste capítulo. O capacitor formado pelo conjunto do filme e a placa fixa tem um valor aproximado dado

por

$$C = k\epsilon_0 \frac{A}{d} \quad (5.32)$$

onde A é a área da projeção entre as placas e d a sua separação. k é a constante dielétrica entre as placas e ϵ_0 a permissividade do vácuo.

Neste trabalho foram abordados dois métodos de medir a variação da capacitância. O primeiro apresentou sensibilidade satisfatória no caso de filmes grossos da ordem de 1500\AA e com magnetostricção da ordem de -34×10^{-6} , como o níquel. Apesar disso apresentou problemas de instabilidade com variação no tempo do sinal, flutuação, e problemas com ajuste da sensibilidade. As medidas de multicamadas com material ferromagnético da ordem de 300\AA não apresentaram uma boa resolução. O segundo dispositivo desenvolvido, mostrou grande sensibilidade, detectando facilmente o sinal das multicamadas de Co/Pd e Co/Ag com aproximadamente 300\AA de material ferromagnético. Isto é devido à configuração em ponte do dispositivo, inédita como meio de medir magnetostricção, permitindo a detecção síncrona por um amplificador lock-in de maneira bastante simples. Apesar do insucesso do primeiro dispositivo este será descrito, pois a sua construção e operação serviram para conhecer o comportamento, e as dificuldades do processo de medida. Aspectos como a precisão mecânica, alinhamento da amostra com o campo, blindagem elétrica e amortecimento mecânico mostraram suas influências durante as medidas, resultando em aperfeiçoamentos sucessivos.

5.4.1 Primeira versão do instrumento

O primeiro dispositivo está baseado no artigo de Klaus Fritsch [50], que utilizou o sistema para controlar a separação dos espelhos de interferômetros Fabry-Perot. O conjunto do capacitor faz parte de um circuito diferenciador como representado esquematicamente na figura 5.18. O sinal de um gerador externo entra no diferenciador e na entrada do conversor RMS. A saída do diferenciador também é ligada a um RMS. O sinal dos conversores A e B é comparada em um circuito subtrator, gerando um sinal de erro que é integrada. O sinal de saída do integrador é aplicado ao controle de frequência por tensão do gerador externo.

Numa condição de estabilidade o sistema mantém o sinal de erro nulo. Isto é específico de um particular valor de frequência e capacitância. Uma pequena variação na capacitância gera um sinal de erro que será compensada pela mudança de frequência do gerador, pelo sinal enviado ao seu VCO. Este sinal é proporcional a variação da capacitância (propriedade inerente do circuito), sendo a relação determinada por calibração.

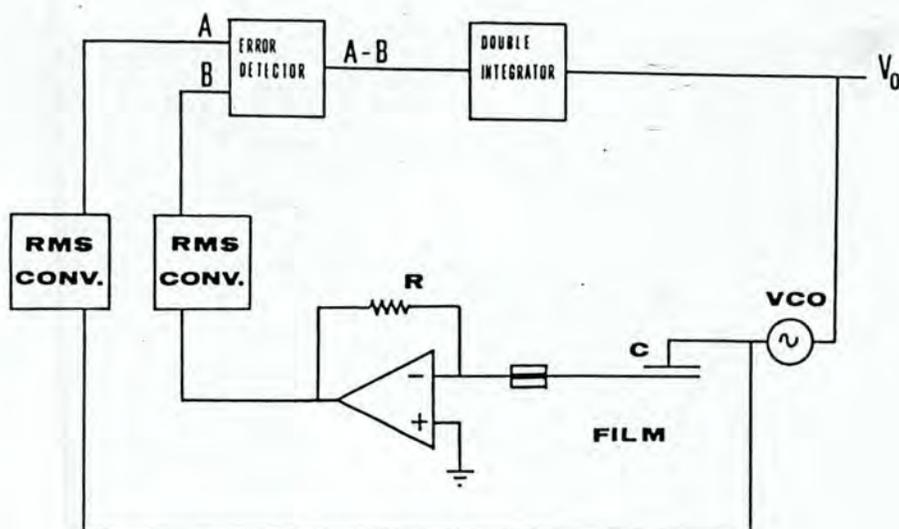


Figura 5.18: Diagrama esquemático do circuito utilizado para detectar a variação da capacitância, no primeiro dispositivo construído

Na figura 5.19 é mostrado o aspecto do aparato, com as dimensões características. A distância inicial entre o filme e a placa é da ordem de 0.5 mm. A evidência experimental indica que a sensibilidade do instrumento é dependente deste parâmetro. Por isto o aparelho dispõe do recurso de controlar esta distância, através de um mecanismo de parafuso e engrenagem, detalhado na figura 5.20. Estes componentes assim como a placa fixa, foram feitos de materiais não magnéticos como latão e alumínio. A presilha do filme consiste de dois blocos retangulares de latão, sendo um deles fixo e o outro com movimento controlado por parafuso. Estes blocos devem ter as faces de contato com o filme o mais plano possível para evitar deformações no filme.

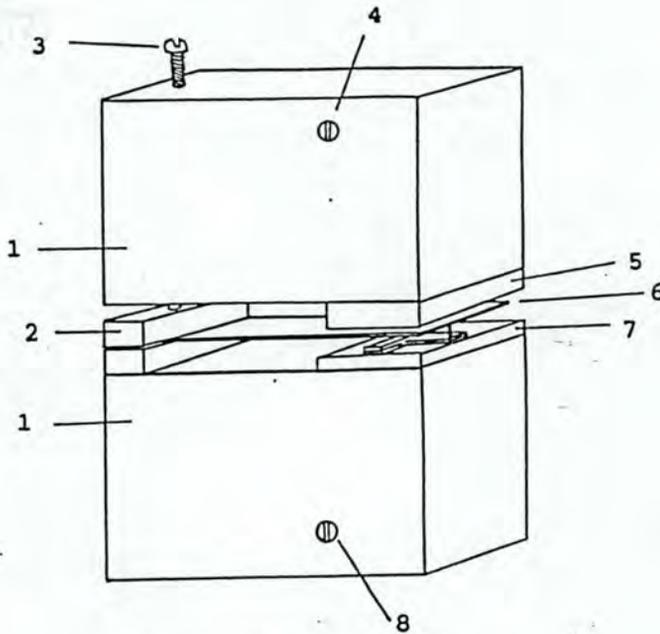


Figura 5.19: Aspecto parcial do dispositivo construído na primeira versão do instrumento. 1- blocos de plexiglass, 2- presilha do filme, 3-parafuso de ajuste da presilha, 4-controle de aproximação da placa fixa, 5-placa fixa, 6-filme, 7-suporte do calibrador piezoelétrico, 8-controle de aproximação do suporte do piezo.

O sistema é muito sensível a turbulência mecânica, e a campos elétricos gerados por potenciais flutuantes, que modificam a distribuição de cargas no capacitor gerando flutuação no sinal. Uma blindagem elétrica devidamente aterrada foi portanto incorporada ao sistema, servindo também como um protetor contra correntes de ar. Um sistema de amortecimento com molas, para desacoplar a vibração ambiente (via solo) também foi adaptada, mas mostrou-se desnecessária uma vez que o ruído normal de vibração ambiente, nesta localidade, ficou abaixo do detectável pelo instrumento.

A aquisição dos dados (a curva magnetostrictiva) foi feita utilizando um graficador X-Y Hewlet Packard. O sinal Y proporcional à deflexão é o mesmo que comanda o VCO do gerador, como foi comentado. O sinal X corresponde ao campo, sendo este detectado por

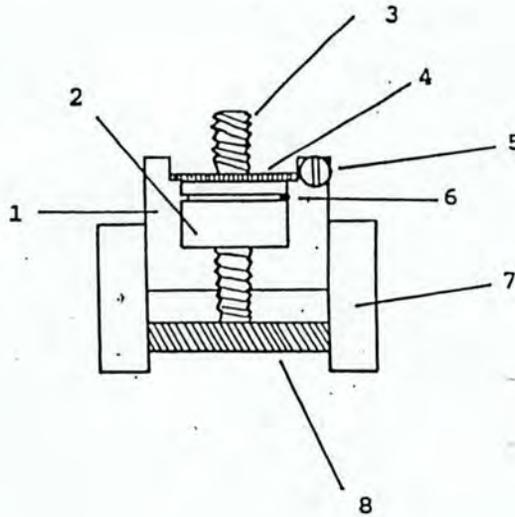


Figura 5.20: Mecanismo de aproximação construído. 1- Bloco de plexiglass, 2-cilindro de latão, 3- parafuso fixo à placa, 4- engrenagem colada ao cilindro, 5-parafuso sem fim, 6-pino retentor do cilindro, 7-guias da placa, 8-placa fixa

um sensor Hall com sensibilidade de $0.716\text{mv}/\text{KGauss}$. A digitalização não foi possível devido ao ruído inerente ao sinal Y. O graficador dispõdo de filtros suprimia este ruído.

A calibração

O procedimento sugerido na literatura [37] é o uso de pesos da ordem de poucos miligramas colocados sobre a extremidade livre do filme. A deflexão é proporcional ao peso de acordo com a relação

$$D = 4FL^3 \frac{1 - \nu_s}{wt^3 E_s} \quad (5.33)$$

onde F é a força equivalente em dynas, L é o comprimento da amostra (4.5cm), ν_s é o coeficiente de Poisson do substrato, E_s o seu módulo de Young, w é a largura do filme e t a espessura do substrato. Utilizando este procedimento como calibração observa-se uma boa linearidade entre o sinal e a deflexão como mostra a figura 5.21. Um inconveniente do

método esta na necessidade de repetir-se o processo em cada troca de amostra uma vez que a separação entre as placas modifica-se. Além disso a relativa incerteza da posição do peso sobre a amostra introduz erros no valor da deflexão, que minimiza-se tomando-se a média de uma série de medidas para um mesmo peso. No gráfico da figura 5.22 observa-se a resposta do sinal aos pesos. Neste procedimento os pesos são colocados em aproximadamente $\frac{2}{3}$ do comprimento da amostra, pois a placa fixa impede que sejam colocados no extremo do filme. Uma correção portanto é necessária, resultando em mais uma provável fonte de erro no valor final da deflexão.

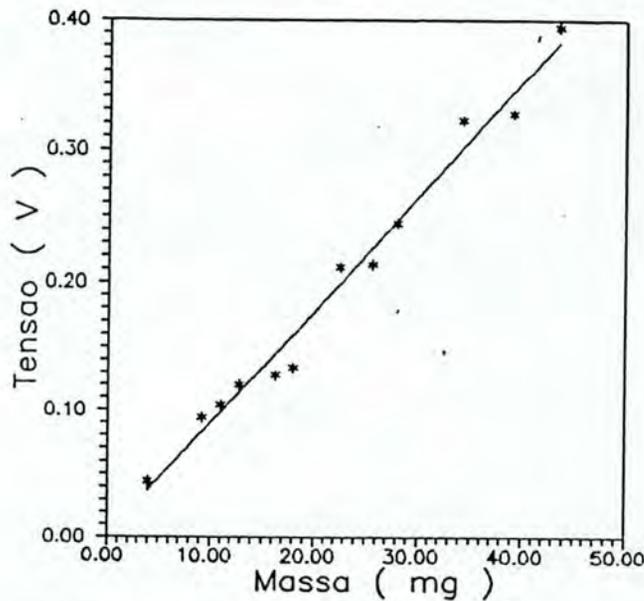


Figura 5.21: Relação linear entre a deflexão e os pesos utilizados no procedimento de calibração. A tensão é proporcional à deflexão.

Calibração com piezoelétrico

Eliminou-se o tedioso processo de calibração com pesos construindo-se o dispositivo representado na figura 5.23.

Aplicando-se uma tensão elétrica no piezo, sua deflexão é transmitida à extremidade do

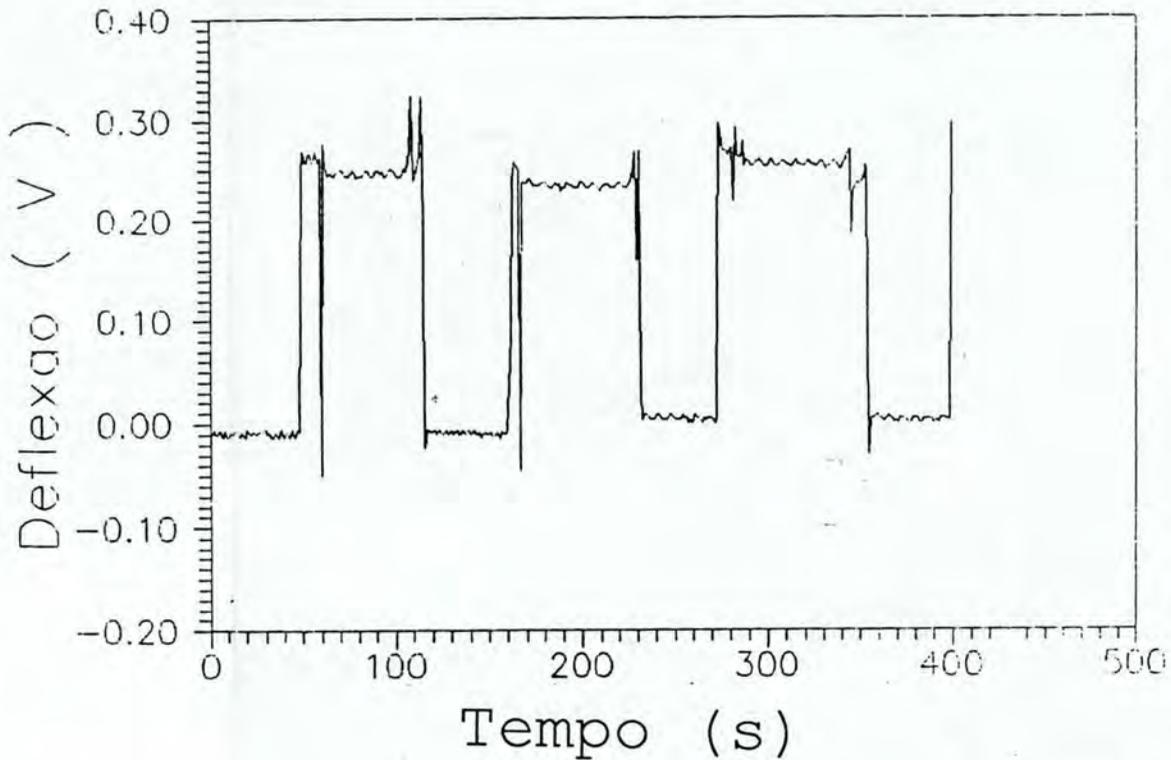


Figura 5.22: Sinal da deflexão resultante dos pesos depositados próximos a extremidade livre do filme.

filme pela extensão de vidro, ou seja o piezo empurra o filme, como está representado na figura 5.23.

O piezoelétrico utilizado é do tipo usado em cápsulas fonocaptoras de toca-discos, facilmente adquirido no mercado. O piezo tem o formato retangular com dimensões $15 \times 3 \times 1.5\text{mm}^3$, e consiste em uma cerâmica com faces opostas cobertas com um metal (normalmente níquel) que são os contatos elétricos. Nesta configuração geométrica o piezo deflexiona na presença de um potencial aplicado.

O atuador foi montado num suporte logo abaixo do filme. Na extremidade do piezoelétrico colou-se uma extensão de capilar de vidro de aproximadamente 1 cm, que pode ser aproximado do filme por um mecanismo de parafuso e engrenagem idêntico ao descrito anteriormente, que controla o movimento de descida e subida de todo o suporte.

Aplicando-se uma tensão de -10 a 10 V característica é mostrada na figura 5.25 onde

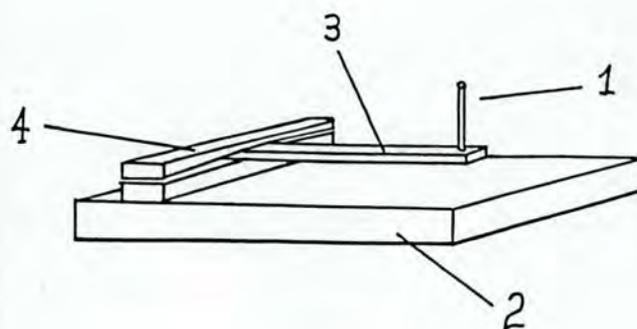


Figura 5.23: Representação do dispositivo utilizado para calibração incorporando o piezoelétrico. 1) Prolongador de vidro 2) Suporte 3) Piezoelétrico 4) Terminais de contato elétrico

observa-se uma resposta linear com a tensão o que aprova o uso do piezo como elemento calibrador.

