

**Universidade Federal do Rio Grande do Sul  
Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais**

**CONTROLE DE FASE DO *EXCHANGE BIAS* EM  
FILMES DE Co/IrMn/Cu/Co**

**Thiago Dias**

**Dissertação de Mestrado**

Porto Alegre, 16 de Agosto de 2010

**Universidade Federal do Rio Grande do Sul**  
**Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais**

**CONTROLE DE FASE DO *EXCHANGE BIAS* EM  
FILMES DE Co/IrMn/Cu/Co<sup>†</sup>**

**Thiago Dias**

Dissertação realizada sob orientação do Prof. Dr. Julian Penkov Geshev, apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais da UFRGS como requisito parcial para a obtenção do título de Mestre em Ciência dos Materiais.

Porto Alegre

2010

---

<sup>†</sup>Trabalho parcialmente financiado pela Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – CAPES

## *Agradecimentos*

Primeiramente ao cara que, antes do *big bang*, colocou toda energia em um único ponto no universo. Alguns o chamam de Deus.

Aos meus pais, Ero e Jussara, por todo amor me dado, pelo apoio concedido às minhas decisões, por todos os momentos felizes e por me darem a vida. Ao meu irmão Rodrigo, pelas conversas, brigas e ocasiões de muita diversão.

À minha nova família que começou há pouco tempo. Dani, minha noiva, e Cecília, minha filha, motivo para a felicidade extrema e contínua em que me encontro.

Aos professores do Laboratório de Magnetismo: Julian Geshev, por ter me orientado com paciência durante essa jornada, passando a mim sólidos e importantes conhecimentos; Luis Gustavo Pereira (Gugu), pelas ideias mirabolantes; e João E. Schmidt, por ter concedido a oportunidade da realização deste trabalho no LAM. Aos colegas: Sabrina, pelos ajustes de RRX e pelas imagens de TEM; e a todos os demais colegas do laboratório pelos momentos de diversão, pelos estresses e pelas conversas (in)cabíveis.

À professora Naira M. Balzaretti, pelo exemplo de paciência e dedicação para com os alunos. Por ser a “mãe” que eu tenho no Campus do Vale.

Ao Ângelo Morrone por ter me oferecido o primeiro contato com o LAM.

Aos colegas desde os tempos de graduação, cujos nomes não precisam ser citados, pelas viagens, festas, conversas e pelos jogos de tênis-de-mesa. Ao DAEF, por ser um ótimo lugar para “espairecer” depois do expediente.

Ao seu Otelo pelas medidas de Raios-X.

A C. Deranlot e F. Petroff pelas amostras.

Enfim, à CAPES, pelo auxílio financeiro.

# *Sumário*

<b>Lista de Figuras</b>	<b>iv</b>
<b>Resumo</b>	<b>x</b>
<b>Abstract</b>	<b>xi</b>
<b>Objetivos</b>	<b>1</b>
<b>Introdução</b>	<b>2</b>
<b>1 Revisão Teórica</b>	<b>4</b>
1.1 Ferromagnetismo e Antiferromagnetismo . . . . .	4
1.2 Anisotropia Magnética . . . . .	5
1.2.1 Anisotropia Magnetocristalina . . . . .	6
1.2.2 Anisotropia Magnetoelástica . . . . .	7
1.2.3 Anisotropia de Forma . . . . .	8
1.3 <i>Exchange-Bias</i> . . . . .	9
1.3.1 Anisotropia Rodável . . . . .	14
1.3.2 Modelos Teóricos . . . . .	15
1.3.3 Modelo de Mauri <i>et al.</i> . . . . .	17
<b>2 Procedimentos Experimentais</b>	<b>20</b>
2.1 Magnetometria de Gradiente de Força Alternada . . . . .	20
2.2 Tratamento Térmico . . . . .	23
2.3 Irradiação com Íons He <sup>+</sup> . . . . .	24

---

<b>3</b>	<b>Apresentação das Amostras</b>	<b>28</b>
3.1	Introdução . . . . .	28
3.2	Produção das Amostras . . . . .	28
3.3	Caracterização Estrutural . . . . .	30
<b>4</b>	<b>Resultados e Discussões</b>	<b>33</b>
4.1	Introdução . . . . .	33
4.2	Influência dos Parâmetros de Tratamento Térmico . . . . .	34
4.3	Medidas de Magnetização . . . . .	38
4.3.1	Amostras Como-Feitas . . . . .	38
4.3.2	Tratamentos Térmicos . . . . .	42
4.4	Variação Angular do Campo de <i>Exchange Bias</i> . . . . .	46
4.5	Amostras Irradiadas com He <sup>+</sup> . . . . .	51
<b>5</b>	<b>Perspectivas</b>	<b>54</b>
<b>6</b>	<b>Conclusões</b>	<b>56</b>
	<b>Referências Bibliográficas</b>	<b>58</b>
	<b>Apêndice A – Resultados dos Tratamentos Térmicos</b>	<b>62</b>
A.1	Co <sub>3</sub> /IrMn/Co <sub>7</sub> . . . . .	63
A.2	Co <sub>3</sub> /IrMn/Cu <sub>0.5</sub> /Co <sub>7</sub> . . . . .	67
A.3	Co <sub>3</sub> /IrMn/Cu <sub>0.75</sub> /Co <sub>7</sub> . . . . .	71
A.4	Co <sub>3</sub> /IrMn/Cu <sub>1</sub> /Co <sub>7</sub> . . . . .	75
A.5	Co <sub>3</sub> /IrMn/Cu <sub>1.5</sub> /Co <sub>7</sub> . . . . .	79
A.6	Co <sub>3</sub> /IrMn/Cu <sub>0.75</sub> /Co <sub>3</sub> . . . . .	83
	<b>Apêndice B – Artigo Publicado</b>	<b>87</b>

## *Lista de Figuras*

1.1	Esquema representativo dos momentos magnéticos nas configurações ferromagnética e antiferromagnética. . . . .	4
1.2	Representação ilustrativa da magnetização de um ferromagneto em função da temperatura. . . . .	5
1.3	Diagrama representando as curvas de fácil e difícil magnetização para o cobalto h.c.p. . . . .	7
1.4	Representação da magnetização em relação aos eixos cristalinos de um sistema cúbico. . . . .	8
1.5	Dipolos criados em um filme fino magnetizado perpendicularmente ao plano. . . . .	9
1.6	Diagrama simples das configurações de <i>spin</i> de uma bicamada AF/FM durante o ciclo de histerese . . . . .	10
1.7	Representações esquemáticas de interfaces compensada e não-compensada. . . . .	11
1.8	Representação esquemática da estrutura de uma bicamada AF/FM policristalina. . . . .	12
1.9	Estrutura triangular dos <i>spins</i> dos átomos de Mn. . . . .	13
1.10	Esquema representativo de formação de paredes de domínio no antiferromagneto durante um ciclo de histerese. . . . .	18
2.1	Esquema simplificado do AGFM. . . . .	21
2.2	Diagrama de blocos do AGFM. . . . .	22
2.3	Curva de histerese típica de um sistema com duas fases magnéticas distintas que apresentam <i>exchange bias</i> obtida via AGFM. . . . .	22
2.4	Diagrama de blocos do forno utilizado para tratamento térmico. . . . .	24
2.5	Modificações das características magnéticas causadas por irradiação com He <sup>+</sup> em um filme de IrMn(15 nm)/Cu(0.75 nm)/Co(5,nm). . . . .	26
2.6	Esquema da câmara de irradiação iônica sob ação de campo magnético. . . . .	27

3.1	Amostras utilizadas neste trabalho. . . . .	29
3.2	Esquema do método de difração de raios-X. . . . .	30
3.3	Refletância de raios-X para a amostra $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_7$ nos estados como-feita e tratada termicamente. . . . .	31
3.4	Difração de raios-X para a amostra $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_7$ nos estados como-feita e tratada termicamente. . . . .	32
4.1	Curvas de histerese para as amostras de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{t_{\text{Cu}}}/\text{Co}_7$ ( $t_{\text{Cu}} = 0.75, 1$ e $1.2$ nm) submetidas a tratamento térmico com campo magnético aplicado de $1.6$ kOe cuja duração foi de $15$ min. . . . .	35
4.2	Varição do deslocamento da fase <i>bottom-pinned</i> FM em função da direção de $H_{\text{ann}}$ para a amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_7$ tratada termicamente por tratada com $H_{\text{ann}} = 20$ Oe. . . . .	36
4.3	Curvas de magnetização para a amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_7$ tratada termicamente com $H_{\text{ann}} = 20$ Oe. . . . .	37
4.4	Composição de sinais de magnetoimpedância para obtenção de um sensor linear. . . . .	38
4.5	Varição angular da amostra $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Co}_7$ . . . . .	39
4.6	Curvas de magnetização da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Co}_7$ como-feita para $\theta_h = 0, 30, 60$ e $90^\circ$ . . . . .	39
4.7	Curvas de magnetização da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{1.5}/\text{Co}_7$ como-feita para $\theta_h = 0, 30, 60$ e $90^\circ$ . . . . .	40
4.8	Curvas de magnetização da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_3$ como-feita para $\theta_h = 0, 30, 60$ e $90^\circ$ . . . . .	40
4.9	Curvas de magnetização da fase <i>bottom-pinned</i> FM no sentido do EB para as amostras de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{t_{\text{Cu}}}/\text{Co}_7$ para diferentes espessuras de Cu. . . . .	41
4.10	Ilustração esquemática da superfície rugosa da camada de IrMn. . . . .	42
4.11	Curvas de magnetização da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Co}_7$ tratada termicamente com $\theta_{\text{ann}} = 0^\circ$ e $H_{\text{ann}} = 20$ Oe para $\theta_h = 0, 30, 60$ e $90^\circ$ . . . . .	43
4.12	Curvas de magnetização da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_7$ tratada termicamente com $\theta_{\text{ann}} = 0^\circ$ e $H_{\text{ann}} = 20$ Oe para $\theta_h = 0, 30, 60$ e $90^\circ$ . . . . .	44

4.13	$H_{EB}^{bot}$ em função da espessura da camada de Cu para as amostras de $Co_3/IrMn/Cu_{tCu}/Co_7$ tratadas com $\theta_{ann} = 0^\circ$ e $H_{ann} = 20$ Oe. . . . .	44
4.14	Curvas de magnetização da amostra de $Co_3/IrMn/Cu_{0.5}/Co_7$ tratada termicamente com $\theta_{ann} = 100^\circ$ e $H_{ann} = 20$ Oe para $\theta_h = 0, 30, 60$ e $90^\circ$ . . . . .	45
4.15	Curvas de magnetização da amostra de $Co_3/IrMn/Cu_{0.5}/Co_7$ tratada termicamente com $\theta_{ann} = 100^\circ$ para $\theta_h = 50, 80, 110$ e $140^\circ$ . . . . .	46
4.16	$H_{EB}^{bot}$ em função da espessura da camada de Cu para as amostras de $Co_3/IrMn/Cu_{tCu}/Co_7$ tratadas com $\theta_{ann} = 100^\circ$ e $H_{ann} = 20$ Oe. . . . .	46
4.17	Variação angular de $H_{EB}$ da amostra de $Co_3/IrMn/Co_7$ para os estados como-feito, tratado termicamente com $\theta_{ann} = 0^\circ$ e tratado termicamente com $\theta_{ann} = 100^\circ$ . . . . .	47
4.18	Variação angular de $H_{EB}$ da amostra de $Co_3/IrMn/Cu_{0.5}/Co_7$ para os estados como-feito, tratado termicamente com $\theta_{ann} = 0^\circ$ e tratado termicamente com $\theta_{ann} = 100^\circ$ . . . . .	48
4.19	Variação angular de $H_{EB}$ da amostra de $Co_3/IrMn/Cu_{0.75}/Co_7$ para os estados como-feito, tratado termicamente com $\theta_{ann} = 0^\circ$ e tratado termicamente com $\theta_{ann} = 100^\circ$ . . . . .	48
4.20	Variação angular de $H_{EB}$ da amostra de $Co_3/IrMn/Cu_1/Co_7$ para os estados como-feito, tratado termicamente com $\theta_{ann} = 0^\circ$ e tratado termicamente com $\theta_{ann} = 100^\circ$ . . . . .	49
4.21	Variação angular de $H_{EB}$ da amostra de $Co_3/IrMn/Cu_{1.5}/Co_7$ para os estados como-feito, tratado termicamente com $\theta_{ann} = 0^\circ$ e tratado termicamente com $\theta_{ann} = 100^\circ$ . . . . .	49
4.22	Variação angular de $H_{EB}$ da amostra de $Co_3/IrMn/Cu_{0.75}/Co_3$ para os estados como-feito, tratado termicamente com $\theta_{ann} = 0^\circ$ e tratado termicamente com $\theta_{ann} = 100^\circ$ . . . . .	50
4.23	Esquema das estruturas de <i>spin</i> na interface Co/IrMn durante a deposição e pós-tratamento térmico. . . . .	51
4.24	Curvas de magnetização da amostra de $Co_3/IrMn/Co_7$ virgem e irradiada com $\theta_{irr} = 100^\circ$ para $\theta_h = 0, 30, 60$ e $90^\circ$ . . . . .	52

4.25	Curvas de magnetização da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.5}/\text{Co}_7$ virgem e irradiada com $\theta_{\text{irr}} = 100^\circ$ para $\theta_{\text{h}} = 0, 30, 60$ e $90^\circ$ . . . . .	52
4.26	Curvas de magnetização da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_7$ virgem e irradiada com $\theta_{\text{irr}} = 100^\circ$ para $\theta_{\text{h}} = 0, 30, 60$ e $90^\circ$ . . . . .	53
5.1	Curvas de histerese da amostra composta por $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Co}_7$ tratada termicamente com $\theta_{\text{ann}} = 0^\circ$ e $H_{\text{ann}} = 0, 20$ e $2000$ Oe. . . . .	54
A.1	Varição angular da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Co}_7$ como-feita. . . . .	63
A.2	Curvas de histerese da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Co}_7$ como-feita para $\theta_{\text{h}} = 0, 30, 60$ e $90^\circ$ . . . . .	64
A.3	Varição angular da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Co}_7$ tratada termicamente com $\theta_{\text{ann}} = 0^\circ$ e $H_{\text{ann}} = 20$ Oe. . . . .	64
A.4	Curvas de histerese da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Co}_7$ tratada termicamente com $\theta_{\text{ann}} = 0^\circ$ e $H_{\text{ann}} = 20$ Oe para $\theta_{\text{h}} = 0, 30, 60$ e $90^\circ$ . . . . .	65
A.5	Varição angular da amostra de de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Co}_7$ tratada termicamente com $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$ e $H_{\text{ann}} = 20$ Oe. . . . .	65
A.6	Curvas de histerese da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Co}_7$ tratada termicamente com $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$ e $H_{\text{ann}} = 20$ Oe para $\theta_{\text{h}} = 0, 30, 60$ e $90^\circ$ . . . . .	66
A.7	Curvas de histerese da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Co}_7$ tratada termicamente com $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$ e $H_{\text{ann}} = 20$ Oe para $\theta_{\text{h}} = 30, 60, 90$ e $120^\circ$ . . . . .	66
A.8	Varição angular da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.5}/\text{Co}_7$ como-feita. . . . .	67
A.9	Curvas de histerese da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.5}/\text{Co}_7$ como-feita para $\theta_{\text{h}} = 0, 30, 60$ e $90^\circ$ . . . . .	67
A.10	Varição angular da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.5}/\text{Co}_7$ tratada com $\theta_{\text{ann}} = 0^\circ$ e $H_{\text{ann}} = 20$ Oe. . . . .	68
A.11	Curvas de histerese da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.5}/\text{Co}_7$ tratada com $\theta_{\text{ann}} = 0^\circ$ e $H_{\text{ann}} = 20$ Oe para $\theta_{\text{h}} = 0, 30, 60$ e $90^\circ$ . . . . .	68
A.12	Varição angular da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.5}/\text{Co}_7$ tratada com $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$ e $H_{\text{ann}} = 20$ Oe. . . . .	69
A.13	Curvas de histerese da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.5}/\text{Co}_7$ tratada com $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$ e $H_{\text{ann}} = 20$ Oe para $\theta_{\text{h}} = 0, 30, 60$ e $90^\circ$ . . . . .	69

A.14	Curvas de histerese da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.5}/\text{Co}_7$ tratada com $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$ e $H_{\text{ann}} = 20 \text{ Oe}$ para $\theta_h = 50, 80, 110$ e $140^\circ$ . . . . .	70
A.15	Variação angular da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_7$ como-feita. . . . .	71
A.16	Curvas de histerese da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_7$ como-feita para $\theta_h = 0, 30, 60$ e $90^\circ$ . . . . .	72
A.17	Variação angular da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_7$ tratada com $\theta_{\text{ann}} = 0^\circ$ e $H_{\text{ann}} = 20 \text{ Oe}$ . . . . .	72
A.18	Curvas de histerese da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_7$ tratada com $\theta_{\text{ann}} = 0^\circ$ e $H_{\text{ann}} = 20 \text{ Oe}$ para $\theta_h = 0, 30, 60$ e $90^\circ$ . . . . .	73
A.19	Variação angular da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_7$ tratada com $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$ e $H_{\text{ann}} = 20 \text{ Oe}$ . . . . .	73
A.20	Curvas de histerese da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_7$ tratada com $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$ e $H_{\text{ann}} = 20 \text{ Oe}$ para $\theta_h = 0, 30, 60$ e $90^\circ$ . . . . .	74
A.21	Curvas de histerese da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_7$ tratada com $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$ e $H_{\text{ann}} = 20 \text{ Oe}$ para $\theta_h = 20, 50, 80$ e $110^\circ$ . . . . .	74
A.22	Variação angular da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_1/\text{Co}_7$ como-feita. . . . .	75
A.23	Curvas de histerese da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_1/\text{Co}_7$ como-feita para $\theta_h = 0, 30, 60$ e $90^\circ$ . . . . .	75
A.24	Variação angular da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_1/\text{Co}_7$ tratada com $\theta_{\text{ann}} = 0^\circ$ e $H_{\text{ann}} = 20 \text{ Oe}$ . . . . .	76
A.25	Curvas de histerese da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_1/\text{Co}_7$ tratada com $\theta_{\text{ann}} = 0^\circ$ e $H_{\text{ann}} = 20 \text{ Oe}$ para $\theta_h = 0, 30, 60$ e $90^\circ$ . . . . .	76
A.26	Variação angular da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_1/\text{Co}_7$ tratada com $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$ e $H_{\text{ann}} = 20 \text{ Oe}$ . . . . .	77
A.27	Curvas de histerese da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_1/\text{Co}_7$ tratada com $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$ e $H_{\text{ann}} = 20 \text{ Oe}$ para $\theta_h = 100, 30, 60$ e $90^\circ$ . . . . .	77
A.28	Curvas de histerese da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_1/\text{Co}_7$ tratada com $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$ e $H_{\text{ann}} = 20 \text{ Oe}$ para $\theta_h = 60, 90, 120$ e $150^\circ$ . . . . .	78
A.29	Variação angular da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{1.5}/\text{Co}_7$ como-feita. . . . .	79

A.30	Curvas de histerese da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{1.5}/\text{Co}_7$ como-feita para $\theta_h = 0, 30, 60$ e $90^\circ$ . . . . .	80
A.31	Variação angular da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{1.5}/\text{Co}_7$ tratada com $\theta_{\text{ann}} = 0^\circ$ e $H_{\text{ann}} = 20$ Oe. . . . .	80
A.32	Curvas de histerese da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{1.5}/\text{Co}_7$ tratada com $\theta_{\text{ann}} = 0^\circ$ e $H_{\text{ann}} = 20$ Oe para $\theta_h = 0, 30, 60$ e $90^\circ$ . . . . .	81
A.33	Variação angular da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{1.5}/\text{Co}_7$ tratada com $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$ e $H_{\text{ann}} = 20$ Oe. . . . .	81
A.34	Curvas de histerese da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{1.5}/\text{Co}_7$ tratada com $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$ e $H_{\text{ann}} = 20$ Oe para $\theta_h = 0, 30, 60$ e $90^\circ$ . . . . .	82
A.35	Curvas de histerese da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{1.5}/\text{Co}_7$ tratada com $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$ e $H_{\text{ann}} = 20$ Oe para $\theta_h = 30, 60, 90$ e $120^\circ$ . . . . .	82
A.36	Variação angular da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_3$ como-feita. . . . .	83
A.37	Curvas de histerese da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_3$ como-feita para $\theta_h = 0, 30, 60$ e $90^\circ$ . . . . .	83
A.38	Variação angular da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_3$ tratada com $\theta_{\text{ann}} = 0^\circ$ e $H_{\text{ann}} = 20$ Oe. . . . .	84
A.39	Curvas de histerese da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_3$ tratada com $\theta_{\text{ann}} = 0^\circ$ e $H_{\text{ann}} = 20$ Oe para $\theta_h = 0, 30, 60$ e $90^\circ$ . . . . .	84
A.40	Variação angular da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_3$ tratada com $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$ e $H_{\text{ann}} = 20$ Oe. . . . .	85
A.41	Curvas de histerese da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_3$ tratada com $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$ e $H_{\text{ann}} = 20$ Oe para $\theta_h = 0, 30, 60$ e $90^\circ$ . . . . .	85
A.42	Curvas de histerese da amostra de $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_3$ tratada com $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$ e $H_{\text{ann}} = 20$ Oe para $\theta_h = 40, 70, 100$ e $130^\circ$ . . . . .	86

## *Resumo*

Tratamentos térmicos e irradiações com íons  $\text{He}^+$  foram utilizados para controle do *Exchange Bias*, EB, em filmes finos de Co/IrMn/Cu/Co. Enquanto a direção do campo magnético aplicado durante o tratamento foi variada, as irradiações foram realizadas com campo magnético aplicado em uma direção que forma um ângulo de  $100^\circ$  com a direção do EB. Os resultados dos tratamentos térmicos realizados com o campo de tratamento não-paralelo à direção do EB apresentaram evolução de uma estrutura negativamente/negativamente deslocada para uma negativamente/positivamente deslocada com subciclos defasados em  $180^\circ$  nas amostras em que o espaçador de Cu não foi suficientemente espesso para que não houvesse contato atômico entre as camadas ferromagnética (Co) e antiferromagnética (IrMn).

Mesmo com campo magnético baixo, o tratamento térmico com campo aplicado na direção do EB resultou, para a amostra sem espaçador não-magnético, em curvas de histerese com os subciclos indistinguíveis. Os filmes tratados sob as mesmas condições à exceção do campo aplicado fora da direção do EB apresentaram as fases magnéticas referentes as duas camadas de Co defasadas. Irradiações iônicas, realizadas sob as condições utilizadas neste trabalho, mostraram-se muito menos efetivas para o controle do efeito.

Embora os tratamentos resultassem em um decréscimo do deslocamento do subciclo referente à camada de Co depositada sob a de IrMn, os espectros não mostraram modificações significativas nos padrões de difração e/ou refletividade. Este resultado demonstra que o supracitado decréscimo não está relacionado com a interdifusão entre as camadas, nem com mudanças cristalográficas durante o tratamento. Este trabalho propõe um modelo intuitivo para interpretação do supracitado decréscimo do deslocamento.

## *Abstract*

Magnetic thermal treatment and irradiation with  $\text{He}^+$  ions were used to control the Exchange Bias, EB, in thin Co/IrMn/Cu/Co films. While the direction of the annealing field was varied, the irradiation was performed with magnetic field applied always at a direction that forms  $100^\circ$  with the EB direction. Treatments done with annealing field non-parallel to the EB direction allowed the whole hysteresis loop to be tuned from a double negatively/negatively shifted to a double negatively/positively shifted one with the shifts of the subloops in antiphase for the samples where the Cu spacer is not sufficiently thick to completely separate the ferromagnetic (Co) and antiferromagnetic (IrMn) layers.

Even using a low magnetic field, thermal treatment with field applied along the EB direction led, for the sample without a non-magnetic spacer, to hysteresis loops with practically undistinguishable subloops. The sample, annealed using the same conditions but field applied off the EB direction, showed the magnetic phases of the two Co layers out-of-phase. Ion irradiation, performed at the conditions used in the present work, showed itself less-effective for such a control of the effect.

Although the magnetic annealing led to a decrease of the shift of the subloop corresponding to the Co layer deposited before the IrMn one, the X-ray spectra did not indicate significant modifications of the diffraction and/or reflectivity patterns. This shows that the above decrease is neither related to interdiffusion between layers nor to crystallographic changes caused by the thermal treatments. This work proposes an intuitive model for the interpretation of the aforementioned shift decrease.

# *Objetivos*

Este trabalho tem como objetivos principais:

- a manipulação controlada do *exchange bias* via tratamento térmico e irradiação iônica, proporcionando aplicação dos resultados em sensores lineares de campo magnético;
- o estudo do fenômeno em si, de forma a contribuir à comunidade científica com novas propostas para interpretação dos resultados;
- a compreensão dos motivos para diferentes resultados dependendo da ordem de deposição dos materiais ferromagnético e antiferromagnético.

# *Introdução*

O fenômeno *exchange bias* (EB), ou polarização de troca, resulta do acoplamento entre um ferromagneto (FM) e uma interface não-compensada antiferromagnética (AF)<sup>[1, 2]</sup>. Devido sua aplicabilidade em tecnologia de armazenamento de dados e dispositivos magnetoeletrônicos, filmes finos que apresentam EB vêm sendo extensivamente estudados nos últimos anos. O efeito mais característico relacionado ao EB é o deslocamento do ciclo de histerese, chamado campo de *exchange bias*, ao longo do eixo do campo magnético, causado por um torque microscópico dos *spins* AF interfaciais agindo sobre os *spins* do FM. Tratamento térmico<sup>[3, 4]</sup> e irradiação iônica<sup>[5, 6]</sup>, ambos na presença de campo magnético, são as formas mais eficazes de modificar e controlar o EB.

Via de regra, o deslocamento é dependente da ordem de deposição das camadas FM e AF, sendo que configurações FM/AF apresentam maior deslocamento quando comparadas a estruturas AF/FM. Um dos possíveis motivos para esta diferença pode estar relacionado à textura (111) da camada AF ser maior na primeira configuração<sup>[7-9]</sup>. Os tratamentos térmicos, normalmente, diminuem o deslocamento da camada FM depositada sob o material AF, enquanto aumentam-no para a configuração AF/FM. Na literatura, alguns autores julgam ser a interdifusão entre as camadas o agente desta diminuição no deslocamento na estrutura FM/AF<sup>[8, 10-13]</sup>, enquanto há autores que julgam ser a diminuição do grau da textura (111) durante o tratamento o fator responsável por este efeito<sup>[9, 14]</sup>.

As origens do EB não são totalmente compreendidas, pois muitos fatores devem ser levados em conta e muitos materiais e configurações apresentam o fenômeno<sup>[15]</sup>. As controvérsias são muitas, tanto que há um grande número de modelos teóricos<sup>[16]</sup>. Alguns levam em conta a quantidade de defeitos, sua concentração e distribuição<sup>[17-20]</sup>; outros contam com a formação de paredes de domínio durante a reversão da magnetização<sup>[21, 22]</sup>, e há modelos que consideram o tamanho, estabilidade e distribuição dos grãos AF<sup>[23, 24]</sup> em materiais policristalinos. Ainda há controvérsias se as interações através de espaçadores não-magnéticos são de curto<sup>[25]</sup> ou de longo<sup>[26]</sup> alcance.

O escopo deste trabalho é o estudo dos pontos aqui levantados, bem como o controle — separação ou união — de fases em multicamadas bifásicas. Para tal foram escolhidas amostras

de Co/IrMn/Cu/Co, pois este sistema possui diversas características de importância tecnológica, tais como: boa resistência à corrosão, alto valor de campo de *exchange bias*, alta temperatura de bloqueio e baixa espessura crítica do IrMn, além de apresentar duas fases magnéticas distintas. Sensores lineares de campo magnético podem ser construídos em sistemas bifásicos cujas curvas de histerese apresentem subciclos deslocados negativamente/positivamente no eixo do campo magnético<sup>[27]</sup>.

Neste trabalho as amostras foram fabricadas via *magnetron sputtering* e posteriormente sujeitas a tratamentos térmicos na presença de baixo campo magnético, onde a direção do campo de tratamento fora mudada, e irradiação iônica com He<sup>+</sup> na presença da campo magnético alto fora do sentido do EB. A caracterização magnética foi feita através de medidas de curvas de magnetização.

O trabalho está organizado da seguinte forma: o primeiro capítulo versa sobre as considerações teóricas dos conceitos básicos sobre as ordens magnéticas FM e AF, anisotropia magnética e o *exchange bias*, bem como anisotropia rodável e os modelos teóricos mais relevantes; no segundo capítulo são apresentadas as técnicas e os equipamentos utilizados durante o desenvolvimento deste trabalho; o terceiro capítulo apresenta as amostras, bem como sua caracterização estrutural; o quarto capítulo mostra os resultados mais relevantes obtidos e uma breve discussão destes; e as conclusões deste trabalho se encontram no quinto capítulo. Referências bibliográficas e apêndices estão dispostos logo após o último capítulo.

# 1 Revisão Teórica

## 1.1 Ferromagnetismo e Antiferromagnetismo

Materiais que apresentam orientação espontânea paralela de seus momentos magnéticos atômicos, em temperaturas menores que uma temperatura crítica, são chamados ferromagnetos (FM). Estes materiais atingem a magnetização de saturação ( $M_S$ ) espontaneamente, ou seja, mesmo na ausência de campo magnético externo é possível que apresentem momento magnético macroscópico não-nulo [conforme ilustrado na figura 1.1(a)].

Entretanto, raramente materiais ferromagnéticos são encontrados magnetizados na natureza. Isto se dá pelo fato de o FM poder estar dividido em vários domínios<sup>[28]</sup> e cada domínio apresentar seu estado de  $M_S$  orientado aleatoriamente, de modo que o momento magnético macroscópico seja nulo.

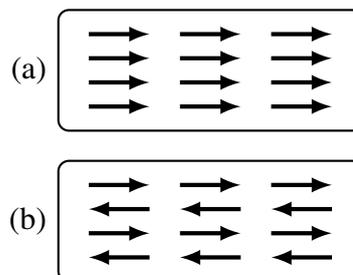


Figura 1.1: Esquema representativo dos momentos magnéticos nas configurações (a) ferromagnética e (b) antiferromagnética.

A ordem dos momentos magnéticos é definida pela interação de troca<sup>[29]</sup>. O momento magnético microscópico tem origem no *spin* do elétron e no momento angular total atômico. O modelo de Heisenberg é adequado para estudar a interação de troca entre átomos vizinhos e descreve uma energia de troca entre átomos adjacentes da seguinte forma<sup>[30]</sup>:

$$E_{EX} = -2J\mathbf{S}_i \cdot \mathbf{S}_j, \quad (1.1)$$

onde  $J$  é a constante de interação e  $\mathbf{S}_i$  e  $\mathbf{S}_j$  são os momentos magnéticos totais dos átomos  $i$  e  $j$ .

Se  $J > 0$ , o mínimo de energia acontece quando os *spins* alinham-se paralelamente, favorecendo a ordem ferromagnética. Caso contrário,  $J < 0$ , a ordem antiferromagnética, explicada a seguir, representa o mínimo de energia do sistema.

Tratando-se de um FM, a temperatura crítica, denominada temperatura de Curie ( $T_C$ ), é aquela acima da qual a energia térmica é maior do que a energia de troca. Em outras palavras, a agitação térmica dos *spins* é suficiente para desordená-los e fazer com que se orientem de forma aleatória no volume do material. A figura 1.2 demonstra qualitativamente a magnetização de saturação em função da temperatura para um sistema ferromagnético. A magnetização decai com o aumento da temperatura, pois a agitação térmica dos momentos magnéticos é aumentada. Quando  $T = T_C$ , a magnetização macroscópica extingui-se e o material apresenta característica paramagnética.

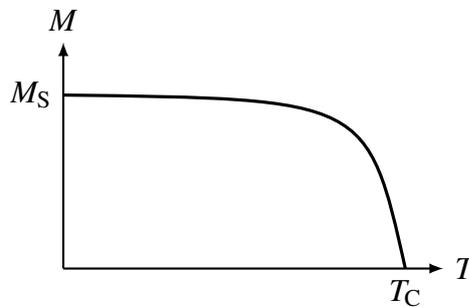


Figura 1.2: Representação ilustrativa da magnetização de um ferromagneto em função da temperatura.

Antiferromagnetismo é a configuração magnética em que os momentos magnéticos ordenam-se, na forma mais simples, antiparalelamente, como representado na figura 1.1(b). Em campo magnético nulo, esta configuração apresenta magnetização global nula, pois o sistema se divide em duas sub-redes de *spins* opostos. As configurações podem ser antissimétricas entre primeiros vizinhos ou entre camadas atômicas. Há uma temperatura na qual o material deixa de ser antiferromagnético (AF) e perde sua ordem magnética, conhecida como temperatura de Néel ( $T_N$ ). Assim como  $T_C$ ,  $T_N$  é a temperatura na qual a agitação térmica dos momentos magnéticos é suficiente para que suas orientações tenham direções aleatoriamente distribuídas no volume do material.