5.4.2 Segunda versão do instrumento

O dispositivo está baseado numa ponte capacitiva, com a configuração da ponte de Wheatstone para resistores, cujo circuito está representado pela figura 5.26.

Este circuito tem a propriedade de anular a tensão $V_s = E_2 - E_3$ em certas condições. Diz-se que a ponte esta zerada ou balanceada quando $C_1 C_3 = C_2 C_4$ e simultaneamente $\phi_1 + \phi_2 = \phi_3 + \phi_4$ onde ϕ_i são as fases da tensão em cada capacitor, em relação a uma tensão de referência. No instrumento o filme atua como placa de dois destes capacitores C_1 e C_2 , como pode ser identificado na figura 5.27.

O capacitor C_1 é formado pelo filme e por uma placa de cobre rígida, separada aproximadamente 1 mm ou menos deste. Da mesma forma o capacitor C_2 é formado por uma placa de cobre posicionada abaixo do filme. A conexão elétrica com o filme é feita pela própria presilha. Os capacitores C_3 e C_4 são capacitores comerciais cerâmicos de 40 pF de valor aproximado às capacitâncias C_1 e C_2 . C_3 e C_4 são soldados sobre as placas de cobre

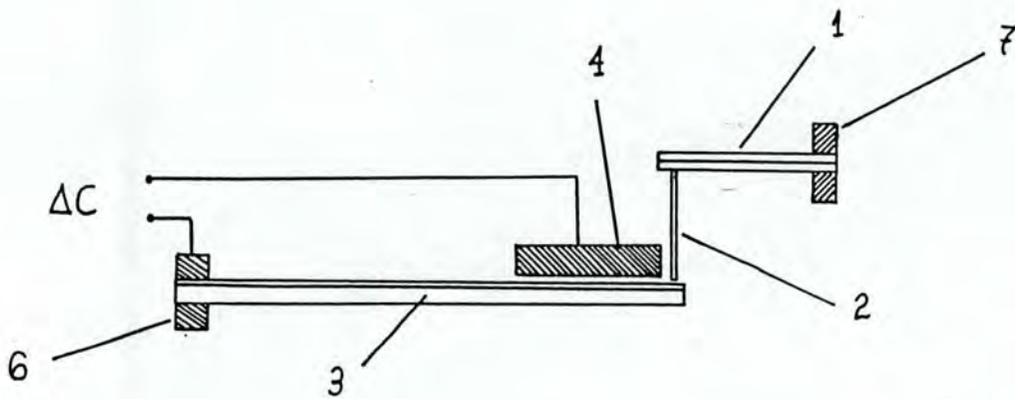


Figura 5.24: Montagem esquematizada do atuador de calibração sobre a amostra. 1) Piezoelétrico, 2) Extensão de vidro, 3) Filme + substrato 4) Placas fixas, 5) Capacitores fixos, 6) Presilha do filme 7) Presilha do piezoelétrico.

para compactar o arranjo em ponte. Os potenciais E_2 e E_3 são os das placas de cobre.

A deflexão do filme resulta no aumento de C_2 na mesma proporção que C_1 diminui ou vice-versa. Deste modo dois braços da ponte contribuem de maneira simétrica para o desbalanceamento. As medidas devem partir de uma condição mais próxima possível do nulo, o que é obtido controlando-se a separação das placas de cobre em relação ao filme. O dispositivo incorpora parafusos que controlam esta aproximação e também o paralelismo entre as placas e o filme. Cada placa tem 3 controles independentes como mostra a figura 5.28.

Observa-se que as placas são forçadas por uma mola a ficar em contato com os parafusos

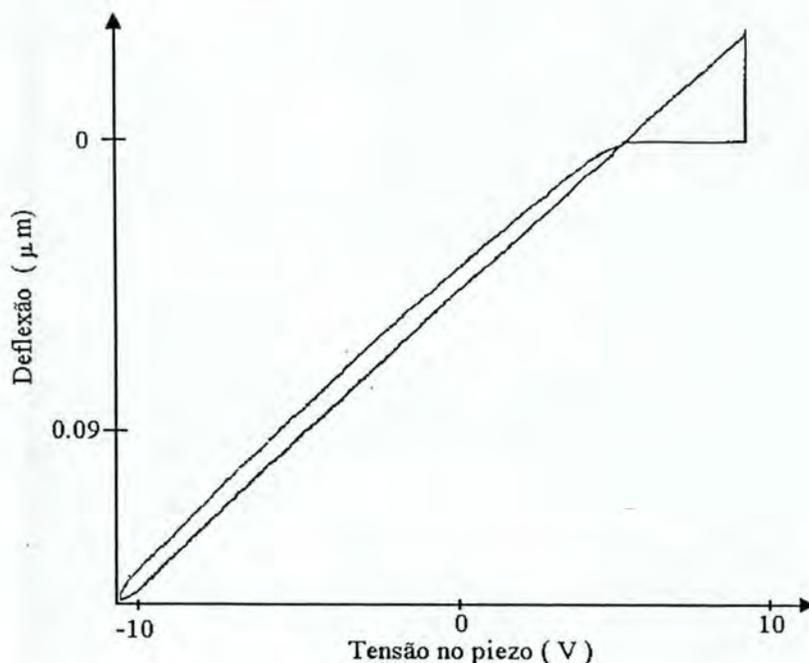


Figura 5.25: Curva de calibração utilizando-se o piezoelétrico.

de ajuste, mantendo uma rigidez mecânica na estrutura. O suporte foi construído em plexiglas transparente para permitir a visualização do ajuste inicial. A estrutura completa é mostrada na figura 5.27 com as dimensões usadas. Os parafusos e demais peças metálicas são todos não magnéticos. Utilizou-se parafusos de latão e as molas foram confeccionadas com bronze fosforoso. Toda esta estrutura é coberta por uma caneca com revestimento metálico, no potencial de terra, para blindar eletricamente a ponte. Os cabos com os potenciais das placas devem ser amarrados para evitar variação de capacitância devido ao seus movimentos. É conveniente utilizar cabos com baixa capacitância parasita, do tipo usado em RF, para não provocar grandes diferenças de fase do sinal, o que prejudicaria o balanceamento da ponte.

A excitação foi obtida com o gerador interno do Lock-In modelo SR530 da Stanford Research, utilizado na detecção da tensão V_s e como interface digitalizadora dos dados. Trabalhou-se com tensão de excitação de 1V de amplitude e frequência em torno de 98 KHz. O limite de frequência do gerador é 100 KHz. A variação típica no sinal é de $50\mu V$,

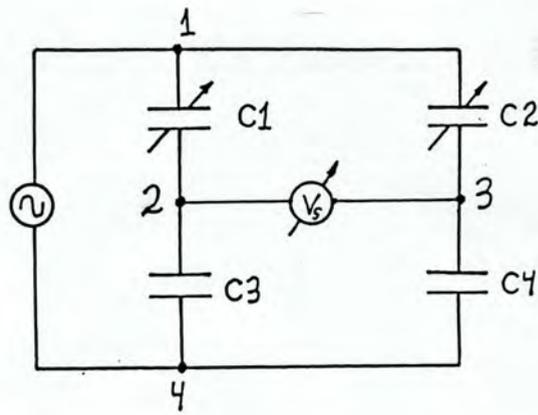


Figura 5.26: Ponte puramente capacitiva.

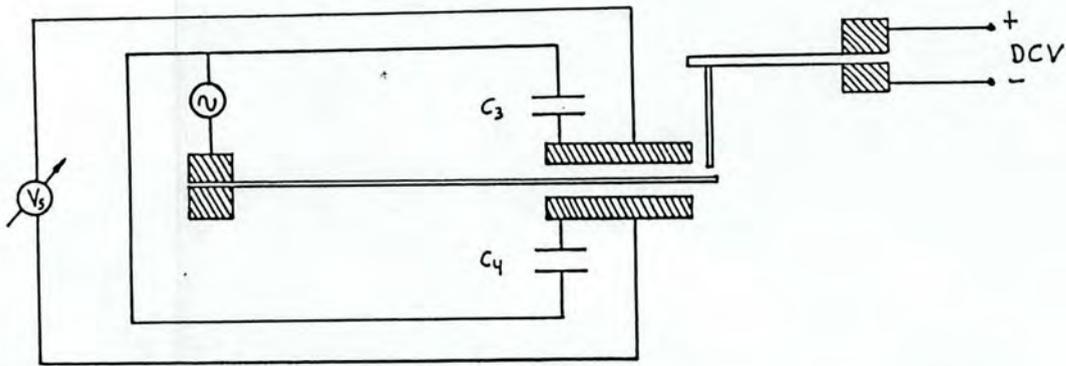


Figura 5.27: Configuração utilizando o filme como parte dos capacitores da ponte.

no caso das multicamadas com pouco material. A linearidade do sinal em relação à variação da separação entre as placas foi verificada experimentalmente comparando-se o seu sinal de calibração com o sinal da primeira versão. Uma análise do circuito da ponte também comprova isto. A tensão entre os pontos 2 e 4, é dado por

$$V_{24} = v_{in} \frac{Z_3}{Z_1 + Z_3} \quad (5.34)$$

onde Z_1 e Z_2 são as impedâncias dos capacitores 1 e 2, E é a tensão RMS do sinal de excitação e ΔZ é a variação na impedância relacionado à variação das capacitância C_1 e

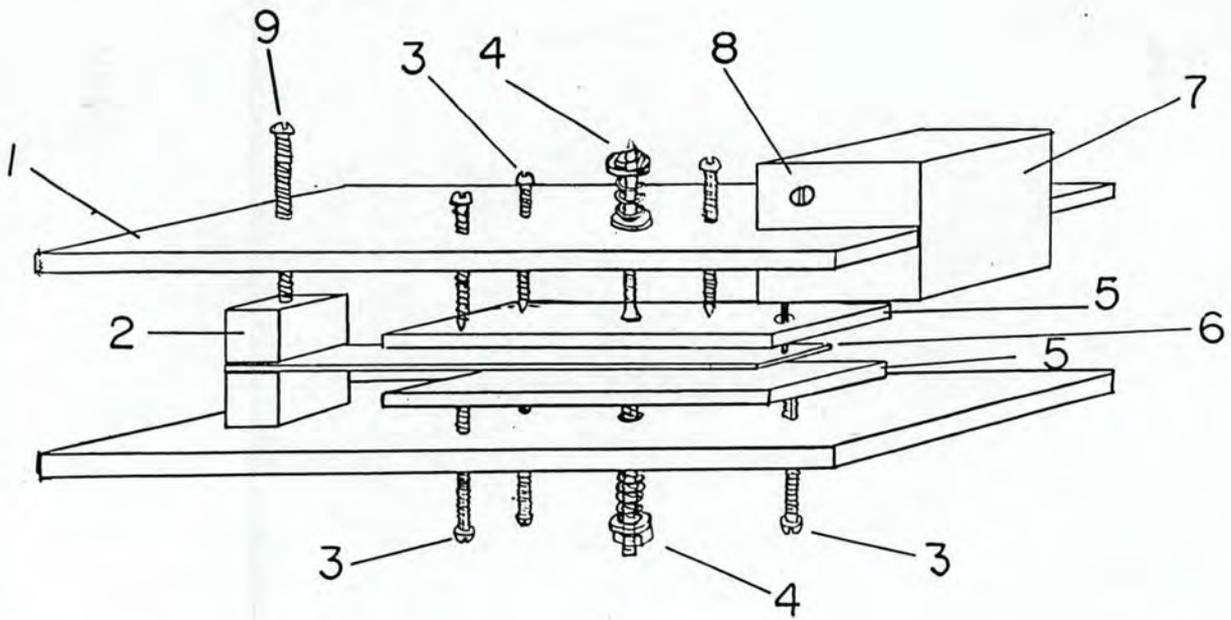


Figura 5.28: Aspecto parcial do dispositivo construído. 1) Base isolante de plexiglass, 2) Presilha do substrato/terminal elétrico do filme 3) Parafusos de paralelismo das placas 4) Molas tensionadoras das placas 5) Placas fixas, 6) Filme 7) Dispositivo de aproximação do calibrador 8) Parafuso de controle de aproximação.

C_2 . A tensão entre os pontos 3 e 4 é

$$V_{34} = v_{in} \frac{Z_4}{Z_2 + Z_4} \quad (5.35)$$

Admitindo que todas as impedâncias sejam puramente capacitivas $Z_i = \frac{-j}{\omega C_i}$,

$$V_{24} = v_{in} \frac{C_1}{C_1 + C_3}$$

$$V_{34} = v_{in} \frac{C_2}{C_2 + C_4} \quad (5.36)$$

Admite-se que $C_3 = C_4$, através de uma escolha cuidadosa de seus valores e ainda que sejam iguais ao valor de $C_1 = C_2 = C_0$ na condição de equilíbrio da ponte. Os valores de C_1

e C_2 são dependentes do deslocamento x da extremidade do filme logo $C_1(x) = C_0 + \Delta C$ e do mesmo modo $C_2(x) = C_0 - \Delta C$. Disto resulta que

$$V_s = V_{24} - V_{34} = v_i \left(\frac{C_0 + \Delta C}{2C_0 + \Delta C} - \frac{C_0 - \Delta C}{2C_0 - \Delta C} \right). \quad (5.37)$$

Desprezando os termos quadráticos em ΔC obtém-se

$$V_s = v_i \left(\frac{\Delta C}{2C_0} \right). \quad (5.38)$$

Escrevendo ΔC em termos de variação do separação das placas

$$C(x) = \frac{\varepsilon_0 A}{x}$$

$$\frac{dC(x)}{dx} \Big|_{x=x_0} = -\frac{\varepsilon_0 A}{x_0^2} dx = -\frac{C_0}{x_0} dx$$

logo

$$V_s = v_i \left(\frac{dx}{2x_0} \right) \quad (5.39)$$

onde dx é a variação da separação das placas correspondente a variação ΔC , o que mostra que a tensão de saída é proporcional a deflexão do filme em relação a sua posição de nulo na ponte. Observa-se também que a diminuição de x_0 aumenta a sensibilidade do sistema.

A calibração

Utilizou-se o mesmo piezoelétrico da primeira versão para deflexionar o filme, com o mesmo mecanismo de aproximação. A tensão aplicada é obtida de um dos conversor digital/analógico disponível no lock-in sob a forma de uma rampa com período controlável (da ordem de 30 s) com tensão variando de -10 a +10 V. A curva característica de calibração é observada na figura 5.29. A descontinuidade é explicada logo adiante. O eixo Y corresponde à deflexão do filme empurrado pelo piezo e o eixo X a tensão aplicada ao

piezo. O piezoelétrico foi calibrado comparando-se o sinal obtido da sua deflexão com o sinal da magnetostricção de saturação de uma amostra de níquel policristalino com 1500 Å de espessura, descrito na literatura como tendo $\lambda_s = -34 \times 10^{-6}$. Isto resulta numa relação entre a tensão aplicada no piezo e a sua deflexão de $0.009 \mu m / V_{piezo}$.

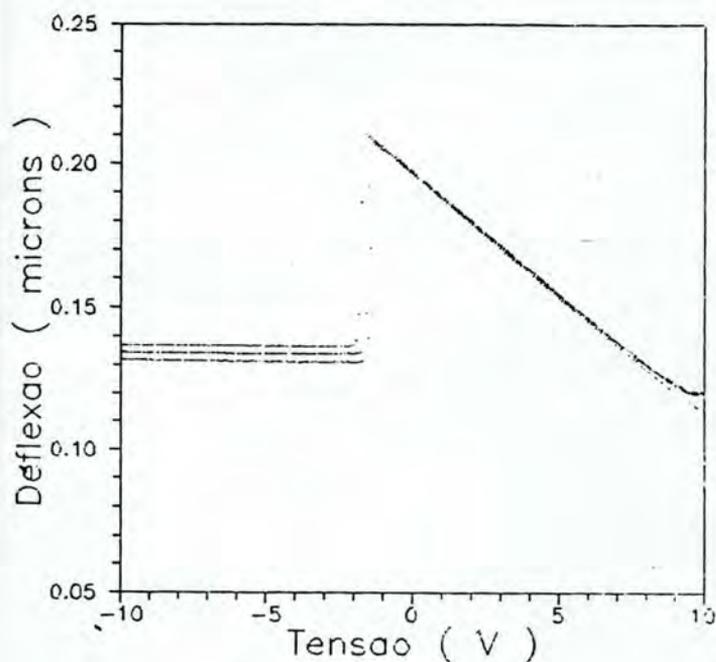


Figura 5.29: Curva de calibração típica apresentando a descontinuidade característica da liberação do filme.