## 1.2 Anisotropia Magnética

Ferromagnetos apresentam uma energia livre que depende da direção da magnetização em relação a sua orientação espacial<sup>[31]</sup>.  $\mathbf{M}_S$  assume direções preferenciais de maneira a minimizar esta energia e, à medida que  $\mathbf{M}_S$  muda, esta energia aumenta. Este fenômeno é chamado

anisotropia magnética. O estudo da anisotropia magnética é de extrema importância tanto na pesquisa básica quanto nas aplicações tecnológicas a ela associadas.

Naturalmente, os materiais apresentam eixos de fácil, intermediária e difícil magnetização. Estes são definidos pelo custo energético para orientar a magnetização na sua direção. Entre os fatores mais importantes para a característica anisotrópica nos materiais magnéticos estão a anisotropia magnetocristalina, discutida em detalhe na subseção 1.2.1, a magnetoelástica (subseção 1.2.2) e a de forma (subseção 1.2.3). Há ainda outros dois tipos de anisotropia magnética, a anisotropia de troca (*exchange anisotropy*) à qual será dedicada uma seção devido sua relevância neste trabalho (seção 1.3), e a anisotropia rodável que, por estar intimamente relacionada ao *exchange bias*, será apresentada na subseção 1.3.1.

### 1.2.1 Anisotropia Magnetocristalina

Os materiais magnéticos são caracterizados por uma anisotropia magnética intrínseca, chamada anisotropia magnetocristalina ou anisotropia magnética cristalina, relacionada com os eixos de simetria da rede cristalina. Esta anisotropia tem origem nos acoplamentos *spin*-órbita e órbita-rede. Os *spins* dos elétrons, responsáveis pelo magnetismo, se acoplam com os orbitais cristalinos<sup>[29]</sup> e quando o campo magnético tende a reorientar o *spin* do elétron também é alterada a orientação de sua órbita. Como a órbita e a rede estão fortemente acopladas, uma resistência a esta variação faz com que seja necessário um campo maior para orientar os *spins* fora dos eixos preferenciais, uma vez que a energia do campo magnético deve superar a energia do acoplamento órbita-rede.

O cobalto, material FM estudado neste trabalho, normalmente apresenta estrutura cristalina hexagonal compacta (h.c.p.). Este tipo de estrutura se caracteriza por exibir um eixo de fácil magnetização ao longo do seu eixo hexagonal *c* e as direções do plano basal são igualmente de difícil magnetização. Este tipo de anisotropia magnetocristalina é o mais simples, chamado de anisotropia uniaxial. Fenomenologicamente, podemos expressar a energia magnética anisotrópica do Co e de outros materiais que apresentam anisotropia uniaxial como uma série de potências de  $\sin^2 \varphi$ <sup>[30]</sup> da forma:

$$E_u = K_1^u \sin^2 \varphi + K_2^u \sin^4 \varphi + \dots, \quad (1.2)$$

onde  $K_1^u$  e  $K_2^u$  são as constantes de anisotropia uniaxial de primeira e segunda ordem e  $\varphi$  é o ângulo entre a magnetização e o eixo cristalino *c*. Se  $K_1^u$  é maior que zero e  $K_2^u > -K_1^u$  a energia tem um mínimo em  $\varphi = 0$ , indicando que o eixo de fácil magnetização é o eixo *c*. Todavia, dependendo de  $K_1^u$  e  $K_2^u$ , outras formas de anisotropia são possíveis. O plano basal pode ser

um plano de fácil magnetização quando  $K_2^u < -K_1^u$  e  $K_1^u > 0$ , ou ainda caso  $K_1^u$  for negativo juntamente com  $K_2^u < -|K_1^u|/2$ . Uma terceira forma de anisotropia magnetocristalina é aquela na qual há um cone de fácil magnetização, ou seja, um ângulo  $\varphi$  entre 0 e  $90^\circ$  é aquele que representa o mínimo de energia. Esta configuração acontece quando a condição  $K_2^u > |K_1^u|/2$  é satisfeita.

A figura 1.3 representa os eixos de fácil e um de difícil magnetização para o cobalto h.c.p.. Ao longo do eixo cristalino  $c$  encontra-se o eixo fácil, enquanto o plano basal é o plano difícil. À direita estão representadas as magnetizações em função de  $H$  para ambos os casos.

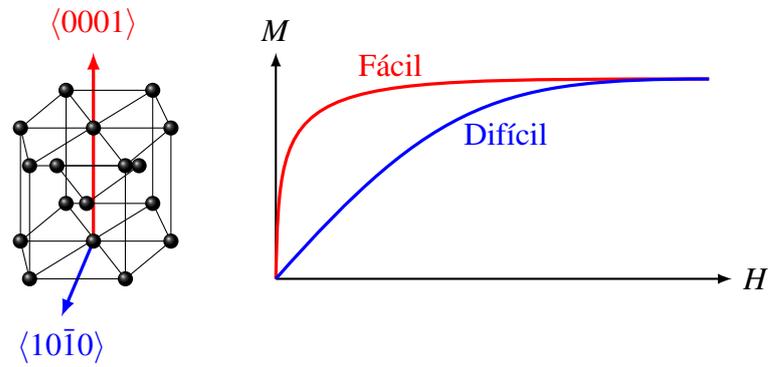


Figura 1.3: Diagrama representando os eixos de fácil (vermelho) e difícil (azul) magnetização para o cobalto h.c.p..

O cobalto ainda pode apresentar estrutura cristalina cúbica de face centrada (f.c.c.). Neste caso, a anisotropia magnetocristalina é dita anisotropia cúbica. O ferro (cúbico de corpo centrado, b.c.c.) e o níquel (f.c.c.), ferromagnetos naturais, também apresentam este tipo de anisotropia. A energia anisotrópica pode ser descrita pelos cossenos diretores,  $\alpha_1$ ,  $\alpha_2$  e  $\alpha_3$ , da magnetização em relação aos eixos de simetria do cubo. A expressão para esta energia é dada da forma:

$$E_c = K_1^c (\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2) + K_2^c (\alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2) + \dots, \quad (1.3)$$

onde  $\alpha_1 = \sin \varphi \cos \vartheta$ ,  $\alpha_2 = \sin \varphi \sin \vartheta$  e  $\alpha_3 = \cos \varphi$ , as constantes de anisotropia cúbica de primeira e segunda ordem são  $K_1^c$  e  $K_2^c$ , respectivamente, e  $\varphi$  e  $\vartheta$  são os ângulos polar e azimutal da magnetização em relação aos eixos cristalinos, como representado na figura 1.4.

## 1.2.2 Anisotropia Magnetoelástica

Tensões sobre um material magnético modificam a estrutura cristalina deste e, por sua vez, causam modificações na direção preferencial da magnetização. Este efeito é inverso ao efeito de magnetostricção, modificação das dimensões da amostra quando submetida a um campo

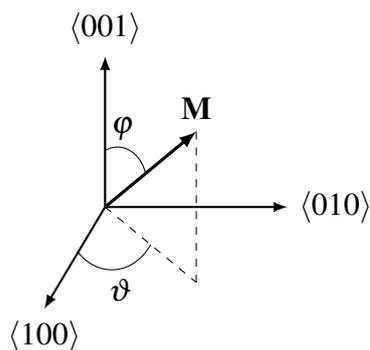


Figura 1.4: Representação da magnetização em relação aos eixos cristalinos de um sistema cúbico.

magnético<sup>[29]</sup>. A anisotropia magnetoelástica (anisotropia por *stress*) tem como origem física o acoplamento *spin*-órbita, a mesma origem da anisotropia magnetocristalina, todavia com magnitude muito menor.

Considerando que o coeficiente de magnetostricção ( $\kappa$ ) é isotrópico, é possível obter uma equação simples para a energia associada à anisotropia magnetoelástica por unidade de volume<sup>[30]</sup>

$$E_{me} = \frac{3}{2} \kappa \sigma \sin^2 \beta = K_{\sigma} \sin^2 \beta, \quad (1.4)$$

onde  $\sigma$  é a tensão sobre o material,  $\beta$  é o ângulo entre a tensão e a magnetização, e  $K_{\sigma} = \frac{3}{2} \kappa \sigma$  é a constante de anisotropia magnetoelástica.

No caso particular de filmes finos, a manifestação maior da anisotropia magnetoelástica acontece quando há diferença entre os parâmetros de rede de materiais adjacentes. O efeito dos parâmetros de rede pode ser dividido em dois regimes: caso a diferença seja pequena, até uma determinada espessura crítica, um dos materiais sofre tensão enquanto o outro sofre compressão. Desta forma, ambos atingem um mesmo parâmetro de rede. Este regime é chamado de regime coerente. O regime incoerente acontece quando a espessura de uma das camadas excede a espessura crítica. O aumento da espessura causa um acréscimo na energia. A partir de certa espessura, é energeticamente favorável o surgimento de discordâncias com a finalidade de diminuir a tensão no volume do material<sup>[32]</sup>.

### 1.2.3 Anisotropia de Forma

A resposta magnética dos materiais é dependente, também, da forma destes. As dimensões da amostra induzem uma anisotropia que favorece a magnetização ao longo do eixo mais longo. À esta anisotropia é dado o nome de anisotropia de forma e é devida ao campo desmagnetizante ( $H_d$ ).

Um material magnetizado apresenta características de um dipolo magnético, conforme ilustrado na figura 1.5 para um filme fino. Este dipolo dá origem ao campo desmagnetizante, que recebe este nome por se opor à magnetização total do material<sup>[30]</sup>.

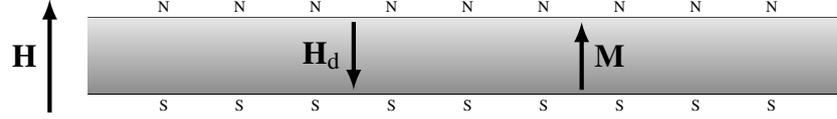


Figura 1.5: Dipolos criados em um filme fino magnetizado perpendicularmente ao plano.

Em filmes finos, onde uma das dimensões é considerada nula em relação às outras duas, a magnetização, na maior parte dos casos, tem preferência em se manter no plano, tendo em vista que o campo desmagnetizante na direção normal ao plano é muito grande. O campo desmagnetizante pode ser expresso por<sup>[32]</sup>

$$\mathbf{H}_d = -\mathcal{N}\mathbf{M}, \quad (1.5)$$

onde  $\mathcal{N}$  é o tensor desmagnetizante. Especialmente em filmes finos, todos os elementos de  $\mathcal{N}$  são nulos à exceção da componente perpendicular ao plano do filme, a qual recebe o valor 1. A contribuição energética por unidade de volume do campo desmagnetizante para um filme fino pode ser escrita como

$$E_d = \frac{1}{2}\mu_0 M_S^2 \cos^2 \varphi, \quad (1.6)$$

onde  $\varphi$  é o ângulo formado entre a normal ao plano do filme e a  $\mathbf{M}_S$ .

A equação 1.6 demonstra que a energia do campo desmagnetizante é nulo quando  $\mathbf{M}_S$  se mantém no plano do filme, e a equação 1.5 mostra que  $\mathbf{H}_d$  acaba sendo igual à própria magnetização em módulo e no sentido inverso, caso esta se oriente perpendicularmente ao plano. O campo efetivo no interior do material,  $\mathbf{H}_{\text{eff}}$ , consiste na soma dos vetores  $\mathbf{H}$  e  $\mathbf{H}_d$ .

### 1.3 Exchange-Bias

O fenômeno *exchange bias*, cuja manifestação mais característica é o deslocamento horizontal do laço de histerese, resulta do acoplamento entre um FM e um AF adjacente. Este efeito foi observado pela primeira vez na década de 50 em partículas de Co parcialmente oxidadas a 77 K por Meiklejohn e Bean<sup>[1, 2]</sup>.

Para que o deslocamento seja observado, o material AF deve apresentar anisotropia superior à do material FM. O deslocamento da laço de histerese, conhecido como campo de *exchange bias* ( $H_{\text{EB}}$ ), é causado por um torque microscópico dos *spins* não-compensados provenientes

da camada AF agindo sobre os *spins* da camada FM. As formas mais eficazes e utilizadas para modificar o EB são tratamento térmico (*annealing*)<sup>[3, 4]</sup> e irradiação iônica<sup>[5, 6]</sup>, ambos na presença de campo magnético. No presente trabalho, ambas formas foram utilizadas e serão discutidas em detalhe nas seções 2.2 e 4.5, respectivamente.

Um modelo intuitivo para o EB, proposto por Meiklejohn e Bean<sup>[1, 2]</sup> e rerepresentado por Nogués *et al.*<sup>[4]</sup> (figura 1.6), considera uma bicamada AF/FM. Quando o sistema se encontra em uma temperatura  $T_N < T < T_C$  na presença de um forte campo magnético  $\mathbf{H}_{\text{ann}}$ , a camada AF se encontra no regime paramagnético, sem orientação definida para os *spins* enquanto os momentos magnéticos da camada FM mantêm-se alinhados na direção de  $\mathbf{H}_{\text{ann}}$  [figura 1.6(a)]. Durante o resfriamento na presença do campo para  $T_N > T$ , os *spins* interfaciais da camada AF alinham-se aos da camada FM [figura 1.6(b)] e arranjam-se de forma a manter a magnetização total nula. A reversão do campo magnético tende a girar os *spins* da camada FM enquanto os da camada AF mantêm-se presos à sua anisotropia. Os momentos magnéticos interfaciais da camada AF exercem um torque nos *spins* da camada FM [figura 1.6(c)], exigindo um campo de maior magnitude para que seja vencido o torque e a camada FM sature magneticamente [figura 1.6(d)]. Revertendo novamente o campo aplicado, para o mesmo sentido do campo de resfriamento, o torque exercido pelos *spins* interfaciais da camada AF favorece a rotação dos *spins* da camada FM [figura 1.6(e)], pois o estado de equilíbrio do sistema é aquele no qual os momentos magnéticos interfaciais estão paralelos.

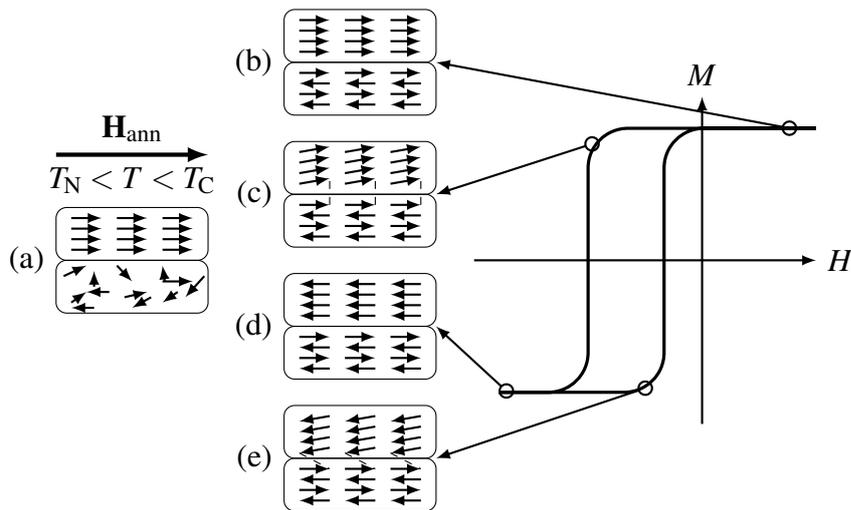


Figura 1.6: Diagrama simples das configurações de *spin* de uma bicamada AF/FM durante o ciclo de histerese<sup>[4]</sup>.

As configurações mostradas na figura 1.6 revelam uma característica “unidirecional”<sup>\*</sup> do EB,

<sup>\*</sup>Em inglês o termo utilizado é *unidirectional*, indicando direção e sentido definidos. A tradução literal deste termo para a língua portuguesa indica apenas uma direção definida, com dois sentidos possíveis.

porque há somente um sentido preferencial de acoplamento, aquele no qual os *spins* interfaciais estão alinhados paralelamente no sentido do campo aplicado durante o resfriamento. Uma expressão fenomenológica para a energia da anisotropia de troca (*exchange anisotropy*) pode ser escrita da seguinte forma<sup>[30]</sup>

$$E_{EB} = -J_{FM/AF} \cos \psi, \quad (1.7)$$

onde  $J_{FM/AF}$  é a constante de acoplamento entre as camadas e  $\psi$  é o ângulo entre os *spins* interfaciais FM e AF.

Na figura 1.6 as estruturas apresentam configuração colinear. Os *spins* interfaciais estão alinhados em uma mesma linha. Configurações deste tipo podem ser de duas formas distintas: de interface compensada [quando os *spins* da camada AF na interface não possuem contribuição magnética, figura 1.7(a)] e de interface não-compensada [os *spins* da camada AF possuem magnetização não-nula na interface, figura 1.7(b)].

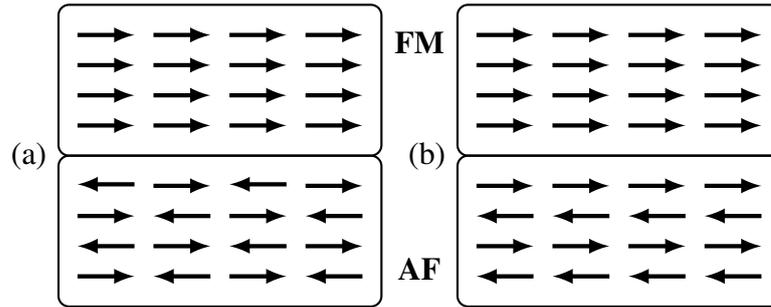


Figura 1.7: Representações esquemáticas de interfaces (a) compensada e (b) não-compensada

Todavia, para filmes finos policristalinos, como os utilizados neste trabalho, o modelo intuitivo não é aplicável por dois motivos: 1) há uma distribuição de grãos AF em uma interface rugosa e 2) o material AF utilizado, IrMn, possui alta temperatura de Néel,  $T_N = 417^\circ\text{C}$ . Tratamentos térmicos a esta temperatura acabariam por destruir as interfaces da amostra.

Um modelo melhorado para filmes policristalinos consiste em considerar filmes de duas fases magnéticas também policristalinas, FM e AF; e, na interface entre estas fases, há *clusters* de *spin* ordenados ferromagneticamente. Cada *cluster* se comporta como um domínio FM e interage com os domínios FM e AF adjacentes por interação de troca direta. Estes *clusters* podem ser, por exemplo, *spins* AF congelados espontaneamente<sup>[24]</sup>, ou partículas ferro-ou ferrimagnéticas duras resultantes de reações químicas na interface AF/FM<sup>[33]</sup>. O deslocamento da curva de histerese é causado pela fração de *clusters* não-compensados cujos momentos magnéticos se mantêm relativamente fixos durante a reversão da magnetização FM. Durante o ciclo de histerese, rotação reversível dos *spins* destes *clusters* podem acontecer na interface,

gerando uma parede de domínio parcial no AF. Como no modelo de Mauri *et al.*<sup>[22]</sup> (explicado em detalhe na subseção 1.3.3), cada momento FM sofre rotação coerente. Os momentos interfaciais AF que acompanham a magnetização da camada FM são responsáveis pela anisotropia rodável, vista em detalhe na próxima subseção.

O tratamento térmico é tal que, mesmo abaixo de  $T_N$ , ativa termicamente a maioria dos *clusters* não-compensados, fazendo com que estes praticamente se alinhem ao material FM orientado na direção do campo magnético<sup>[24]</sup>, a menos de uma distribuição de orientações destes em torno da direção do FM. A figura 1.8 representa o comportamento destes *clusters* quando uma amostra é sujeita a um tratamento térmico na presença de campo magnético.

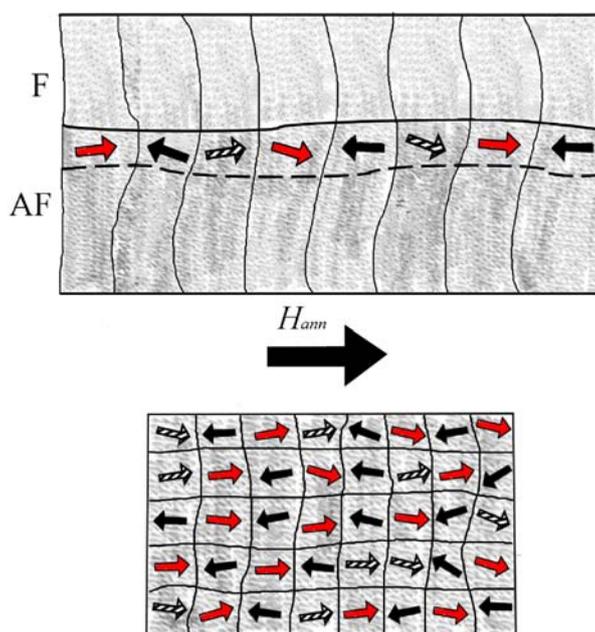


Figura 1.8: Representação esquemática da estrutura de uma bicamada AF/FM policristalina. Acima: corte transversal; abaixo: vista superior. As flechas hachuradas representam os *clusters* não-compensados.

A temperatura crítica acima da qual o EB deixa de ser observado é chamada temperatura de bloqueio ( $T_B$ ). Geralmente,  $T_B < T_N$ . A temperatura de bloqueio corresponde à agitação térmica suficientemente grande para que seja vencido o acoplamento entre as camadas FM e AF. Na literatura é possível encontrar relação entre  $T_B$  e a espessura da camada AF<sup>[15, 24]</sup>. Em sistemas policristalinos, cada grão possui sua própria temperatura de bloqueio e, desta forma, o sistema é caracterizado por uma distribuição de temperaturas de bloqueio<sup>[24]</sup>.

Nicolodi *et al.*<sup>[34, 35]</sup> demonstraram que filmes com ligas de irídio-mangânês acopladas magneticamente com cobalto através de um espaçador não-magnético com baixa espessura de cobre apresentam EB. Isto ocorre porque até uma espessura crítica de  $\approx 1$  nm de espaçador sua

camada não está totalmente preenchida. O acoplamento entre os momentos magnéticos das camadas é feito por pequenas regiões onde não há espaçador (*pinholes*), os quais são preenchidos pelo FM. Como o número efetivo de *spins* FM e AF em contato diminui, o  $H_{EB}$  decresce rapidamente com o aumento da espessura do espaçador.

Normalmente, o deslocamento do ciclo de histerese varia dependendo da ordem de deposição das camadas FM e AF. Estruturas onde o FM fora depositado primeiramente (FM/AF, ou *top-pinned* FM) exibem um  $H_{EB}$  maior que as estruturas onde o AF fora depositado primeiro (AF/FM, *bottom-pinned* FM). Esta diferença acontece porque, na configuração AF/FM, o arranjo aleatório dos domínios magnéticos AF durante o crescimento do filme não é adequado para orientar os momentos FM para um sentido preferencial. Na estrutura FM/AF, o crescimento magneticamente orientado da camada FM (por exemplo, durante um processo de *magnetron sputtering*, o campo magnético responsável pelo confinamento eletrônico interage com o material) é suficiente para alinhar os *spins* AF na interface, gerando um EB maior<sup>[7]</sup>. Outra possível razão para a discrepância dos valores de  $H_{EB}$  entre as configurações *top-* e *bottom-pinned* FM é de no primeiro caso o grau da textura (111) da camada AF é maior<sup>[7-9]</sup>. Quando ligas de IrMn são utilizadas como material AF, a textura (111) é importante para o EB. Nesta configuração os átomos de Mn, responsáveis pelo magnetismo da liga, apresentam uma estrutura triangular magneticamente frustrada em cada plano (conforme ilustrado na figura 1.9) que resulta em um momento magnético que aponta na direção  $(2\bar{1}\bar{1})$  na interface, com forte anisotropia uniaxial<sup>[36, 37]</sup>.

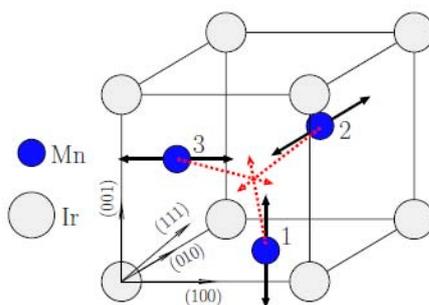


Figura 1.9: Estrutura triangular magneticamente frustrada dos *spins* dos átomos de Mn. As esferas escuras representam os átomos de Mn enquanto as claras representam os de Ir. As linhas pretas indicam os eixos fáceis locais e as linhas tracejadas em vermelho a direção do *spin* total no estado fundamental. Figura retirada da referência 37.

### 1.3.1 Anisotropia Rodável

Outro efeito relacionado ao EB é o aumento do campo coercivo ( $H_C$ ) quando comparados resultados entre um material que contém a interface FM/AF e outro cujas características do FM sejam as mesmas à exceção do contato atômico com a camada AF. A anisotropia rodável, *rotatable anisotropy*, RA, pode ser responsável por este aumento na coercividade.

O aumento de  $H_C$  pode ser atribuído aos momentos magnéticos AF na interface FM/AF que acompanham os momentos FM adjacentes durante o ciclo de histerese. A camada AF interfacial pode ser dividida em três partes em relação à estabilidade. A primeira parte é a dos domínios magnéticos pequenos e instáveis. Estes domínios são superparamagnéticos e não contribuem para  $H_{EB}$  e  $H_C$ . Outra parte diz respeito aos domínios maiores, os quais possuem maior estabilidade e são os responsáveis pelo deslocamento do ciclo de histerese. A última parte desta divisão considera os domínios de tamanho intermediário que não contribuem para o EB, mas causam o aumento da coercividade.

Ao estudar o deslocamento isotrópico do campo de ressonância ferromagnética em função do ângulo de aplicação do campo magnético DC em sistemas que apresentam EB, McMichael *et al.*<sup>[38]</sup> propuseram a anisotropia rodável na forma  $\mathbf{M}_{FM} \cdot \mathbf{H}_{RA}$ , onde  $\mathbf{M}_{FM}$  é a magnetização do FM e  $\mathbf{H}_{RA}$  é o campo efetivo associado à RA. Estes domínios intermediários acompanham os momentos FM adjacentes. O acoplamento FM com os domínios “rodáveis” AF fazem com que o primeiro sofra uma espécie de anisotropia unidirecional adicional cuja direção é, normalmente, a direção do campo aplicado.

O modelo de McMichael não é adequado quando processos irreversíveis de magnetização são considerados. Com a finalidade de explicar a RA em processos irreversíveis, bem como a sua dependência com a temperatura, Geshev *et al.*<sup>[39]</sup> propuseram um modelo fenomenológico que considera uma distribuição de eixos fáceis AF. Este modelo considera também que o FM pode estar dividido em domínios, cada um acoplado com um único domínio AF estável. Neste modelo, a energia associada à anisotropia rodável pode ser descrita da seguinte forma:

$$E_{RA} = K_{RA} \left( \frac{\mathbf{M}_{FM} \cdot \hat{h}}{M_{FM}} \right)^2 \quad (1.8)$$

onde  $K_{RA}$  a constante de anisotropia rodável e  $\hat{h}$  é o vetor unitário que indica a direção do campo aplicado.

### 1.3.2 Modelos Teóricos

Desde o descobrimento do fenômeno de EB, modelos para tentar explicá-lo vêm sendo desenvolvidos. Um dos grandes problemas para uma total compreensão do EB é que não há ainda um conhecimento total da estrutura na interface<sup>[16]</sup>. Os sistemas que apresentam o fenômeno são muitos e variados<sup>[15]</sup>: filmes finos, ferromagnetos amorfos e policristalinos em contato com óxidos AF ordenados e desordenados, entre outros. Mesmo considerando o caso mais ordenado de dois monocristais em contato, diferenças de parâmetros de rede, tensões e defeitos podem alterar as características magnéticas na interface.

O primeiro modelo para o EB foi introduzido por Meiklejohn e Bean<sup>[1, 2, 40]</sup>. Este assume que as camadas FM e AF são monodomínio, que a magnetização do FM se dá por rotação coerente e que a interface é não-compensada na camada AF. A rotação coerente da magnetização FM pode ser explicada pelo modelo de Stoner-Wolfarth<sup>[41]</sup>. O modelo de Meiklejohn e Bean insere um termo de energia do acoplamento de troca conforme a equação 1.7. O problema do modelo é que os valores obtidos para  $H_{EB}$  são até duas ordens de grandeza maior que os observados experimentalmente<sup>[3, 4, 15, 16, 42]</sup>.

Néel em 1967<sup>[21]</sup> propôs que a estrutura de *spin* AF se modificaria reversivelmente durante a reversão da camada FM. Consequentemente, tanto o campo de *exchange bias* quanto a coercividade seriam afetados por estas modificações. Neste modelo, duas contribuições para  $H_C$  são previstas; uma intrínseca ao material FM e um termo proporcional às variações reversíveis da magnetização no material AF. O autor também supõe que cada camada atômica é uniformemente magnetizada e sua magnetização se mantém sempre paralela à interface. Uma das variações reversíveis durante a reversão da magnetização é a formação de paredes de domínio parciais, as quais armazenam em si uma parte da energia do acoplamento. Desta forma a magnitude do  $H_{EB}$  é reduzida. Neste modelo, quando consideradas interfaces rugosas, duas sub-redes AF estão presentes na interface, o que leva a uma compensação parcial dos momentos AF. Este modelo necessita de uma espessura mínima da camada AF muito maior do que a encontrada experimentalmente para produzir o EB, além de não apresentar valores razoáveis para o deslocamento.

Vinte anos após a proposta de Néel, Malozemoff<sup>[17]</sup> introduziu o conceito de campos aleatórios devidos às imperfeições na interface. Este modelo apresenta valores bastante próximos dos obtidos experimentalmente para  $H_{EB}$ . A rugosidade na interface origina áreas compensadas e não-compensadas, as quais exercem campos diferentes nos *spins* interfaciais FM. A energia magnetostática destes momentos, bem como a anisotropia da camada AF resultam na formação de domínios cujas paredes são perpendiculares à interface. O movimento destas paredes de

domínio no interior da camada AF explicam a redução do campo de deslocamento. Este modelo, entretanto, apresenta dois problemas principais: depende diretamente da concentração de defeitos, além de ser aplicável apenas a monocristais AF.

Mauri *et al.*<sup>[22]</sup> revisaram a consideração de Néel sobre a formação de paredes de domínio. O chamado modelo de Mauri trata o acoplamento entre uma camada FM ultrafina e uma camada AF infinitamente espessa, obrigando a formação de uma parede de domínio perto de interface no AF. Os resultados deste modelo são bastante compatíveis com os valores observados experimentalmente, já que a formação desta parede de domínio leva a um limite superior da energia da anisotropia de troca. Este modelo é o que melhor descreve os resultados obtidos neste trabalho e por este motivo será melhor discutido na próxima subseção.

Koon, em 1997<sup>[43]</sup>, apresentou resultados de cálculos micromagnéticos em interfaces FM/AF compensadas. O mais importante resultado prediz que a configuração de menor energia é aquela na qual os eixos fáceis FM e AF ordenam-se perpendicularmente um ao outro. Baseado no modelo de Heisenberg e no comportamento tipo *spin-flop* dos momentos AF, este modelo também mostra que estes momentos apresentam um pequeno desvio em relação ao eixo fácil do material AF. O trabalho de Koon, entretanto, descreve apenas a estrutura magnética interfacial mas não é capaz de estabelecer anisotropia unisental e, conseqüentemente, o deslocamento do ciclo de histerese.

Schulthess e Butler<sup>[18, 19]</sup> uniram os modelos de campo aleatório e o de Koon fornecendo uma nova explicação para o EB. Este modelo inclui um termo de interação dipolar à energia total, que contava com o termo de Zeeman e o termo de troca, além das energias relacionadas à anisotropias magnéticas. As propriedades magnéticas de equilíbrio estável e metaestável são obtidas a partir do cálculo micromagnético da equação de Landau-Lifshitz com o termo de amortecimento de Gilbert-Kelley. Este modelo estima valores de  $H_{EB}$  bastante próximos aos observados e encontra um valor finito para a coercividade; todavia, este modelo depende da concentração de defeitos na interface, assim como o modelo de Malozemoff.

Nos últimos anos, diversos modelos foram propostos, tais como o modelo de Kiwi<sup>[44, 45]</sup> que explica o EB positivo, o modelo de Stiles e McMichael<sup>[46]</sup> que considera o acoplamento dos grãos AF com um filme FM tanto como acoplamento direto quanto por acoplamento do tipo *spin-flop* e o *domain state model* de Nowak *et al.*<sup>[20, 47]</sup> o qual considera defeitos diluídos no volume AF, não apenas na interface. Estes modelos mais recentes, muitas vezes, são apenas aperfeiçoamentos e combinação dos modelos anteriores.

### 1.3.3 Modelo de Mauri *et al.*

Dentre os modelos apresentados anteriormente, o modelo de Mauri *et al.* é o que melhor representa os resultados obtidos neste trabalho. As considerações que este modelo precisa são, principalmente:

1. os *spins* FM rotacionam coerentemente;
2. a camada AF é infinitamente espessa;
3. os *spins* FM e AF se acoplam ferromagneticamente em uma interface de espessura  $\xi$  extremamente fina e perfeitamente lisa;
4. a espessura  $t$  da camada FM deve ser menor do que a espessura de uma parede de domínio, formando-a assim no interior do AF.

A figura 1.10 representa a configuração dos *spins* em três pontos distintos da curva de histerese: saturada no sentido de  $\mathbf{H}_{\text{ann}}$ ; quando o campo de medição é revertido; e saturada no sentido oposto a  $\mathbf{H}_{\text{ann}}$ . A camada FM muda sua direção como um todo e, durante sua reversão, seus *spins* formam um ângulo  $\Phi$  com a direção do campo magnético aplicado. Os *spins* interfaciais AF, por sua vez, formam um ângulo  $\Theta$  também com a direção do campo aplicado. Caso  $\Theta \neq 0$  uma parede de domínio se forma nas subcamadas subsequentes.

Pode-se escrever a expressão para a energia total do sistema da seguinte forma:

$$E = -\sigma_w \cos \Theta - J_{\text{FM}/\text{AF}} \cos(\Theta - \Phi) - K_{\text{FM}} t_{\text{FM}} \cos^2 \Phi - HM_{\text{FM}} t_{\text{FM}} \cos(\theta_h - \Phi), \quad (1.9)$$

onde  $\theta_h$  é o ângulo entre a direção do campo magnético aplicado e o eixo fácil e  $t$  a espessura da camada FM.

Em unidades de  $\sigma_w = 2\sqrt{AK}$ , que é a energia por unidade de superfície de uma parede de domínio de  $90^\circ$  AF (onde  $A$  e  $K$  são as constantes de *stiffness* e da anisotropia magnetocristalina da camada AF, respectivamente), a energia total é representada como

$$\delta = -\cos \Theta - \Lambda \cos(\Theta - \Phi) + \mu \cos^2 \Phi - h \cos(\theta_h - \Phi). \quad (1.10)$$

Na equação 1.10, o primeiro termo diz respeito à formação de uma parede de domínio no AF. O segundo termo se refere à energia de troca, onde  $\Lambda$  é a constante de interação normalizada

$$\Lambda = \frac{J_{\text{FM}/\text{AF}}}{\sigma_w}, \quad (1.11)$$

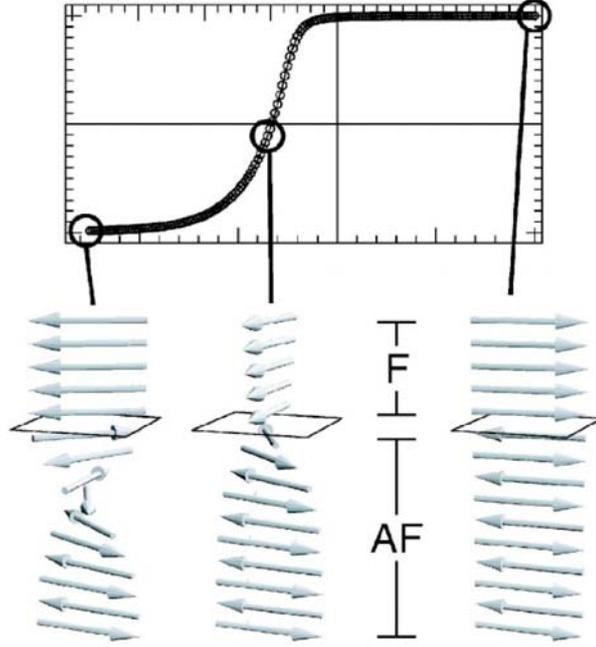


Figura 1.10: Esquema representativo de formação de paredes de domínio no antiferromagneto durante um ciclo de histerese<sup>[48]</sup>. Note que os autores deste artigo consideram que as camadas AF e FM se acoplam antiferromagneticamente.

e o terceiro termo representa a anisotropia da camada FM, com  $\mu$  sendo a constante de anisotropia normalizada que, para  $K_{\text{FM}}$  positivo, é dada por

$$\mu = -\frac{K_{\text{FM}}t_{\text{FM}}}{\sigma_w}. \quad (1.12)$$

O último termo é a energia magnetostática, onde  $h$  representa o campo magnético normalizado:

$$h = \frac{HM_S t_{\text{FM}}}{\sigma_w}, \quad (1.13)$$

onde  $M_S$  representa a magnetização de saturação da camada FM.

Mauri e seus colaboradores calcularam curvas de magnetização numericamente por minimização da energia total. Vários valores de  $\Lambda$  e  $\mu$  foram considerados, provendo curvas de histerese bastante realistas. A análise de seus dados leva a dois casos limite para o campo de *exchange bias*:

$$H_{\text{EB}} = \begin{cases} -\frac{J_{\text{FM/AF}}}{M_S t_{\text{FM}}} & \text{para } \Lambda \ll 1; \\ \frac{\sigma_w}{M_S t_{\text{FM}}} & \text{para } \Lambda \gg 1. \end{cases} \quad (1.14)$$

Dentro destes limites, os valores do campo de deslocamento são razoáveis. Um limite superior para o EB é imposto pela formação da parede de domínio na camada AF. Este modelo peca quando a constante de anisotropia da camada AF,  $K_{AF}$ , é razoavelmente grande, pois é favorável energeticamente ao sistema que a parede de domínio se forme na camada FM.

Expressões analíticas para este foram derivadas por Geshev<sup>[49]</sup> para o campo de *exchange bias*, coercividade e campo efetivo de anisotropia. Os cálculos foram feitos considerando campo aplicado ao longo do eixo fácil comum de ambas as camadas para quaisquer valores de energia de interação, de anisotropia uniaxial FM e de parede de domínio na camada AF.

## 2 *Procedimentos Experimentais*

### 2.1 Magnetometria de Gradiente de Força Alternada

Para determinação das características magnéticas do sistema Co/IrMn/Cu/Co, a técnica utilizada neste trabalho foi a obtenção de curvas de magnetização (MAG). Para tal, foi utilizado um magnetômetro de gradiente de força alternada, *alternating gradient force magnetometer* (AGFM), o qual é bastante indicado para esta caracterização devido sua alta sensibilidade ( $\approx 10^{-9} \text{ Am}^2$ )<sup>[30]</sup>. Neste equipamento é possível caracterizar filmes finos de espessuras de alguns poucos nanômetros.

Seu funcionamento se baseia na força que um momento magnético sofre quando submetido a um gradiente de campo magnético. Este gradiente é produzido por bobinas de gradiente, as quais estão dispostas na chamada configuração de par de Maxwell, ligadas em série e em oposição, fazendo com que o gradiente entre as mesmas seja máximo. As bobinas de gradiente são alimentadas por um gerador de funções de corrente alternada. A amostra é colocada entre estas bobinas e aplica-se um campo magnético DC ( $\mathbf{H}_{DC}$ ). Quando submetida a um gradiente alternado, uma amostra que apresenta magnetização sofre uma força,  $\mathbf{F}_m$ , que também alterna no tempo, a qual pode ser descrita como:

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

onde  $\mathbf{m}$  é o momento magnético da amostra e  $\nabla \mathbf{h}$  é o gradiente de campo. O AGFM faz a medição desta força conforme mostra a figura 2.1. A amostra é colocada em uma lamínula de vidro na extremidade inferior de uma haste também de vidro, na extremidade superior da haste se encontra um material piezoelétrico, o qual emite sinais de tensão quando sofre deformações mecânicas. Este sinal elétrico é proporcional à força sofrida pela amostra, que por sua vez é proporcional à componente da magnetização na direção do campo DC aplicado.

O eletroímã gera o campo magnético DC responsável pela magnetização do material. As bobinas de gradiente fazem o gradiente de campo alternado. O sinal proporcional à magnetização

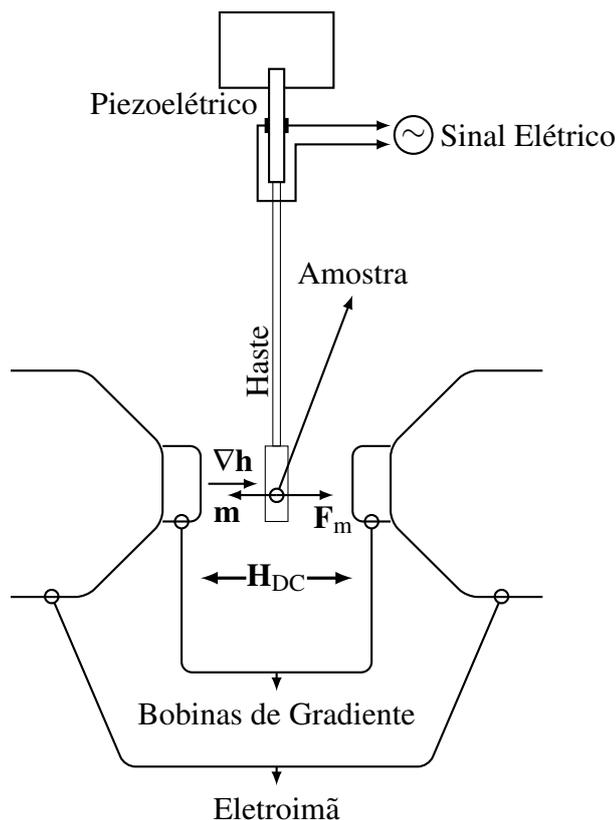


Figura 2.1: Esquema simplificado do AGFM.

é medido por um amplificador *Lock-In* o qual é sensível a tensões da ordem de nV. A frequência de oscilação do gradiente de campo é, geralmente, a mesma frequência de ressonância mecânica do sistema amostra–porta-amostras–haste–piezoelétrico, melhorando assim a relação sinal/ruído. Como o sistema de medição do AGFM é deveras sensível, o mesmo é montado em uma câmara anti-vibração com isolamento acústico, uma vez que a frequência de ressonância do sistema é, na maior parte das vezes, dentro do espectro de frequências do som.

A figura 2.2 apresenta um diagrama de blocos simplificado do equipamento: a fonte de corrente<sup>i</sup> alimenta o eletroímã; o gerador de funções alimenta as bobinas de gradiente e envia um sinal para o *Lock-In* a fim de manter iguais as fases deste e do sistema durante a medição; a fonte de corrente<sup>ii</sup> e o voltímetro fazem circuito com o sensor Hall, o qual mede os valores de  $H_{DC}$ ; o *Lock-In*, além de fazer a medição do sinal enviado pelo piezoelétrico, controla a fonte de corrente<sup>i</sup> e é responsável pela comunicação com o computador, o qual processa e armazena os dados.

As medidas obtidas pelo AGFM são curvas de histerese, onde o eixo vertical é o sinal de tensão do piezoelétrico e o horizontal o valor de campo DC aplicado. O sinal elétrico é então normalizado, onde 1 é seu valor máximo em módulo. O campo  $H_{DC}$  deve ser suficiente para saturar a amostra, e desta forma  $M/M_S$  apresenta o valor 1 quando da saturação da amostra. Uma

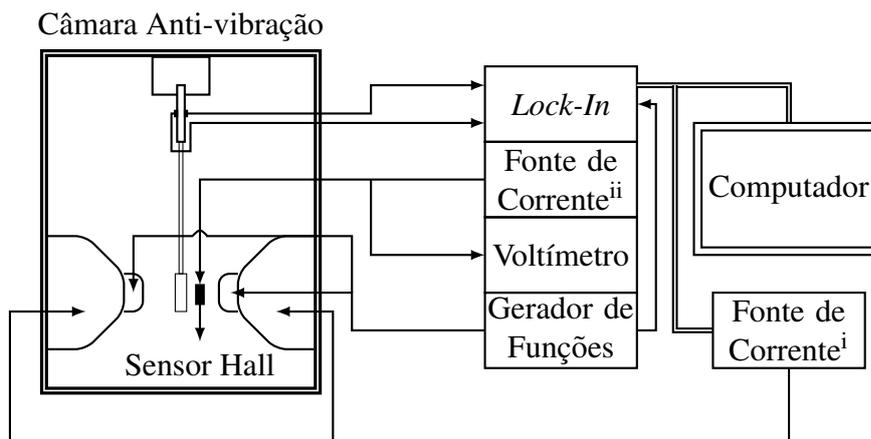


Figura 2.2: Diagrama de blocos do AGFM.

curva típica para um sistema que apresenta duas fases de *exchange bias* retirada do AGFM é apresentada na figura 2.3, a qual corresponde a uma medida no eixo de fácil magnetização da fase *top-pinned* FM de uma amostra de Co(3 nm)/IrMn(15 nm)/Co(7 nm) no estado como feita.

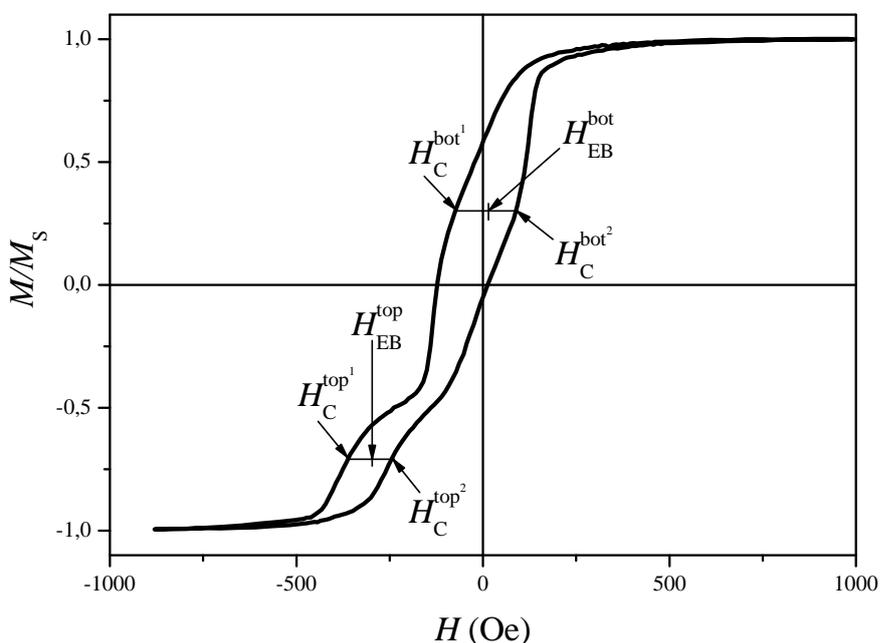


Figura 2.3: Curva de histerese típica de um sistema com duas fases magnéticas distintas que apresentam *exchange bias* obtida via AGFM.

Na figura 2.3 se identificam  $H_{EB}^{top}$  e  $H_{EB}^{bot}$  que indicam os valores do deslocamento em campo das fases *top-* e *bottom-pinned* FM, respectivamente. Estes valores indicam o centro do subciclo

de histerese de cada uma das fases. O cálculo destas grandezas é feito da seguinte forma:

$$H_{EB}^{\text{top/bot}} = \frac{H_C^{\text{top/bot}^1} + H_C^{\text{top/bot}^2}}{2}. \quad (2.2)$$

Já o campo coercivo é obtido fazendo o seguinte cálculo:

$$H_C^{\text{top/bot}} = \left| \frac{H_C^{\text{top/bot}^1} - H_C^{\text{top/bot}^2}}{2} \right|. \quad (2.3)$$

## 2.2 Tratamento Térmico

Como citado na seção 1.3, uma das mais eficazes formas de fortalecimento, controle e manipulação do EB é o tratamento térmico. Entretanto, o mesmo tratamento nas configurações FM/AF e AF/FM apresenta resultados diferentes. Geralmente o tratamento térmico diminui o deslocamento da curva de histerese na configuração *top-pinned* FM, enquanto o aumenta na configuração AF/FM, o que pode ser causado, no caso de IrMn/Co, pela interdifusão entre os átomos de Mn e os de Co da camada ferromagnética inferior<sup>[8, 10–13]</sup> enquanto a estrutura da interface *bottom-pinned* FM (até certa temperatura, que para o sistema IrMn/CoFe é de aproximadamente 300 °C) há pouca interdifusão atômica<sup>[50]</sup>. O decréscimo do  $H_{EB}$  da estrutura FM/AF ainda não é totalmente explicado na literatura.

Todos os tratamentos térmicos deste trabalho realizaram-se em um forno resistivo, o qual opera em vácuo de aproximadamente  $4 \times 10^{-6}$  mbar para evitar a oxidação da amostra. O mesmo consiste em uma haste em cuja extremidade se encontra o porta-amostras e um resistor, o qual é alimentado por um controlador de potência linear. Além de alimentar o resistor, o controlador é conectado a um sensor de temperatura do tipo PT100<sup>®</sup>, com este é possível programar a temperatura máxima do tratamento térmico com um erro de  $\pm 2$  °C. Este sistema é mostrado na figura 2.4, na qual também é apresentada a bomba de vácuo do tipo turbomolecular. A haste e sua extremidade, na qual ficam o porta-amostras, o resistor e o sensor de temperatura são envoltas por um tubo de quartzo para isolar o sistema do ambiente. Esta extremidade é posta entre os núcleos de um eletroímã, o qual é responsável pelo campo de tratamento,  $\mathbf{H}_{\text{ann}}$ .

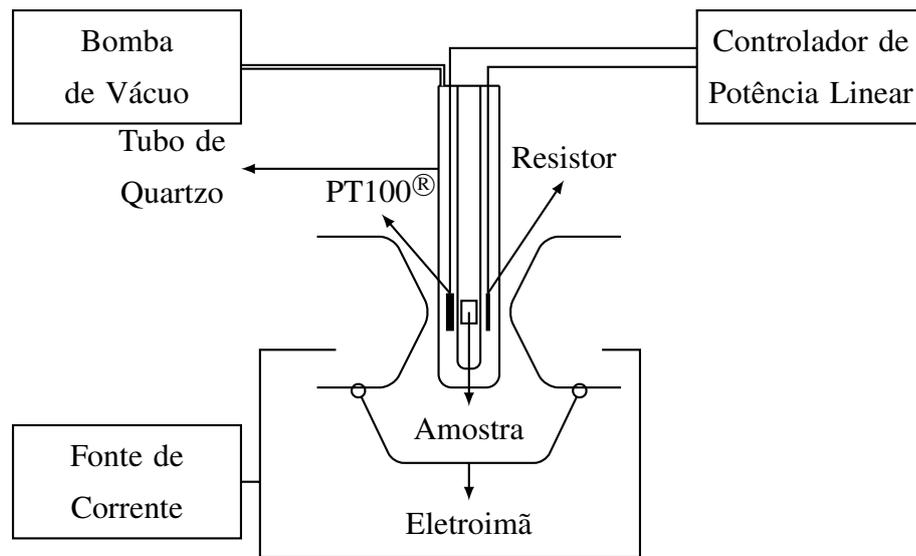


Figura 2.4: Diagrama de blocos do forno utilizado para tratamento térmico.

## 2.3 Irradiação com Íons He<sup>+</sup>

A irradiação com íons é uma ferramenta importante para modificar as propriedades dos materiais. Suas aplicações são fundamentais tanto do ponto de vista da ciência básica quanto na indústria de tecnologia.

Um íon acelerado em direção a um material pode colidir com os núcleos e os elétrons deste. Íons leves como o de He<sup>+</sup> com energia tipicamente maior que 25 keV colidem, principalmente, com os elétrons, responsáveis pelo freamento eletrônico, o qual gera os efeitos de excitação e ionização. No caso de irradiação com campo magnético aplicado, os elétrons da amostra que são excitados pelas colisões, ao decaírem o fazem em um mínimo local de energia, no qual seus *spins* tendem a se orientar na direção do campo magnético. Quando há majoritariamente colisões com os núcleos da amostra pode acontecer deslocamento dos átomos, podendo provocar cascatas de colisões. Outros efeitos relacionados às colisões nucleares são a criação de fônons (que podem gerar um hiperaquecimento local), de defeitos na rede e movimentação dos átomos para pontos intersticiais na rede.

A quantidade de energia cedida ao sistema pelos íons pode ser expressa da seguinte forma:

$$\frac{dE}{d\ell} = \left(\frac{dE}{d\ell}\right)_E + \left(\frac{dE}{d\ell}\right)_N, \quad (2.4)$$

onde  $\left(\frac{dE}{d\ell}\right)_E$  é o poder de freamento eletrônico,  $\left(\frac{dE}{d\ell}\right)_N$  o poder de freamento nuclear, e  $\ell$  indica o comprimento percorrido pelo feixe no interior da amostra.

As irradiações iônicas foram feitas em um acelerador linear de 500 kV no Laboratório de Implantação Iônica do Instituto de Física da UFRGS. A estabilidade da fonte de alta tensão e a divergência do feixe iônico são de excelência neste equipamento. Os íons são gerados a partir de um alvo evaporado em um cátodo ou a partir de um gás, como no caso do He, que dão origem ao plasma. Um analisador magnético, chamado separador de massas, é responsável pela seleção apenas dos íons desejados. Este processo é necessário tendo em vista que tanto o alvo quanto a câmara contêm impurezas. Os íons então são acelerados em direção à amostra, sua energia pode variar entre 10 e 450 keV e as densidades de corrente entre 10 nA/cm<sup>2</sup> e 1 μA/cm<sup>2</sup>. O vácuo do sistema durante a irradiação é da ordem de 10<sup>-7</sup> torr.

No caso de filmes finos que apresentam exchange bias, fluência, energia e corrente em certos regimes podem levar à diminuição do EB por interdifusão interfacial dos materiais devida ao choque do íon com o núcleo ou a um aumento do EB por excitação eletrônica, em que o FM assume a direção do campo magnético e o AF, também excitado, segue a orientação do FM<sup>[5, 6, 51]</sup>. A direção do EB também pode ser modificada, se o campo magnético aplicado durante a irradiação for alto o suficiente e os parâmetros de irradiação (energia, dose e corrente) forem adequados<sup>[52-55]</sup>. Os estudos realizados neste sentido verificaram que para doses baixas, tipicamente de até  $5 \times 10^{13}$  íons/cm<sup>2</sup> para o sistema IrMn/Co, não há grandes variações na direção do EB e no valor de  $H_{EB}$  como mostram as figuras 2.5(a) e 2.5(b)<sup>[52]</sup>, nas quais são apresentadas as modificações no valor de  $H_{EB}$ ,  $H_C$  e sentido do EB em função da dose em uma amostra de IrMn(15 nm)/Cu(0.75 nm)/Co(5, nm) irradiada com  $He^+$ , em que mantiveram-se fixos o módulo do campo magnético, em  $\approx 5$  kOe; sua direção, 120 graus em relação ao sentido do EB da amostra como feita, e a corrente, em 100 nA/cm<sup>2</sup>.

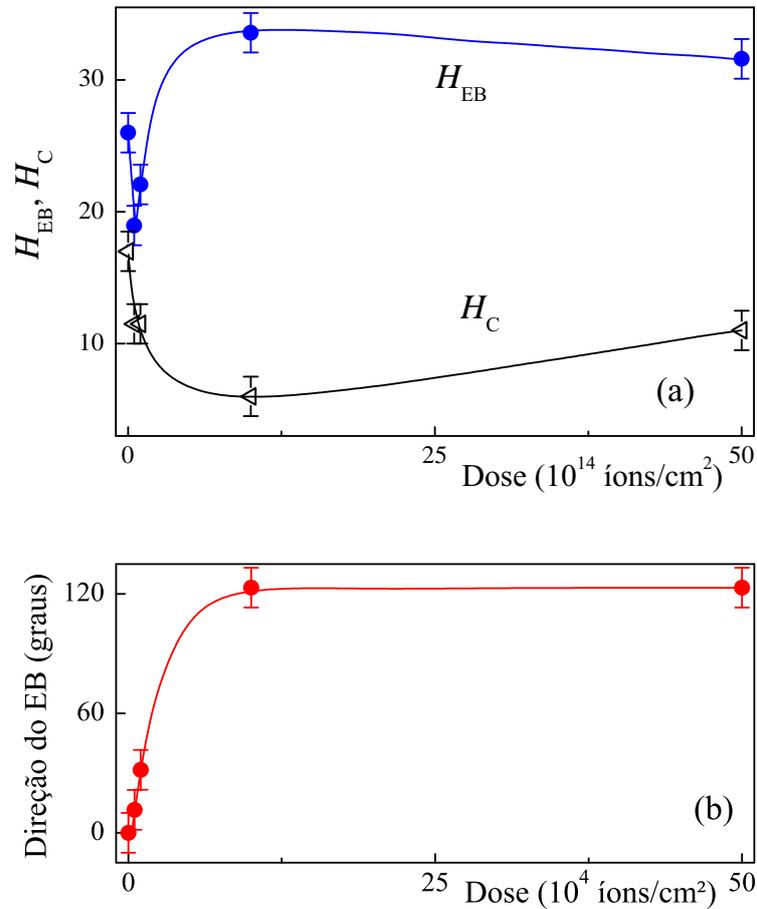


Figura 2.5: Modificações das características magnéticas causadas por íons de  $He^+$  em um filme de IrMn(15 nm)/Cu(0.75 nm)/Co(5,nm)<sup>[52]</sup>. (a)  $H_{EB}$  e  $H_C$  em função da dose; (b) variações do sentido do EB em função da dose. Em ambas figuras foram mantidos constantes o campo magnético (5 kOe), a direção do campo em relação à direção do EB da amostra como-feita (120 graus) e a corrente ( $100 \text{ nA/cm}^2$ ).

Neste trabalho, as amostras foram submetidas a irradiações com íons de  $He^+$  com energia de 40 keV, densidade de corrente de  $100 \text{ nA/cm}^2$ , dose de  $5 \times 10^{13}$  íons/cm<sup>2</sup> com campo aplicado ( $H_{irr}$ ) de 5 kOe a  $100^\circ$  do sentido o EB. O campo magnético aplicado é gerado por ímãs de Fe-Nd-B presentes na câmara onde a amostra é presa para irradiação.

A figura 2.6 esquematiza a montagem do sistema de irradiação sob aplicação do campo magnético.

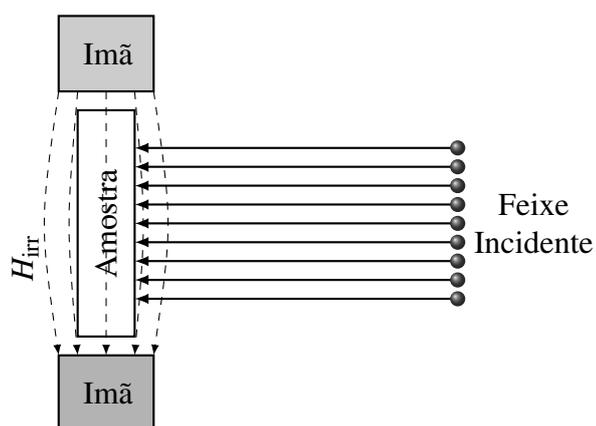


Figura 2.6: Esquema da câmara de irradiação iônica sob ação de campo magnético.

## 3 *Apresentação das Amostras*

### 3.1 Introdução

Atualmente, a grande maioria dos dispositivos magnetoeletrônicos que envolvem o EB em seu funcionamento utilizam o sistema IrMn/Co ou IrMn/CoFe. Este sistema apresenta boas propriedades de interesse tecnológico, como alto valor de campo de EB, baixa degradação por corrosão, alta temperatura de bloqueio e baixa espessura crítica do material AF<sup>[56]</sup>, ou seja, poucas camadas atômicas são suficientes para alcançar um razoável valor de  $H_{EB}$ .

Neste capítulo, os detalhes da produção das amostras bem como sua caracterização estrutural serão apresentados. As amostras foram fabricadas por C. Deranlot e F. Petroff na Unité Mixte de Physique CNRS/Thales, em Orsay, França.

A caracterização estrutural fora feita por refeletância difratometria de raios-X em uma das amostras nos estados como-feita e tratada termicamente a 215 °C com campo DC aplicado de 20 Oe no sentido preferencial do EB.

### 3.2 Produção das Amostras

A produção das amostras se deu pela técnica de desbastamento iônico (*sputtering*) a qual consiste na aplicação de uma diferença de potencial entre o alvo, material a ser depositado, e o substrato, em cima do qual o filme é crescido. Todo este processo é feito em uma câmara de vácuo, esvaziada até uma pressão de base e depois parcialmente preenchida por um gás inerte até atingir a pressão de deposição.

Quando aplicada a diferença de potencial (d.d.p.) o gás é ionizado, abrindo plasma dentro da câmara. A d.d.p. é tal que o pólo negativo é o alvo e o positivo; e, conseqüentemente, o substrato. Os íons positivos do gás são atraídos para o alvo, por colisões elásticas boa parte dos átomos do alvo são ejetados em direção ao substrato, fazendo assim a deposição propriamente dita. O *magnetron sputtering* é o processo de desbastamento iônico no qual o alvo é posto acima

de um arranjo circular de ímãs permanentes. O campo magnético proveniente destes ímãs faz com que os elétrons que foram separados dos íons sejam confinados próximo ao alvo por dois motivos principais: 1) garantir que os elétrons não sejam atraídos para o filme que está sendo depositado e 2) aumentar o número de íons, uma vez que a colisão eletrônica entre os elétrons livres e os dos átomos do gás também o ioniza, desta forma acrescentando a taxa de deposição. Atualmente, o *magnetron sputtering* é utilizado em aproximadamente 95% dos processos de *sputtering* tanto na indústria quanto na academia.

Neste trabalho foram estudadas seis amostras depositadas sobre um substrato de silício (100) termicamente oxidado, as quais podem ser divididas em dois grupos. O primeiro grupo é formado por cinco amostras de Si-SiO<sub>2</sub>/Ta(15 nm)/Ru(15 nm)/Co(3 nm)/IrMn(15 nm)/Cu( $t_{Cu}$ )/Co(7 nm)/Ru(3 nm), onde  $t_{Cu}$  = 0, 0.5, 0.75, 1.0 e 1.5 nm. O segundo grupo é composto por uma amostra de Si-SiO<sub>2</sub>/Ta(15 nm)/Ru(15 nm)/Co(3 nm)/IrMn(15 nm)/Cu(0.75 nm)/Co(3 nm)/Ru(3 nm). As amostras estão representadas na figura 3.1. As camadas de Ta e a inferior de Ru servem como semente para garantir a formação da textura (111) no IrMn, aderência e rugosidade do filme. A camada de Ru superior é usada como camada protetora, evitando a oxidação do filme.

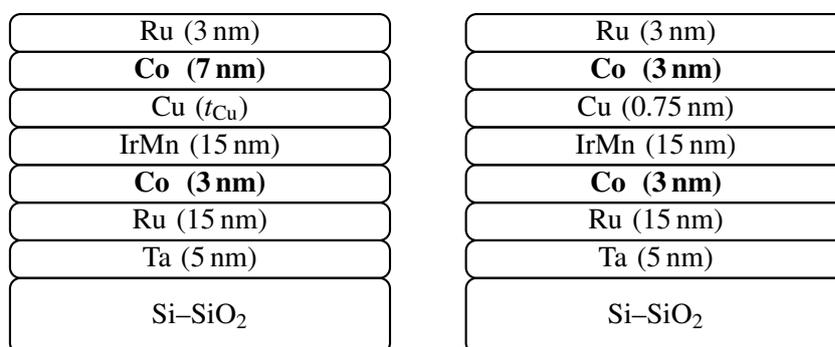


Figura 3.1: Amostras utilizadas neste trabalho.

As amostras foram depositadas pelo processo de DC *magnetron sputtering*, onde a d.d.p. é mantida constante durante a deposição. A pressão de base na câmara foi de  $5 \times 10^{-8}$  mbar e as pressões de deposição foram de  $1.0 \times 10^{-2}$  mbar para o IrMn e de  $2.5 \times 10^{-3}$  mbar para Ru, Ta, Co e Cu.

Como todas as amostras possuem a mesma estrutura para as camadas de Ta, Ru e IrMn estas serão referidas da seguinte forma: Co $_{t_{Co}}$ /IrMn/Cu $_{t_{Cu}}$ /Co $_{t_{Co}}$ . Por exemplo, Co<sub>3</sub>/IrMn/Cu<sub>0.75</sub>/Co<sub>7</sub> diz respeito à amostra de Si-SiO<sub>2</sub>/Ta(5 nm)/Ru(15 nm)/Co(3 nm)/IrMn(15 nm)/Cu(0.75 nm)/Co(7 nm)/Ru(3 nm).

### 3.3 Caracterização Estrutural

Para investigação da estrutura cristalina e da qualidade das interfaces dos filmes depositados, a difratometria (DRX) e a refletância de raios-X foram os processos escolhidos na realização deste trabalho. A difração de raios-X se baseia num fenômeno de espalhamento atômico da radiação incidente. Neste processo os átomos da rede de um determinado material espalham os raios-X incidentes em todas as direções. Todavia, somente em algumas direções os feixes espalhados estarão completamente em fase e interferirão construtivamente. A condição para interferência construtiva acontece quando a diferença de caminho óptico corresponda a um múltiplo do comprimento de onda incidente<sup>[57]</sup>. Esta condição é expressada pela Lei de Bragg

$$2d \sin \nu = n\lambda , \quad (3.1)$$

onde  $d$  indica a distância entre planos atômicos;  $\nu$ , o ângulo de incidência dos raios-X em relação ao plano do filme;  $\lambda$ , seu comprimento de onda e  $n = 1, 2, 3 \dots$ . Um esquema pode ser visto na figura 3.2.