Procedimento para a calibração

O posicionamento da extensão do piezo sobre o filme deve ser feita de maneira a não tensioná-lo demasiadamente. Experimentalmente verificou-se que o piezo tensionado tem uma taxa de deflexão menor, prejudicando a relação de calibração. Para minimizar esta fonte de erro estabeleceu-se um critério. Faz-se uma aproximação cuja reta de calibração apresente uma descontinuidade ou um salto, como observado na figura 5.29, indicando

que o piezo liberou o filme. O esforço do cristal nestas condições é mínimo. Da curva de calibração também se obtém a informação do sinal da magnetostricção. O empurrão do piezo causa uma variação negativa na tensão $\Delta E = E_f - E_i$. Como o filme esta na face superior do substrato, em contato com o capilar, deve-se associar a variação negativa do sinal a uma elongação do filme, que reproduz a deflexão no mesmo sentido do empurrão do piezo. O alongamento $\Delta l = l_f - l_i$ (comprimento final - comprimento inicial) neste caso é positivo (o filme estica) e o sinal da magnetostricção $\Delta l/l = (l_f - l_i)/l_i$ também. Conclui-se portanto, que neste caso, uma variação negativa no sinal corresponde a magnetostricção positiva.

O procedimento de medida

O tamanho do filme deve ser 5cm de comprimento por 1.2 a 1.5cm de largura, para adaptar-se às dimensões do porta amostra. A espessura do substrato deve ser a menor possível. Em todas as medidas utilizou-se substratos de vidro com 0.20mm de espessura. O diagrama do aparato completo para a realização da medida está representado na figura 5.30. O eletroimã com a fonte disponível, fornece campo máximo de 8.5KGauss , com uma separação entre polos de aproximadamente 10cm . Estes tem um diâmetro de 18cm , o que assegura uma homogeneidade no campo na região da amostra. O campo é medido com um sensor Hall com sensibilidade de 0.716mv/Kgauss . Este sinal é amplificado e detectado por uma das quatro entradas conversoras analógica/digital disponíveis no Lock-in. O eletroimã tem o recurso de girar em torno de seu eixo variando o ângulo do campo em relação à amostra, percorrendo 180 graus em 140 segundos. O porta amostras pode ser transportado facilmente permitindo que o filme seja inserido comodamente e com o devido cuidado. Ele está suspenso por uma barra rígida presa a uma plataforma onde estão conectados os terminais BNC. Esta plataforma dispõe de parafusos niveladores que permitem um ajuste grosseiro na posição do plano do filme em relação ao campo. Um ajuste fino é conseguido por 3 parafusos junto ao porta amostras na região do campo.

A medida pode ser feita em função do ângulo, com o campo constante e o imã em

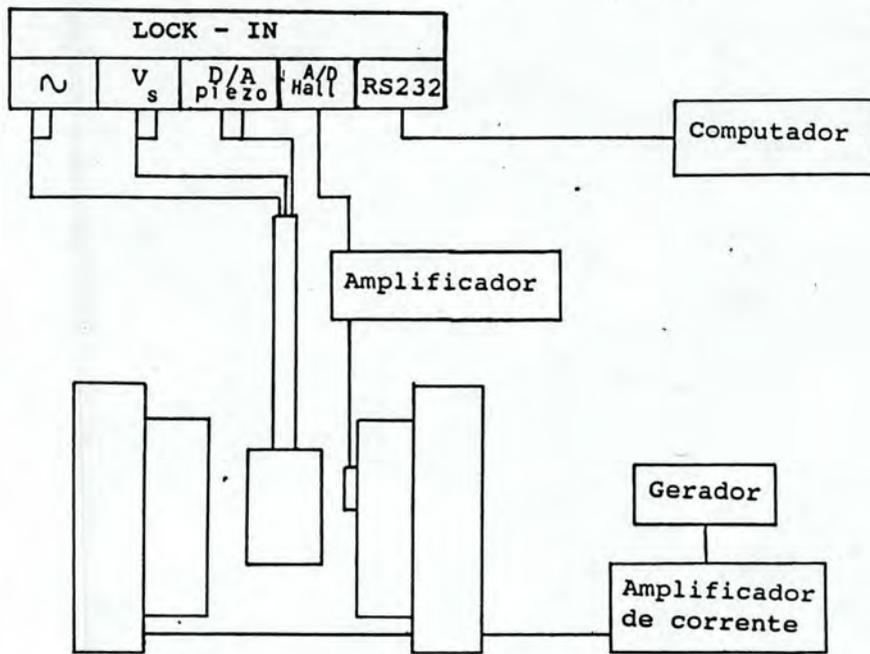
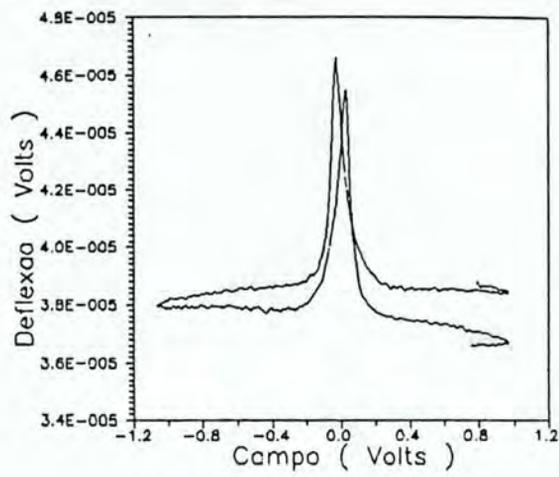


Figura 5.30: Diagrama do experimento completo.

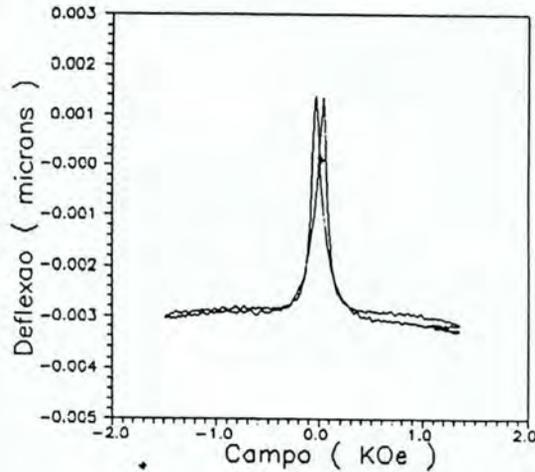
rotação. Assim tem-se um gráfico de aspecto senoidal cuja amplitude é proporcional a magnetostricção de saturação. As curvas de histerese são obtidas para um ângulo fixo e com variação no campo.

Problemas

O sinal apresenta uma pequena variação linear com o tempo "drift". Isto causa a abertura da curva magnetostrictiva e seu efeito é tanto maior quanto menor for a variação do sinal magnetostrictivo observado. O drift pode ser considerado constante durante o intervalo de tempo da medida com magnitude da ordem de $10^{-8}V/s$, apresentando característica de flutuação em longos intervalos (da ordem de 30 min). O programa de aquisição de dados registra junto com os sinais de campo e deslocamento o tempo associado a cada ponto. Com isto é feita a correção do sinal descontando-se o drift. Na figura 5.31 observa-se uma curva magnetostrictiva antes e depois da compensação.



a)



b)

Figura 5.31: a) Curvas de histereses magnetostrictivas da multicamada Co/Pd mostrando o efeito do "drift" no sinal da deflexão. b) As mesmas curvas após a desconvolução deste "drift".

A origem do "drift" pode estar associado a algum potencial flutuante na proximidade das placas ou da disposição das conexões. Outra causa do efeito pode ser a instabilidade térmica que também provocaria a deflexão do filme por expansão térmica. A maioria dos metais experimentam uma variação relativa ($\Delta l/l$) de comprimento da ordem de 10^{-5} para uma variação de $1^\circ C$ na temperatura. Portanto é ideal que exista uma estabilidade térmica da ordem de $0.1^\circ C$ pelo menos.

A inclinação entre o plano do filme e a direção do campo é outro fator de erro, como descrito por Tam e Schroeder [40]. Esta inclinação origina um torque que atua gerando

uma deflexão extra na amostra. O ângulo de deflexão correspondente a este torque é dado por

$$\Phi' = \frac{6(1 - \nu_s)M_s H \theta t_f l^2}{E_s t_s^3} \quad (5.40)$$

onde H é o campo aplicado, M_s é a magnetização de saturação e θ é o ângulo entre o campo e o plano da amostra. Observa-se que o efeito é maior para altos campos e para grande inclinação do plano da amostra. A relação entre os ângulos de deflexão causados pela magnetostricção e pelo torque é dado por

$$\frac{\Phi}{Phi'} = \frac{E_f t_s \lambda}{(1 + \nu_f) l M_s H \theta} \quad (5.41)$$

Para materiais macios que saturam a campos baixos ($H = 10$ Oe), mesmo tendo magnetostricção pequena da ordem de 10^{-7} e ângulo de desalinhamento razoavelmente grandes $\approx 1^\circ$, o efeito é desprezível. Observa-se portanto que pode haver uma combinação de fatores para minimizar a contribuição do torque. Os resultados experimentais evidenciaram estes efeitos, principalmente para amostras com magnetostricção pequena. Na figura 5.32 a observa-se a mudança da forma da curva magnetostrictiva com a variação do ângulo de desalinhamento. Para materiais que não preenchem as condições ideais para a medida é importante então minimizar este ângulo. O instrumento construído neste trabalho não incorpora um medidor do ângulo de desalinhamento, portanto uma desconvolução fica inviabilizada. Adotou-se como critério de alinhamento a comparação da forma das curvas para alguns ângulos, ajustados pelos parafusos no porta amostra. A curva que apresentar em altos campos a menor variação na deflexão é considerada como tendo o menor ângulo θ .

5.5 Método desenvolvido neste trabalho para determinar a tensão em filmes

Os métodos de medir o stress em filmes em geral baseiam-se na medida da curvatura do substrato [51]. Para isto é comum relacionar o ângulo de reflexão de um feixe laser sobre a

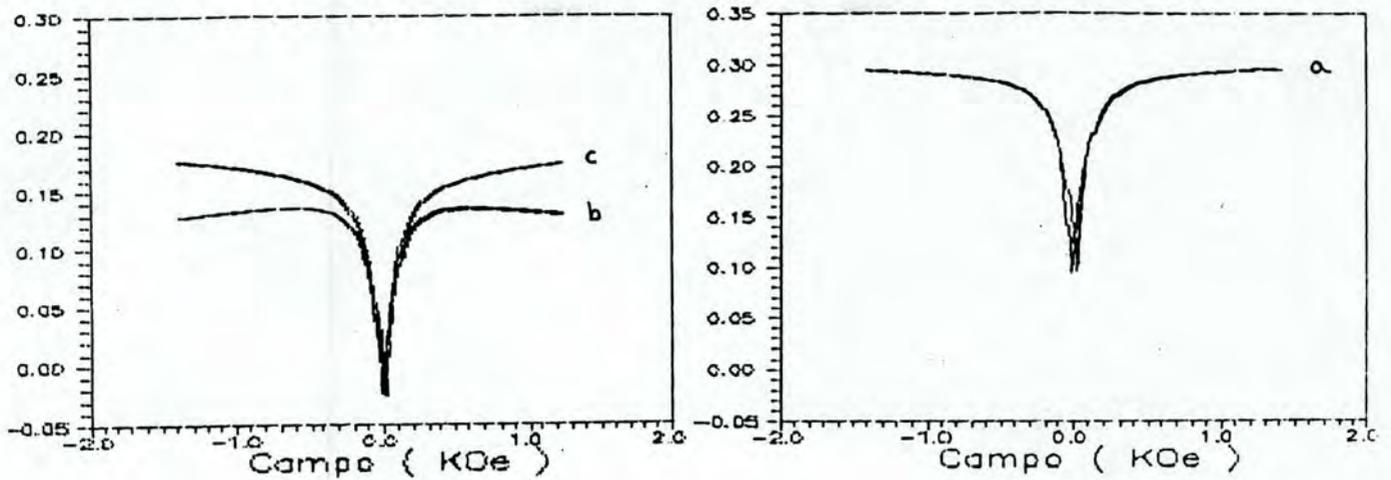


Figura 5.32: Aspecto das curvas de histereses magnetostrictivas sob a influência do torque originado pelo desalinhamento θ do plano da amostra em relação ao campo, para amostras de níquel policristalino com 1500 Å de espessura. a) Curva com θ mínimo b) $\theta \approx -2^\circ$ c) $\theta \approx 2^\circ$.

superfície com a sua deformação [52]. Há verificação experimental de que a curvatura de um filme tensionado é tipicamente parabólica [53] [54]. A figura 5.33 sugere esta deformação.

Pode-se então estabelecer que

$$y(x) = ax^2 \tag{5.42}$$

onde $y(x)$ é a altura da deformação a partir da posição x em relação ao centro da amostra. Foi desenvolvido neste trabalho um método para estimar o valor do coeficiente "a" relacionando a posição de um feixe de laser num anteparo após incidir sobre o filme numa posição x . A figura 5.32 ilustra o procedimento experimental. A tensão é calculada pela expressão [54]

$$\sigma = \frac{4E\delta t_s^2}{3(1-\nu)l^2 t_f} \tag{5.43}$$

onde t_s e t_f são as espessuras do substrato e do filme respectivamente, E e ν são o módulo

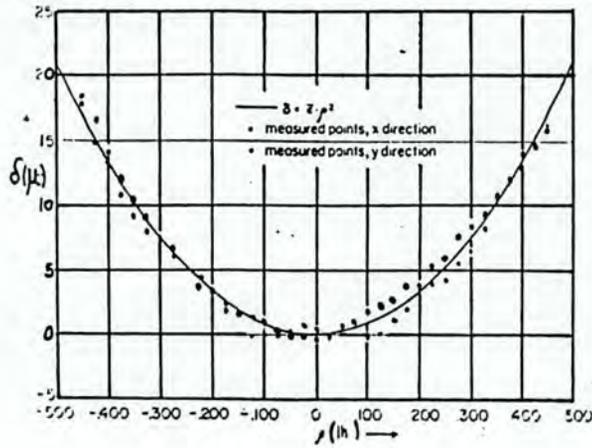


Figura 5.33: Deformação parabólica originada pelo "stress" do filme sob o substrato [53] .

de Young e o coeficiente de Poisson do substrato. O parâmetro δ é a deflexão no meio do substrato, como observado na figura 5.33.

O feixe do Laser incide sobre o filme numa posição x conhecida e reflete sobre o anteparo localizado numa distância razoavelmente longa do filme. O objetivo do desenvolvimento a seguir é relacionar a distância da reflexão no anteparo com o ponto de incidência na mostra extraindo o coeficiente "a" da parábola que descreve a sua deformação. Em cada ponto de incidência é definida uma reta normal a superfície. Se o feixe do laser estiver sempre paralelo ao eixo OA, o ângulo de incidência em relação à normal a superfície da amostra é experimentalmente obtido por

$$\tan 2\theta = \frac{D + x}{L} \quad (5.44)$$

Onde D é a distância entre o ponto A e o ponto refletido. O ponto A é obtido com a incidência do feixe na posição $x=0$, equivalendo a $D = 0$, e L é a distância do filme ao anteparo (7.49 m). Pode-se observar que θ depende da posição em que o feixe incide sobre a amostra. A equação da reta normal ao segmento de uma parábola é dada por

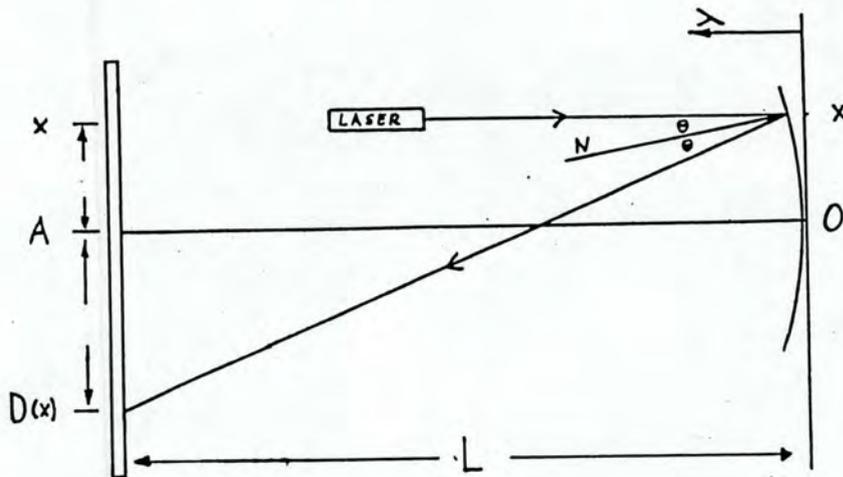


Figura 5.34: Disposição do feixe de laser, do filme e do anteparo utilizados para estimar a curvatura do filme.

$$y_n = -\frac{1}{2ax}x_n + \frac{1}{2a} + ax^2 \quad (5.45)$$

onde y_n e x_n são as coordenadas que definem a reta normal à parábola no ponto x , como mostra a figura 5.35.