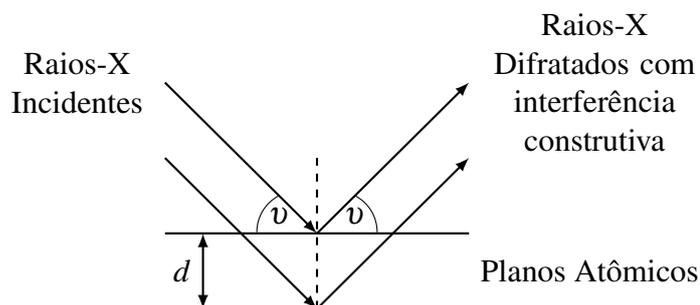


Figura 3.2: Esquema do método de difração de raios-X.

As amostras utilizadas são formadas de camadas policristalinas, portanto apresentam padrões de raios-X característicos, os quais podem ser utilizados para determinar sua morfologia além de tornar possível o cálculo dos parâmetros de rede para cada camada. A qualidade da interface fora obtida a partir de medidas de refletância de raios-X, técnica que consiste na incidência em baixo ângulo da radiação.

Trabalhos anteriores realizados no Laboratório de Magnetismo mostram que o padrão de DRX é praticamente o mesmo para o sistema IrMn/Cu/Co<sup>[34]</sup>. Portanto, foi optado que a amostra Si-SiO<sub>2</sub>/Ta(5 nm)/Ru(15 nm)/Co(3 nm)/IrMn(15 nm)/Cu(0.75 nm)/Co(7 nm)/Ru(3 nm) fosse a única a ser caracterizada por dois motivos principais: 1) a camada inferior de Co apresenta a mesma espessura nominal, portanto o resultado seria o mesmo e 2) é a amostra que contém o valor médio de Cu.

As medidas foram feitas no difratômetro do Laboratório de Altas Pressões do Instituto de Física da UFRGS na configuração  $\psi - 2\psi$  utilizando a linha  $K_{\alpha}$  do cobre ( $1.5418 \text{ \AA}$ ). Para refletância foram utilizados  $2\psi = 0.2$  a  $6^{\circ}$  e passo de  $0.01^{\circ}$  com tensão de  $11.5 \text{ kV}$  e corrente de  $5 \text{ mA}$  e a difração foi realizada com  $2\psi$  entre  $30$  e  $50^{\circ}$  com precisão de  $0.05^{\circ}$ , onde a tensão foi de  $40 \text{ kV}$  e corrente de  $17.5 \text{ mA}$ .

A figura 3.3 apresenta as medidas de refletância na amostra como-feita e tratada termicamente com seus respectivos ajustes, feitos utilizando o *software* WINGIXA<sup>®</sup>. Os parâmetros de ajuste são dados na tabela 3.1, onde nota-se que as espessuras nominais e calculadas são bastante próximas e que não há mudanças significativas nos parâmetros de ajuste, pois os padrões são bastante parecidos. As maiores diferenças se encontram nas rugosidades médias das camadas de Co e da primeira camada de Ru. A diminuição da rugosidade média para a camada de Co depositada sob o IrMn indica que não seria interdifusão entre as camadas de Co e IrMn o agente responsável pelo decréscimo de  $H_{EB}^{\text{top}}$  [8, 10–13].

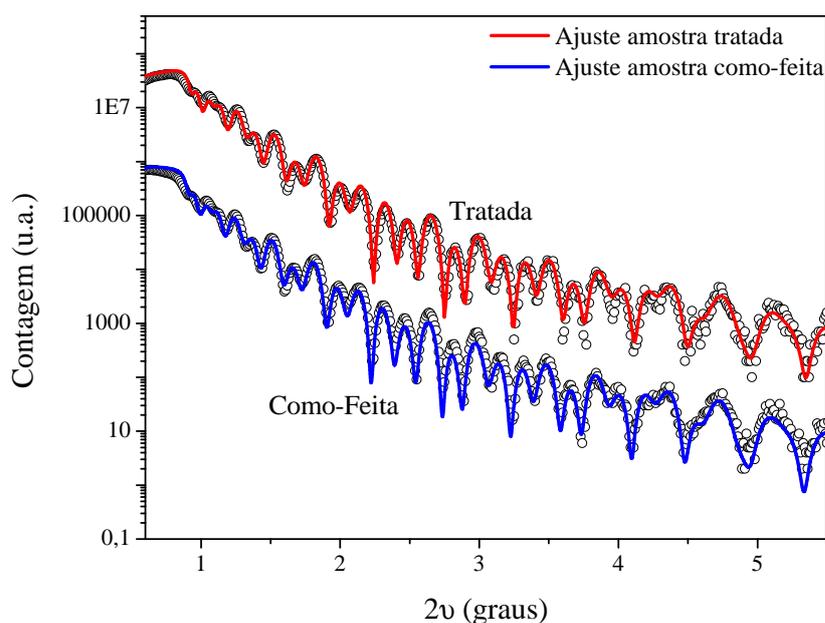


Figura 3.3: Refletância de raios-X para a amostra  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_7$ . Em preto está representada a amostra no estado como-feita e em vermelho a amostra tratada termicamente. As linhas cheias representam os ajustes, enquanto os símbolos ( $\circ$ ) representam as medidas.

A figura 3.4 mostra as medidas de DRX na amostra como feita e tratada. Para ambas notam-se os picos característicos do IrMn na textura (111) em  $2\psi = 41.35^{\circ}$ ; do Ru (002) em  $2\psi = 42.1^{\circ}$ ; e os picos do Co (111) e do Ru (101) sobrepostos em  $2\psi = 43.85^{\circ}$ . O pico do Cu (111)

Tabela 3.1: Parâmetros utilizados nos ajustes das medidas de refletância de raios-X da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_7$ . As espessuras calculadas foram mantidas constantes para ambos ajustes.

Camada	Espessuras (nm)		Rugosidades (nm)	
	Nominal	Calculada	Como-feita	Tratada
Ta	5	5.225	0.117	0.1051
Ru	15	15.135	0.226	0.285
Co	3	3.046	0.328	0.271
IrMn	15	14.834	0.955	0.951
Cu	0.75	0.727	0.143	0.137
Co	7	6.888	0.749	0.867
Ru	3	3.169	0.740	0.761

se apresenta em  $2\theta = 43.45^\circ$ . Tanto para a amostra como-feita quanto tratada termicamente os padrões são praticamente idênticos, mostrando que o tratamento térmico a  $215^\circ\text{C}$  por 15 min não proporciona energia suficiente para modificações significativas na estrutura cristalina do sistema, tais como cristalização e relaxamento das tensões internas do material. Desta forma, a diminuição do grau na textura (111) do IrMn não deve ser responsável pela diminuição do deslocamento referente à fase *top-pinned* FM<sup>[9, 14]</sup>.

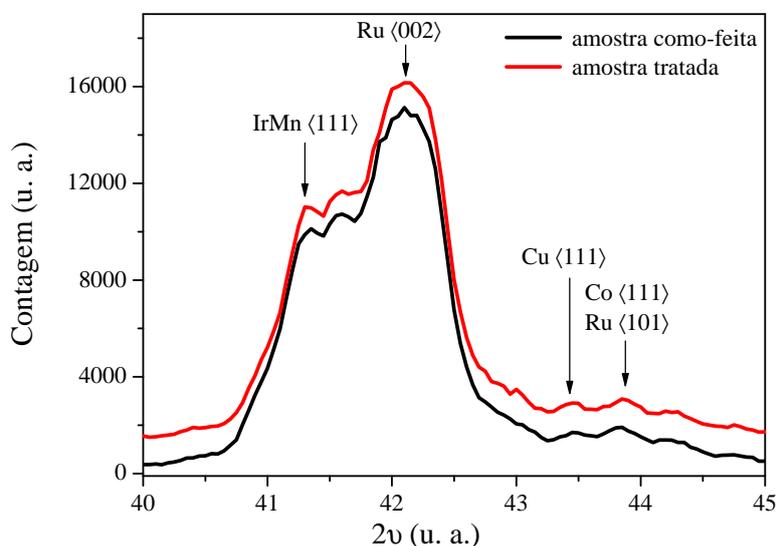


Figura 3.4: Difração de raios-X para a amostra  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_7$ . Em preto está representada a amostra no estado como-feita e em vermelho a amostra tratada termicamente. O padrão referente à amostra tratada termicamente foi deslocado verticalmente para melhor visualização.

## 4 *Resultados e Discussões*

### 4.1 Introdução

Neste capítulo serão apresentados os principais resultados, enquanto a totalidade destes apresentar-se-á no apêndice A. Os resultados aqui expostos estão organizados da seguinte forma: a seção 4.2 apresenta o estudo preliminar da influência dos parâmetros de tratamento térmico sobre as características magnéticas do sistema Co/IrMn/Cu/Co; os resultados das amostras como-feitas são apresentados na subseção 4.3.1; amostras tratadas termicamente, cujos resultados são apresentados na seção 4.3.2, e a variação angular do  $H_{EB}$  para cada um dos casos, seção 4.4. Os resultados das irradiações iônicas estão separados dos das amostras como-feitas e tratadas termicamente e são mostrados na seção 4.5.

Em todas as amostras — nos estados como-feitas e tratadas a 0 e 100° e irradiadas com He<sup>+</sup> — foi medida a variação angular, onde o ângulo de aplicação do campo magnético de medição,  $\theta_h$ , fora variado entre 0 e 360° com passo de dez graus. Este procedimento torna capaz a determinação do sentido do EB, i.e., a 90° da medida cujo deslocamento é mais próximo de zero. Tendo em vista que, mesmo nas amostras como-feitas, o EB das configurações *top-* e *bottom-pinned* FM não estão em fase, foi escolhida a primeira como referência. O ângulo  $\theta_h = 0^\circ$  representa o sentido preferencial do EB para a camada inferior de Co.

As amostras apresentam uma competição de anisotropias magnéticas. A anisotropia de forma e o *exchange bias* são as principais, a primeira faz com que a magnetização se mantenha no plano do filme enquanto a segunda é responsável pelo deslocamento horizontal do laço de histerese. A anisotropia rodável se apresenta no aumento da coercividade em relação ao Co puro e as anisotropias magnetoelástica e magnetocristalina são as menos evidentes.

As medidas de magnetização foram realizadas à temperatura ambiente via AGFM, apresentado na seção 2.1, com campo máximo aplicado de 1 kOe para as amostras de Co<sub>3</sub>/IrMn/Cu <sub>$t_{Cu}$</sub> /Co<sub>7</sub> com  $t_{Cu} = 0, 0.5$  e  $0.75$  nm como-feitas e de 1.5 kOe para as outras medidas. O passo maior de campo magnético foi de 50 Oe entre  $\pm$  o valor do campo máximo e  $\pm 0.5$  kOe. Entre  $\pm 0.5$  kOe

o passo utilizado foi de 10 Oe pois nesta região é que se encontram as peculiaridades do sistema.

## 4.2 Influência dos Parâmetros de Tratamento Térmico

Um estudo preliminar dos efeitos de tratamentos térmicos variados fora realizado no próprio Laboratório de Magnetismo do IF/UFRGS e, pelos interessantes resultados obtidos<sup>[58]</sup>, mereceu maior atenção e um estudo sistemático. Apenas os principais resultados deste trabalho e uma breve discussão sobre estes são apresentados nesta seção, pois o artigo já fora publicado e se encontra anexado no apêndice B.

No referido trabalho, o sistema  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{t_{\text{Cu}}}/\text{Co}_7$ , onde  $t_{\text{Cu}} = 0.75, 1, 1.2$  e  $1.5$  nm foi submetido a tratamentos térmicos onde foram variadas a magnitude e a direção do campo aplicado bem como a duração e a temperatura,  $T_{\text{ann}}$ , de tratamento. Os resultados mostraram que o sinal do campo de *exchange bias* da camada *bottom-pinned* FM pode ser modificado de uma maneira controlada.

Na figura 4.1 estão mostradas curvas de histerese com  $\theta_h = 0^\circ$  para as amostras de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{t_{\text{Cu}}}/\text{Co}_7$ , com  $t_{\text{Cu}} = 0.75, 1$  e  $1.2$  nm, tratadas termicamente por 15 min com campo aplicado de 1.6 kOe. A fase *bottom-pinned* FM da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_7$  teve sua coercividade diminuída e o deslocamento aumentado. O aumento de  $H_{\text{EB}}^{\text{bot}}$  também foi observado na amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_1/\text{Co}_7$ , todavia a coercividade do subciclo relacionado à camada *bottom-pinned* FM sofreu um leve aumento. Quando a espessura é de 1.2 nm não é mais observado o *exchange bias* para a camada de Co superior, pois a quantidade de Cu é suficiente para que não hajam mais *pinholes*; evitando, assim, o contato entre átomos FM e AF. Os subciclos referentes às configurações FM/AF de todas as amostras sofreram um decréscimo nos deslocamentos de aproximadamente 295 Oe para  $\approx 175$  Oe.

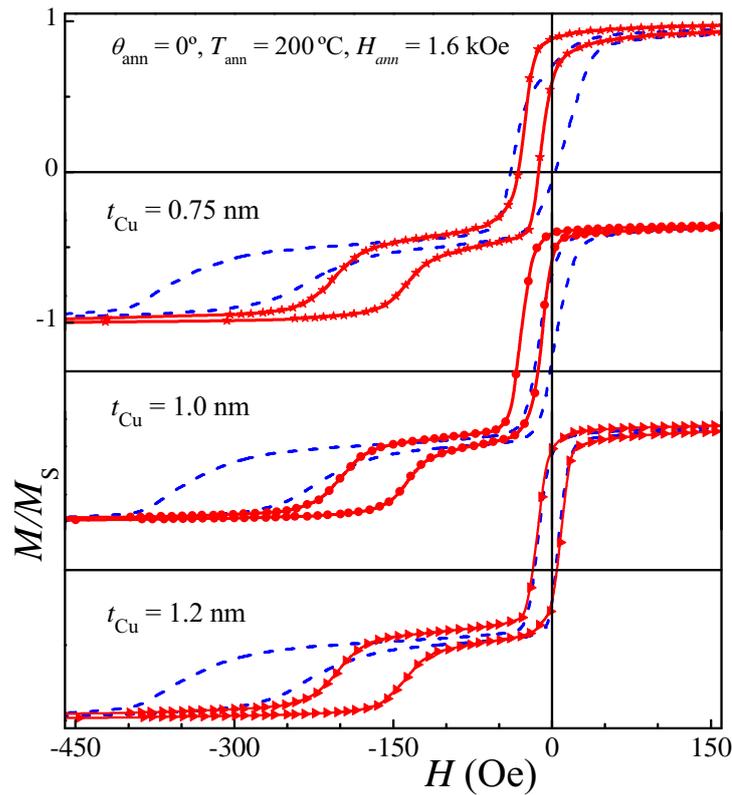


Figura 4.1: Curvas de histerese para as amostras de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{t_{\text{Cu}}}/\text{Co}_7$  ( $t_{\text{Cu}} = 0.75, 1$  e  $1.2$  nm) submetidas a tratamento térmico com campo magnético aplicado de  $1.6, \text{kOe}$  cuja duração foi de  $15$  min. Os outros parâmetros de tratamento são dados na figura. As linhas cheias representam as amostras tratadas e as tracejadas correspondem às amostras como-feitas.

A figura 4.2 apresenta as curvas de magnetização correspondentes aos eixos fáceis das fases *top-* e *bottom-pinned* FM para a amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_7$  submetida a tratamentos térmicos onde  $\theta_{\text{ann}}$  variou entre  $90$  e  $150^\circ$ . Em todos estes tratamentos, o campo aplicado fora de  $20$  Oe, a duração se manteve em  $15$  min e a temperatura fora de  $200^\circ\text{C}$ . Os resultados mostram que, enquanto o sentido do EB da camada *top-pinned* FM não varia, para a configuração AF/FM tem o sentido do EB modificado.

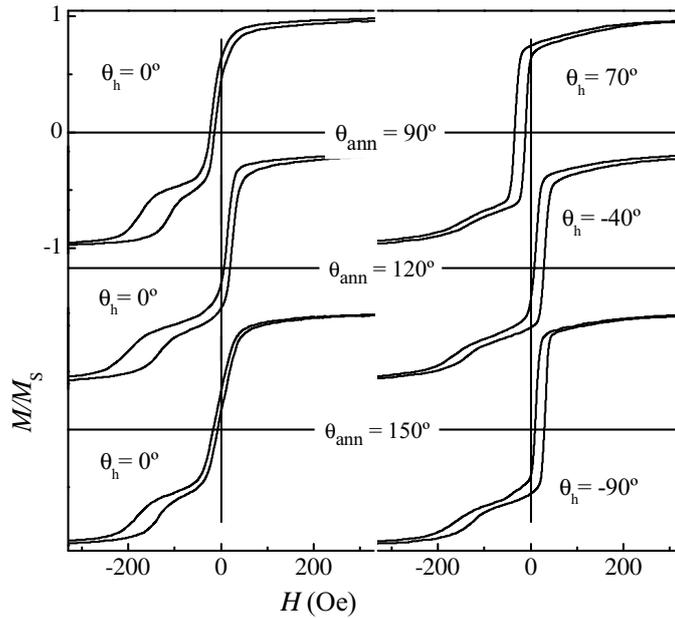


Figura 4.2: Variação do deslocamento da fase *bottom-pinned* FM em função da direção de  $H_{\text{ann}}$  para a amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_7$  tratada termicamente com  $H_{\text{ann}} = 20$  Oe. Esquerda: curvas de histerese medidas com o campo no sentido do EB da configuração FM/AF; direita: o mesmo para o campo de medição no sentido do EB da camada *bottom-pinned* FM.

Quando o campo de tratamento, mesmo que baixo, é antiparalelo ao sentido do EB, figura 4.3, o deslocamento da fase *bottom-pinned* FM é positivo e  $H_{\text{EB}}^{\text{top}}$  decresce bastante, pois uma parte substancial dos momentos AF foram reorientados em direção ao campo, como pode se ver pela curva obtida com  $\theta_h = 90^\circ$  que apresenta dois subciclos praticamente idênticos deslocados em oposição, indicativo de que aproximadamente metade dos *spins* interfaciais AF não-compensados foram revertidos durante o tratamento. Este resultado se mostrou menos favorável para obtenção de subciclos deslocados para direções opostas. O tratamento que se mostrou o mais efetivo para obter oposição de fases neste tipo de amostra foi com campo magnético aplicado cuja magnitude foi de 20 Oe e  $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$ .

Verificou-se neste trabalho que o valor e o sinal do campo de *exchange bias* do subciclo referenda à camada *bottom-pinned* FM podem ser modificados de forma controlada quando os parâmetros (temperatura, duração, magnitude e orientação do campo magnético aplicado) são adequados, o que permite a modificação de uma curva de histerese que apresenta uma estrutura negativamente/negativamente deslocada em uma cujos subciclos podem ser orientados em sentidos opostos.

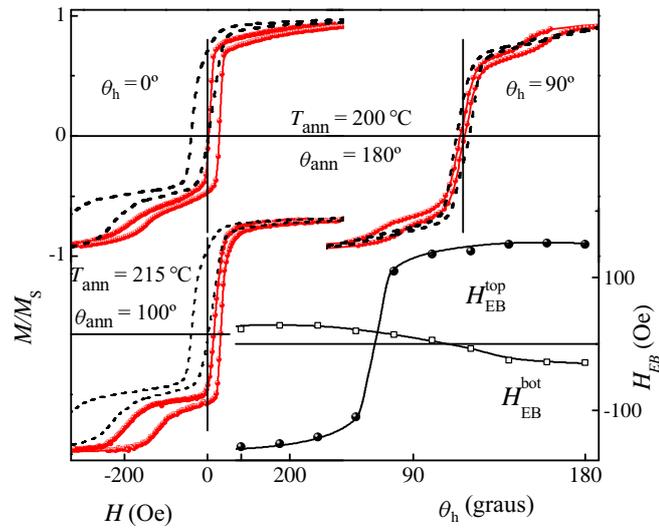


Figura 4.3: Curvas de magnetização para a amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_7$  tratada termicamente com  $H_{\text{ann}} = 20$  Oe. Os outros parâmetros são dados na própria figura. Esquerda: curvas de histerese no sentido do EB da camada *top-pinned* FM. Direita acima: curvas correspondentes no eixo de difícil de magnetização. As linhas tracejadas correspondem ao estado como-feita das amostras.  $H_{\text{EB}}$  em função de  $\theta_h$  para a amostra tratada com  $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$  para ambas as fases estão apresentados no canto inferior direito.

Um exemplo de aplicação tecnológica destes resultados é apresentado na referência 27, na qual é proposto um sensor linear de campo magnético que usa magnetoimpedância (variação da impedância,  $Z$ , do material em função do campo magnético aplicado), MI. A figura 4.4 apresenta três curvas de MI medidas a 900 MHz em multicamadas de  $[\text{NiFe}/\text{FeMn}]_{20}$ : 4.4(a) é a medida original, 4.4(b) é a mesma medida, invertida tanto vertical quanto horizontalmente via manipulação numérica, e 4.4(c) é a soma das curvas (a) e (b). Com os resultados obtidos neste estudo sobre a influência dos parâmetros de tratamento térmico, esta possibilidade se torna mais viável, pois os subciclos deslocados em sentidos opostos produziram picos de MI também opostos no eixo do campo magnético. Neste caso, a inversão vertical de um dos picos ainda seria feita por manipulação numérica.

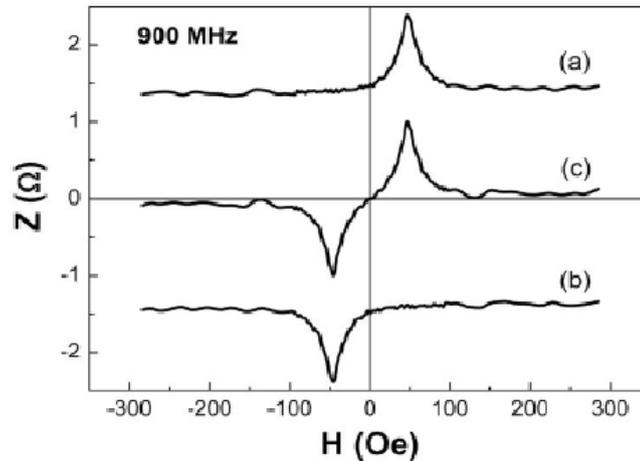


Figura 4.4: Composição de sinais de magnetoimpedância para obtenção de um sensor linear<sup>[27]</sup>: (a) sinal medido em uma multicamada de NiFe/FeMn; (b) mesmo sinal invertido vertical e horizontalmente; (c) soma de (a) e (b), a qual torna possível um sensor linear de campo magnético baseado em MI cuja região de medida se encontra entre  $-50$  e  $+50$  Oe, aproximadamente.

## 4.3 Medidas de Magnetização

### 4.3.1 Amostras Como-Feitas

A figura 4.5 mostra as medidas de magnetização da amostra  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Co}_7$  entre  $0$  e  $360^\circ$  com passo de  $30^\circ$  para melhor visualização. Nesta figura é possível notar a evolução do EB da camada de Co depositada sob o IrMn, apresentando os mínimos de  $H_{\text{EB}}^{\text{top}}$  em  $\theta_h = 90$  e  $270^\circ$ . Os valores máximos de deslocamento apresentam-se em  $\theta_h = 0$  e  $180^\circ$ .

As figuras 4.6, 4.7 e 4.8 representam curvas de histerese para  $\theta_h = 0, 30, 60$  e  $90^\circ$  das amostras de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{t_{\text{Cu}}}/\text{Co}_7$ , onde  $t_{\text{Cu}} = 0$  e  $1.5$  nm, e para a amostra cujo espaçador de Cu tem  $0.75$  nm de espessura e a camada superior de Co tem espessura de  $3$  nm, respectivamente. As figuras 4.6 e 4.7 apresentam, para  $\theta_h = 0^\circ$ , 70% da magnetização em seus laços de histerese pretencentes à camada *bottom-pinned* FM enquanto a camada inferior de Co representa 30%.

A figura 4.7 apresenta deslocamento somente na configuração FM/AF; isto se dá porque a camada de Cu está totalmente preenchida, não havendo mais contato atômico entre as camadas de IrMn e Co superior e, portanto, não havendo interação de troca.

A figura 4.8 tem suas curvas de histerese praticamente divididas igualmente para ambas camadas, pois a quantidade de material magnético em cada uma destas é igual. A pequena diferença em altura das camadas pode ser explicada pelo fato de que uma ou duas camadas atômicas do FM depositado sob o AF estão tão fortemente acopladas com os momentos AF que não modificam sua direção durante o ciclo de histerese; desta forma, não contribuem para o sinal

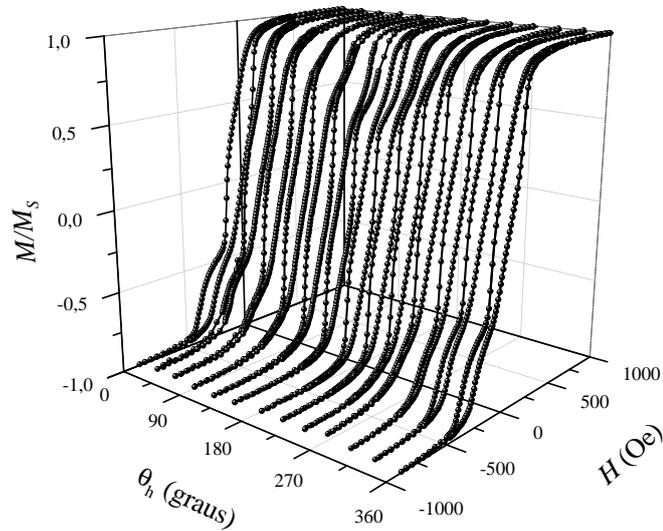


Figura 4.5: Variação angular da amostra  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Co}_7$ .

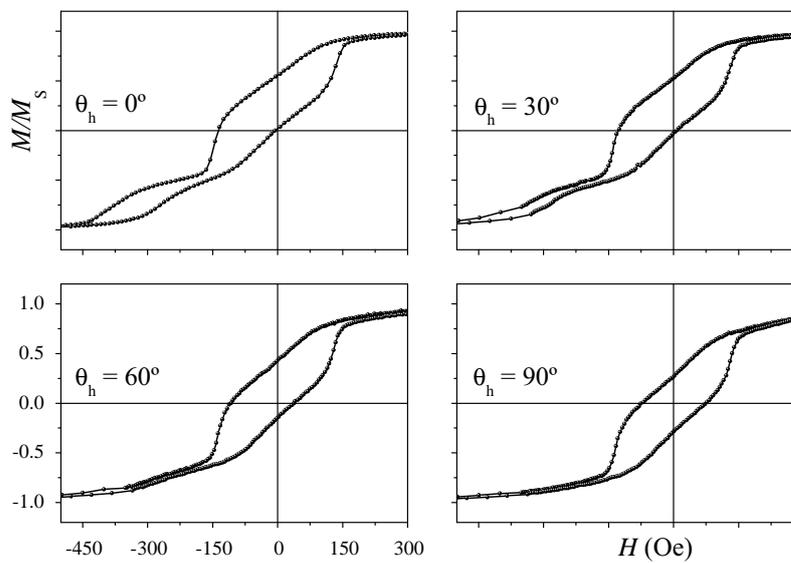


Figura 4.6: Curvas de magnetização da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Co}_7$  como-feita para  $\theta_h = 0, 30, 60$  e  $90^\circ$ .

magnético medido diminuindo a magnetização relativa do subciclo de histerese da configuração FM/AF.

O deslocamento do subciclo de histerese para  $\theta_h = 0^\circ$  da configuração FM/AF é praticamente o mesmo para todas as amostras estudadas,  $H_{\text{EB}}^{\text{top}} \approx 275$  Oe nas amostras como-feitas.

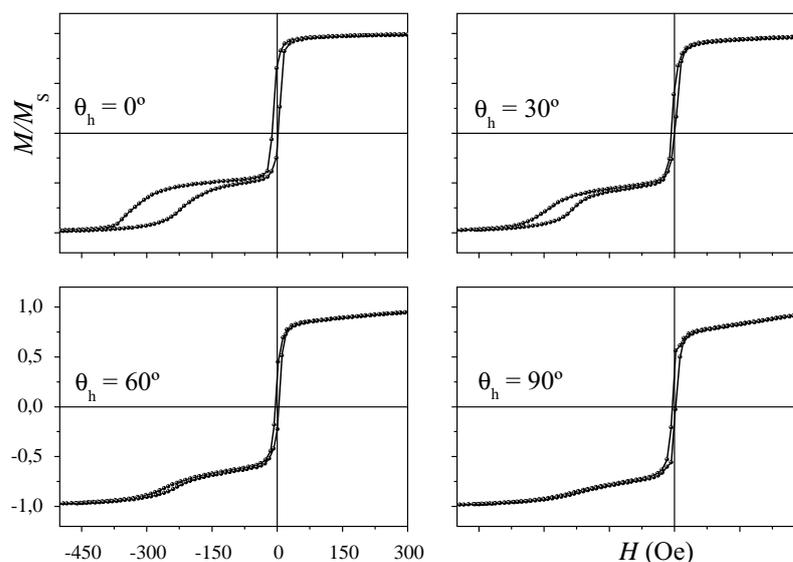


Figura 4.7: Curvas de magnetização da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{1.5}/\text{Co}_7$  como-feita para  $\theta_h = 0, 30, 60$  e  $90^\circ$ .

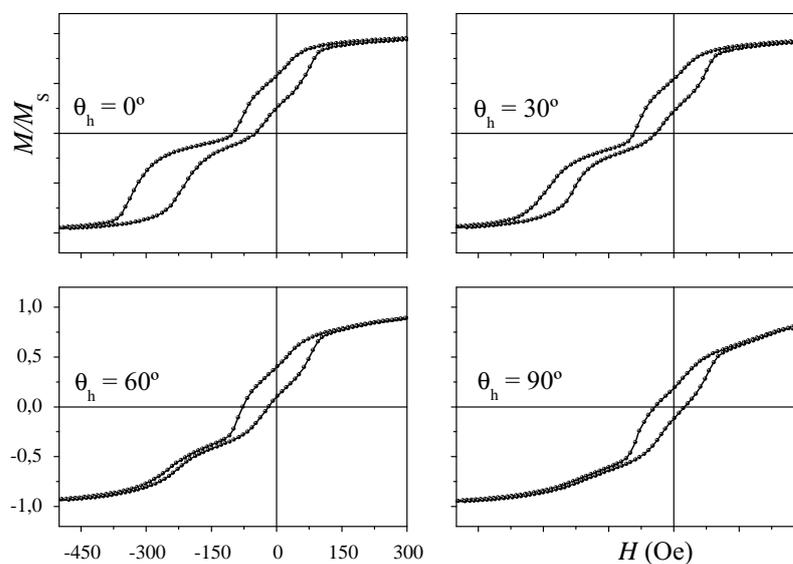


Figura 4.8: Curvas de magnetização da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_3$  como-feita para  $\theta_h = 0, 30, 60$  e  $90^\circ$ .

A figura 4.9 apresenta os subciclos referentes à camada *bottom-pinned* FM das amostras de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{t_{\text{Cu}}}/\text{Co}_7$  ( $t_{\text{Cu}} = 0, 0.5, 0.75, 1.0$  e  $1.5$  nm). Quando não há espaçador de Cu, o subciclo referente à camada superior de Co apresenta um padrão típico de uma estrutura magnética composta por dois tipos de domínios magnéticos orientados em oposição, isto se

deve à interface AF/FM parcialmente compensada<sup>[24]</sup>, o pequeno deslocamento é devido ao desbalanço magnético causado pelo campo de confinamento do *magnetron sputtering*. À medida que a camada de espaçador tem sua espessura aumentada, o subciclo deslocado positivamente é diminuído, tornando o laço de histerese mais organizado, como pode ser visto quando  $t_{\text{Cu}} \geq 0.75$  nm.

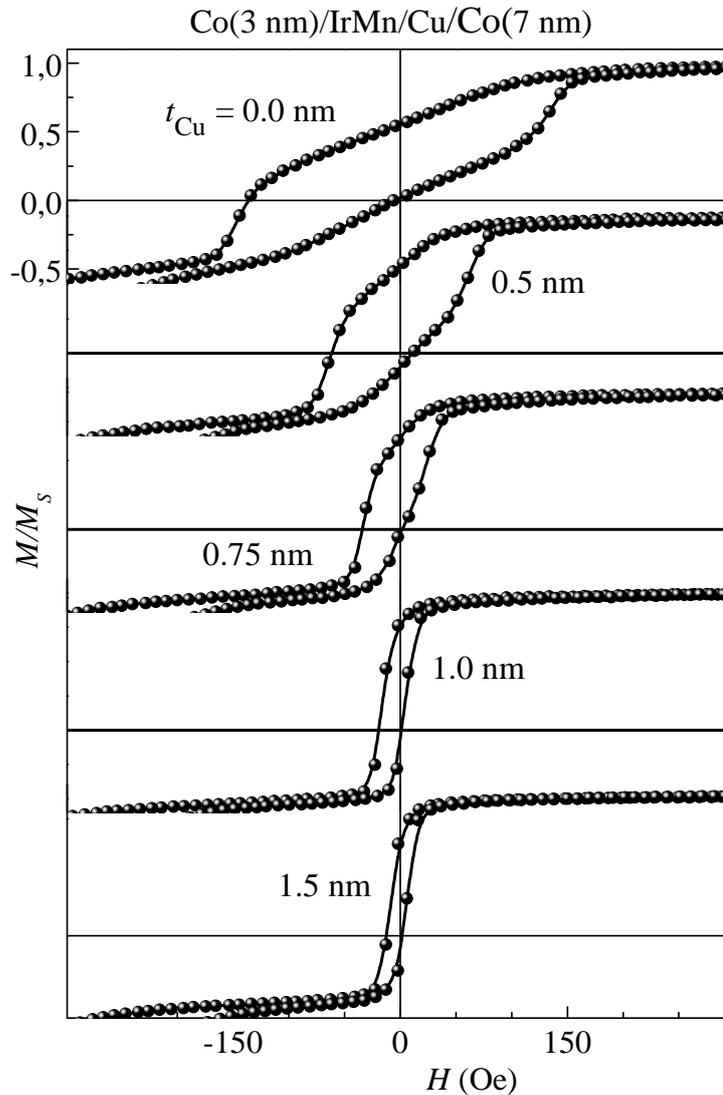


Figura 4.9: Curvas de magnetização da fase *bottom-pinned* FM no sentido do EB para as amostras de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{t_{\text{Cu}}}/\text{Co}_7$  para diferentes espessuras de Cu.

A existência de uma estrutura que apresenta dois tipos de domínios magnéticos orientados em oposição e seu desaparecimento com o aumento da espessura de espaçador não magnético pode ser explicada da seguinte forma: na interface entre o AF e o material *bottom-pinned* FM há uma estrutura parcialmente compensada, com alguns degraus mais macios magneticamente, originados da própria rugosidade do material, conforme ilustrado na figura 4.10(a). A deposição de uma fina camada de Cu forma ilhas sobre o IrMn, cobrindo majoritariamente a região com-

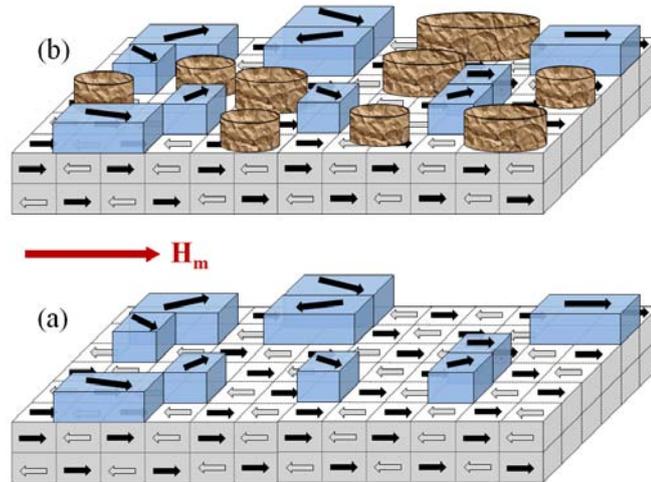


Figura 4.10: Ilustração esquemática da superfície rugosa da camada de IrMn. A superfície é praticamente compensada, com alguns degraus que, por serem mais macios magneticamente, podem ser orientados no sentido do campo de confinamento do *magnetron sputtering*. (a) superfície antes da deposição de Cu; (b) superfície parcialmente coberta por uma fina camada de Cu. As ilhas de Cu crescem sobre a região mais baixa do IrMn, deixando os degraus descobertos.

pensada do AF, deixando os degraus descobertos [conforme figura 4.10(b)]. Como os degraus são mais macios, o campo de magnetron ( $H_m$ ) é capaz de orientar uma parte substancial destes. O material FM que é depositado sobre o AF e o espaçador acopla-se principalmente com os degraus, diminuindo a contribuição da região compensada do AF. Conseqüentemente, o laço de histerese tem o deslocamento positivo em campo diminuído.

### 4.3.2 Tratamentos Térmicos

As amostras foram submetidas a dois tratamentos térmicos diferentes. Foram mantidos constantes a magnitude do campo de tratamento, a temperatura, a pressão e a duração do tratamento em, respectivamente,  $H_{ann} = 20 \text{ Oe}$ ,  $T = 215 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $P = 4 \times 10^{-6} \text{ mbar}$  e  $t = 15 \text{ min}$ . O parâmetro variado foi a direção entre o vetor campo de tratamento e o sentido preferencial do EB,  $\theta_{ann} = 0$  e  $100^\circ$ . O resfriamento da amostra até a temperatura ambiente foi realizado em vácuo, na presença de  $H_{ann}$ .

#### Tratamento no Sentido Preferencial do EB

Os resultados do tratamento no sentido do EB para a amostra  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Co}_7$  são mostrados na figura 4.11. Mesmo com o campo de 20 Oe, foi praticamente possível unir os subciclos de histerese provenientes de cada camada em uma curva onde não são mais identificadas duas

fases. O deslocamento da configuração Co/IrMn decaiu de 275 para aproximadamente 200 Oe enquanto a camada de Co depositada sobre o IrMn aumentou o módulo de seu deslocamento de  $H_{EB}^{bot} \approx 6$  Oe para 138 Oe, aproximadamente.

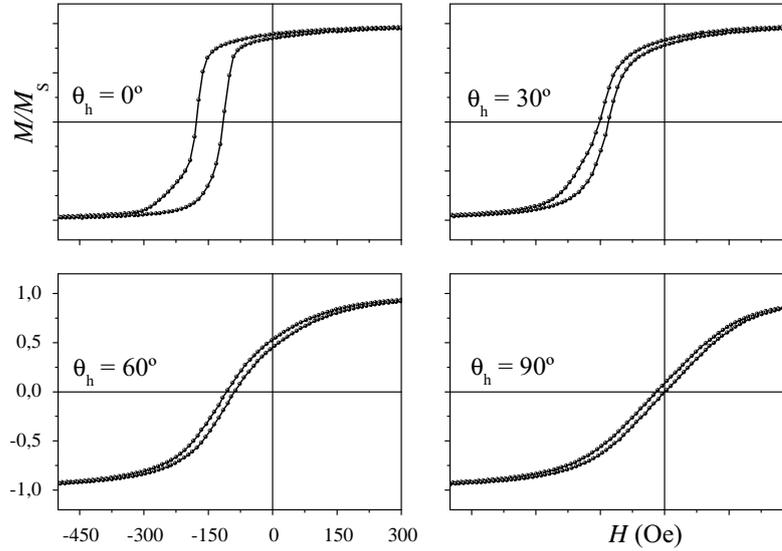


Figura 4.11: Curvas de magnetização da amostra de  $Co_3/IrMn/Co_7$  tratada termicamente com  $\theta_{ann} = 0^\circ$  e  $H_{ann} = 20$  Oe para  $\theta_h = 0, 30, 60$  e  $90^\circ$ .

Com o aumento da espessura do espaçador de cobre, o mesmo tratamento térmico nas amostras em que há uma camada de Cu não é suficiente para unir os dois subciclos. A figura 4.12 apresenta o resultado deste tratamento para a amostra de  $Co_3/IrMn/Cu_{0.75}/Co_7$ . Nota-se que as duas fases se mantêm separadas nas curvas apresentadas, exceto para  $\theta_h = 90^\circ$ . Os deslocamentos encontrados foram de  $H_{EB}^{top} = -155$  Oe e  $H_{EB}^{bot} = -21$  Oe para  $\theta_h = 0^\circ$ .

A figura 4.13 mostra a dependência de  $|H_{EB}^{bot}|$  com  $t_{Cu}$  para as amostras tratadas termicamente. Esta figura apresenta apenas decaimento do deslocamento do campo de *exchange bias* relativo à camada de Co crescida sobre o IrMn, pois a maioria dos momentos AF interfaciais foram ativados termicamente, tornando agentes do EB. A redução do deslocamento em função de  $t_{Cu}$  acontece porque a quantidade de átomos FM em contato com átomos AF é menor.

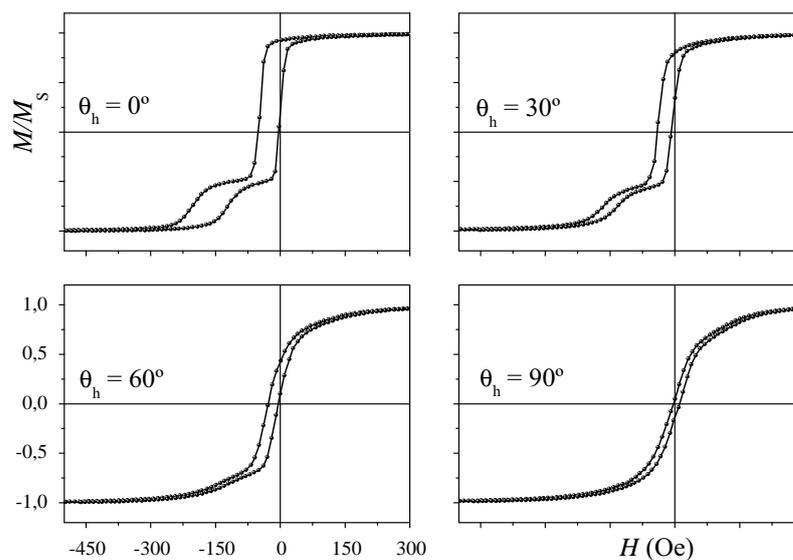


Figura 4.12: Curvas de magnetização da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_7$  tratada termicamente com  $\theta_{\text{ann}} = 0^\circ$  e  $H_{\text{ann}} = 20$  Oe para  $\theta_h = 0, 30, 60$  e  $90^\circ$ .

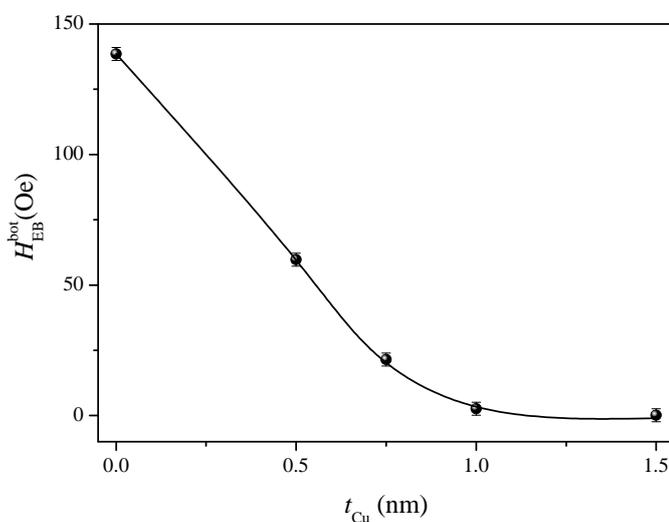


Figura 4.13:  $H_{\text{EB}}^{\text{bot}}$  em função da espessura da camada de Cu para as amostras de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{t_{\text{Cu}}}/\text{Co}_7$  tratadas com  $\theta_{\text{ann}} = 0^\circ$  e  $H_{\text{ann}} = 20$  Oe.

### Tratamento a $100^\circ$ do Sentido Preferencial do EB

O tratamento com  $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$  resulta em uma estrutura magnética deslocada negativamente para a camada *top-pinned* FM e positivamente para a camada *bottom-pinned* FM para as amostras de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{t_{\text{Cu}}}/\text{Co}_7$  com  $t_{\text{Cu}} = 0$  e  $0.5$  nm.

A figura 4.14 apresenta as curvas de histerese da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.5}/\text{Co}_7$ . Nesta figura vê-se que o eixo fácil fora alterado em relação ao da amostra como-feita, pois em  $\theta_h = 90^\circ$  ainda se nota a presença de deslocamento da fase *top-pinned* FM, onde o deslocamento desta fase é de  $-149$  Oe enquanto  $H_{\text{EB}}^{\text{bot}} = 59$  Oe para  $\theta_h = 0^\circ$ .

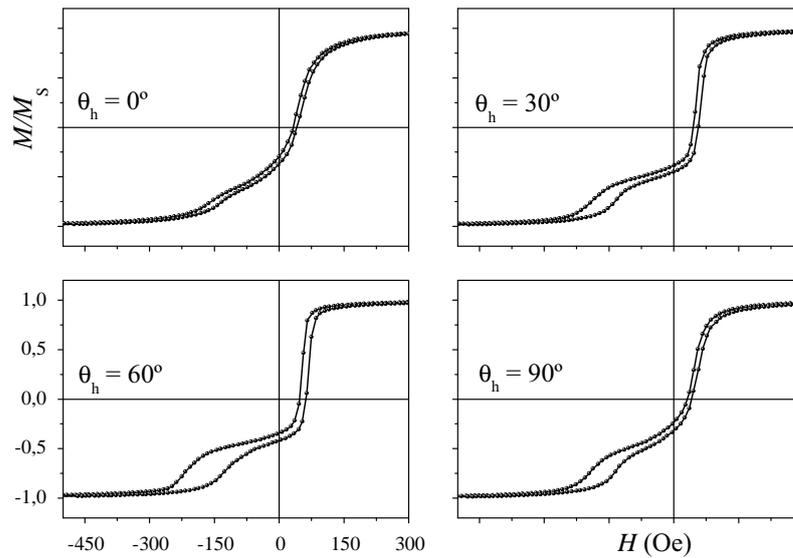


Figura 4.14: Curvas de magnetização da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.5}/\text{Co}_7$  tratada termicamente com  $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$  e  $H_{\text{ann}} = 20$  Oe para  $\theta_h = 0, 30, 60$  e  $90^\circ$ .

O sentido preferencial do EB para a fase *top-pinned* FM variou de  $0^\circ$  para  $50^\circ$  conforme mostra a figura 4.15, a qual claramente apresenta o eixo de difícil magnetização em  $140^\circ$ . O tratamento térmico com  $\theta_h = 100^\circ$  e campo magnético baixo, incapaz de saturar magneticamente qualquer das camadas FM, modifica a orientação dos momentos interfaciais AF para uma direção intermediária entre os sentidos de  $H_{\text{ann}}$  e do EB. Por este motivo, este tratamento resultou na modificação do sentido do EB para todas as amostras.

A figura 4.16 mostra a dependência de  $|H_{\text{EB}}^{\text{bot}}|$  com  $t_{\text{Cu}}$  para as amostras tratadas termicamente. Como a figura 4.13, esta figura apresenta apenas decaimento do deslocamento do campo de *exchange bias* da camada de Co crescida sobre o IrMn. O comportamento destas figuras é praticamente o mesmo; todavia, para a amostra sem espaçador de Cu, o tratamento no sentido do EB resulta em um  $H_{\text{EB}}^{\text{bot}} = 138.5$  Oe enquanto para o tratamento com  $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$  o deslocamento é de  $120.1$  Oe.

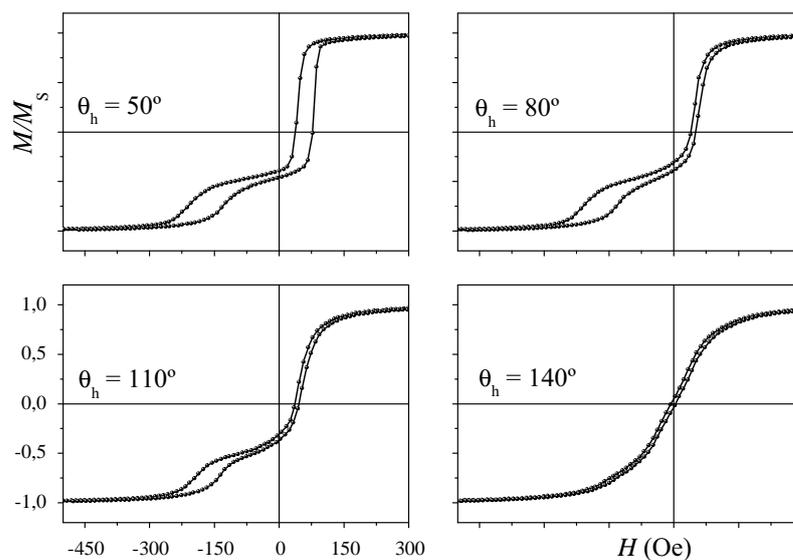


Figura 4.15: Curvas de magnetização da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.5}/\text{Co}_7$  tratada termicamente com  $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$  para  $\theta_h = 50, 80, 110$  e  $140^\circ$  para visualização dos novos eixos fácil e difícil da amostra.

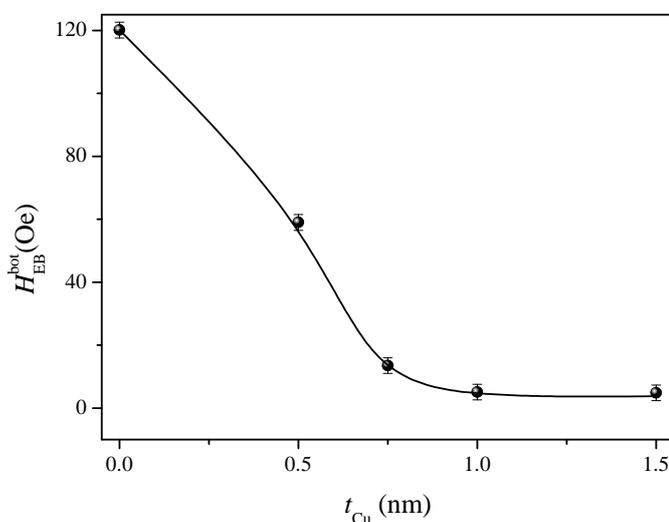


Figura 4.16:  $H_{\text{EB}}^{\text{bot}}$  em função da espessura da camada de Cu para as amostras de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{t_{\text{Cu}}}/\text{Co}_7$  tratadas com  $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$  e  $H_{\text{ann}} = 20$  Oe.

## 4.4 Variação Angular do Campo de *Exchange Bias*

A variação do campo de *exchange bias* em função de  $\theta_h$  pode resumir os resultados obtidos. O cálculo de  $H_{\text{EB}}$  foi feito com base na equação 2.2. Os resultados estão dispostos por amostra e subdivididos em resultados das amostras como-feitas, tratadas termicamente com  $H_{\text{ann}}$  no sentido

do EB e as tratadas com  $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$ .

As figuras 4.17 a 4.22 mostram  $H_{\text{EB}}$  vs  $\theta_h$  para cada uma das amostras. É importante ressaltar que, para  $\theta_h$  próximo de  $90^\circ$ , é muito difícil distinguir as fases. Por este motivo, alguns pontos não puderam ser calculados e, portanto, não são apresentados. Nestas figuras, vê-se que os valores de  $H_{\text{EB}}^{\text{top}}$  para as amostras tratadas termicamente diminuem em aproximadamente 40%, conforme explicado na seção 2.2.

As amostras com  $t_{\text{Cu}} \leq 0.5$  nm tratadas termicamente com  $H_{\text{ann}} = 20$  Oe e  $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$  apresentam separação total de fase, ou seja, enquanto uma das camadas está deslocada negativamente,  $H_{\text{EB}} > 0$  para a outra. Esta condição é mostrada nas figuras 4.17(c) e 4.18(c). Já o mesmo tratamento com a única diferença sendo a direção de  $H_{\text{ann}}$  no sentido do EB apresenta os deslocamentos sempre no mesmo sentido [figuras 4.17(b) e 4.18(b)]. Estas amostras também apresentam  $H_{\text{EB}}^{\text{bot}}$  com valores em módulo praticamente iguais para ambos os tratamentos. Este resultado pode indicar que o número de *clusters* não-compensados ativados termicamente é praticamente o mesmo para ambos os tratamentos.

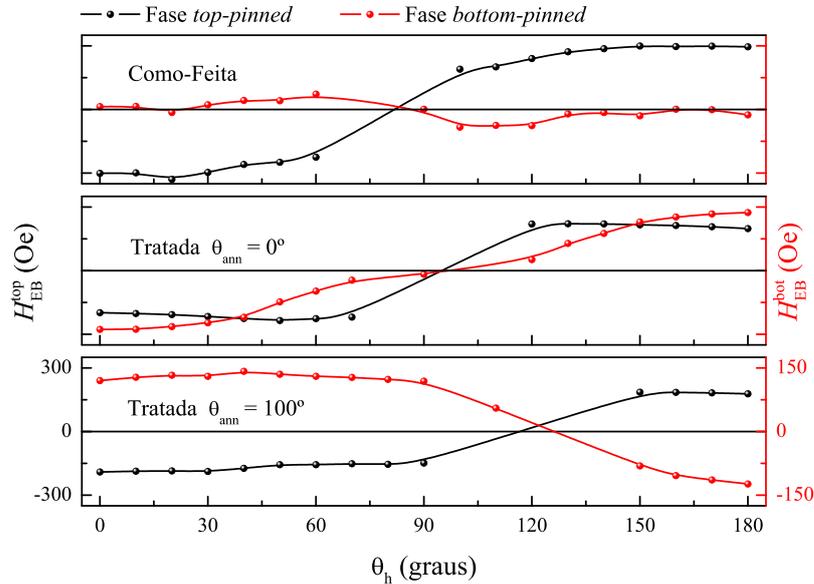


Figura 4.17: Variação angular de  $H_{\text{EB}}$  da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Co}_7$  para os estados (a) como-feito, tratado termicamente com  $\theta_{\text{ann}} = 0^\circ$  e tratado termicamente com  $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$ .

A amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_7$  (figura 4.19) apresenta menor deslocamento na fase *top-pinned* que a amostra com as mesmas características à exceção da camada de Co superior ter 3 nm (apresentada na figura 4.22) de espessura, este resultado reflete o fato de  $H_{\text{EB}} \propto 1/t_{\text{FM}}^{[22]}$ , mostrado nos casos da expressão 1.14.

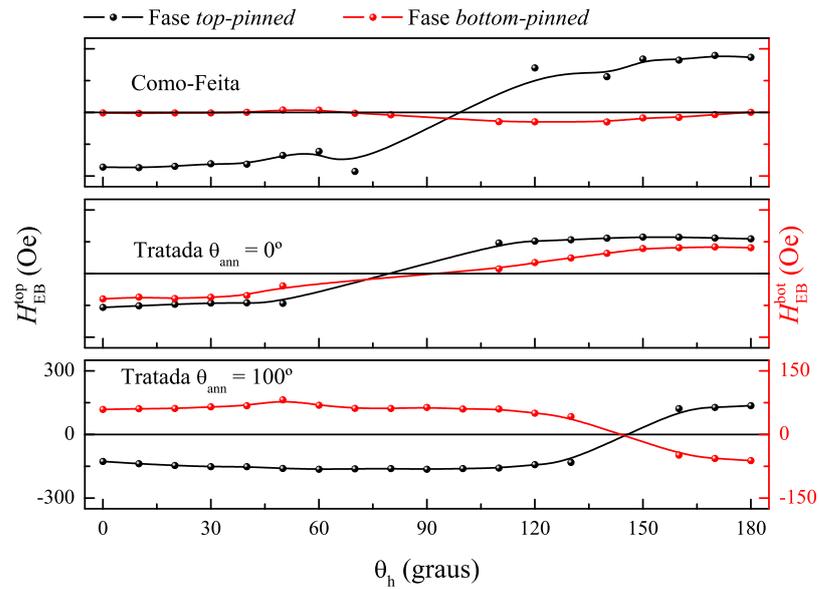


Figura 4.18: Variação angular de  $H_{EB}$  da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.5}/\text{Co}_7$  para os estados como-feito, tratado termicamente com  $\theta_{\text{ann}} = 0^\circ$  e tratado termicamente com  $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$ .

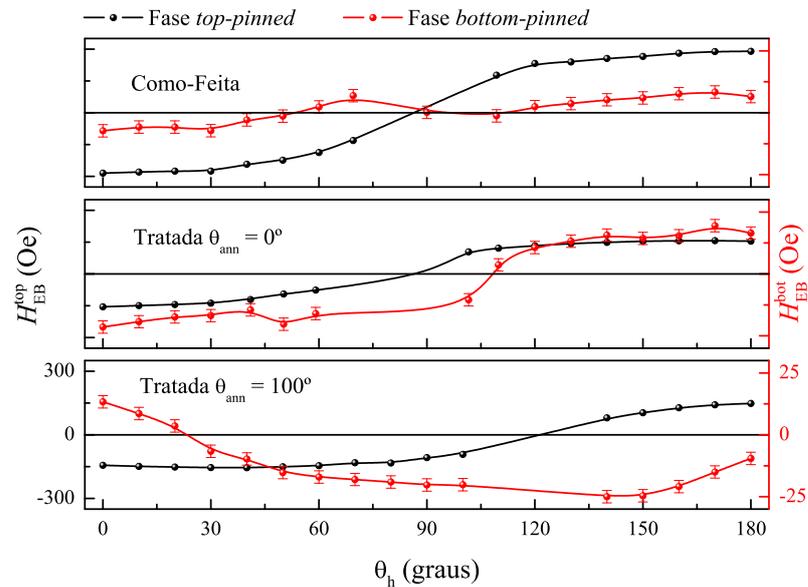


Figura 4.19: Variação angular de  $H_{EB}$  da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_7$  para os estados como-feito, tratado termicamente com  $\theta_{\text{ann}} = 0^\circ$  e tratado termicamente com  $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$ .

A amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_1/\text{Co}_7$  ainda apresenta *exchange bias*, indicando que esta espessura de cobre não foi suficiente para preencher totalmente uma camada. Poucos grãos AF ficaram descobertos e, mesmo com os tratamentos térmicos, o resultado é um deslocamento

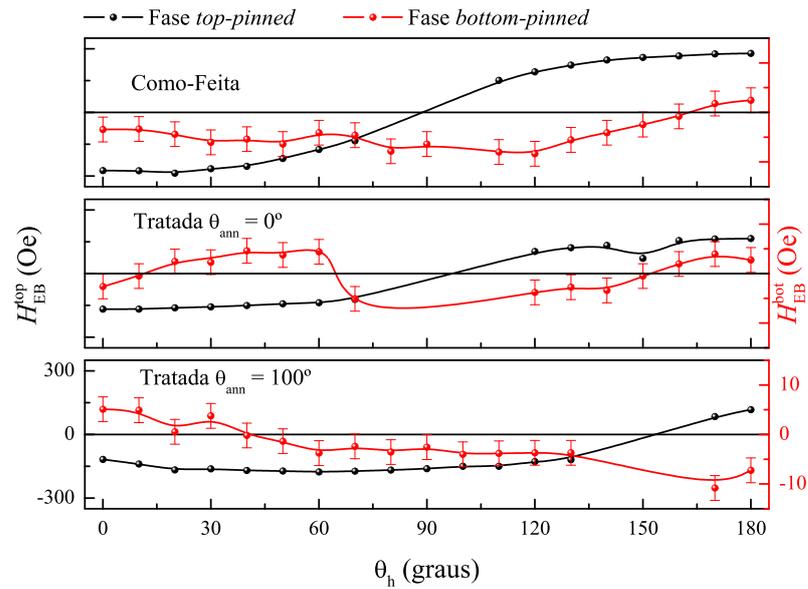


Figura 4.20: Variação angular de  $H_{EB}$  da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_1/\text{Co}_7$  para os estados como-feito, tratado termicamente com  $\theta_{\text{ann}} = 0^\circ$  e tratado termicamente com  $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$ .

bastante pequeno (em torno de 4 Oe) e deveras ruidoso.

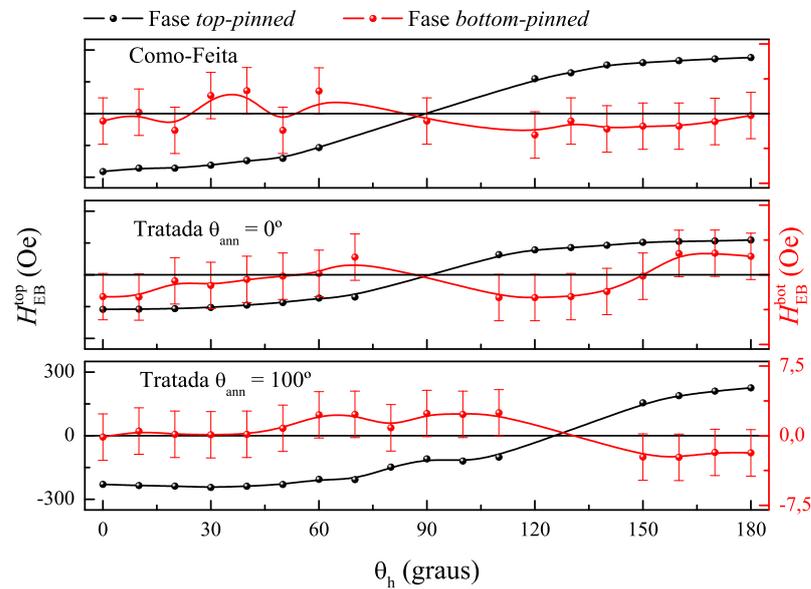


Figura 4.21: Variação angular de  $H_{EB}$  da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{1.5}/\text{Co}_7$  para os estados como-feito, tratado termicamente com  $\theta_{\text{ann}} = 0^\circ$  e tratado termicamente com  $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$ .

Quando a camada de Cu tem espessura maior que 1 nm o deslocamento da camada superior de Co é comparável ao erro da medida (aproximadamente  $\pm 2.5$  Oe), como pode ser visto

na figura 4.21. O  $H_{EB}^{bot}$  pode ser considerado nulo, pois o contato atômico entre os átomos FM e os AF adjacentes é praticamente inexistente. Estes resultados são corroborados pelas referências 34 e 35.

A amostra de  $Co_3/IrMn/Cu_{0.75}/Co_3$  apresenta separação de fases no estado como-feita, como mostrado na figura 4.22(a). A amostra tratada termicamente com  $\theta_h = 0^\circ$  [figura 4.22(b)] mostra que as fases *top-pinned* e *bottom-pinned* FM não estão mais defasadas, indicando que o campo magnético de 20 Oe foi suficiente para reorientar os *spins* interfaciais AF em contato com o Co através dos *pinholes* da camada de Cu. Para o tratamento térmico com  $\theta_h = 100^\circ$  não foi possível realizar o cálculo de  $H_{EB}^{bot}$ .

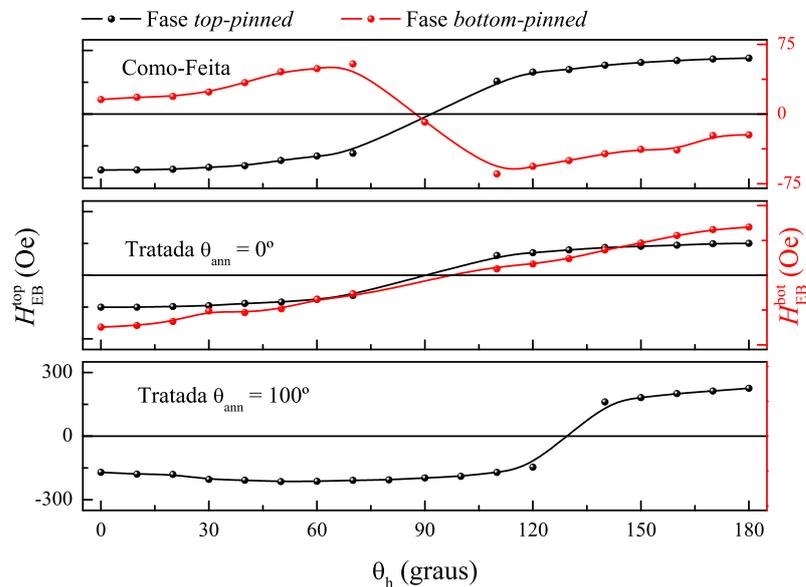


Figura 4.22: Variação angular de  $H_{EB}$  da amostra de  $Co_3/IrMn/Cu_{0.75}/Co_3$  para os estados como-feito, tratado termicamente com  $\theta_{ann} = 0^\circ$  e tratado termicamente com  $\theta_{ann} = 100^\circ$ .

Tendo em vista que, como apresentado na seção 3.3, os tratamentos térmicos utilizados neste trabalho não modificam significativamente as características estruturais e interfaciais das amostras, este trabalho propõe uma forma diferente para interpretação da diminuição de  $H_{EB}^{top}$  com o tratamento térmico. A figura 4.23 esquematiza esta interpretação. As primeiras camadas AF depositadas sobre o material FM apresentam característica paramagnética, pois não há material suficiente para que estas ordenem-se magneticamente. O momento magnético destas primeiras camadas se orientam facilmente no sentido da magnetização do material FM, por sua vez orientado no sentido do campo de confinamento dos elétrons,  $H_m$ , no *magnetron sputtering* [figura 4.23(a)], fazendo com que a interface seja bastante não-compensada, melhor condição para o EB. Continuando a deposição do material AF, o volume de material é suficiente para

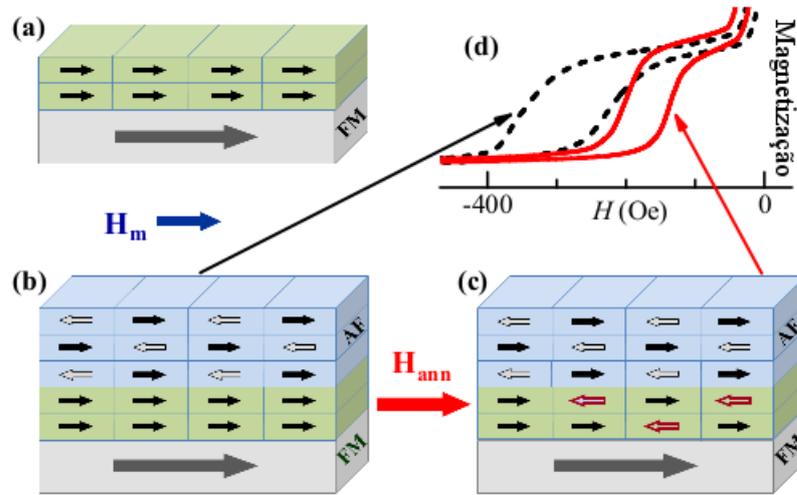


Figura 4.23: Esquema das estruturas de *spin* na interface Co/IrMn durante a deposição, (a) e (b), e pós-tratamento térmico (c).

que haja organização magnética, representado na figura 4.23(b). O tratamento térmico cede energia ao sistema e a camada AF recupera alguns dos seus momentos interfaciais tendo em vista que esta é a condição mais favorável para o material AF, diminuindo o deslocamento [figura 4.23(c)]. A figura 4.23(d) apresenta os laços de histerese medidos para uma amostra nos estados como-feita e tratada termicamente.