Pode-se observar que o ângulo θ entre o feixe do laser e a normal ao plano da amostra é dado por

$$\tan \theta = \frac{x_p(x) - x}{y(x)} \quad (5.46)$$

onde $x_p(x)$ é obtido fazendo $y_n = 0$ na equação 5.45. Logo

$$x_p(x) = 2ax \left(\frac{1}{2a} + ax^2 \right) = x + 2a^2x^3 \quad (5.47)$$

Verificando que $y(x)$ é a equação da parábola pode-se reescrever 5.45 como

$$\tan \theta = \frac{x + 2a^2x^3 - x}{ax^2} = 2ax \quad (5.48)$$

Os valores de θ e x são conhecidos experimentalmente. Logo o valor de a é dado por

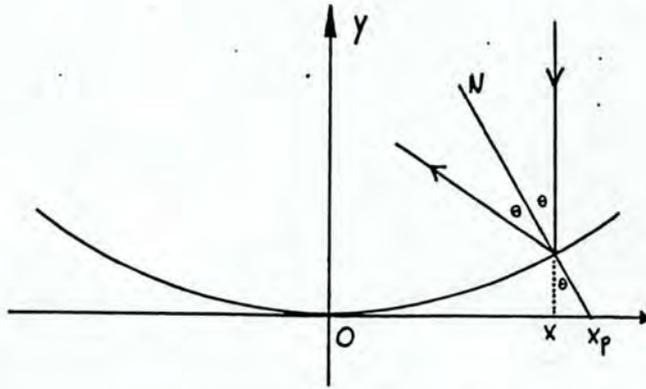


Figura 5.35: Relação entre θ e a reta normal a parábola.

$$a = \frac{\tan \theta}{2x} \quad (5.49)$$

Da relação 5.43 o valor de θ é

$$\theta = \frac{1}{2} \arctan \frac{D+x}{L} \quad (5.50)$$

O valor de a é obtido substituindo-se a expressão 5.49 na 5.48 para vários valores de x e os respectivos $D(x)$. Para melhorar a precisão do valor de a é feito o ajuste por uma reta na relação experimental $D(x) vs x$, como observado na figura 5.36. A relação 5.48 é reescrita então em função dos valores contínuos da reta ajustada para $D(x)$ resultando:

$$a(x) = \frac{1}{2x} \tan \left(\frac{1}{2} \arctan \frac{D(x) + x}{L} \right) \quad (5.51)$$

O procedimento adotado consiste em medir D para 9 valores de x , espaçados de 0.5cm . Para isto o laser fica fixo e a camostra, montada sob um suporte adequado, movimentar-se no sentido vertical. Este movimento é controlado com boa precisão por um mecanismo incorporado no suporte. É importante identificar a face em que o laser incide para relacionar a concavidade com o sinal da tensão. Uma superfície convexa com o filme voltado para a face de incidência é descrita por uma equação com a positivo, neste caso o filme encontra-se tensionado ($\sigma < 0$). Se a superfície fosse côncava ($a < 0$) com a face do filme ainda voltada

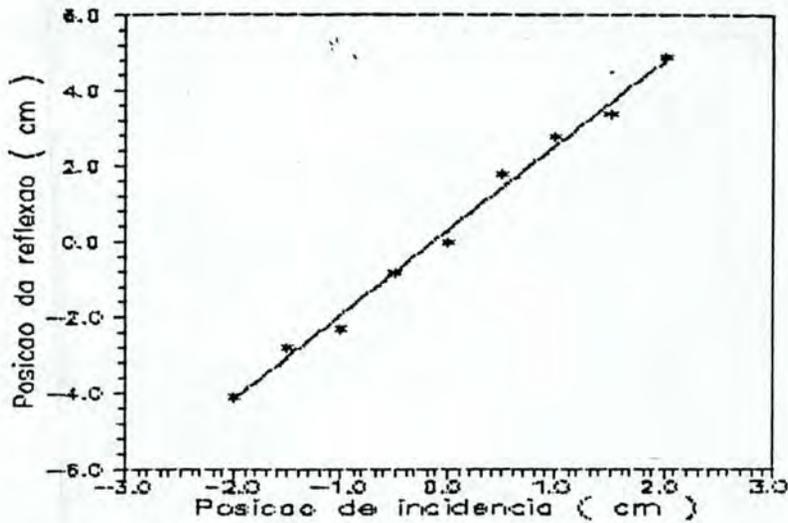


Figura 5.36: Relação experimental típica $D(x)$ vs x .

para o laser este estaria comprimido ($\sigma > 0$). Estes argumentos devem ser considerados para obter o sinal da tensão quando se obtém o seu valor pela expressão 5.50. O ponto do laser refletido no anteparo, localizado a 7.49m da amostra, é anotado manualmente, procurando-se registrar o ponto central do círculo iluminado. Para esta distância do anteparo o seu diâmetro é da ordem de 1,5cm. As distâncias relacionadas a estes pontos são medidas em relação ao ponto refletido no centro da amostra com $x = 0$. A tensão é obtida após o cálculo da deflexão δ no meio do substrato, que é obtido calculando o valor de y para $x = 2.5cm$, metade do comprimento da amostra. A precisão do método está limitada pela medida do valor de D . Os valores do coeficiente da parábola obtidos são da ordem de $10^{-3}cm^{-1}$, com uma variação de $10^{-4}cm^{-1}$ entre várias medidas de uma mesma amostra. O valor de δ obtido é da ordem de 50μ com resolução de 1μ .

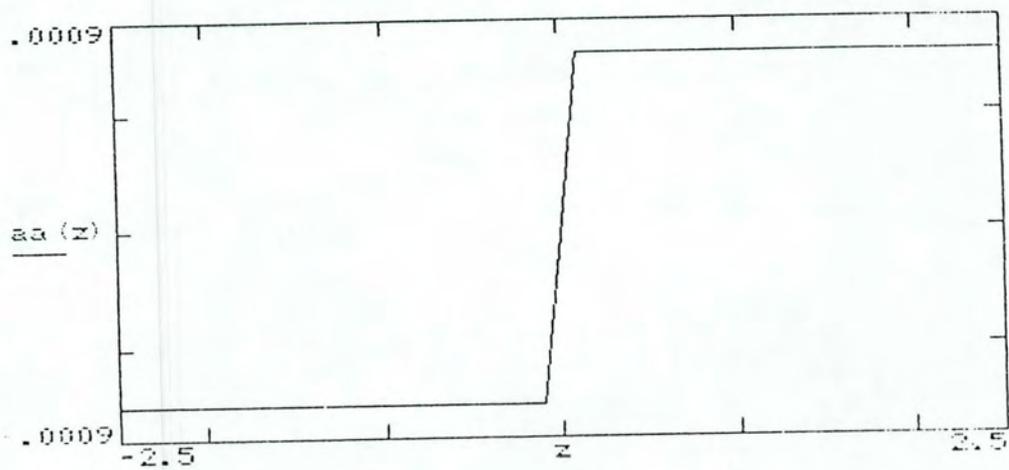


Figura 5.37: Valor do coeficiente da parábola obtido pela equação 5.50 .

Capítulo 6

Características magnetostrictivas do filme de níquel policristalino e da multicamada Co/Pd sujeita a tratamentos térmicos

6.1 Níquel policristalino

O filme foi depositado em substrato de vidro por evaporação com feixe de elétrons em vácuo de 10^{-8} torr. A espessura nominal é de 150 nm . O comportamento magnetostrictivo de filmes de níquel é bastante conhecido [56], [10] e [37] e portanto foi utilizado como calibrador do instrumento desenvolvido. Sendo de simetria cúbica é usualmente utilizado a equação de duas constantes para caracterizar a sua magnetostricção sendo que os valores para amostras massivas $\lambda_{111} = -24 \times 10^{-6}$ e $\lambda_{100} = -46 \times 10^{-6}$ são normalmente utilizados. O material policristalino tem como valor geralmente aceito -34×10^{-6} para λ_{si} concordando bem com o valor estimado pela relação de Akulov

$$\overline{\lambda_{si}} = \frac{2}{5}\lambda_{100} + \frac{3}{5}\lambda_{111} \quad (6.1)$$

para materiais policristalinos. O valor do módulo de Young adotado para o filme foi o mesmo valor do níquel massivo $2.1 \times 10^{11} \text{ N/m}^2$. O coeficiente de Poisson utilizado é 0.33. O módulo de Young do substrato de vidro é $4 \times 10^{12} \text{ N/m}^2$ e o respectivo coeficiente de Poisson utilizado foi 0.23.

A figura 6.1 mostra as curvas de magnetostricção obtidas para o campo aplicado na direção da medida (paralela ao maior comprimento do substrato) e perpendicular a esta.

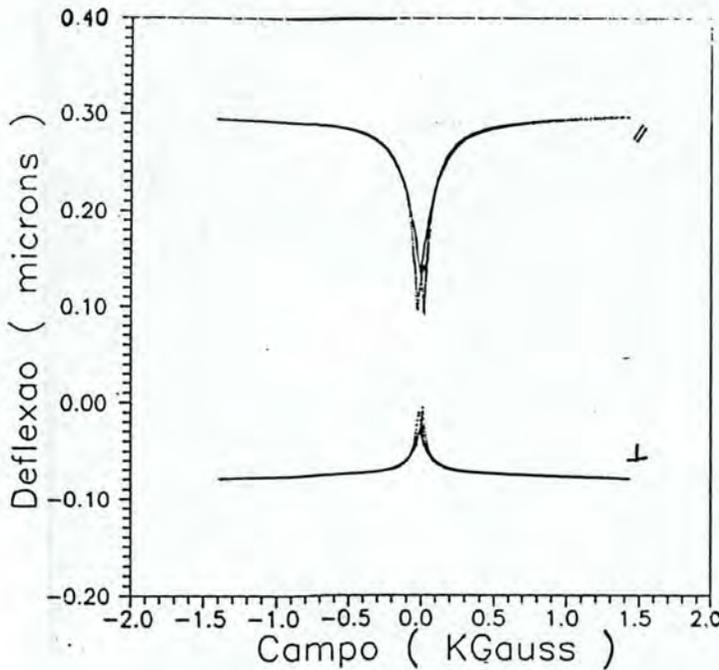


Figura 6.1: Curvas de deflexão para campo paralelo (||) e perpendicular(\perp) à direção de medida para o filme de níquel.

As curvas representam a deflexão da extremidade livre do filme. A deflexão para cima indica alongamento negativo e para baixo alongamento positivo. Na curva paralela ao campo, a partir do ponto inicial com campo nulo, observa-se uma pequena deflexão para baixo atingindo um mínimo em H_c (este valor concorda com o obtido na curva de magnetização da figura 6.2) e para valores crescentes de campo até 500 Oe ocorre uma grande deflexão para cima, saturando para campos maiores que 1kOe. No ramo rotulado "perpendicular" observa-se a partir do campo nulo, uma pequena deflexão para cima (contração do filme) atingindo um máximo em H_c . A partir daí ocorre a deflexão para baixo (expansão) permanecendo constante a partir de 500 Oe. Esta mudança de sinal na magnetostricção, durante o processo de magnetização esta relacionado com a evolução da estrutura de domínios

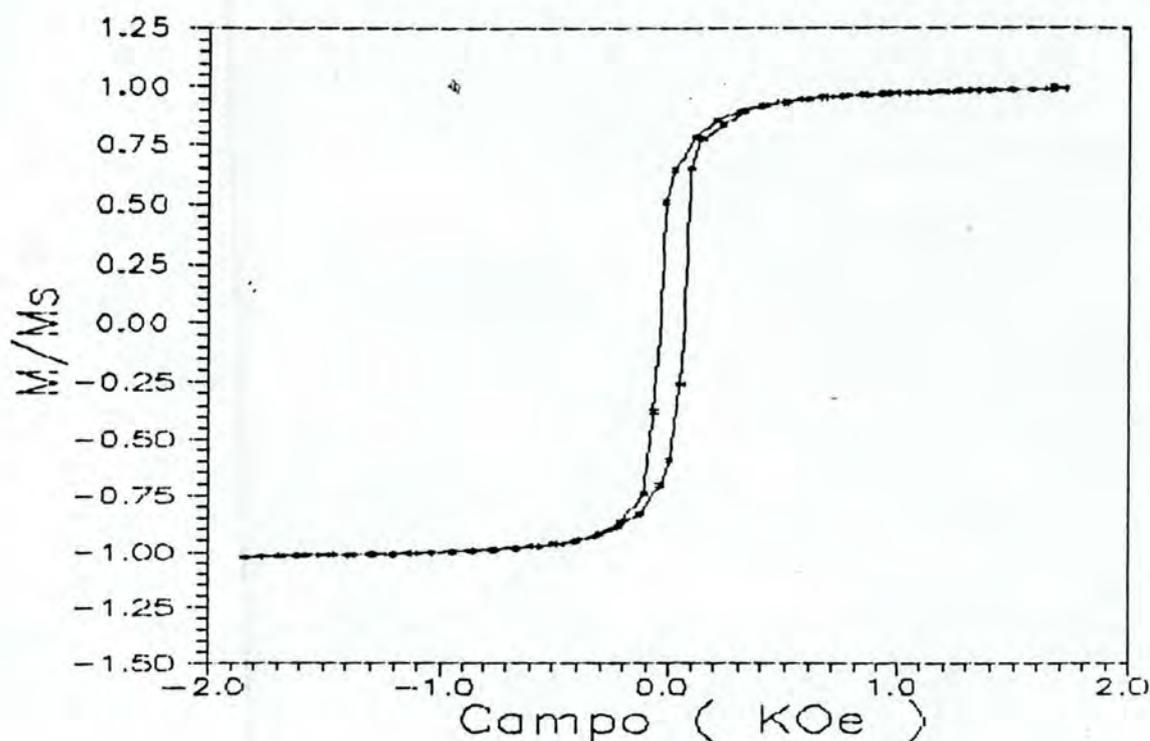


Figura 6.2: Curva de magnetização do filme de níquel.

Observa-se ainda na figura 6.1 que os valores de magnetostricção para campo nulo não são iguais para as duas orientações de medida. Isto leva-nos a considerar que o estado de magnetostricção nula é fortemente influenciado pela história magnética nesta amostra específica, pelo favorecimento de orientações de domínios no estado desmagnetizado dependentes da direção de aplicação do campo. A curva de magnetostricção em função do ângulo entre o campo e a amostra, mostrado na figura 6.3, tem amplitude igual a separação dos ramos paralelo e perpendicular da fig. 6.1 indicando que esta separação não é resultado de "drift" do sinal durante a medida. A curva da fig 6.3, é descrita pela expressão

$$\lambda_{\theta} = \frac{3}{2} \lambda_{si} \left(\cos^2 \theta - \frac{1}{3} \right) \quad (6.2)$$

válida para um material isotrópico, que neste caso é devido a policristalinidade do filme.

O valor de magnetostricção de saturação é definido para a direção da aplicação do campo a partir de um estado desmagnetizado ideal. Neste caso este estado está entre as curvas paralela e perpendicular. O valor -34×10^{-6} é considerado entre este ponto e a saturação paralela, e equivale a $\frac{2}{3}$ da magnetostricção entre orientações paralela e perpendicular.

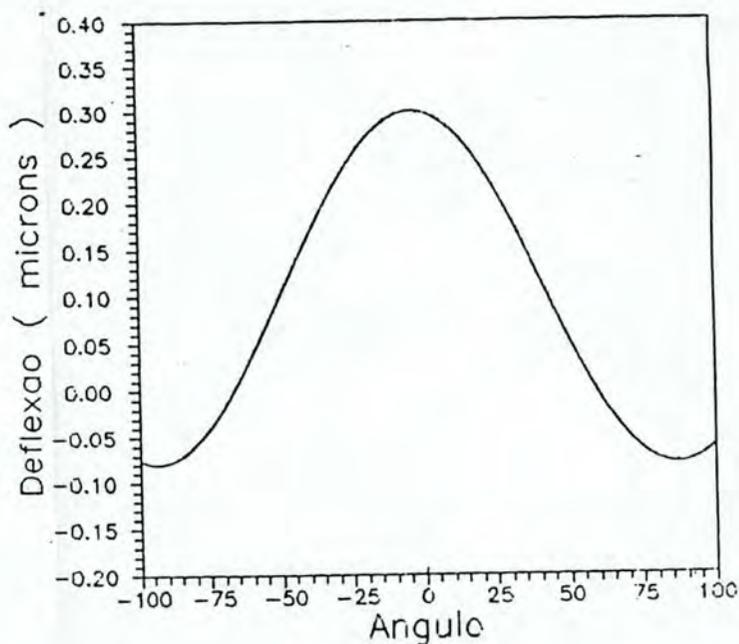


Figura 6.3: Curva de magnetostricção do níquel em função do ângulo entre o campo e a direção de medida da magnetostricção, no regime saturado.