## 4.5 Amostras Irradiadas com $He^+$

As amostras de  $Co_3/IrMn/Cu_{t_{Cu}}/Co_7$ , com  $t_{Cu} = 0, 0.5$  e  $0.75$  nm foram sujeitas a irradiação iônica. O campo aplicado foi de  $\approx 5.5$  kOe. A dose de íons foi de  $5 \times 10^{13}$  íons/cm<sup>2</sup>, a energia de 40 keV, a densidade de corrente de 100 nA/cm<sup>2</sup>. O ângulo de aplicação do campo em relação ao sentido do EB,  $\theta_{irr}$ , foi de  $100^\circ$ . Um trabalho anterior realizado em conjunto com o Laboratório de Implantação Iônica<sup>[52]</sup> mostrou que estes parâmetros poderiam ser adequados para inversão do sentido do EB. A energia de 40 keV se mostrou adequada para reorientação do sentido do EB; a dose baixa fora escolhida porque esta modificaria menos as propriedades magnéticas da camada *top-pinned* FM.

As figuras 4.24, 4.25 e 4.26 apresentam os resultados destas irradiações sobre as amostras com  $t_{Cu} = 0, 0.5$  e  $0.75$  nm, respectivamente, comparadas com as mesmas amostras no estado virgem.

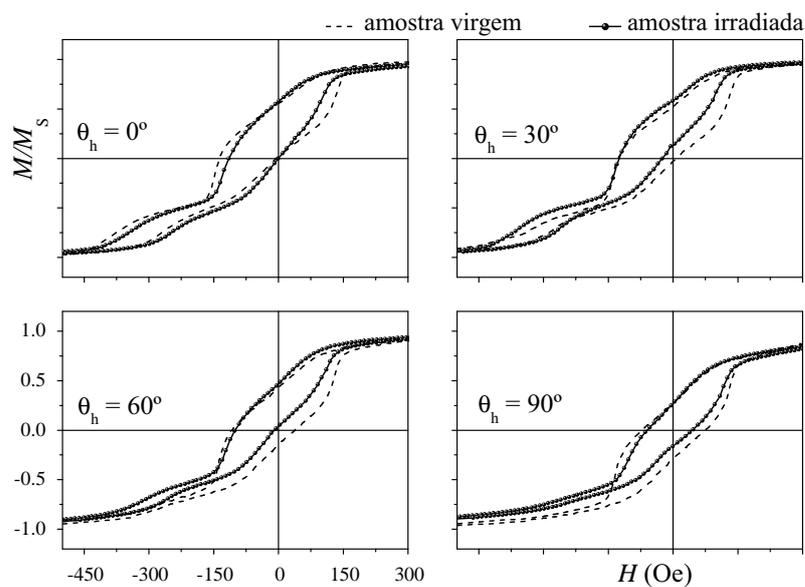


Figura 4.24: Curvas de magnetização da amostra de  $Co_3/IrMn/Co_7$  virgem (linha tracejada) e irradiada (linha e círculos cheios) com  $\theta_{irr} = 100^\circ$  para  $\theta_h = 0, 30, 60$  e  $90^\circ$ .

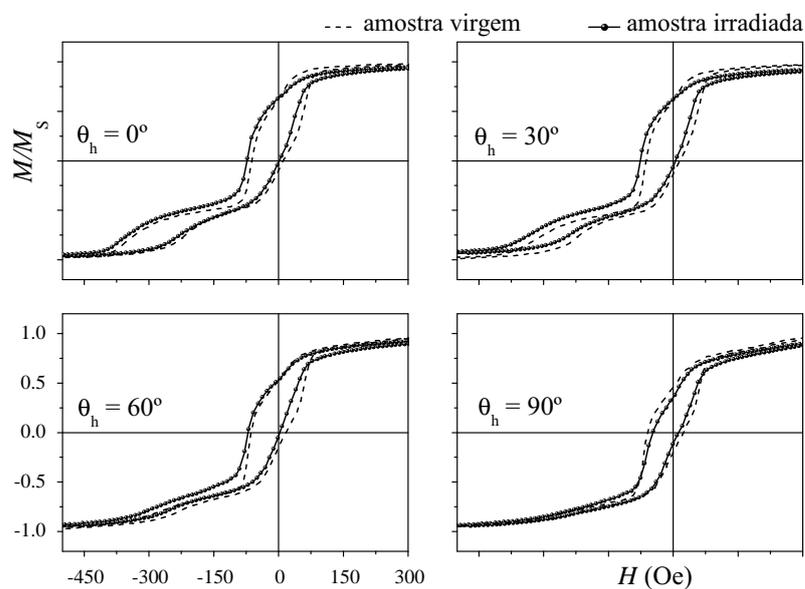


Figura 4.25: Curvas de magnetização da amostra de  $Co_3/IrMn/Cu_{0.5}/Co_7$  virgem (linha tracejada) e irradiada (linha e círculos cheios) com  $\theta_{irr} = 100^\circ$  para  $\theta_h = 0, 30, 60$  e  $90^\circ$ .

As amostras com espaçador de Cu com espessuras de 0 e 0.5 nm apresentaram uma diminuição da coercividade dos subciclos relacionados às camadas *bottom-pinned* FM e um pequeno

acrécimo no campo de *exchange bias*. As camadas *top-pinned* FM tiveram seus deslocamentos e suas coercividades aumentados quando  $\theta_h = 30$  e  $60$  Oe.

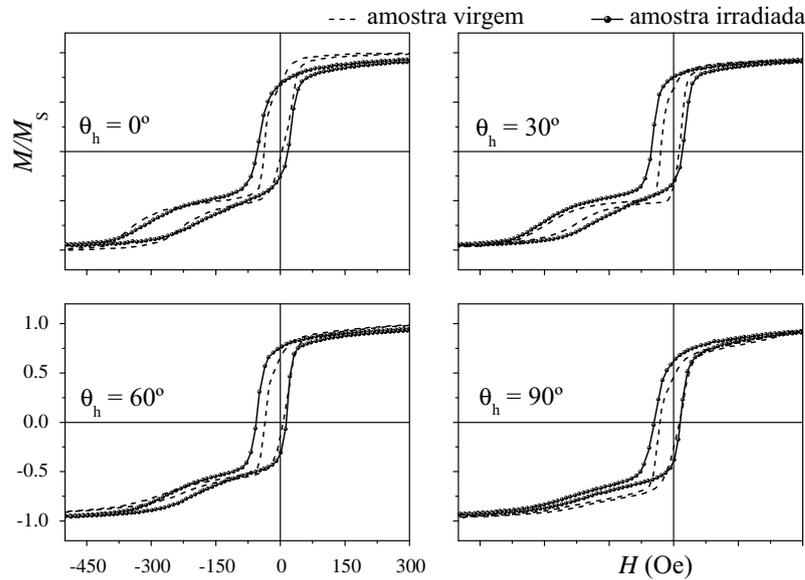


Figura 4.26: Curvas de magnetização da amostra de  $Co_3/IrMn/Cu_{0.75}/Co_7$  virgem (linha tracejada) e irradiada (linha e círculos cheios) com  $\theta_{irr} = 100^\circ$  para  $\theta_h = 0, 30, 60$  e  $90^\circ$ .

A amostra de  $Co_3/IrMn/Cu_{0.75}/Co_7$  apresentou como resultados um aumento significativo da coercividade da configuração AF/FM e um aumento de seu deslocamento. A camada *top-pinned* FM não sofreu alterações significativas, apenas um pequeno aumento na coercividade para  $\theta_h = 30^\circ$ .

Sobre os resultados das irradiação, pode ser especulado que: 1) o aumento do deslocamento e da coercividade da camada *top-pinned* FM em  $\theta_h = 30^\circ$  nas amostras com espaçador de Cu de 0 e 0.5 nm mostra uma pequena reorientação do sentido do EB, causada pelo campo de irradiação ter sido aplicado com  $\theta_{irr} = 100^\circ$ ; 2) a amostra de  $Co_3/IrMn/Cu_{0.75}/Co_7$  também tem a direção do EB modificada em alguns graus e também sofre uma quebra de seus domínios magnéticos efetivos AF na interface, tornando muitos deles rodáveis. Isto leva a um acréscimo da coercividade de ambas as camadas de Co sendo, que para a camada *bottom-pinned* FM o aumento na coercividade também pode ser atribuído ao Cu que pode mover-se formando ilhas sobre o IrMn, ao receber energia proveniente dos íons (vale ressaltar que Co e Cu são imiscíveis). A reorientação do EB para irradiação com dose de  $5 \times 10^{13}$  íons/cm<sup>2</sup>, mesmo que não para o sentido do campo aplicado durante a irradiação, já fora notada em outros trabalhos<sup>[52, 55]</sup>. O aumento da coercividade não coincide com os resultados encontrados na literatura.

## 5 *Perspectivas*

Foram realizados dois outros tratamentos térmicos na amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Co}_7$ , nos quais o tempo foi de 15 min e a temperatura de  $215^\circ$ , em que se variou apenas a magnitude do campo aplicado durante o tratamento,  $H_{\text{ann}} = 0$  e 2 kOe. A figura 5.1 mostra os resultados obtidos com estes tratamentos e com o tratamento no qual o campo aplicado foi de 20 Oe, todos os três realizados com  $\theta_{\text{ann}} = 0^\circ$ . É possível notar que a coercividade diminui com o aumento de  $H_{\text{ann}}$ , pois o FM está saturado magneticamente fazendo com que os grãos interfaciais AF ativados termicamente se orientem na direção deste durante o resfriamento, tornando seus domínios efetivos mais estáveis e não-contribuintes à coercividade via anisotropia rodável. neste caso, a distribuição de eixos fáceis dos domínios AF é mais estreita, sendo uma evidência disto o laço de histerese tornar-se mais “quadrado”. Quando  $H_{\text{ann}}$  é baixo ou inexistente, o momento magnético dos grãos AF na interface, distribuídos em direção, tornam a curva de magnetização mais larga e arredondada. A inversão da magnetização na descida é mais rápida quando os domínios AF são maiores, pois nucleação e propagação de paredes de domínio são mais prováveis no interior destes.

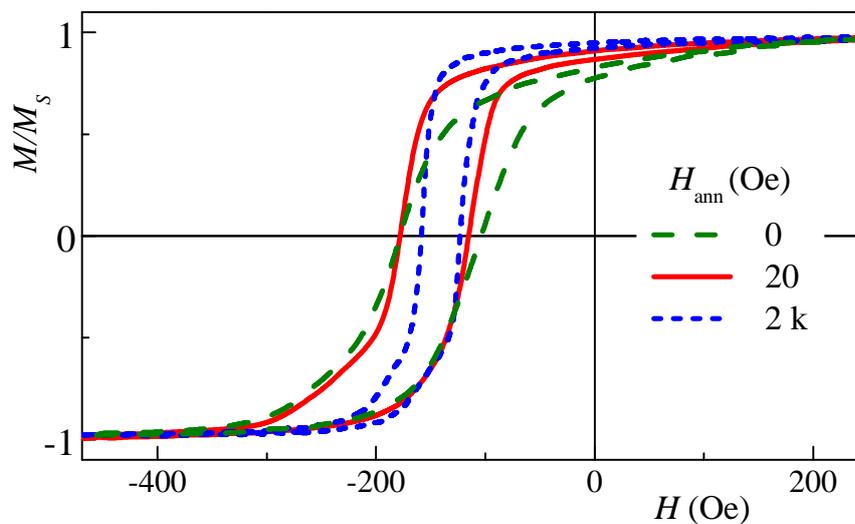


Figura 5.1: Curvas de histerese da amostra composta por  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Co}_7$  tratada termicamente com  $\theta_{\text{ann}} = 0^\circ$  e  $H_{\text{ann}} = 0, 20$  e 2000 Oe.

Estes resultados são bastante ricos e intrigantes. Nota-se que, mesmo com coercividades diferentes, as três curvas estão sobrepostas quando a magnetização começa a rotacionar para o sentido do campo aplicado durante o tratamento (em  $H \approx -165$  Oe). Este resultado indica que, nos três casos, a camada de 3 nm de Co sofre praticamente o mesmo torque dos domínios AF magneticamente mais estáveis ao qual está acoplada. O deslocamento é praticamente o mesmo para os tratamentos sem campo magnético aplicado e com campo aplicado de 2 kOe, aproximadamente 140 Oe. Já quando o campo de tratamento foi de 20 Oe,  $H_{EB}$  é um pouco maior ( $\approx 147$  Oe). Os motivos para que os deslocamentos sejam tão próximos precisam ser melhor investigados, uma vez que, quando  $H_{ann}$  é alto o suficiente para saturar o FM, é esperado que seus domínios magnéticos, e também os domínios efetivos AF a eles acoplados, sejam maiores e mais estáveis, o que deveria causar um aumento no deslocamento, não apenas uma redução no campo coercivo.

## 6 Conclusões

Neste trabalho foram estudados os efeitos de dois tratamentos térmicos distintos com baixo campo aplicado, no sentido do EB e a cem graus deste, em filmes de Co/IrMn/Cu/Co depositados por *magnetron sputtering*, visando o controle da fase *bottom-pinned* FM modificando o menos possível as propriedades magnéticas da configuração FM/AF. Bombardeamento com íons de He<sup>+</sup> foi feito e os resultados de ambos procedimentos foram comparados.

A caracterização estrutural foi realizada antes e depois de um dos tratamentos térmicos. Medidas de magnetização e do campo de *exchange bias* foram realizadas para compreensão dos efeitos e mudanças causados por cada um dos procedimentos.

A interpretação dos resultados levam às seguintes conclusões:

- a interação de troca do EB é de contato direto entre os materiais AF e FM, pois o deslocamento apresenta decaimento monótono com o aumento da espessura de cobre, tornando-se praticamente nulo para  $t_{\text{Cu}} = 1.5$  nm. A partir desta espessura o Cu tem sua camada totalmente preenchida e não há *pinholes* para que os materiais AF e FM entrem em contato;
- a superfície superior da camada de IrMn apresenta uma estrutura não-compensada com alguns degraus que são mais macios magneticamente que podem ser facilmente orientados no sentido dos momentos FM interfaciais. Quando não há espaçador não-magnético de Cu, o ciclo referente à fase *bottom-pinned* apresenta um comportamento de uma estrutura magnética composta por dois tipos de domínios magnéticos em oposição. A deposição de uma fina camada de Cu preenche primeiramente a região não compensada, diminuindo o subciclo deslocado positivamente e tornando a curva mais “quadrada”;
- os tratamentos térmicos aumentam o deslocamento do subciclo de histerese referente à camada *bottom-pinned* FM para as amostras com  $t_{\text{Cu}} \leq 1.0$  nm e diminuem sua coercividade. Na camada *top-pinned* FM os tratamentos térmicos agem de forma a diminuir o  $H_{\text{EB}}^{\text{top}}$ . Pode-se explicar esta redução da seguinte forma: os primeiros átomos de IrMn são

paramagnéticos e, portanto, sua magnetização assume a do Co sobre o qual está sendo depositado. Esta estrutura é metaestável e a melhor para o EB. No volume da camada AF, esta assume ordem antiferromagnética. O aquecimento da amostra durante o tratamento térmico faz com que o AF recupere alguns dos momentos interfaciais organizando-os segundo sua ordem antiferromagnética característica, desta forma tornando a interface mais compensada e diminuindo o deslocamento;

- o tratamento térmico com  $\theta_{\text{ann}} = 0^\circ$  aumenta o deslocamento da fase *bottom-pinned* FM no sentido do deslocamento da camada *top-pinned* FM e, para  $t_{\text{Cu}} = 0$  nm, os subciclos relativos a cada camada são indistinguíveis;
- quando  $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$ , as amostras de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{t_{\text{Cu}}=(0, 0.5)}/\text{Co}_7$  apresentam estrutura deslocada negativamente/positivamente, com defasagem de  $180^\circ$  entre os deslocamentos das camada *top-* e *bottom-pinned* FM. A amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_7$  também apresentam esta configuração, todavia a defasagem entre fases é de  $100^\circ$ ;
- a irradiação com  $\text{He}^+$  com campo aplicado a  $100^\circ$  do sentido do EB apresenta uma reorientação do sentido EB da camada *top-pinned* FM em torno de trinta graus, o sentido do EB não foi modificado para o sentido do campo aplicado durante a irradiação pelo fato de a dose ter sido baixa, não possibilitando um número suficiente de colisões dos íons com os átomos da camada AF. A amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_3$  apresentou um aumento da coercividade de ambas as camadas de Co, resultado da quebra dos divisões dos domínios AF mais estáveis em domínios menores e menos estáveis, responsáveis pela anisotropia rodável.

## *Referências Bibliográficas*

- 1 MEIKLEJOHN, W. H.; BEAN, C. P. New magnetic anisotropy. **Physical Review**, v. 102, n. 5, p. 1413, Março 1956.
- 2 MEIKLEJOHN, W. H.; BEAN, C. P. New magnetic anisotropy. **Physical Review**, v. 105, n. 3, p. 904, Fevereiro 1957.
- 3 BERKOWITZ, A. E.; TAKANO, K. Exchange anisotropy — a review. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 200, p. 552, Março 1999.
- 4 NOGUÉS, J. *et al.* Exchange bias in nanostructures. **Physics Reports**, v. 422, p. 65, Julho 2005.
- 5 FASSBENDER, J.; MCCORD, J. Magnetic patterning by means of ion irradiation and implantation. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, 2008.
- 6 CHAPPERT, C. *et al.* Planar patterned magnetic media obtained by ion irradiation. **Science**, v. 280, p. 1919, Agosto 1998.
- 7 DRIEL, J. van *et al.* Exchange biasing by Ir<sub>19</sub>Mn<sub>81</sub> : Dependence on temperature, microstructure and antiferromagnetic layer thickness. **Journal of Applied Physics**, v. 88, n. 2, p. 975, Julho 2000.
- 8 JUNG, H. S. *et al.* Exchange coupling in FeTaN/IrMn/FeTaN and NiFe/IrMn/NiFe trilayer films. **Journal of Applied Physics**, v. 91, n. 10, p. 6899, Maio 2002.
- 9 ANDERSON, G.; HUAI, Y.; MILOSLAWSKY, L. CoFe/IrMn exchange biased top, bottom, and dual spin valves. **Journal of Applied Physics**, v. 87, n. 9, p. 6909, Maio 2000.
- 10 KHOMENKO, E. V. *et al.* Exchange bias in the IrMn/Co structures with alternative sequences of antiferromagnetic and ferromagnetic layers. **JETP Letters**, v. 88, n. 9, p. 693, Agosto 2008.
- 11 KERR, E.; DIJKEN, S. van; COEY, J. M. D. Influence of the annealing field strength on exchange bias and magnetoresistance of spin valves with IrMn. **Journal of Applied Physics**, v. 97, p. 093910, Abril 2005.
- 12 KIM, K.-Y. *et al.* Ferromagnetic resonance study of annealed NiFe/FeMn/CoFe trilayers. **IEEE Transactions on Magnetics**, v. 45, n. 6, p. 2766, Junho 2009.
- 13 DIJKEN, S. van; MORITZ, J.; COEY, J. M. D. Correlation between perpendicular exchange bias and magnetic anisotropy in IrMn/[Co/Pt]<sub>n</sub> and [Pt/Co]<sub>n</sub>/IrMn multilayers. **Journal of Applied Physics**, v. 97, p. 063907, Março 2005.
- 14 LEE, C.-G. *et al.* Annealing temperature dependences of magnetization reversal in exchange-biased bilayers. **Physica B**, v. 372, p. 350, 2006.

- 15 NOGUÉS, J.; SCHULLER, I. Exchange bias. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 192, p. 203, Julho 1998.
- 16 KIWI, M. Exchange bias theory. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 234, p. 584, Junho 2001.
- 17 MALOZEMOFF, A. P. Random-field model of exchange anisotropy at rough ferromagnetic-antiferromagnetic interfaces. **Physical Review B**, v. 35, n. 7, p. 3679, Março 1987.
- 18 SCHULTHESS, T. C.; BUTLER, W. H. Consequences of spin-flop coupling in exchange biased films. **Physical Review Letters**, v. 81, n. 20, p. 4516, Novembro 1998.
- 19 SCHULTHESS, T. C.; BUTLER, W. H. Coupling mechanisms in exchange biased films (invited). **Journal of Applied Physics**, v. 85, n. 8, p. 5510, Abril 1999.
- 20 NOWAK, U. *et al.* Domain state model for exchange bias. i. theory. **Physical Review B**, v. 66, n. 1, p. 014430, Julho 2002.
- 21 NÉEL, L. **The Select Works of Louis Néel**. Editado por Nicholas Kurti. New York: Gordon and Breach Science Publishers, 1998.
- 22 MAURI, D. *et al.* Simple model for thin magnetic films exchange coupled to an antiferromagnetic substrate. **Journal of Applied Physics**, v. 62, n. 7, p. 3047, Outubro 1987.
- 23 FULCOMER, E.; CHARAP, S. H. Thermal fluctuation aftereffect model for some systems with ferromagnetic-antiferromagnetic coupling. **Journal of Applied Physics**, v. 43, n. 10, p. 4190, Março 1972.
- 24 O'GRADY, K.; FERNANDEZ-OUTON, L.; VALLEJO-FERNANDEZ, G. A new paradigm for exchange bias in polycrystalline thin films. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 322, p. 883, Janeiro 2010.
- 25 THOMAS, L.; KELLOCK, A. J.; PARKIN, S. S. P. On the exchange biasing through a nonmagnetic spacer layer. **Journal of Applied Physics**, v. 87, n. 9, p. 5061, Maio 2000.
- 26 GÖKEMEIJER, N. J.; AMBROSE, T.; CHIEN, C. L. Long-range exchange bias across a spacer layer. **Physical Review Letters**, v. 79, n. 21, p. 4270, Novembro 1997.
- 27 SILVA, R. B. da *et al.* High frequency magnetoimpedance in Ni<sub>81</sub>Fe<sub>19</sub>/Fe<sub>50</sub>Mn<sub>50</sub> exchange biased multilayer. **Applied Physics Letters**, v. 94, n. 4, p. 042501, Janeiro 2009.
- 28 WEISS, A. W. Calculations of the  $2sns\ ^1S$  and  $2p3p\ ^3,1P$  levels of Be. **Physical Review A**, v. 6, n. 4, p. 1261, Outubro 1972.
- 29 CHIKAZUMI, S.; CHARAP, S. H. **Physics of Magnetism**. 1<sup>a</sup>. ed. Huntington: Robert E. Krieger Publishing Co., Inc., 1978.
- 30 CULLITY, B. D. **Introduction to magnetic materials**. Menlo Park: Addison-Wesley Publishing Company, 1972.
- 31 ISHIKAWA, Y.; MIURA, N. **Physics and Engineering Applications of Magnetism**. Tokyo: Springer-Verlag, 1991.

- 32 JOHNSON, M. T. *et al.* Magnetic anisotropy in metallic multilayers. **Reports on Progress Physics**, v. 59, n. 11, p. 1409, Julho 1996.
- 33 BERKOWITZ, A. E. *et al.* Refining the exchange anisotropy paradigm: Magnetic and microstructural heterogeneity at the permalloy-coo interface. **Physical Review B**, v. 81, n. 13, p. 134404, Abril 2010.
- 34 NICOLODI, S. **Exchange Bias em Filmes de IrMn/Cu/Co**. Dissertação (Mestrado) — Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2007.
- 35 NICOLODI, S. *et al.* Copper spacer thickness dependence of the exchange bias in IrMn/Cu/Co ultrathin films. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 316, p. e97, Março 2007.
- 36 SAKUMA, A. *et al.* First-principles study of the magnetic structures of ordered and disordered mn-ir alloys. **Physical Review B**, v. 67, n. 2, p. 024420, Janeiro 2003.
- 37 SZUNYOGH, L. *et al.* Giant magnetic anisotropy of the bulk antiferromagnets irmn and irmn<sub>3</sub> from first principles. **Physical Review B**, v. 79, n. 2, p. 020403, Janeiro 2009.
- 38 MCMICHAEL, R. D. *et al.* Ferromagnetic resonance studies of NiO-coupled thin films of Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>. **Physical Review B**, v. 58, n. 13, p. 8605, Outubro 1998.
- 39 GESHEV, J.; PEREIRA, L. G.; SCHMIDT, J. E. Rotatable anisotropy and coercivity in exchange-bias bilayers. **Physical Review B**, v. 66, n. 9, p. 134432, Junho 2002.
- 40 MEIKLEJOHN, W. H. Exchange anisotropy – a review. **Journal of Applied Physics**, v. 33, n. 3, p. 1328, Março 1962.
- 41 STONER, E. C.; WOHLFARTH, E. P. A mechanism of magnetic hysteresis in heterogeneous alloys. **IEEE Transactions on Magnetics**, v. 27, n. 4, p. 3475, Julho 1991.
- 42 RADU, F.; ZABEL, H. **Exchange bias effect of ferro-/antiferromagnetic heterostructures**. *Em Magnetic Heterostructures; Advances and Perspectives in Spinstructures and Spintransport*. Editado por H. Zabel, Samuel D. Bader. Berlin/Heidelberg: Springer-Verlag, 2008.
- 43 KOON, N. C. Calculations of exchange bias in thin films with ferromagnetic/antiferromagnetic interface. **Physical Review Letters**, v. 78, n. 25, p. 4865, Junho 1997.
- 44 KIWI, M. *et al.* Exchange-bias systems with compensated interfaces. **Applied Physics Letters**, v. 75, n. 25, p. 3995, Dezembro 1999.
- 45 KIWI, M. *et al.* Positive exchange bias model: Fe/FeF<sub>2</sub> and Fe/MnF<sub>2</sub> bilayers. **Solid State Communications**, v. 116, n. 6, p. 315, Julho 2000.
- 46 STILES, M. D.; MCMICHAEL, R. D. Temperature dependence of exchange bias in polycrystalline ferromagnet-antiferromagnet bilayers. **Physical Review B**, v. 60, n. 18, p. 12950, Novembro 1999.
- 47 KELLER, J. *et al.* Domain state model for exchange bias. ii. experiments. **Physical Review B**, v. 66, n. 1, p. 014431, Julho 2002.

- 48 KIM, J.-V.; STAMPS, R. L. Hysteresis from antiferromagnet domain-wall processes in exchange-biased systems: Magnetic defects and thermal effects. **Physical Review B**, v. 71, p. 094405, Março 2005.
- 49 GESHEV, J. Analytical solutions for exchange bias and coercivity in ferromagnetic/antiferromagnetic bilayers. **Physical Review B**, v. 62, n. 9, p. 5627, Setembro 2000.
- 50 VALLEJO-FERNANDEZ, G. *et al.* Annealing effect on thermal stability and microstructure in IrMn/Co<sub>60</sub>Fe<sub>20</sub>B<sub>20</sub> bilayers. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 310, p. e786, Dezembro 2007.
- 51 MEWES, T. *et al.* Suppression of exchange bias by ion irradiation. **Applied Physics Letters**, v. 76, n. 8, p. 1057, 2000.
- 52 SCHAFER, D. *et al.* Controlled rotation of the exchange-bias direction in IrMn/Cu/Co via ion irradiation. **Applied Physics Letters**, v. 93, p. 042501, Julho 2008.
- 53 FASSBENDER, J. *et al.* Ion irradiation of exchange bias systems for magnetic sensor applications. **Applied Physics A**, v. 77, p. 51, Novembro 2003.
- 54 FASSBENDER, J.; RAVELOSONA, D.; SAMSON, Y. Tailoring magnetism by light-ion irradiation. **JOURNAL OF PHYSICS D: APPLIED PHYSICS**, v. 72, p. R179, Novembro 2004.
- 55 MOUGIN, A. *et al.* Local manipulation and reversal of the exchange bias field by ion irradiation in feni/femn double layers. **Physical Review B**, v. 63, n. 6, p. 060409, Janeiro 2001.
- 56 DIJKEN, S. van *et al.* IrMn as exchange-biasing material in systems with perpendicular magnetic anisotropy. **Journal of Applied Physics**, v. 97, p. 10K114, Maio 2005.
- 57 CULLITY, B. D. **Elements of X-ray diffraction**. Massachussets: Addison-Wesley Publishing Company, 1956.
- 58 CICHELERO, R. *et al.* Engineering double-shifted hysteresis loops in Co/IrMn/Cu/Co films. **Applied Physics Letters**, v. 95, p. 112501, Setembro 2009.

## *Apêndice A – Resultados dos Tratamentos Térmicos*

Neste apêndice serão apresentados todos os resultados relativos aos tratamentos térmicos obtidos durante este trabalho.

Os resultados estão organizados por amostra. Tanto os resultados para as amostras como-feitas como para as tratadas termicamente se encontram dentro de cada seção.

Para o tratamento com  $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$  há três figuras para cada amostra. Isto se dá pelo fato de que este procedimento alterou o sentido do EB das amostras. As últimas figuras de cada seção são das amostras que sofreram esta alteração e, para apresentar os sentidos fácil e difícil, tiveram o ângulo  $\theta_h$  (ângulo entre o campo aplicado durante a medida e o sentido preferencial da amostra como-feita) alterado.

## A.1 $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Co}_7$

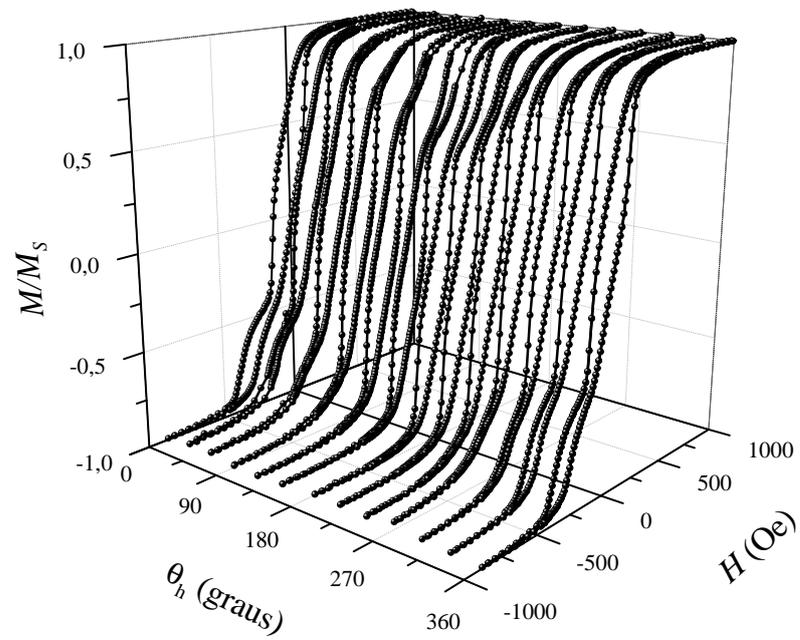


Figura A.1: Variação angular da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Co}_7$  como-feita.

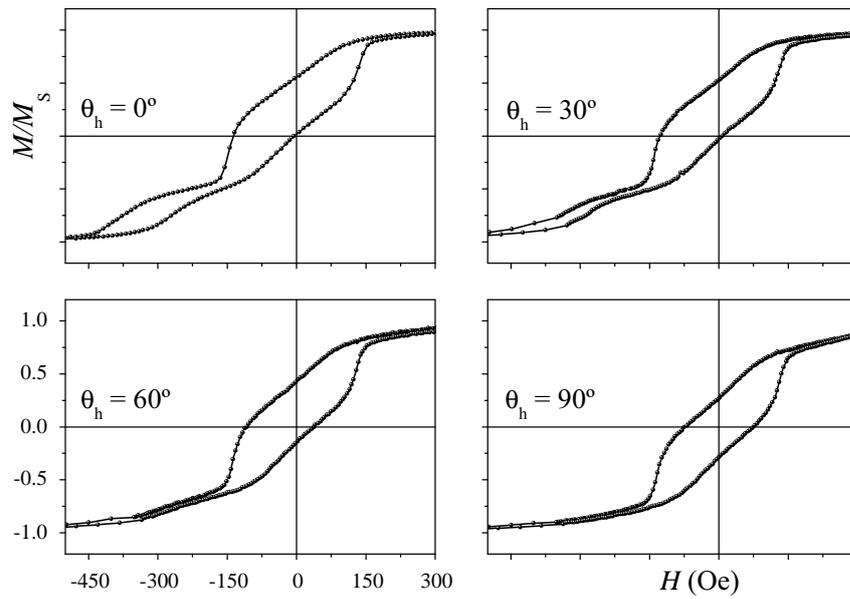


Figura A.2: Curvas de histerese da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Co}_7$  como-feita para  $\theta_h = 0, 30, 60$  e  $90^\circ$ .