O valor negativo de λ_θ em relação a uma referência entre as duas histereses, a partir de $\theta > 54.7$, como indica a equação 6.3, caracteriza a conservação de volume do filme, ou seja, ocorre um alongamento na direção do campo enquanto na direção perpendicular a esta há um encolhimento.

6.2 Sistema multicamada Co/Pd

A multicamada Co/Pd foi depositada em substrato de vidro coberto com uma camada de cromo e outra de prata, com 20\AA cada, para evitar segregação de impurezas do substrato para o filme no tratamento térmico. Sobre a camada base depositou-se alternadamente Cobalto, com espessura de 17.5\AA e Paládio com 39.5\AA , num total de 18 bicamadas. A figura 6.4 representa esta estrutura.

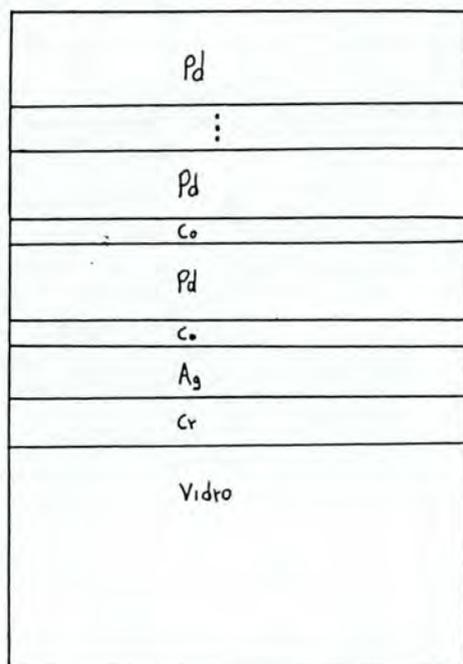


Figura 6.4: Estrutura da multicamada Co/Pd.

Utilizou-se a evaporação por canhão de elétrons para a deposição, em vácuo de 10^{-6} torr. Foram depositados 5 amostras sendo 4 submetidas a tratamento térmico em 250, 300, 350 e $420\text{ }^{\circ}\text{C}$. A espessura do filme, o caráter de multicamada e a sua evolução estrutural com os tratamentos térmicos foram determinados por difratometria de raios-x. A caracterização magnética foi feita utilizando-se um magnetômetro de amostra vibrante e o magnetostrictômetro desenvolvido neste trabalho.

6.2.1 Tratamento térmico

O tratamento térmico foi feito em ambiente com fluxo de Hélio resultante da evaporação de Hélio liquefeito, minimizando à provável oxidação devida ao baixo vácuo obtido no sistema (10^{-3} torr). O forno utilizado tem como elemento aquecedor uma lâmpada halógena, cuja radiação incide diretamente sobre a amostra. A mesa de suporte da amostra, pelo seu reduzido volume permite um rápido aquecimento e resfriamento, cujo controle é feito por fluxo de água em tubos soldados na mesa. Um termopar de Pt-PtRd é utilizado para monitorar a temperatura. Na figura 6.5 observa-se uma curva de tratamento típica obtida. Todos os tratamentos tiveram a duração de 30 min.

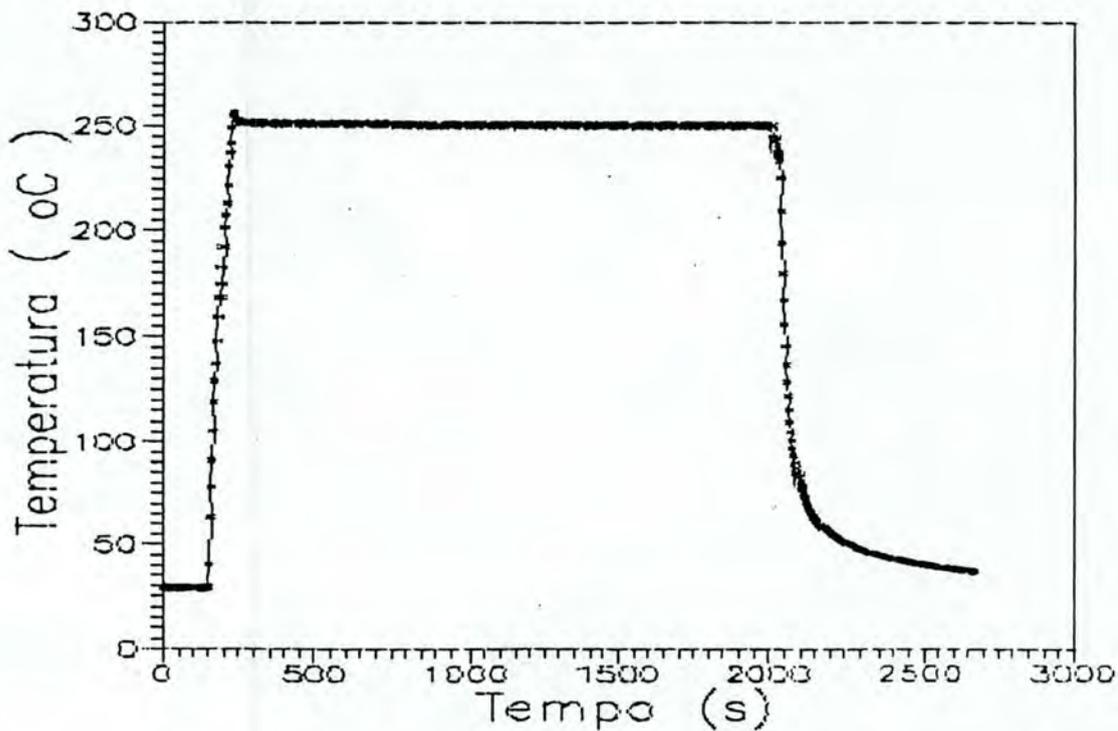


Figura 6.5: Curva de tratamento térmico utilizado.

6.2.2 Difração de raios-x

A figura 6.6 mostra as difratometrias de raio X para cada amostra sujeita à temperatura indicada. Em 6.6.a observa-se 4 linhas satélites com a modulação em torno do pico principal do paládio. Isto evidencia o caráter de multicamada. Em 6.6.b, para temperatura de 250°C , percebe-se uma pequena modificação nas intensidades dos picos, não comprometendo entretanto a estrutura original. Para 300°C , no espectro 6.6.c, surge uma quinta linha em $2\theta = 40.60$, alterando-se ainda mais a relação de intensidades dos picos da multicamada. Este pico em 40.60° não identifica-se com nenhum siliceto ou óxido que pudesse resultar durante o tratamento. Na tabela 6.1, estão relacionadas as posições das linhas mais intensas destes silicetos.

Pd_4Si	38.95_x	45.54_5	65.70_{20}
Pd_5Si	40.99_x	38.10_8	40.04_8
Pd_4Si	38.10_x	41.58_8	43.04_8
Pd_4Si	40.23_x	39.49_8	37.93_6
$(\text{PdSi})_8$	30.27_x	44.60_x	43.04_8
$(\text{Pd}_2\text{Si})_9$	38.27_x	41.78_8	42.61_8
Pd_4	40.04_x	46.53_4	67.86_3
$\text{Co}_2\text{ hcp}$	47.57_x	44.83_6	41.58_2
$\text{Co}_4\text{ fcc}$	44.14_x	51.59_4	76.08_2

Tabela 6.1: Posição dos picos de difração de raios x para silicetos de paládio.

Silicetos de Cobalto e óxidos relacionados também não correspondem ao pico observado.

A interpretação para o surgimento do pico em $40,6^{\circ}$ baseia-se na formação de liga de Co-Pd. A estrutura desta liga, descrita como cúbica de face centrada, tem o parâmetro de rede dependente da concentração de seus constituintes, como observa-se na figura 6.7.

Calculando as distâncias interplanares para um parâmetro de rede $a = 3.84\text{\AA}$ [8], extrapolado do gráfico 6.7 para uma liga com concentração atômica de Co de 16.5%, obtém-se as posições dos picos de difração de raios-x relacionados na tabela 6.2.

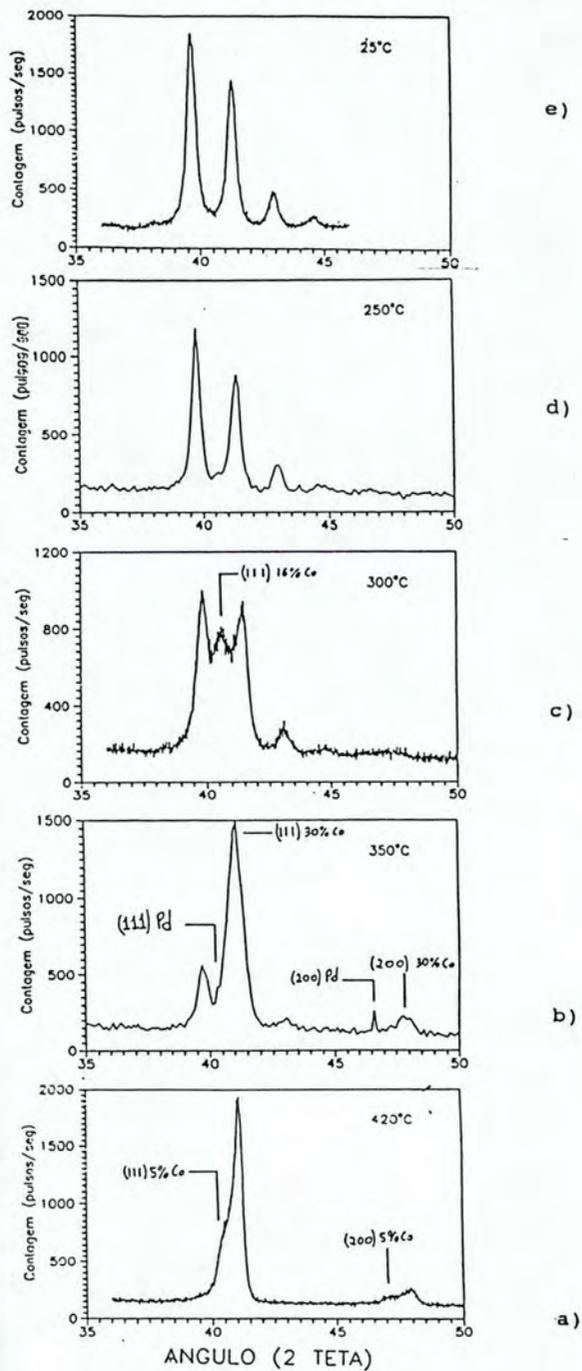


Figura 6.6: Difratométricas de raios-x para cada tratamento térmico. a) como depositado, b) 250°C, c) 300°C, d) 350°C, e) 420°C, todos durante 30 minutos.

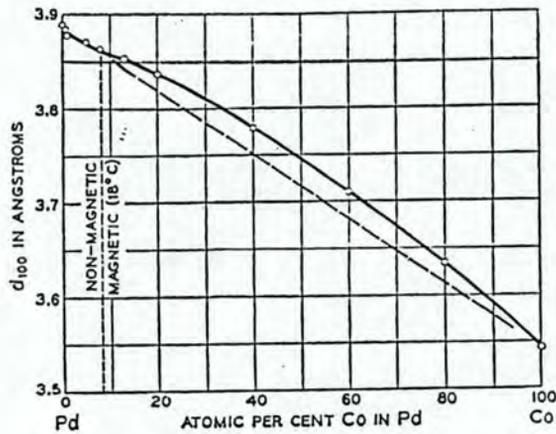


Fig. 8. Lattice constants of Co-Pd alloys.

Figura 6.7: Dependência do parâmetro de rede da liga Co-Pd em função da concentração de Cobalto [59] .

plano (hkl)	$d(hkl)$ Å	2θ
100	3.84	
110	2.71	32.96
111	2.22	40.66*
200	1.92	47.30

Tabela 6.2: Distâncias interplanares e respectivas posições dos picos de difração de raios x para a liga Co-Pd com 16.5% de Cobalto.

O ângulo indicado por asterisco aparece no espectro experimental. A presença dos picos originais da multicamada asseguram que a estrutura ainda permanece e que coexiste com a liga que se forma.

O espectro de difração da fig 6.6, correspondente ao tratamento realizado em $350^{\circ}C$ mostra que houve um aumento de intensidade do quarto pico anterior, e uma diminuição mais acentuada nos picos da multicamda, com sua quase total extinção. Observa-se que o quarto pico não está na mesma posição anterior, encontrando-se agora em $2\theta = 41.1^{\circ}$.

Além do deslocamento do quarto pico surgem um em $2\theta = 46.6$ e outro em $2\theta = 47.8$. Isto pode ser interpretado também como a formação de liga com uma concentração diferente da anterior. Calculando as distâncias interplanares para um parâmetro de rede cúbico com $a = 3.8$ correspondendo a uma concentração atômica de 30 % de cobalto, pela interpolação do gráfico 6.7, obtém-se as posições das linhas de difração dadas na tabela 6.3.

plano (hkl)	d(hkl) Å	2θ
100	3.80	23.39
110	2.69	33.28
111	2.19	41.10*
200	1.90	47.83*
201	1.69	53.92
211	1.55	59.59

Tabela 6.3: Distâncias interplanares e respectivas posições dos picos de difração de raios x para a liga Co-Pd com 30 % de Cobalto. Os ângulos assinalados com asterisco estão presentes no espectro.

A linha em $2\theta = 46.6^\circ$ e o pequeno ressalto na base do pico principal localizado em $2\theta = 40.4^\circ$, são identificados como sendo de paládio puro, desde que se considere o provável deslocamento da posição em $2\theta = 40.4^\circ$ para $2\theta = 40.04^\circ$, devido à proximidade com a outra linha.

No último tratamento térmico em 420° , o espectro da figura 6.6.e mostra a completa extinção da multicamada, pois não são observados os picos satélites. A linha principal do tratamento em $350^\circ C$ aumenta de intensidade mas não muda de posição em $420^\circ C$. Entretanto aparece uma deformação a esquerda desta linha estimada como centrada em $2\theta \approx 40.26^\circ$. A linha observada em 47.8° do tratamento anterior também esta presente, surgindo ainda uma pequena elevação em aproximadamente 47° . Repetindo-se os cálculos para um parâmetro de rede de 3.879 \AA que equivale a uma liga com concentração de cobalto entre 1% e 5% tem-se as posições das linhas de difração dadas na tabela 6.4.

plano (hkl)	d(hkl) Å	2 θ
100	3.88	22.92
110	2.74	33.65
111	2.24	40.26*
200	1.94	46.84*
201	1.73	52.76
211	1.58	58.26

Tabela 6.4: Distâncias interplanares e respectivas posições das linhas de difração de raios x para a liga Co-Pd com $\approx 5.0\%$ de Cobalto. Os ângulos assinalados com asterisco estão presentes no espectro da amostra tratada a $420^{\circ}C$, junto com as linhas obtidas para o tratamento em $350^{\circ}C$.

É conclusivo portanto que nesta última amostra existem duas fases predominantes da liga, uma com concentração de 30% de cobalto e outra com concentração em torno de 5% .

Zhang et al [60] descrevem o espectro de difração de raios x para a liga de Fe_{1-x}/Pd_x onde observa-se a mesma textura fcc com linha (111) mais intensa assim como a linha (200). Não aparecem as outras linhas com índices de Miller maiores, caracterizado-se portanto uma estrutura de grão cujo plano (111), é paralelo ao plano do filme. Na figura 6.8 observa-se o espectro de difração para a liga de Fe-Pd.

Sato [61], fez tratamentos térmicos em multicamadas Co/Pd crescidos epitaxialmente não obtendo a formação de liga para a maior temperatura utilizada neste trabalho. Den Broeder et al [62], descrevem o processo de difusão em função do tempo devido ao tratamento térmico, para temperaturas até $400^{\circ}C$ em multicamadas Co/Pd $200 \times (4.7\text{Å}/10.6\text{Å})$ preparadas por deposição de vapor. Observam que este processo inicializa em $300^{\circ}C$, muito intenso na primeira meia hora de tratamento e com uma atenuação gradual a medida que evolui. Obtém uma característica de material macio magneticamente para baixos campos, na curva de magnetização paralela ao plano do filme para a amostra tratada em $350^{\circ}C$. Isto estaria relacionado com a homogeneidade da estrutura, resultado de um processo de

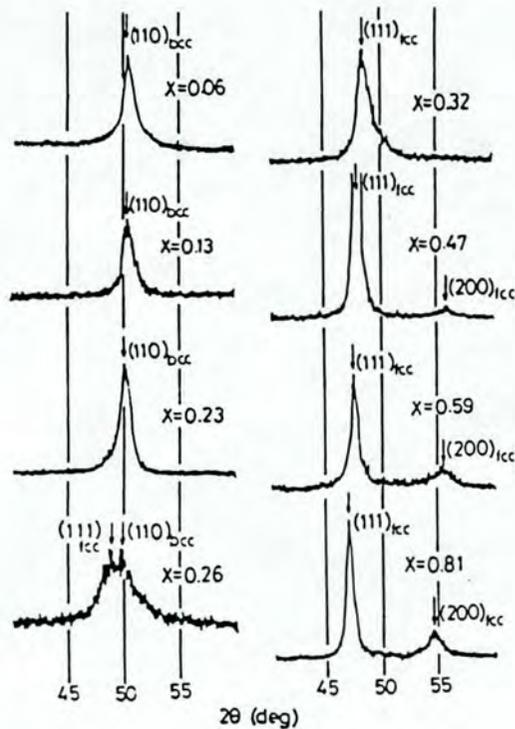


Figura 6.8: Padrão de difração de raios-x da liga $Fe_{1-x}Pd_x$ [60]

difusão ao longo dos contornos de grão.

6.2.3 Caracterização magnética

Magnetização de saturação

As medidas de magnetização foram realizadas com um magnetômetro de amostra vibrante com resolução de 10^{-6} emu. Na figura 6.9 observa-se a curva de M_s em função da temperatura de tratamento.

Na tabela 6.5 os valores de M_s calculadas em relação ao volume inicial de cobalto mostram um valor maior que o do cobalto massivo (1422 emu/cm^3) até a temperatura de 300°C .

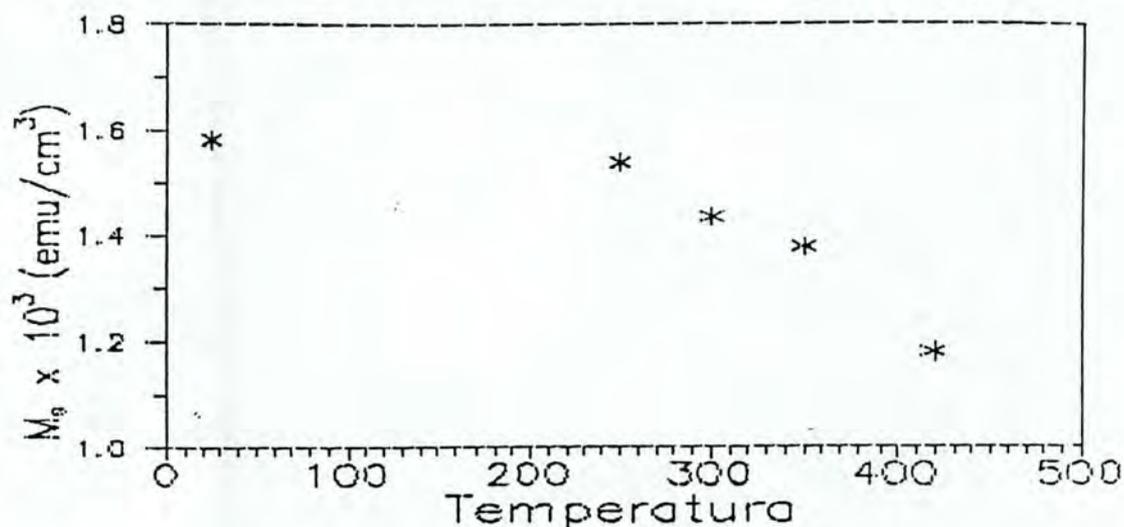


Figura 6.9: Magnetização de saturação por volume de cobalto em função da temperatura de tratamento térmico.

Ligas de Co-Pd mostram um aumento no momento magnético por átomo de cobalto dependente da concentração de cobalto na liga. Isto deve-se a polarização do paládio induzida pelos cobaltos vizinhos [63]. Estudos de ressonância magnética nuclear mostram que os momentos magnéticos dos átomos de cobalto não mudam em função da concentração de paládio, sendo constante em $1.72\mu_B$, o mesmo valor observado no cobalto puro. A temperatura de Curie da liga também depende da concentração de cobalto. Para concentração menor que $\approx 9\%$, T_c fica abaixo da temperatura ambiente, como pode ser observado na figura 6.10.

O maior valor de magnetização de saturação na amostra como deposi tada sugere que as interfaces favorecem a "maior polarização" do paládio por formar uma liga com maior concentração de cobalto localmente, como descrito por Den Broeder et al [62]. No tratamento em 250°C praticamente não há evolução no valor de M_s , em concordância com a pequena mudança estrutural observada pela difração de raios-x. Em 300°C a queda em M_s reflete a dissociação parcial da estrutura de multicamada que efetivava uma maior polari-

T	$M_s(emu/cm^3)$
25	1584
250	1539
300	1434
350	1377
420	1180

Tabela 6.5: Magnetização de saturação em função da temperatura de tratamento. Na segunda coluna M_s é obtido em relação ao volume de cobalto.

zação nos paládios dando lugar a uma liga com 16% de cobalto cujos momentos polarizados ($0.4\mu_B/Pd$) são menores na razão de 2/3 em relação ao momento induzido ao paládio na interface onde presume-se que a concentração seja 50% de Co ($0.6\mu_B / Pd$), conforme é observado na figura 6.11. Da relação de intensidades entre os picos da multicamada e da liga conclui-se que a quantidade de "liga de interface" (50% Co- 50% Pd) diminui, estabelecendo a liga mais diluída em regiões limitadas, e não preferencialmente ao longo da interface, uma vez que o espectro de difração começa a perder o caráter de multicamada. Para 350°C a redução é atribuída a extinção da contribuição de interface dando lugar a regiões com cobalto muito diluído (linha do paládio no espectro de difração) e regiões com liga de 30% de cobalto cujo efeito de polarização é menos efetivo que o da interface. Da figura 6.11 observa-se que nesta liga o paládio assume um momento magnético de $0.5\mu_b$. A obtenção via intensidade das linhas de difração da relação de volumes entre as fases é dificultada pela estrutura muito heterogênea, a priori não se pode relacionar a intensidade da linha da liga com a sua quantidade no sistema. Aparentemente a quantidade de liga 30%Co-Pd é menor que paládio puro resultante. Esta grande quantidade de paládio não polarizado reduziria então a magnetização de saturação.

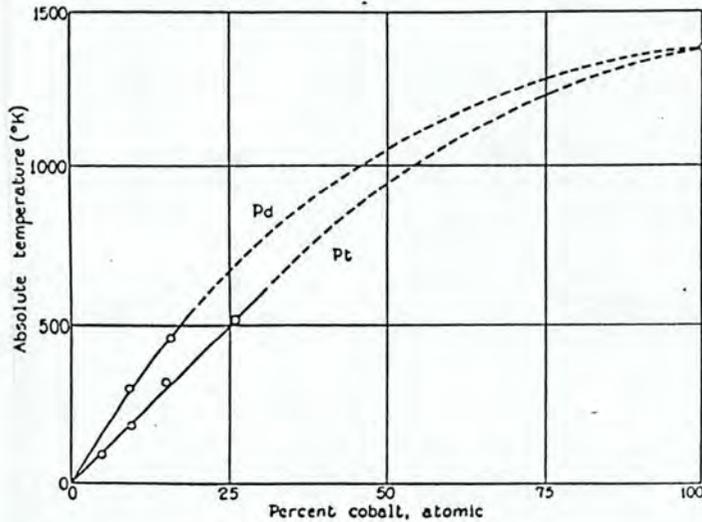


Figura 6.10: Dependência da temperatura de Curie em função da concentração de cobalto. Extraído de Constant [64].

Magnetostricção

O coeficiente de Poisson utilizado para a multicamada foi 0.33 e para o módulo de Young utilizou-se o valor estimado de $2.1 \times 10^{-6} \text{ dyn}/\text{m}^2$, o mesmo valor do cobalto massivo [58]. As constantes elásticas do vidro utilizado são estimadas em 0.22 para o coeficiente de Poisson e $4.0 \times 10^{-6} \text{ dyn}/\text{m}^2$ para o módulo de Young. Na figura 6.12 observa-se as curvas de deslocamento da extremidade do substrato para o campo aplicado na direção de maior comprimento do filme, definida como direção paralela à medida da deformação, e para o campo aplicado na direção perpendicular. Estas curvas mostram um comportamento atípico quanto ao sinal da magnetostricção observada, pois deslocam-se para o mesmo lado, independente da direção de aplicação do campo.

Observa-se portanto um desacordo com a expressão 6.2. que descreve a mudança de sinal da magnetostricção em função da orientação do campo. Isto pode ser consequência da não policristalinidade da amostra ou da não conservação do volume do material, influenciado

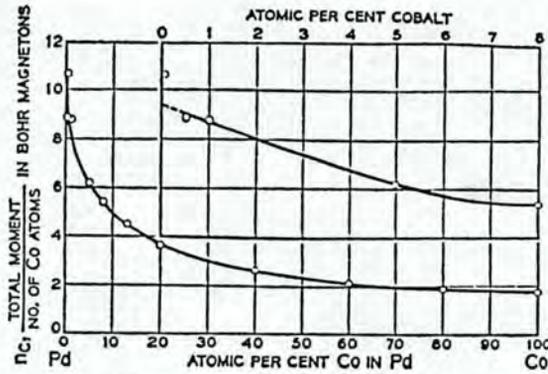


FIG. 6. Moment associated with one cobalt atom at various cobalt concentrations.

Figura 6.11: Momento magnético por átomo de Paládio induzido pela polarização do Cobalto em função da sua concentração na liga [63].

pelo cobalto. O valor da magnetostricção de saturação não pode ser estimada em termos de $2/3$ do deslocamento entre perpendicular e paralelo como indica a equação 6.2. Neste trabalho o seu valor é considerado diretamente do valor da deflexão sem o fator $2/3$. A figura 6.13 mostra a curva de magnetostricção em função do ângulo de aplicação do campo para a amostra como depositada. A amplitude desta curva é proporcional a magnetostricção de saturação. Observa-se ainda que a magnetostricção de engenharia, definida para a direção paralela a partir do campo nulo, é maior que a magnetostricção de saturação, definida como sendo a diferença entre os ramos paralelo e perpendicular.

Todas as amostras apresentam a deflexão do ramo perpendicular no mesmo sentido da paralela, independente do tratamento térmico realizado. A figura 6.14 mostra as curvas de deflexão do substrato para as várias amostras. Os valores da magnetostricção foram calculadas considerando-se o módulo de Young do filme constante e igual a $2.1 \times 10^{12} \text{ dyn/cm}^2$ para todas as amostras, independente da temperatura de tratamento. Os resultados estão mostrados na tabela 6.6, onde estão representadas a deflexão entre os ramos perpendicular e paralelo e o deflexão de engenharia (partindo de campo nulo até a saturação na direção paralela). A espessura considerada no cálculo é 1028 \AA , o total da multicamada.

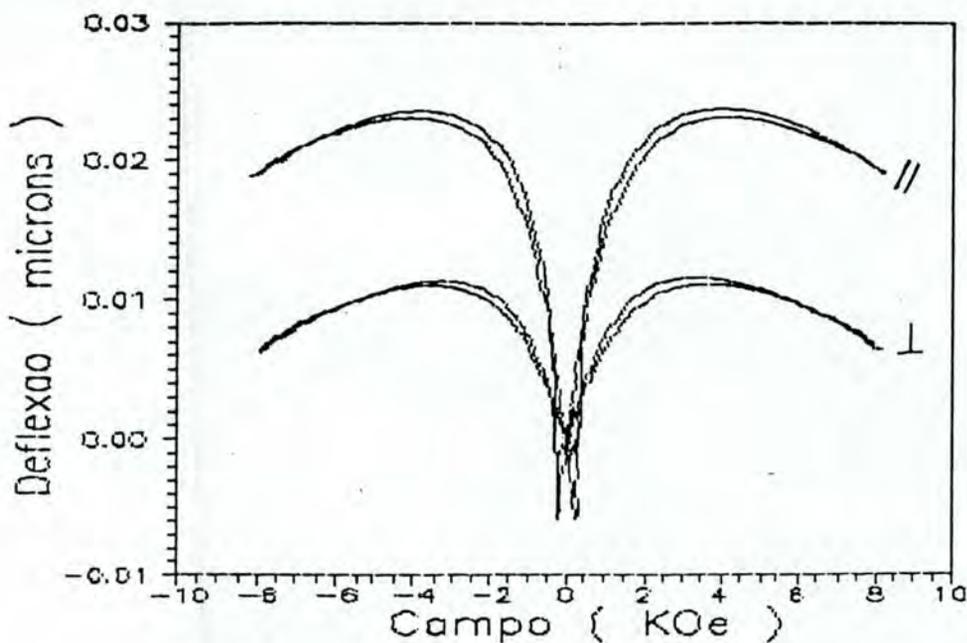


Figura 6.12: Curvas de magnetostricção do Co/Pd como depositado. As curvas paralela e perpendicular mostram o mesmo sinal de magnetostricção.

O aumento na magnetostricção está de acordo com a formação de liga de Co/Pd onde observam-se magnetostricção de saturação uma ordem de grandeza maior que o cobalto policristalino massivo ($\approx -30 \times 10^{-6}$, [66]). Na figura 6.16 são mostrados os valores das constantes de magnetostricção da liga para várias concentrações de Co, obtidas por Tokunaga et al. [65].

O pequeno valor para a amostra como depositada ($\lambda_e = -5.6 \times 10^{-6}$) está de acordo com os valores medidos por Hashimoto et al [67] ($\approx -10 \times 10^{-6}$). Den Broeder et al [62] descrevem que o tratamento térmico ativa processos de difusão por fronteira de grão, e como mostrado pela difração de raios-x, a estrutura de multicamada coexiste com a região de liga. O resultado de Sato [61], cujas multicamadas epitaxiadas formam liga somente em temperaturas acima de 500°C , também sugerem que a região de fronteira de grão, pela sua inhomogeneidade estrutural, torna o processo de difusão ativo a menores temperaturas (a

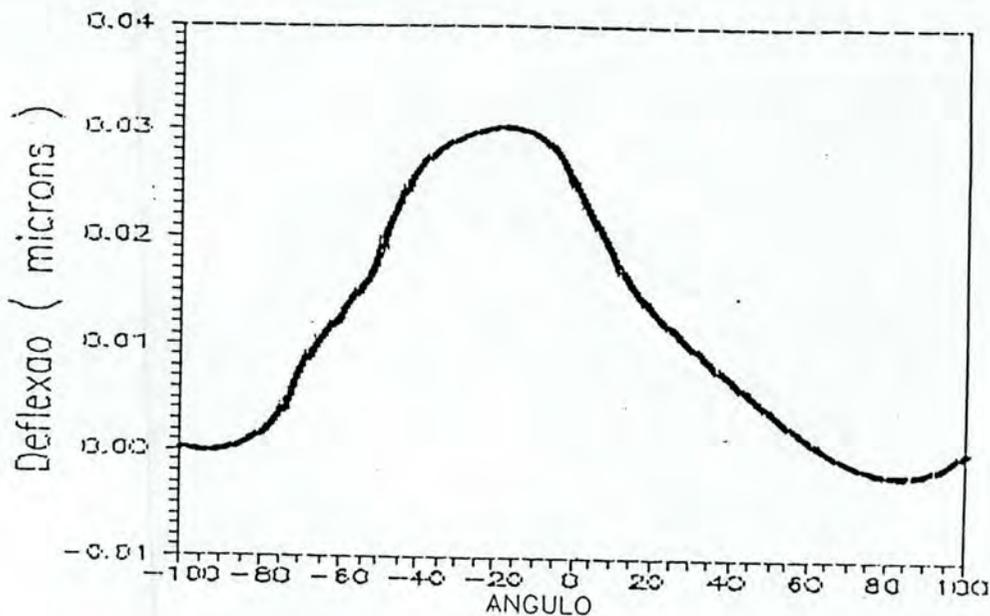


Figura 6.13: Curva de deflexão em função do ângulo entre o campo e a direção de medida, para campo constante de 8KOe, para a amostra Co/Pd como depositada.

partir de de 300°C) e que a difusão por fronteira de grão é mais eficiente que a difusão por interface. A estrutura do material em função do tratamento térmico pode ser representada pela figura 6.17.