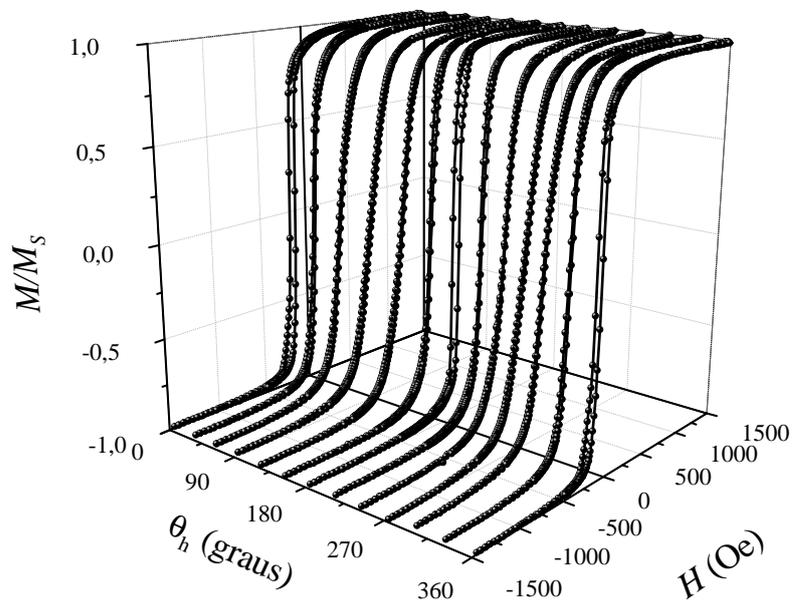


Figura A.3: Variação angular da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Co}_7$  tratada termicamente com  $\theta_{\text{ann}} = 0^\circ$  e  $H_{\text{ann}} = 20$  Oe.

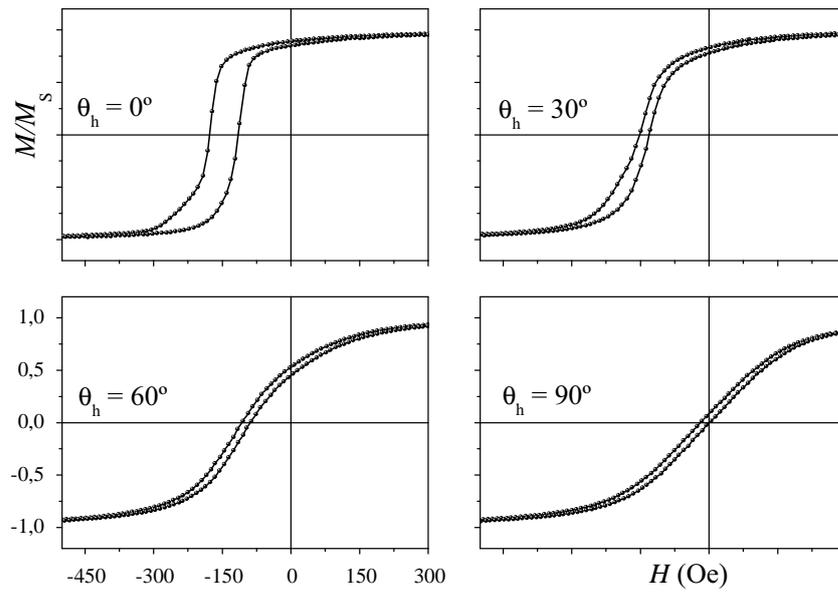


Figura A.4: Curvas de histerese da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Co}_7$  tratada termicamente com  $\theta_{\text{ann}} = 0^\circ$  e  $H_{\text{ann}} = 20$  Oe para  $\theta_h = 0, 30, 60$  e  $90^\circ$ .

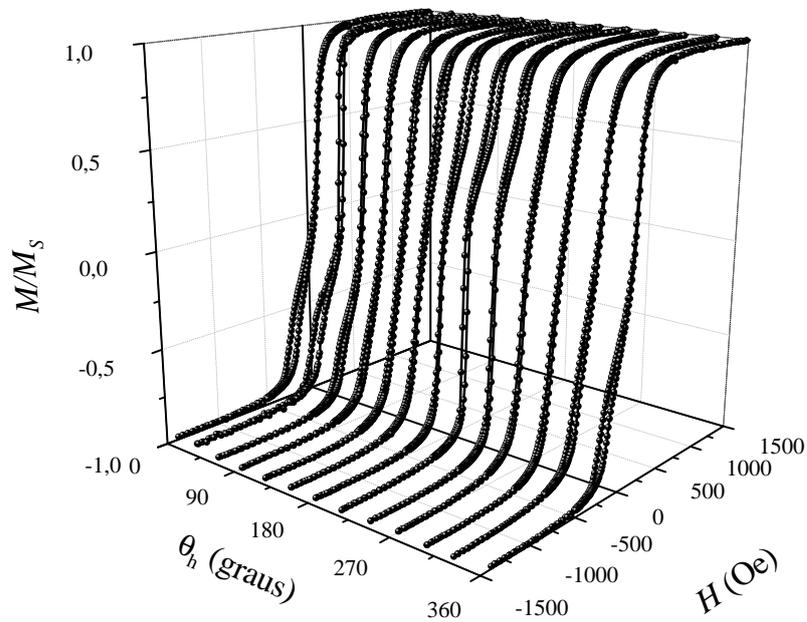


Figura A.5: Variação angular da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Co}_7$  tratada termicamente com  $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$  e  $H_{\text{ann}} = 20$  Oe.

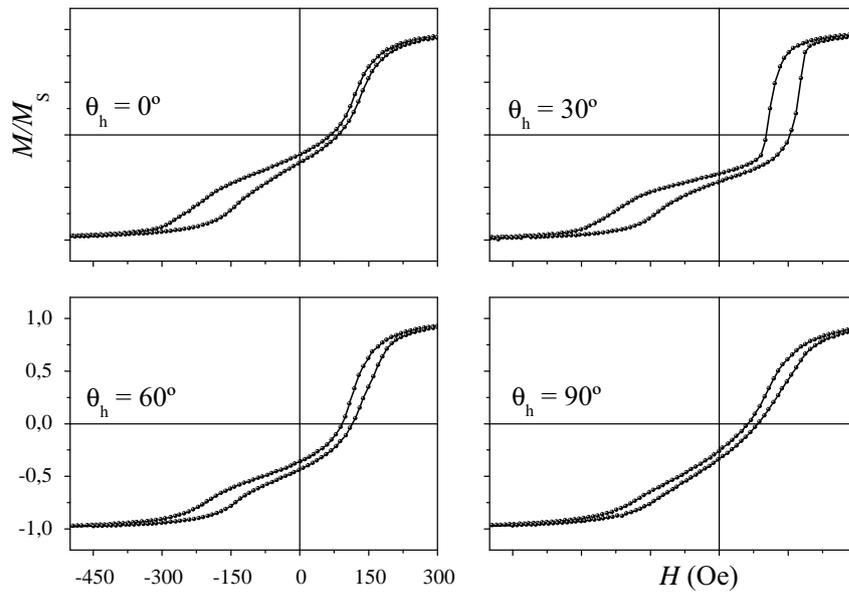


Figura A.6: Curvas de histerese da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Co}_7$  tratada termicamente com  $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$  e  $H_{\text{ann}} = 20$  Oe para  $\theta_h = 0, 30, 60$  e  $90^\circ$ .

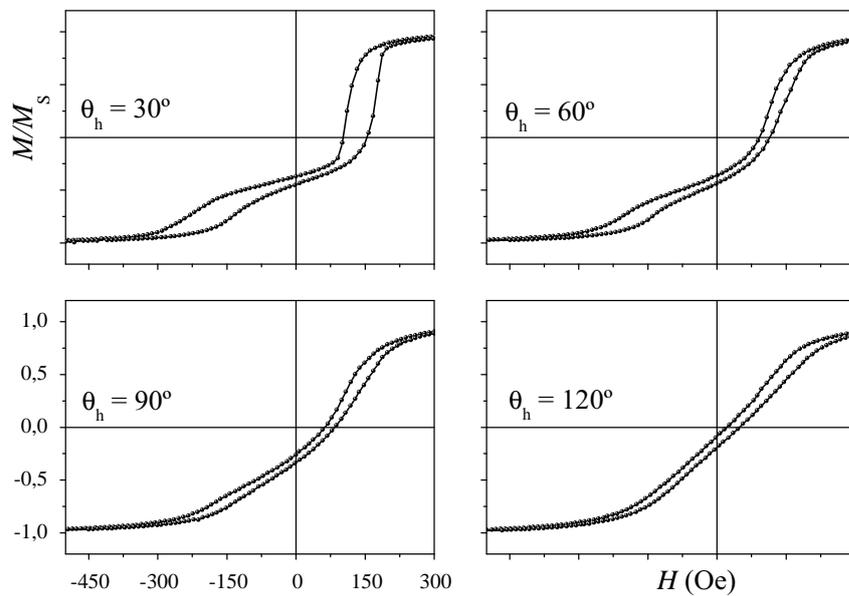


Figura A.7: Curvas de histerese da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Co}_7$  tratada termicamente com  $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$  e  $H_{\text{ann}} = 20$  Oe para  $\theta_h = 30, 60, 90$  e  $120^\circ$ .

## A.2 $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.5}/\text{Co}_7$

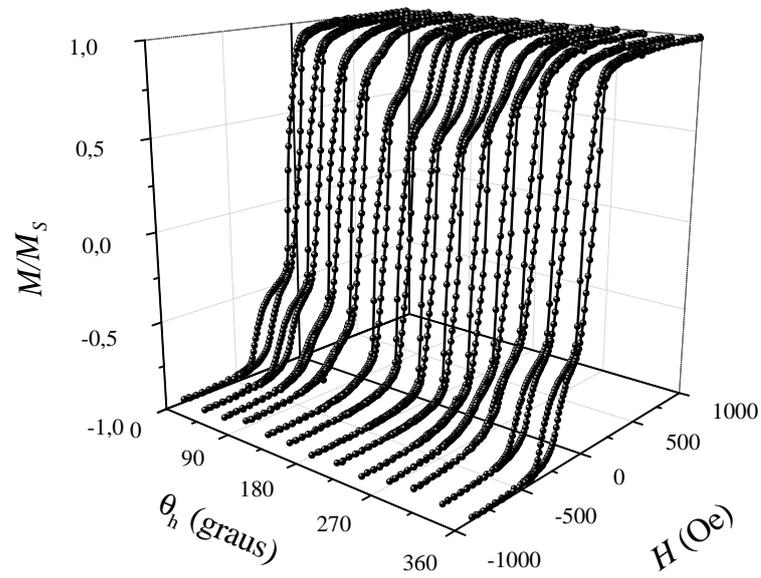


Figura A.8: Variação angular da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.5}/\text{Co}_7$  como-feita.

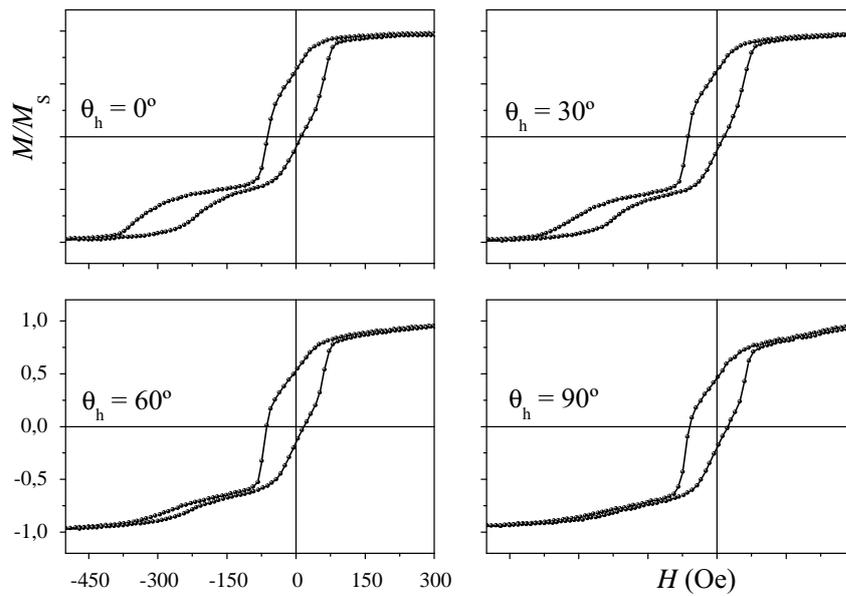


Figura A.9: Curvas de histerese da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.5}/\text{Co}_7$  como-feita para  $\theta_h = 0, 30, 60$  e  $90^\circ$ .

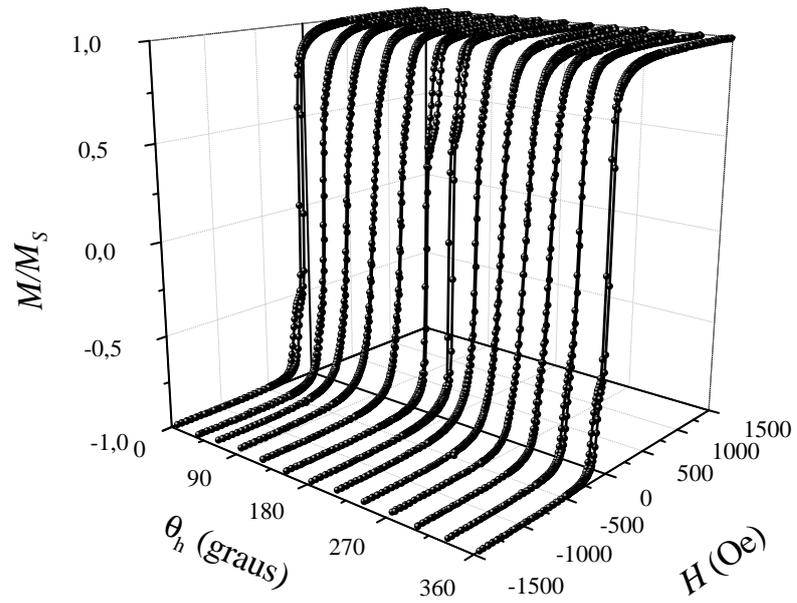


Figura A.10: Variação angular da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0,5}/\text{Co}_7$  tratada com  $\theta_{\text{ann}} = 0^\circ$  e  $H_{\text{ann}} = 20$  Oe.

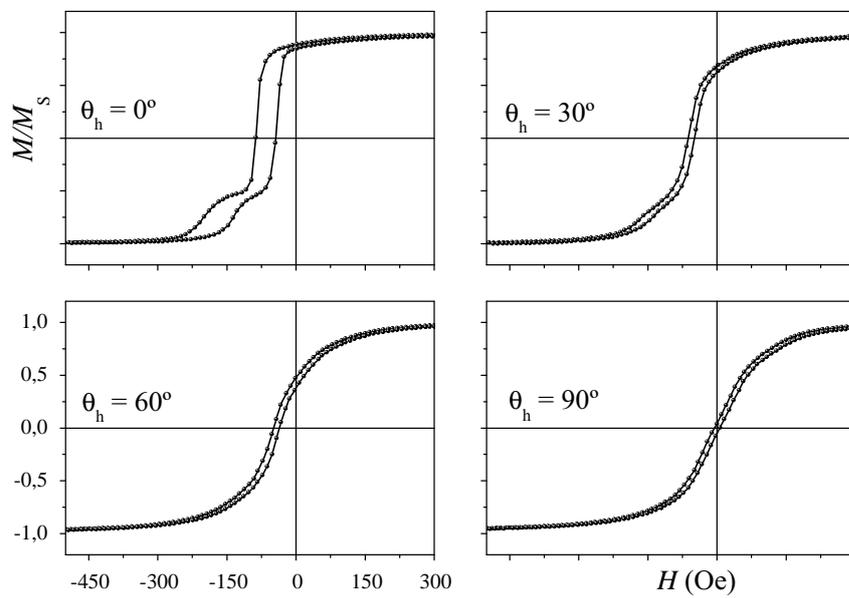


Figura A.11: Curvas de histerese da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0,5}/\text{Co}_7$  tratada com  $\theta_{\text{ann}} = 0^\circ$  e  $H_{\text{ann}} = 20$  Oe para  $\theta_h = 0, 30, 60$  e  $90^\circ$ .

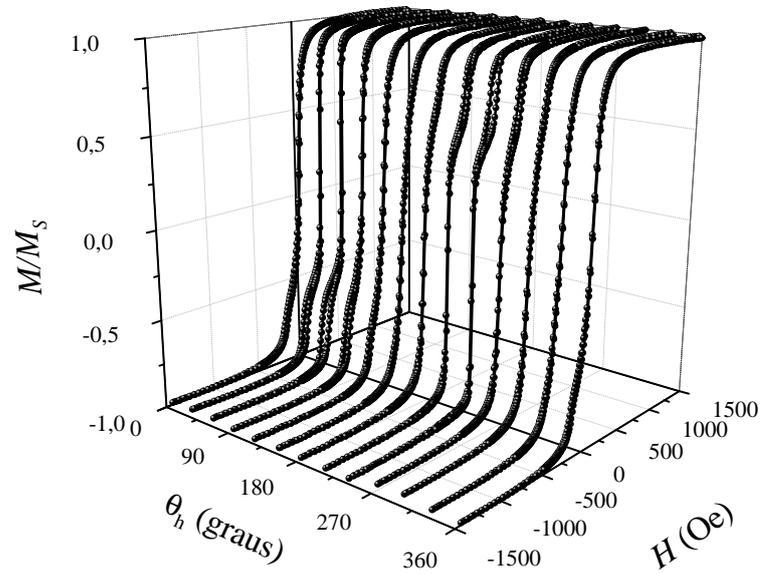


Figura A.12: Variação angular da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.5}/\text{Co}_7$  tratada com  $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$  e  $H_{\text{ann}} = 20$  Oe.

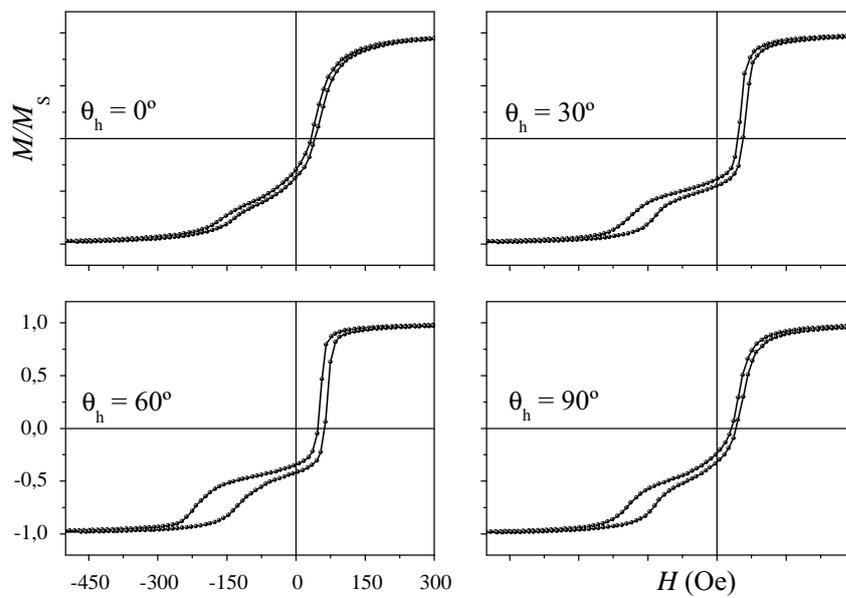


Figura A.13: Curvas de histerese da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.5}/\text{Co}_7$  tratada com  $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$  e  $H_{\text{ann}} = 20$  Oe para  $\theta_h = 0, 30, 60$  e  $90^\circ$ .

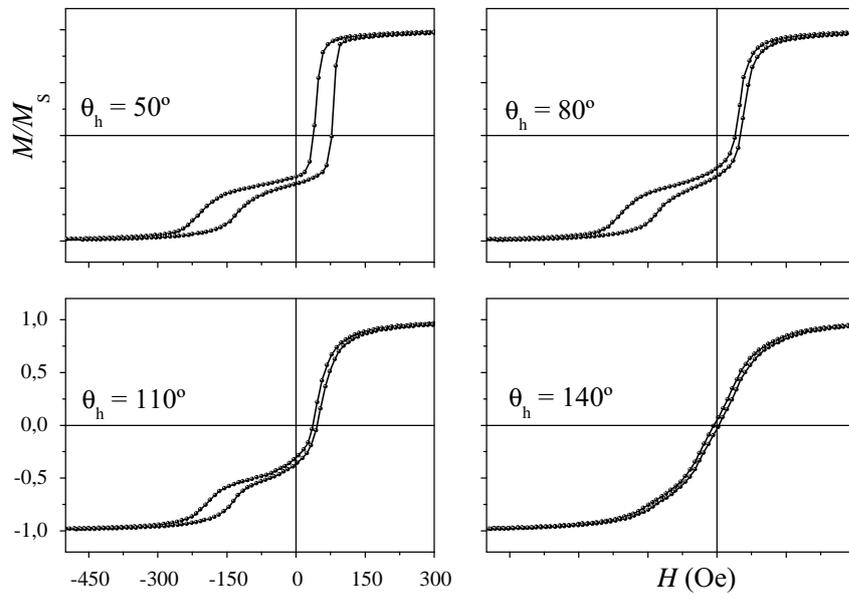


Figura A.14: Curvas de histerese da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.5}/\text{Co}_7$  tratada com  $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$  e  $H_{\text{ann}} = 20$  Oe para  $\theta_h = 50, 80, 110$  e  $140^\circ$ .

### A.3 $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_7$

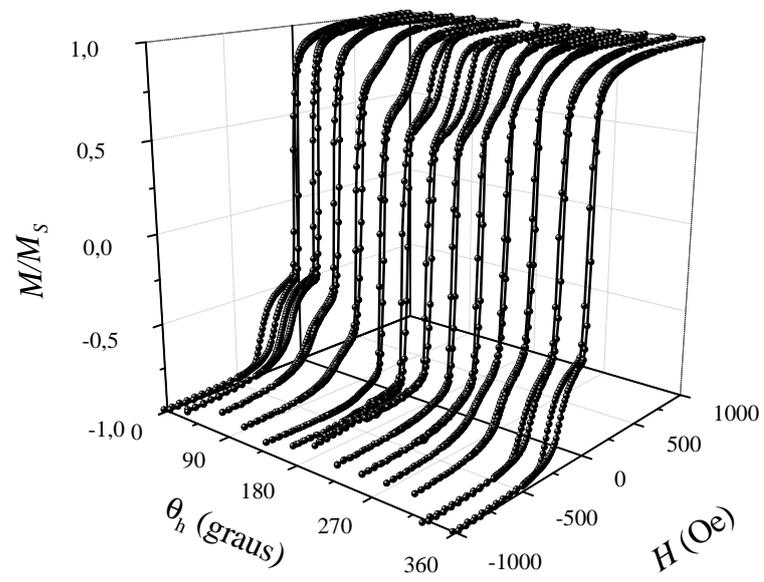


Figura A.15: Variação angular da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_7$  como-feita.

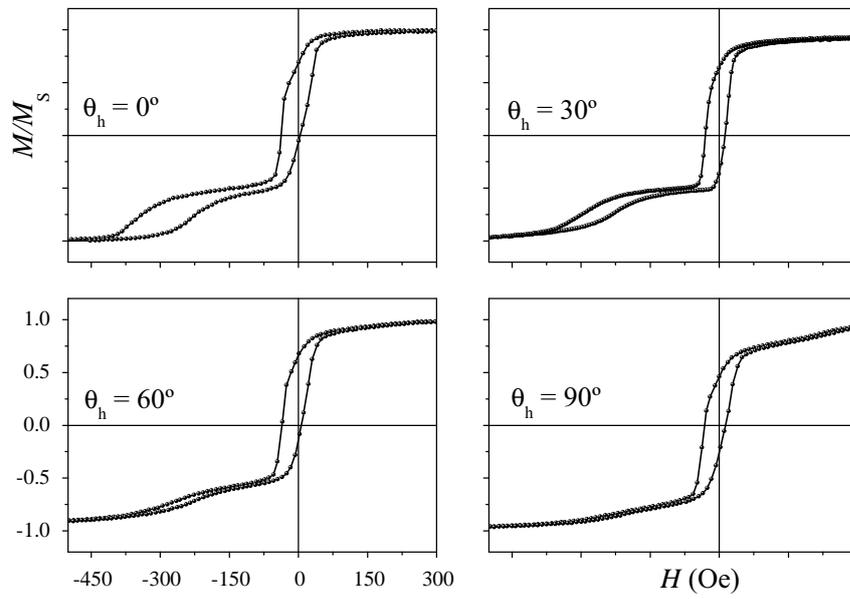


Figura A.16: Curvas de histerese da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_7$  como-feita para  $\theta_h = 0, 30, 60$  e  $90^\circ$ .

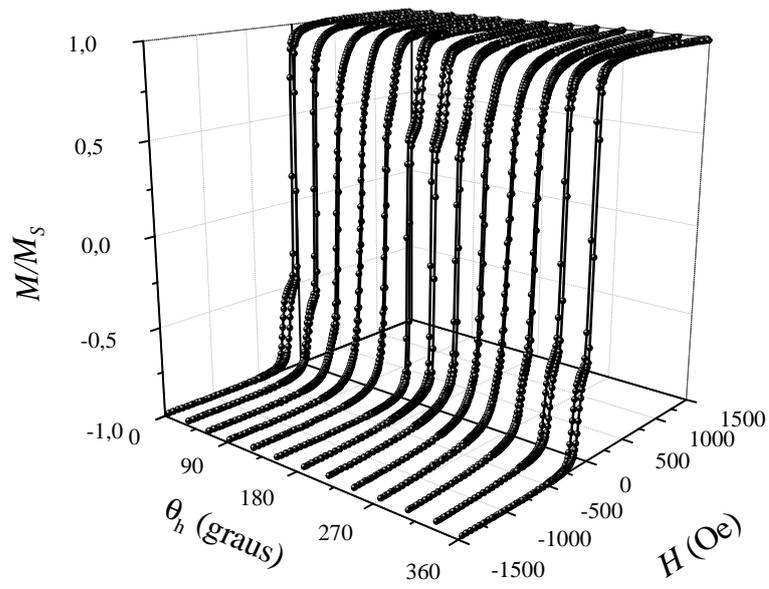


Figura A.17: Variação angular da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_7$  tratada com  $\theta_{\text{ann}} = 0^\circ$  e  $H_{\text{ann}} = 20$  Oe.

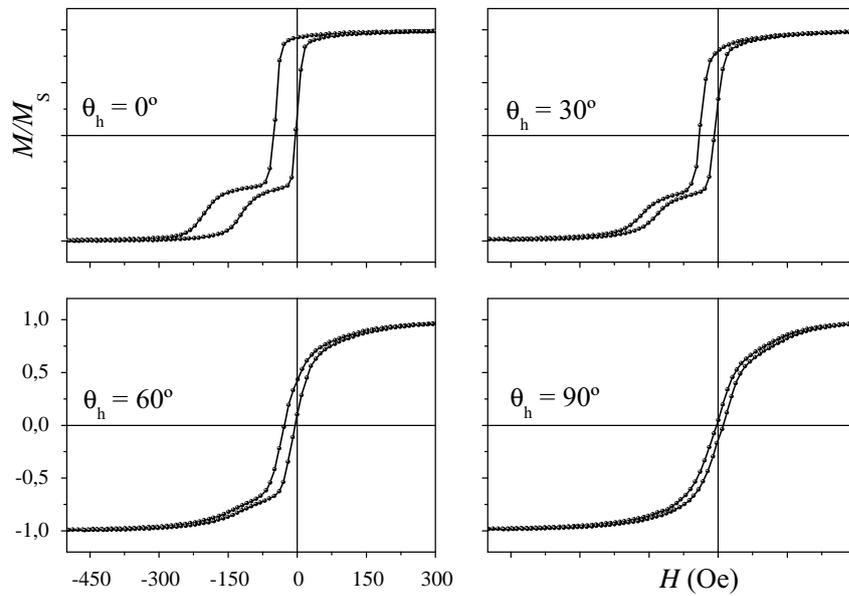


Figura A.18: Curvas de histerese da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_7$  tratada com  $\theta_{\text{ann}} = 0^\circ$  e  $H_{\text{ann}} = 20$  Oe para  $\theta_h = 0, 30, 60$  e  $90^\circ$ .

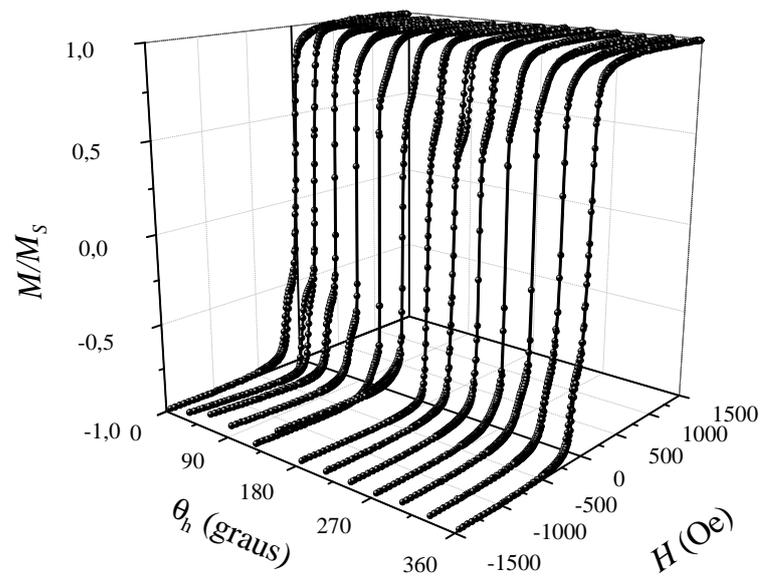


Figura A.19: Variação angular da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_7$  tratada com  $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$  e  $H_{\text{ann}} = 20$  Oe.

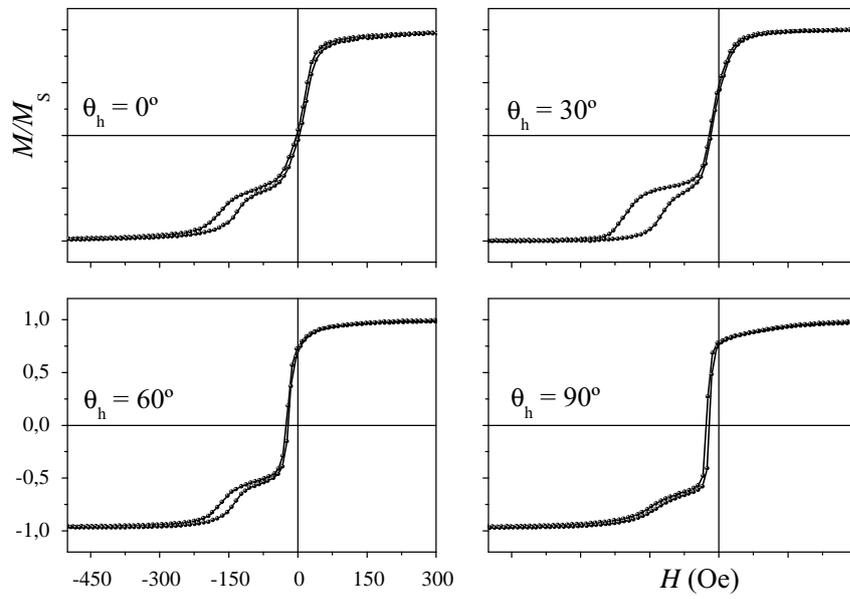


Figura A.20: Curvas de histerese da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_7$  tratada com  $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$  e  $H_{\text{ann}} = 20$  Oe para  $\theta_h = 0, 30, 60$  e  $90^\circ$ .

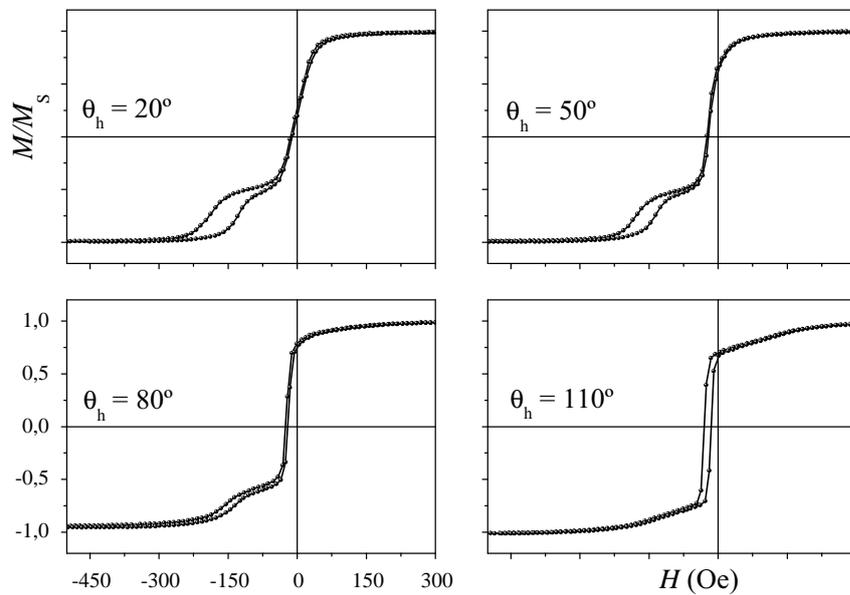


Figura A.21: Curvas de histerese da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_7$  tratada com  $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$  e  $H_{\text{ann}} = 20$  Oe para  $\theta_h = 20, 50, 80$  e  $110^\circ$ .