Para estimar a contribuição magnetoelástica na anisotropia efetiva do sistema, neste caso, deve-se considerar a não homogeneidade da tensão e da magnetostricção. O valor médio de magnetostricção observada experimentalmente depende da quantidade de liga em formação, da sua concentração e da relação de volume entre as regiões de multicamada e de liga. Uma avaliação quantitativa da magnetostricção efetiva em termos das contribuições locais ainda não está acessível. Qualquer estimativa em termos de valores médios de magnetostricção e tensão certamente não representará a real contribuição magnetoelástica para a anisotropia deste sistema.

A morfologia das curvas pode estar relacionada com parâmetros estruturais. Uma

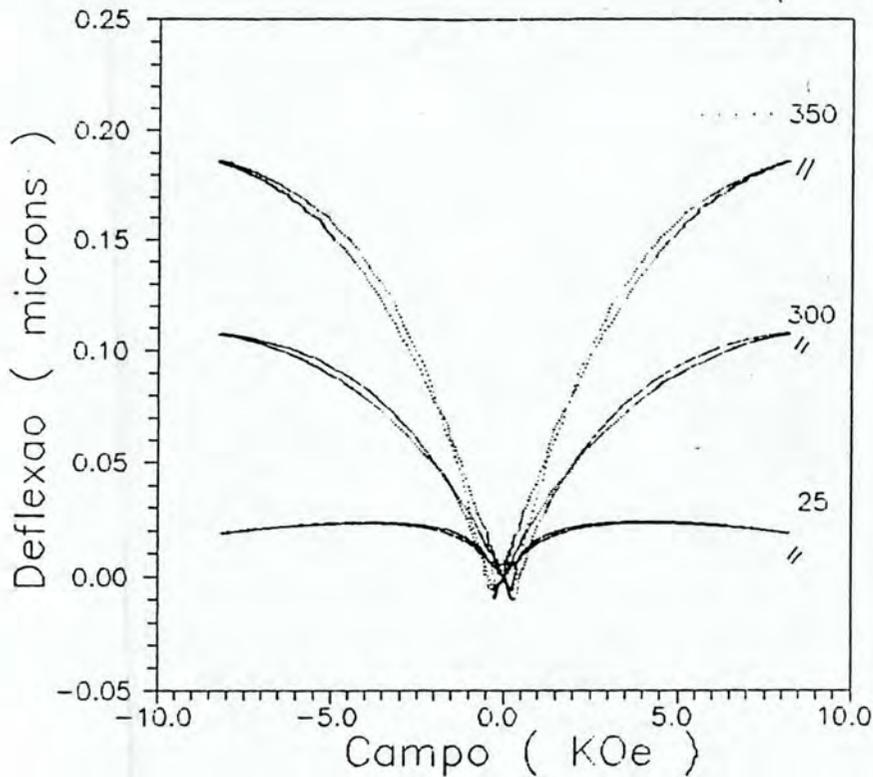


Figura 6.14: Curvas de deslocamento da extremidade livre do substrato para multicamadas Co/Pd sob tratamento térmico. a) como depositado, b) 300°C, c) 350°C, todos sob 1/2 H

provável textura do material é um aspecto a ser considerado para explicar a relação observada entre as deflexões paralela e perpendicular. Muitos trabalhos admitem uma textura predominante fcc com estrutura colunar na multicamada Co/Pd [62]. A estrutura do Cobalto na multicamada como depositada (fcc ou hcp) não pode ser distinguida com a geometria perpendicular da difração de raios x.

Admitiu-se uma textura predominante (111) para as amostras tratadas e calculou-se a magnetostricção paralela e perpendicular para o respectivo plano. A equação 3.15 é calculada, então, utilizando os cossenos diretores correspondentes aos vetores magnetização

T	$D_e(\mu m)_s$	$D_s(\mu m)$	$\lambda_e \times 10^{-6}$	$\lambda_s \times 10^{-6}$
420	.280	.257	-64.7	-58.4
350	.187	.146	-35.7	-27.9
300	.108	.100	-19.8	-18.3
250	.030	.030	-5.7	-5.7
25	.025	.032	-5.7	-5.7

Tabela 6.6: - Magnetostricção de saturação λ_s e de engenharia λ_e obtidos neste trabalho, para as amostras de Co/Pd. A figura 6.15 é mostra a evolução da magnetostricção em função da temperatura do tratamento térmico.

e direção de medida no plano (111) obtendo-se

$$\lambda_{s\parallel} = \frac{2}{3}h_1 + \frac{5}{8}h_2 \quad (6.3)$$

$$\lambda_{s\perp} = \frac{-1}{3}(h_1 + h_2) \quad (6.4)$$

Como as duas constantes tem o mesmo sinal negativo (valores de Bulk) até concentrações abaixo de 40% de cobalto na liga as duas expressões não terão o mesmo sinal, ficando inexplicado, por esta interpretação, o resultado observado. Existe entretanto, a possibilidade de os valores de h_1 e h_2 no filme diferirem dos obtidos para amostras massivas, devido ao seu estado de tensão.

Outro ponto de discussão é a possibilidade da não conservação do volume do cobalto durante a fase de rotação de domínios. Neste caso a magnetostricção isotrópica resultante poderia deflexionar o substrato na mesma direção, independente da orientação do campo. Entretanto não há evidencias experimentais da não conservação do volume para as ligas de Co-Pd, na fase de rotação de domínios. Pode-se admitir, ainda, que o volume se conserve as custas da variação do parâmetro de rede na direção normal ao plano da amostra. Neste caso uma deformação isotrópica biaxial (no plano do filme) talvez reproduziria o observado.

Admitindo a policristalinidade das amostras tratadas, da relação de Akulov e do gráfico 6.16 obtém-se para os valores de magnetostricção de saturação -123×10^{-6} para a liga de

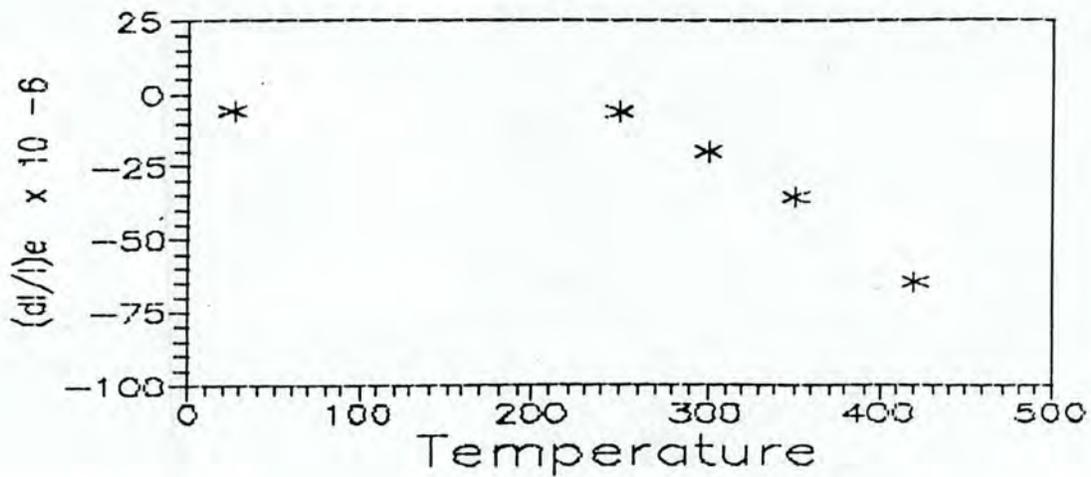


Figura 6.15: Magnetostrição de engenharia em função da temperatura do tratamento térmico.

30% de Co, ≈ 0 para 5% de Co e -87×10^{-6} para a liga com 16% de Co. Os valores da liga pura são sempre maiores que os obtidos neste trabalho reforçando a idéia da formação de compósito de multicamada e a liga, para as temperaturas até 350°C . Para a temperatura de 420°C pode-se considerar um compósito de ligas com concentrações predominantes de 5% e 30% de Co. No primeiro caso a magnetostrição efetiva fica reduzida pela presença do paládio não polarizado no centro da respectiva camada. No segundo caso a liga com baixa concentração contribui para a diminuição do valor efetivo.

6.2.4 A contribuição magnetoelástica na anisotropia

Os valores da tensão obtidas da curvatura do substrato estão mostradas na tabela 6.7, com os respectivos parâmetros experimentais da medida.

Admite-se que a tensão é biaxial, ou seja, é isotrópica no plano do filme e com valor positivo. Como a estrutura do composto não é homogênea a contribuição da tensão na anisotropia efetiva é somente uma estimativa.

A expressão da anisotropia efetiva, $E = K_u \sin^2 \theta$ onde θ é o ângulo entre a magnetização

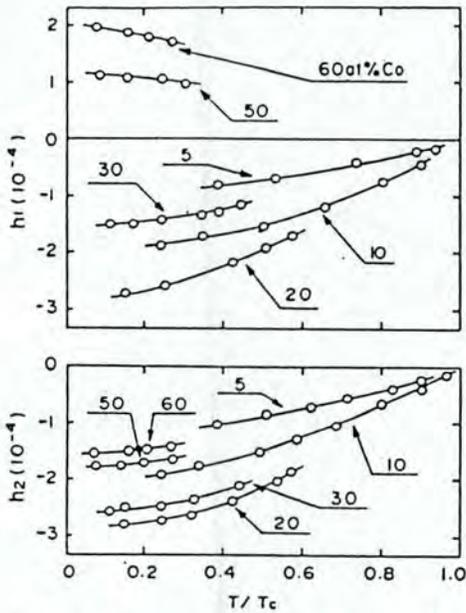


Fig. 1. Plots of h_1 and h_2 as a function of the reduced temperature T/T_c for Pd-Co alloys.

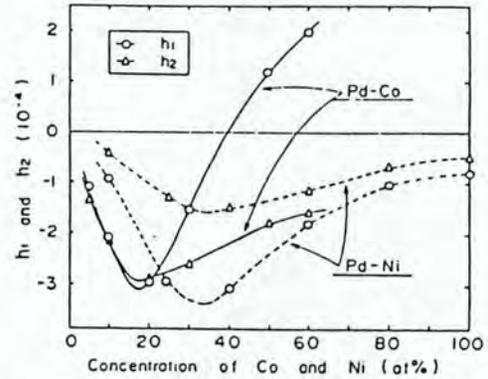


Fig. 2. Plots of h_1 and h_2 at 0 K as a function of the concentration of Co and Ni for Pd-Co and -Ni alloys. The values for Pd-Ni were quoted from ref. 3.

Figura 6.16: Constantes de magnetostricção para a liga Co-Pd em função da concentração de cobalto. $h_1 = 3/2(\lambda_{100})$, $h_2 = 3/2(\lambda_{111})$.

e a normal ao plano do filme, indica que o termo magnetoelástico, neste caso, contribui para tornar o plano do filme como eixo fácil de magnetização.

6.3 Conclusões

O dispositivo construído para medir a magnetostricção mostrou-se excelente para o que foi proposto, equiparando-se em termos de sensibilidade ao melhor já publicado e superando-o em termos de simplicidade de construção e operação. O método direto de medir a magnetostricção tem a vantagem de evidenciar a evolução do processo em função do campo aplicado, o que não é possível pelos métodos indiretos. Com um modelamento teórico destas curvas pode-se obter importantes informações a respeito da estrutura de domínios, do processo de magnetização e do acoplamento magnetoelástico das estruturas

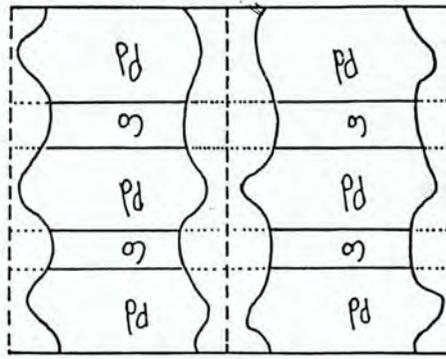


Figura 6.17: Representação da modificação estrutural da multicamada Co/Pd devido ao tratamento térmico. As linhas tracejadas representam a fronteira de grão, as linhas pontilhadas as interfaces e as curvas contínuas delimitam a região de liga. O volume da região de liga cresce com a temperatura.

T	$\delta\mu$	σ (GPa)
25	47.4	5.1
250	40.0	4.3
300	83.6	8.6
350	76.5	8.2
420	44.5	5.8

Tabela 6.7: Tensão sob o substrato em função da temperatura do tratamento térmico. O parâmetro δ é a altura da deformação na metade do substrato.

baseadas em filmes finos e multicamadas. Esta simplicidade aliada ao baixo custo da montagem viabiliza o estudo do comportamento magnetoelástico de filmes em qualquer laboratório que disponha de um lock-in, complementando as informações magnéticas de um determinado sistema. O dispositivo ainda pode ser adaptado para medir deformações sob o efeito de temperatura e para ser usado com amostras massivas. Neste trabalho os resultados mostram a potencialidade do instrumento de ser aperfeiçoado no sentido de aumentar-se

T	$3/2\lambda\sigma(\times 10^4 N/m^2)$
25	-4.3
250	-8.0
300	-23.6
350	-34.3
420	-51.6

Tabela 6.8: Anisotropia induzida por tensão da multicamada Co/Pd.

a estabilidade, melhorar a resolução e de utilizar-se a técnica para medir qualquer tipo de microdeslocamento. A blindagem térmica pode ser incorporada e pode-se utilizar substratos mais finos o que permitiria um aumento significativo da sensibilidade do instrumento. As curvas da deformação magnetostrictiva para filmes muito finos (abaixo de 1000 \AA) até o momento tem sido raramente investigadas e portanto existe pouca informação a respeito da relação entre a morfologia das curvas e os aspectos estruturais e magnéticos destes materiais. Os próprios parâmetros elásticos envolvidos para determinar-se a constante de magnetostricção são muitas vezes desconhecidos e pouco investigados, o que prejudica, de certo modo, o desempenho de um sistema de medida direta. Como o método depende de vários parâmetros é importante que os seus valores sejam conhecidos com uma boa precisão. O comportamento magnetostrictivo do níquel obedece as relações desenvolvidas na literatura para sistemas simples policristalinos, o que atesta a qualidade do dispositivo. Observou-se entretanto, a dependência do estado de magnetostricção a campo nulo com a direção de aplicação do campo, não havendo uma descrição similar na literatura. O estudo do sistema Co/Pd revelou um aspecto até então desconhecido sobre a relação entre as curvas com orientações de campo perpendicular e cuja interpretação merece ainda atenção. O seu comportamento magnetoelástico bem como o de estruturas granulares também é problemática pois não há um formalismo que os descrevam em termos de seus parâmetros estruturais. A medida observada revela um efeito médio das contribuições magnetoelásticas locais. Resumindo, o comportamento magnetoelástico de multicamadas e filmes finos é um

problema em aberto, com muito potencial de investigação, tanto na área de fenomenologia quanto na área teórica.

Referências

- 1 ASHCROFT, N.W.; MERMIN, N.D. **Solid State Physics**, Philadelphia: Saunders College, 1976.
- 2 CHOPRA, K.L.; KAUR, I. **Thin Film Device Applications**. New York: Plenum, 1983.
- 3 ECKERTOVA, L. **Physics of Thin Films**. New York: Plenum, 1986.
- 4 EISBERG, R.M. **Fundamentos da Física Moderna**. Rio de Janeiro: Guanabara Dois, 1979.
- 5 FALICOV, L.M.; PIERCE, D.T.; BADER, S.D.; GRONSKY, R.; HATHAWAY, K.B.; HOPSTER, H.J.; LAMBETH, D.N.; PARKIN, S.S.P.; PRINZ, G.; SALAMON, M.; SCHULLER, I.K.; VICTORA, R.H. Surface, Interface and Thin-Film Magnetism. **Journal of Materials Research**, Pittsburgh, v. 5, n. 6, p. 1299-1340, June 1990.
- 6 KITTEL, C. Physical Theory of Ferromagnetism Domains. **Review of Modern Physics**, v. 21, n. 4, p. 541-583, Oct. 1949.
- 7 CLARK, A.E.; BELSON, H.S. Giant Room-Temperature Magnetostriction in TeFe_2 and DyFe_2 . **Physical Review B**, Woodbury, v. 5, n. 1, p. 3642-3644, May. 1972.
- 8 CULLITY, B.D. Fundamentals of Magnetostriction. **Journal of Metals**, New York, v. 23, n. 1, p. 35-45, Jan. 1971.

- 9 BOZORTH, R.M. Magnetostriction and Crystal Anisotropy of Single Crystals of Hexagonal Cobalt. **Physical Review**, Woodbury, v. 96, n. 2, p. 311-316, Oct. 1954.
- 10 KLOKHOLM, E.; FREEDMAN, J.F. Magnetostress Effects in Evaporated Ni Films. **Journal of Applied Physics**, Woodbury, v. 38, n. 3, p. 1354-1356, Mar. 1967.
- 11 DIRNE, F.W.A.; TOLBOOM, J.A.M.; DE WIT, H.J.; WITMER, C.H.M. Soft Magnetic Multilayers: the Role of the Magnetostriction. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, Amsterdam, v. 83, n. 1/3, p. 399-401, Mar. 1990.
- 12 ZUBEREK, R.; SZYMCZACK, H.; KRISHNAN, R.; TESSIER, M. Magnetostriction Constants of Multilayer Ni-Ag Films Determined by Ferromagnetic Resonance. **Journal de Physique. Colloque**, Paris, v. 49, n. c-8, part III, p. 1761-1762, Dec. 1988.
- 13 CALLEN, H.E.; GOLDBERG, N. Magnetostriction of Polycrystalline Aggregates. **Journal of Applied Physics**, Woodbury, v. 36, n. 3, part II, p. 976-977, Mar. 1965.
- 14 LEE, E.W. Magnetostriction Curves of Polycrystalline Ferromagnetics. **Proceedings Physical Society of London**, London, v. 72, n. 464, p. 249-258, Aug. 1958.
- 15 BROWN, W.F. Domain Theory of Ferromagnetic Under Stress Part II : Magnetostriction of Polycrystalline Materials. **Physical Review**, New York, v. 53, n. 6, p. 482-491, Mar. 1938.
- 16 KULAKOWSKY, K.; MAKSYMOWICZ, A.; MAGDÓN, M. The One-Ion Magnetostriction in Amorphous Alloys. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, Amsterdam, v. 115, n. 2/3, p. L143-L146, Sept. 1992.
- 17 FÄHNLE, M.; FURTHMÜLLER, J. Various Contributions to Magnetostriction in Amorphous and Polycrystalline Ferromagnets. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, Amsterdam, v. 72, n. 1, p. 6-12, Mar. 1986.

- 18 LACHOWICZ, H.K.; SZYMCZAK, H. Magnetostriction of Amorphous Magnetic Materials. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, Amsterdam, v. 41, n. 1/3, p. 327-334, Feb. 1984.
- 19 O'HANDLEY, R.C.; OH-SUNG, S.; BALLENTINE, C. A. Determining Thin-Films Magnetoelastic Constants. **Journal of Applied Physics**, Woodbury, v. 74, n. 10, p. 6302-6306, Nov. 1993.
- 20 GRIMSDITCH, M.; NIZZOLI, F. Effective Elastic Constants of Superlattices of Any Symmetry. **Physical Review B**, Woodbury, v. 33, n. 8, p. 5891-5892, Apr. 1986.
- 21 TOWNSEND, P.H.; BARNETT, D.M.; BRUNNER, T.A. Elastic Relationships in Layered Composite Media With Approximation For the Case On a Thick Substrate. **Journal of Applied Physics**, Woodbury, v. 62, n. 11, p. 4438-4444, Dec. 1987.
- 22 NEEL, L. Anisotropie magnétique superficielle et surstructures d'orientation. **Le Journal de Physique et le Radium**, Paris, v. 15, n. 4, p. 225-239, Apr. 1954.
- 23 DRAAISMA, H.J.G.; DE JONGE, W.J.M.; den Broeden, F. J. A. Magnetic interface anisotropy in Pd/Co and Pd/Fe Multilayers. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, Amsterdam, v. 66, n. 3, p. 351-355, Apr. 1987.
- 24 IWASAKI, S.; OUCHI, K. Co-Cr Recording Films With Perpendicular Magnetic Anisotropy. **IEEE Transactions on Magnetism**, New York, v. 14, n. 5, p. 849-851, Sept. 1978.
- 25 NAOE, M.; HASUNUMA, S.; HOSHI, Y.; YAMANAKA, S. Preparation of Barium Ferrite Films With Perpendicular Magnetic Anisotropy by Dc Sputtering. **IEEE Transactions on Magnetism**, New York, v. 17, n. 6, p. 3184-3186, Nov. 1981.
- 26 KATAYAMA, T.; HIRANO, M.; KOIZUMI, Y.; KAWANISHI, K.; TSUSHIMA, T. Different Origin of the Perpendicular Anisotropy in Amorphous Gd-Fe From Gd-Co

- Films. **IEEE Transactions on Magnetism**, New York, v. 13, n. 5, p. 1603-1605, Sept. 1977.
- 27 ENGEL, B.N.; CRAIG, D.E.; VAN LEEUWEN, R.A.; WIEDMANN, M.H.; FALCO, M.C. Interface Magnetic Anisotropy in Epitaxial Superlattices. **Physical Review Letters**, Woodbury, v. 67, n. 14, p. 1910-1913, Sept. 1991.
- 28 STONER, E.C. The Demagnetizing Factors for Ellipsoids. **Philosophical Magazine**, Londres, v. 36, n. 236, p. 803-821, Dec. 1945.
- 29 OSBORN, J.A. Demagnetizing Factors of the General Ellipsoid. **Physical Review**, Woodbury, v. 67, n. 11/12, p. 351-357, June 1945.
- 30 BRUNO, P. Magnetic Surface Anisotropy of Cobalt and Surface Roughness Effects Within Néel's Model. **Journal of Physics F: Metal Physics**, Londres, v. 18, n. 6, p. 1291-1298, June 1988.
- 31 SUN, S.W.; O'HANDLEY, R.C.; Surface Magnetoelastic Coupling. **Physical Review Letters**, Woodbury, v. 66, n. 21, p. 2798-2801, May 1991.
- 32 BRUNO, P.; RENARD, J.P. Magnetic Surface Anisotropy of Transition Metals Ultrathin Films. **Applied Physics A**, New York, v. 49, n. 5, p. 499-506, Nov. 1989.
- 33 BRUNO, P.; SEIDEN, J. Theoretical Investigation on Magnetic Surface Anisotropy. **Journal de Physique. Colloque**, Paris, v. 49, n. c-8, part. III, p. 1645-1646, Dec. 1988.
- 34 HERPIN, A. **Théorie du Magnétisme**, Paris: Presses Universitaires de France, 1968.
- 35 SULLIVAN, M. Wheatstone Bridge Technique for Magnetostriction Measurements. **Review of Scientific Instruments**, New York, v. 51, n. 3, p. 382-383, Mar. 1980.

- 36 TSUY, N.; ARAY, K.I.; OHMORI, K.; SHIRAGA, Y. Magnetostriction Measurement by Three Terminal Capacitance Method. **Japanese Journal of Applied Physics**, Tokyo, v. 13, n. 11, p. 1808-1810, Jan. 1974.
- 37 KLOKHOLM, E. The Measurement of Magnetostriction in Ferromagnetic Thin Films. **IEEE Transactions on Magnetics**, New York, v. 12, n. 6, p. 819-821, Nov. 1976.
- 38 JONES, R.V.; RICHARDS, J.C.S. The Design and Some Applications of Sensitive Capacitance Micrometers. **Journal of Physics E: Scientific Instruments**, London, v. 6, n. 7, p. 589-600, July 1973.
- 39 SQUIRE, P.T.; GIBBS, M.R.J. Fibre-Optic Dilatometer for Measuring Magnetostriction in Ribbon Samples. **Journal of Physics E: Scientific Instruments**, Bristol, v. 20, n. 5, p. 499-502, May 1987.
- 40 TAM, A.C.; SCHROEDER, H. A. New High-Precision Optical Technique to Measure Magnetostriction of a Thin Magnetic Film Deposited on a Substrate. **IEEE Transactions on Magnetics**, New York, v. 25, n. 3, p. 2629-2637, May 1989.
- 41 KANEKO, M.; ASHIMOTO, S.; HAYAKAWA, M.; ASO, K. Measuring the Magnetostriction of Thin Films Using an Optical Displacement Meter. **Journal of Physics E: Scientific Instruments**, Bristol, v. 21, n. 5, p. 487-489, May 1988.
- 42 ARAI, K.I.; YAMAGUCHI, M., MURANAKA, C.S. Measurement of Thin Films Magnetostriction With Piezoelectric Ceramic Substrates. **IEEE Transactions on Magnetics**, New York, v. 25, n. 5, p. 4201-4203, Sept. 1989.
- 43 BRIZZOLARA, R.A.; COLTON, R.J. The Magnetostriction of CoFeNiMo Metallic Glasses Measured With a Tunneling Transducer. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, Amsterdam, v. 103, n. 1-2, p. 111-116, Jan. 1992.
- 44 SMITH, A.B. A Ferromagnetic Resonance Method of Measuring Magnetostriction Constants. **Review of Scientific Instruments**, New York, v. 39, n. 3, p. 378-385,

Mar. 1968.

- 45 HENNING, J.C.M.; DEN BOEF, J.H. Magnetostriction Measurement by Means of Strain Modulated Ferromagnetic Resonance (SMFMR). **Applied Physics**, New York, v. 16, n. 4, p. 353-357, Aug. 1978.
- 46 MARKHAM, D.; SMITH, N. Magnetostrictive Measurement of Magnetostriction in Permalloy. **IEEE Transactions on Magnetics**, New York, v. 25, n. 5, p. 4198-4200, Sept. 1989.
- 47 CLARK, A.E.; WUN-FOGLE, M. A New Method of Magnetostrictivity and Magnetostriction Measurement. **IEEE Transactions on Magnetics**, New York, v. 25, n. 5, p. 3611-3613, Sept. 1989.
- 48 MIYAMA, T.; FUJII, T.; KUMOZAKI, K.; INOUE, M.; TAKAHASHI, H. Evaluation of Magnetostriction Constant in Amorphous Ribbons Utilizing the Velocity Change of Magnetoelastic Wave. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, Amsterdam, v. 35, n. 1/3, p. 146-148, Mar. 1983.
- 49 NARITA, K.; YAMASAKY, J.; FUKUNAGA, H. Measurement of Saturation Magnetostriction of a Thin Amorphous Ribbon by Means of Small-Angle Magnetization Rotation. **IEEE Transactions on Magnetics**, New York, v. 16, n. 2, p. 435-439, Mar. 1980.
- 50 FRITSCH, K. Linear Capacitive Displacement Sensor With Frequency Readout. **Review of Scientific Instruments**, New York, v. 58, n. 5, p. 861-863, May 1987.
- 51 BRENNER, A.; SENDEROF, S. **Journal of Research**, v. 42, p. 105, 1949.
- 52 LEUSINK, G.J.; OOSTERLAKEN, T.G.M.; JANSSEN, C.G.A.; RADELAAR, S. In Situ Sensitive Measurement of Stress in Thin Films. **Review of Scientific Instruments**, New York, v. 63, n. 5, p. 3143-3146, May 1992.

- 53 JIN, P.; MARUNO, S. Evaluation of Internal Stress in Reactively Sputer-Deposited ZrN Thin Films. **Japanese Journal of Applied Physics**, Tokyo, v. 30, n. 7, part I ,p. 1463-1468, June 1991.
- 54 GLANG, R.; HOLMWOOD, R.A.; ROSENFELD, R.L. Determination of Stress in Thin Films on Single Crystalline Silicon Substrates. **Review of Scientific Instruments**, New York, v. 36, n. 1, p. 7-10, Jan. 1965.
- 55 CULLITY, B.D. **Introduction to Magnetic Materials**. Massachussets: Addison Wesley, 1972.
- 56 GONTARZ, R.; RATAJCZACK, H.; SUDA, P. Magnetostriction of Thin Ni Films. **Physica Status Solidi**, Berlin, v. 6, n. 3, p. 909-912, Sept. 1964.
- 57 BOZORTH, R.M. **Ferromagnetism**, Princeton: D. Van Nostrand, 1951.
- 58 AWANO, H.; SUZUKI, Y.; YAMAZAKI, T.; KATAYAMA, T.; ITOH, A. Magnetostriction And In-Situ Measurement of Stress of Co/Pd Compositionally Modulated Multilayer Films During Fabrication. **IEEE Transactions on Magnetism**, New York, v. 26, n. 5, p. 2742-2744, Mar. 1990.
- 59 BOZORTH, R.M.; WOLFF, P.A.; DAVIS, D.D.; COMPTON, V.B.; WERNICK, J.H. Ferromagnetism in Dilute Solutions of Cobalt in Palladium. **Physical Review**, Woodbury, v. 122, n. 4, p. 1157-1160, May 1961.
- 60 ZHANG, S.L.; SUMIYAMA, K.; NAKAMURA, Y. Magnetic Properties of Non-Equilibrium Bcc and Fcc Fe-Pd Alloys Produced by Vapor Quenching. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**. Amsterdam, v. 73, n. 1, p. 58-64, May 1988.
- 61 SATO, N. Crystallographic Structure and Magnetism of Co-Pd and Co-Pt Films With an Artificially Layered Structure. **Journal of Applied Physics**, Woodbury, v. 64, n. 11, p. 6424-6433, Dec. 1988.

- 62 DEN BROEDER, F.J.A.; KUIPER, D.; DRAAISMA, H.J.G. Effects of Annealing and Ion Implantation on the Magnetic Properties of Pd/Co Multilayers Containing Ultrathin Co. **IEEE Transactions on Magnetics**, New York, v. 23, n. 5, p. 3696-3698, Sept. 1987.
- 63 EHARA, S. Magnetic Resonance Studies in Dilute Ferromagnetic Alloys. **Journal of Physics Society of Japan**, Tokyo, v. 19, n. 8, p. 1313-1319, Aug. 1964.
- 64 CONSTANT, F.W. The Magnetic Properties of Certain Pt-Pd and Pd-Co Alloys. **Physical Review**, Woodbury, v. 36, n. 11, p. 1654-1660, Dec. 1930.
- 65 TOKUNAGA, T.; KOHRI, M.; KADOMATSU, H.; FUJIWARA, H. Magnetostriction of Pd-Co Alloys. **Journal of Physics Society of Japan**, Tokyo, v. 50, n. 5, p. 1411-1412, May 1981.
- 66 ALBERTS, H.L.; ALBERTS, L. On the Magnetization and Magnetostriction of Polycrystalline. **Physica**, Amsterdam, v. 31, n. 7, p. 1063-1068, July 1965.
- 67 HASHIMOTO, S.; OCHIAI, Y.; ASO, K.; Perpendicular Magnetic Anisotropy and Magnetostriction of Sputtered Co/Pd and Co/Pt Multilayered Films. **Journal of Applied Physics**, Woodbury, v. 66, n. 10, p. 4909-4916, Nov. 1989.
- 68 DEN BROEDER, F.J.A.; KUIPER, D.; DRAAISMA, H.J.G. Effects of Annealing and Ion Implantation on the Magnetic Properties of Pd/Co Multilayers Containing Ultrathin Co. **IEEE Transactions on Magnetics**, New York, v. 23, n. 5, p. 3696-3698, Sept. 1987.
- 69 CULLITY, B.D. **Elements of X-ray diffraction**, Massachusetts: Addison-Wesley, 1967.
- 70 DEN BROEDER, F.J.A.; DONKERSLOOT, H.C.; DRAAISMAH, G.J.; DE JONGE, W.J.M. Magnetic Properties and Structure of Pd/Co and Pd/Fe Multilayers. **Journal of Applied Physics**, Woodbury, v. 61, n. 8, part III, p. 4317-4319, Apr. 1987.

- 71 CHIKAZUMI, S. **Physics of Magnetism**, New York: Robert E. Krieger, 1978.
- 72 BAIBICH M, N.; BROTO, A.; FERT, A.; VAN DAU, F.N.; PETROFF, F.; ETIENNE, P.; CREUZET, G.; FRIEDERICH, A.; CHAZELA, J. Giant Magnetoresistance of (001) Fe/(001) Cr Magnetic Superlattices. **Physics Review Letters**, Woodbury, v. 61, n. 21, p. 2472-2475, Nov. 1988.