## A.4 $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_1/\text{Co}_7$

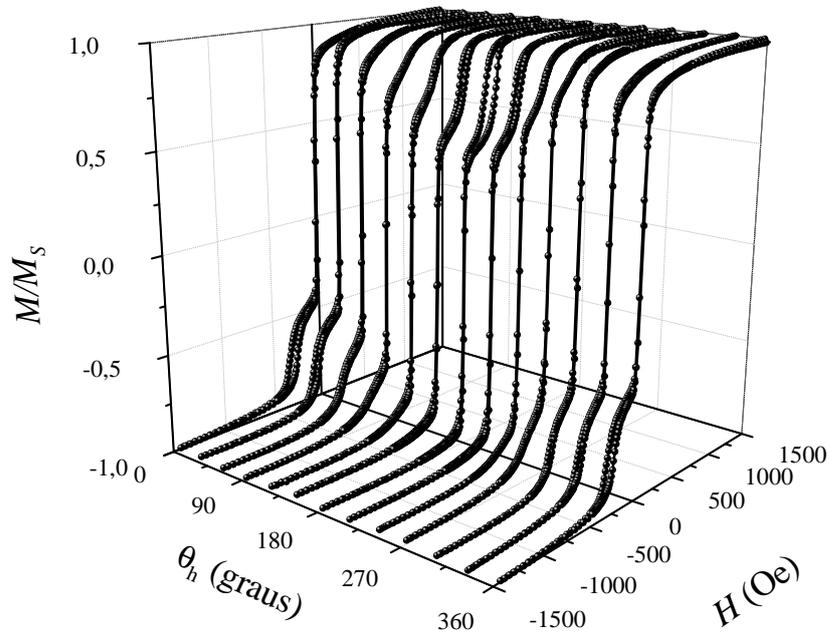


Figura A.22: Variação angular da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_1/\text{Co}_7$  como-feita.

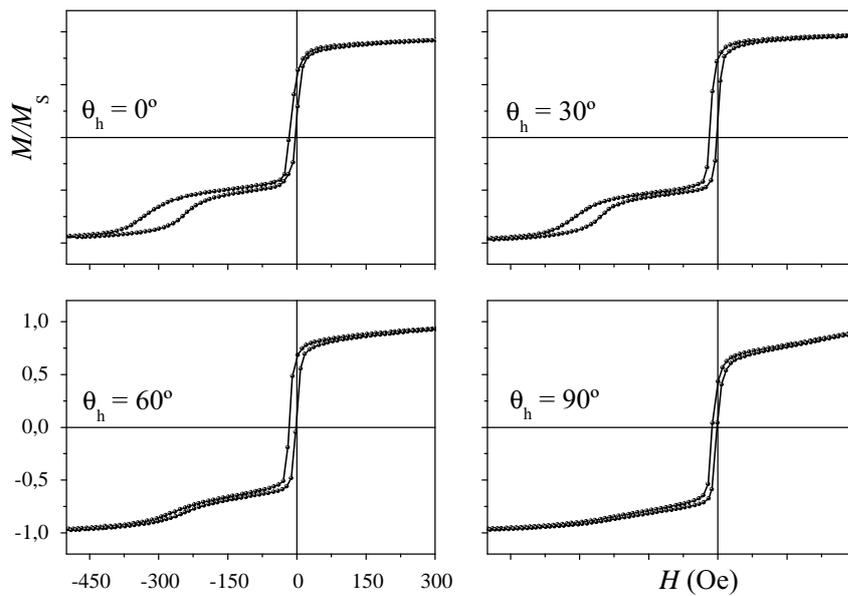


Figura A.23: Curvas de histerese da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_1/\text{Co}_7$  como-feita para  $\theta_h = 0, 30, 60$  e  $90^\circ$ .

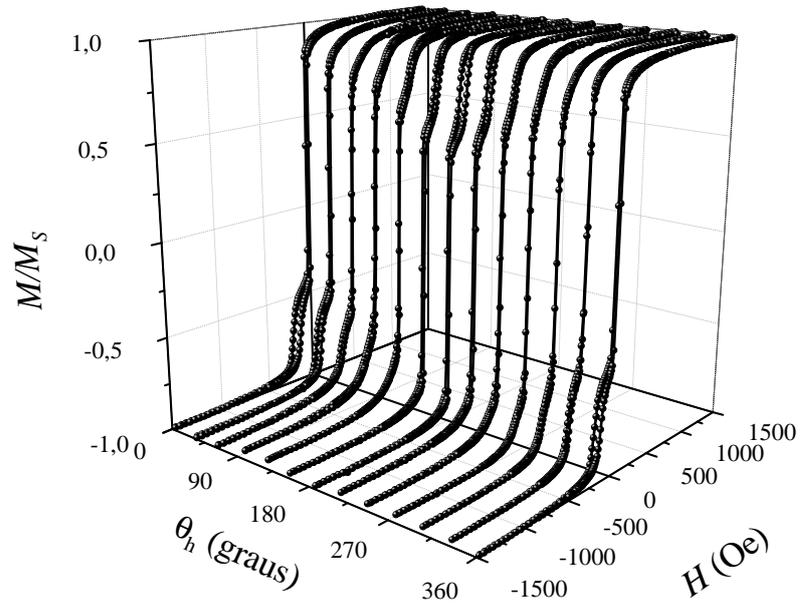


Figura A.24: Variação angular da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_1/\text{Co}_7$  tratada com  $\theta_{\text{ann}} = 0^\circ$  e  $H_{\text{ann}} = 20$  Oe.

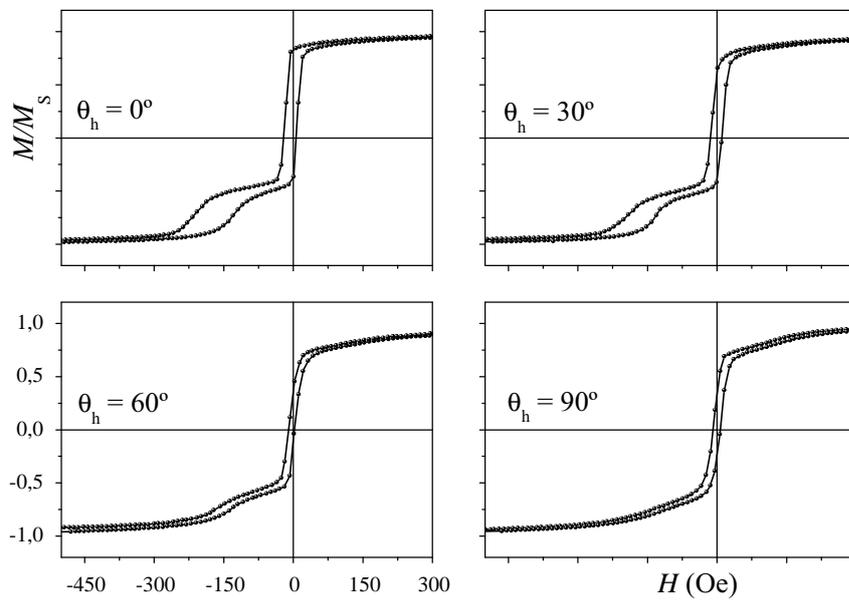


Figura A.25: Curvas de histerese da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_1/\text{Co}_7$  tratada com  $\theta_{\text{ann}} = 0^\circ$  e  $H_{\text{ann}} = 20$  Oe para  $\theta_h = 0, 30, 60$  e  $90^\circ$ .

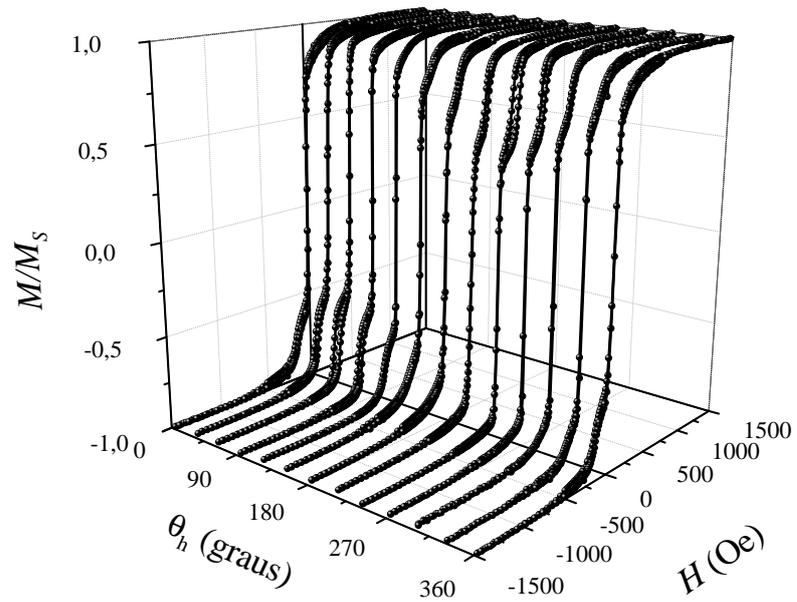


Figura A.26: Variação angular da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_1/\text{Co}_7$  tratada com  $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$  e  $H_{\text{ann}} = 20$  Oe.

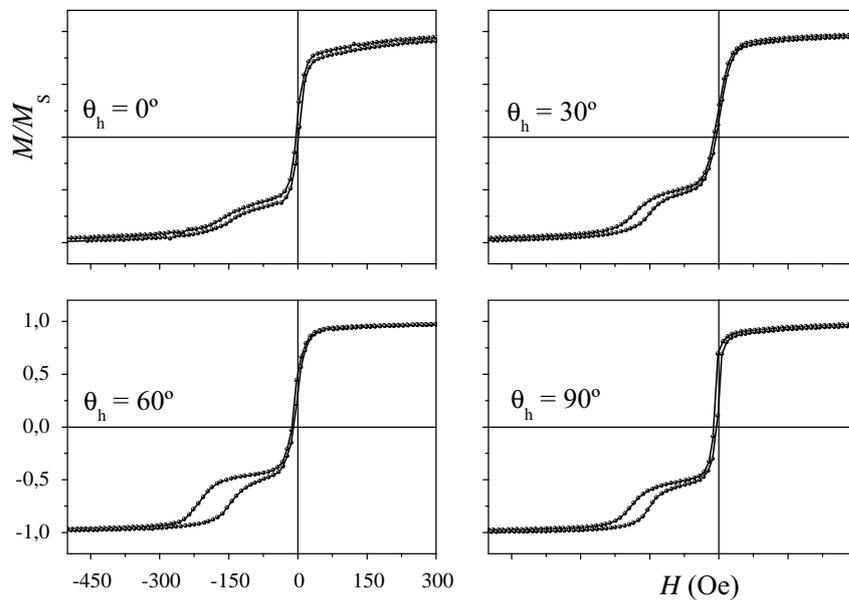


Figura A.27: Curvas de histerese da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_1/\text{Co}_7$  tratada com  $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$  e  $H_{\text{ann}} = 20$  Oe para  $\theta_h = 100, 30, 60$  e  $90^\circ$ .

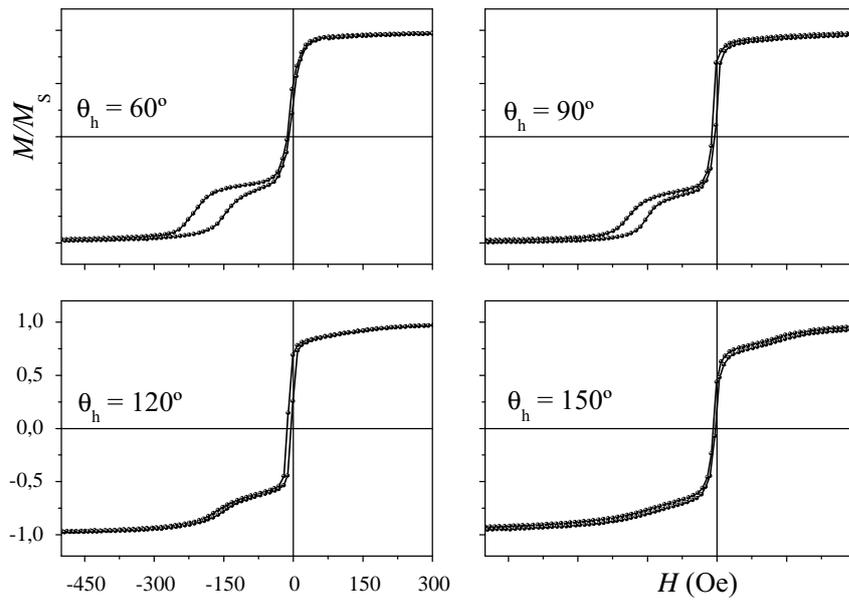


Figura A.28: Curvas de histerese da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_1/\text{Co}_7$  tratada com  $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$  e  $H_{\text{ann}} = 20$  Oe para  $\theta_h = 60, 90, 120$  e  $150^\circ$ .

## A.5 $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{1.5}/\text{Co}_7$

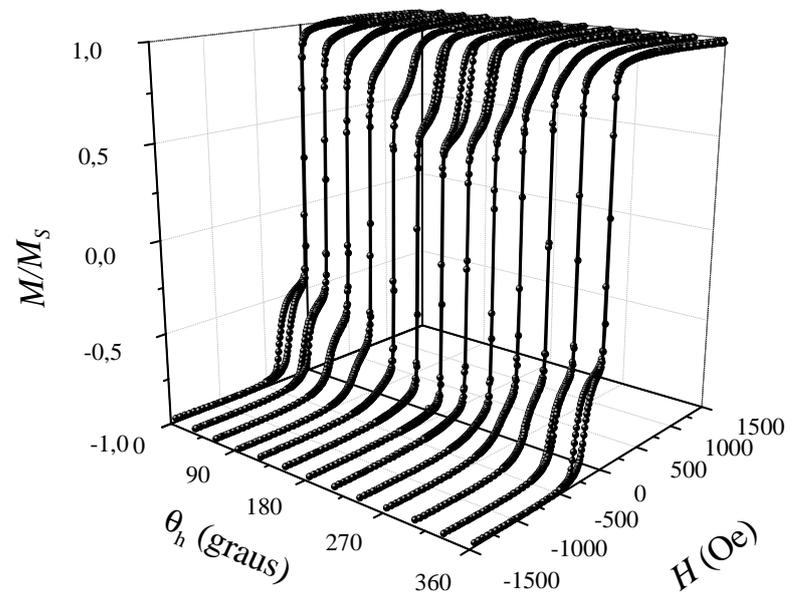


Figura A.29: Variação angular da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{1.5}/\text{Co}_7$  como-feita.

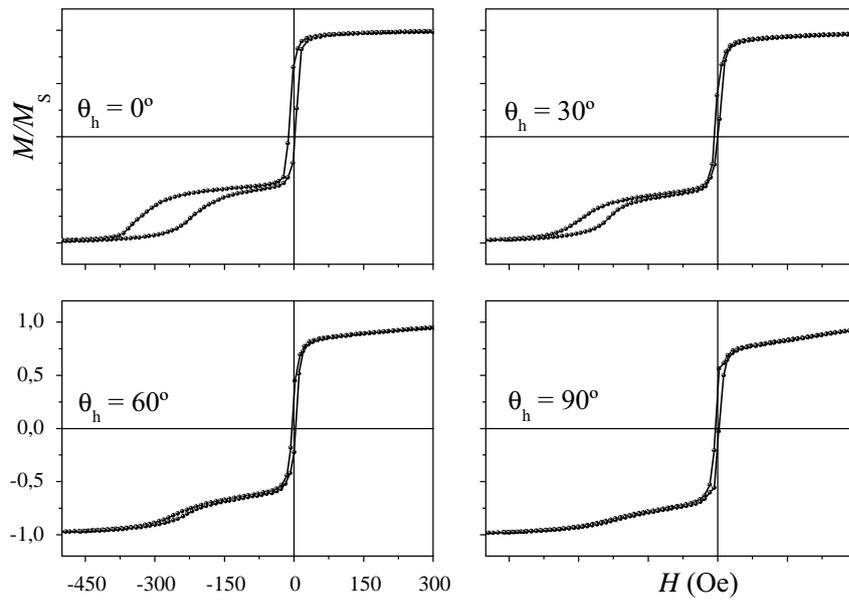


Figura A.30: Curvas de histerese da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{1.5}/\text{Co}_7$  como-feita para  $\theta_h = 0, 30, 60$  e  $90^\circ$ .

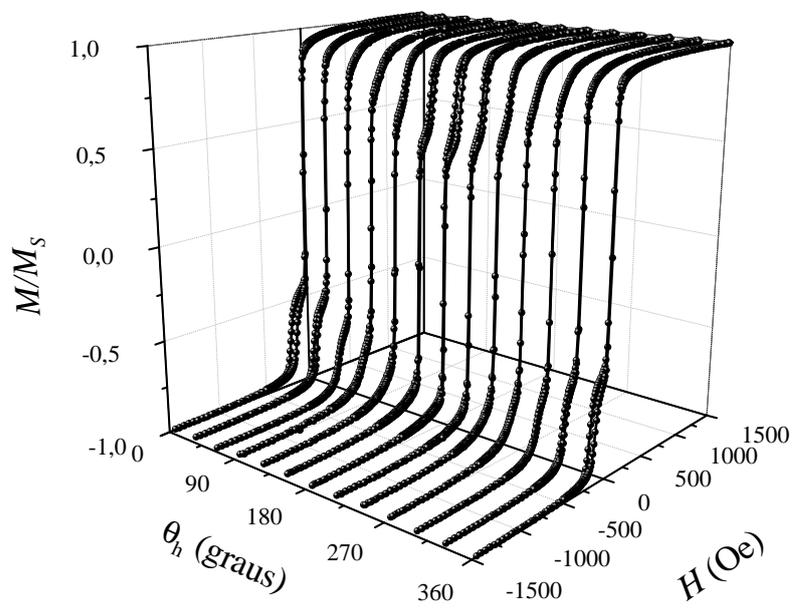


Figura A.31: Variação angular da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{1.5}/\text{Co}_7$  tratada com  $\theta_{\text{ann}} = 0^\circ$  e  $H_{\text{ann}} = 20$  Oe.

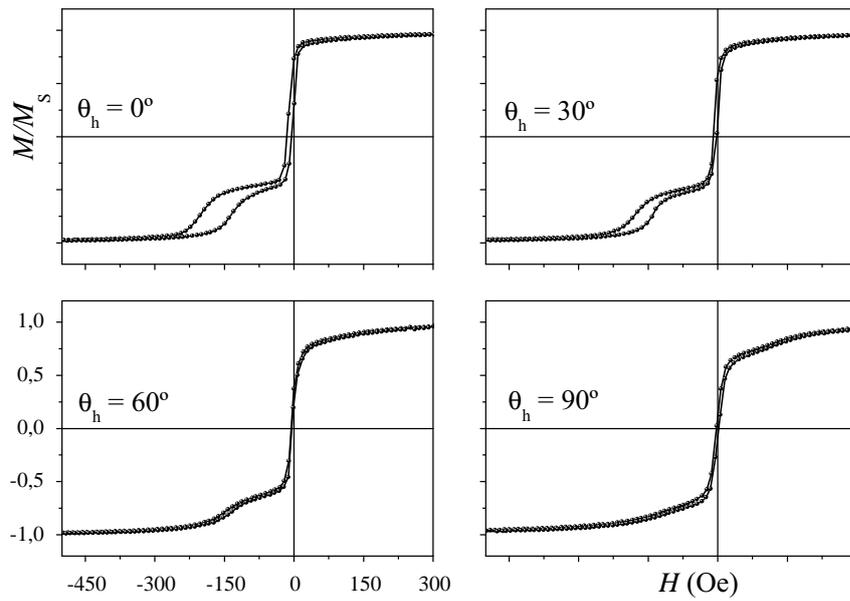


Figura A.32: Curvas de histerese da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{1.5}/\text{Co}_7$  tratada com  $\theta_{\text{ann}} = 0^\circ$  e  $H_{\text{ann}} = 20$  Oe para  $\theta_h = 0, 30, 60$  e  $90^\circ$ .

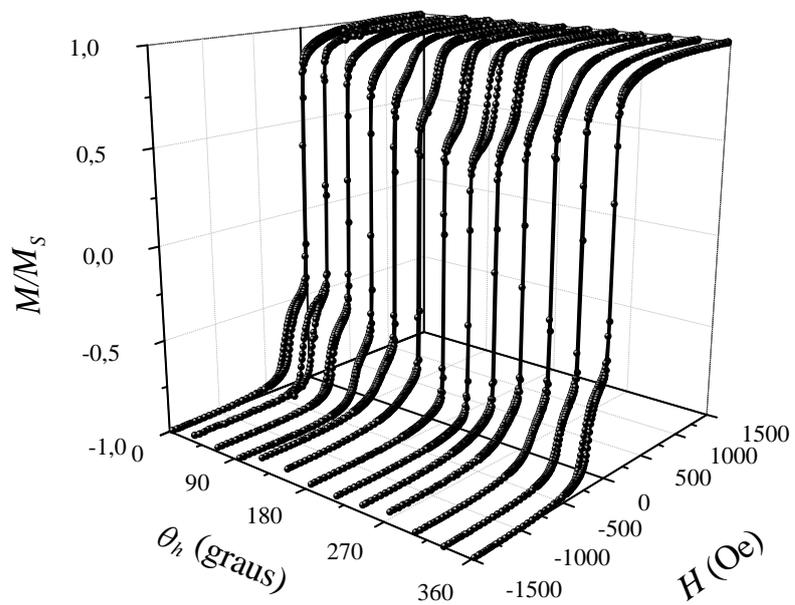


Figura A.33: Variação angular da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{1.5}/\text{Co}_7$  tratada com  $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$  e  $H_{\text{ann}} = 20$  Oe.

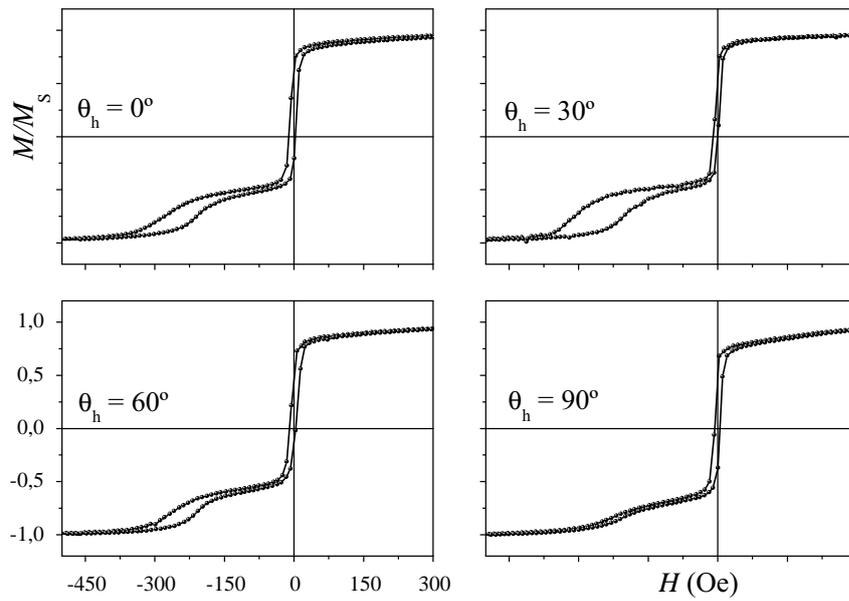


Figura A.34: Curvas de histerese da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{1.5}/\text{Co}_7$  tratada com  $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$  e  $H_{\text{ann}} = 20$  Oe para  $\theta_h = 0, 30, 60$  e  $90^\circ$ .

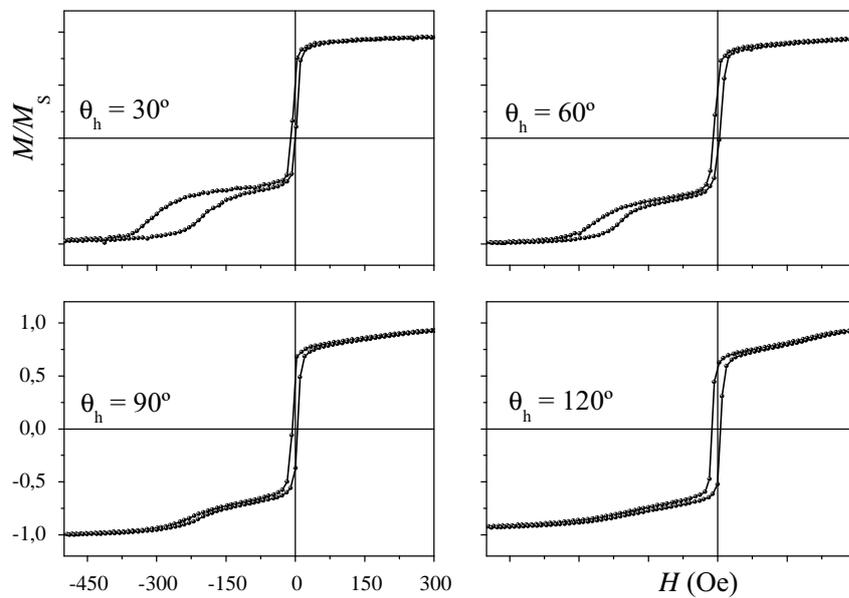


Figura A.35: Curvas de histerese da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{1.5}/\text{Co}_7$  tratada com  $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$  e  $H_{\text{ann}} = 20$  Oe para  $\theta_h = 30, 60, 90$  e  $120^\circ$ .

## A.6 $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_3$

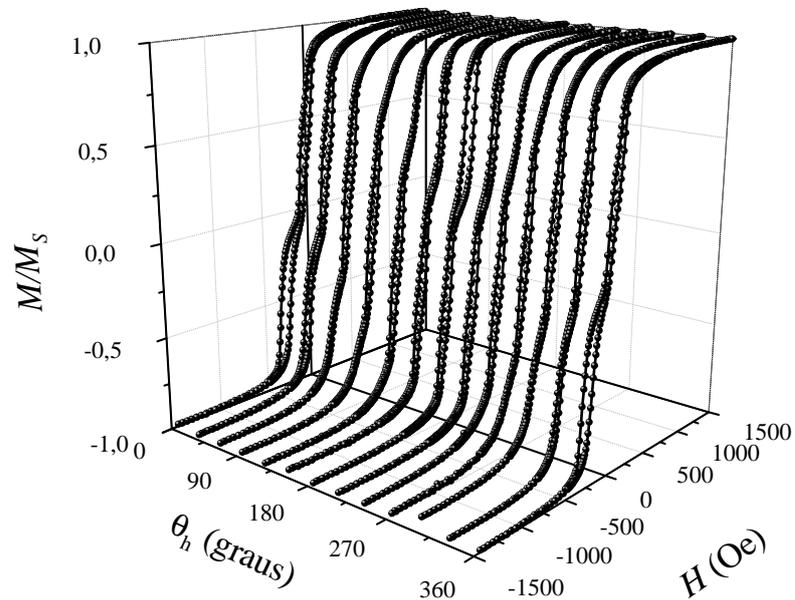


Figura A.36: Variação angular da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_3$  como-feita.

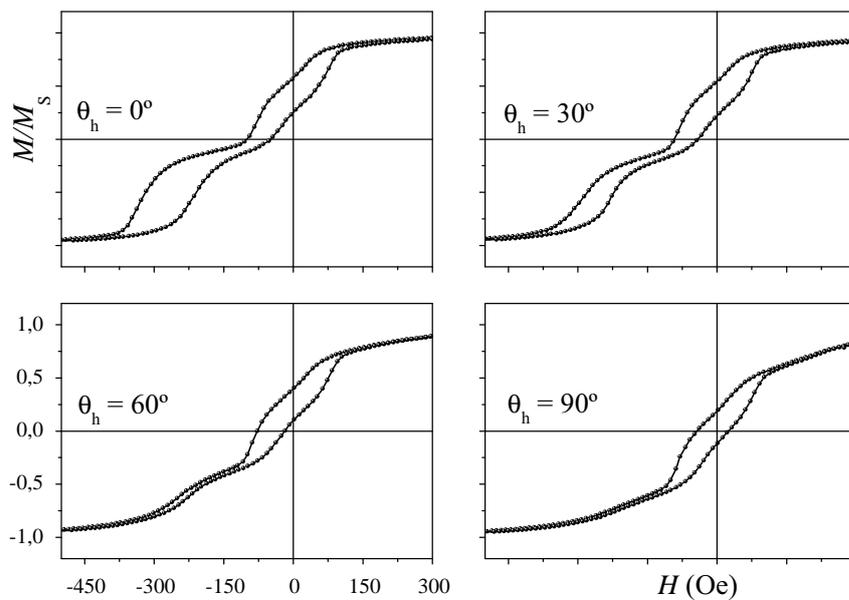


Figura A.37: Curvas de histerese da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_3$  como-feita para  $\theta_h = 0, 30, 60$  e  $90^\circ$ .

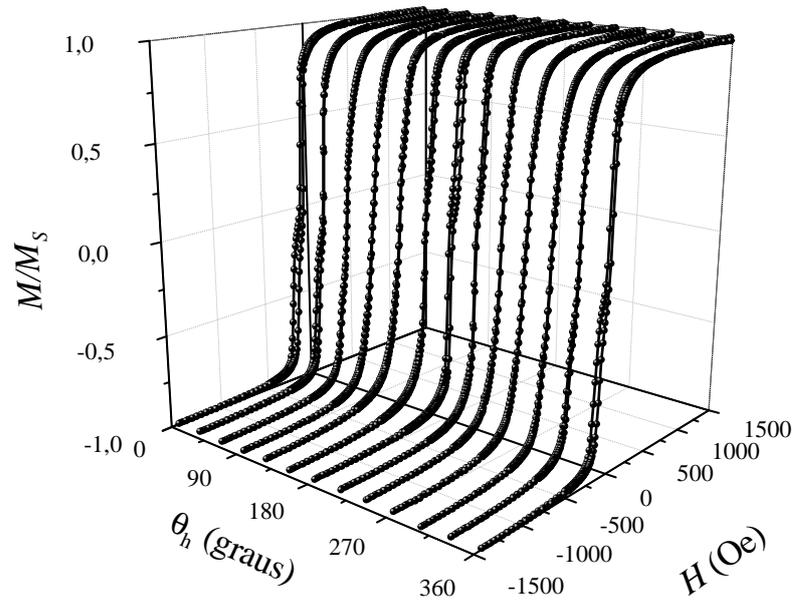


Figura A.38: Variação angular da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_3$  tratada com  $\theta_{\text{ann}} = 0^\circ$  e  $H_{\text{ann}} = 20$  Oe.

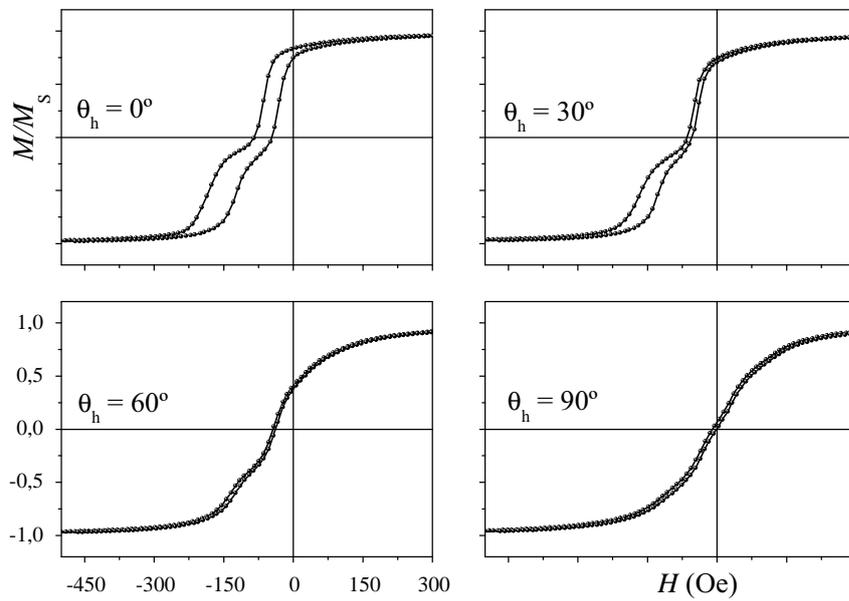


Figura A.39: Curvas de histerese da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_3$  tratada com  $\theta_{\text{ann}} = 0^\circ$  e  $H_{\text{ann}} = 20$  Oe para  $\theta_h = 0, 30, 60$  e  $90^\circ$ .

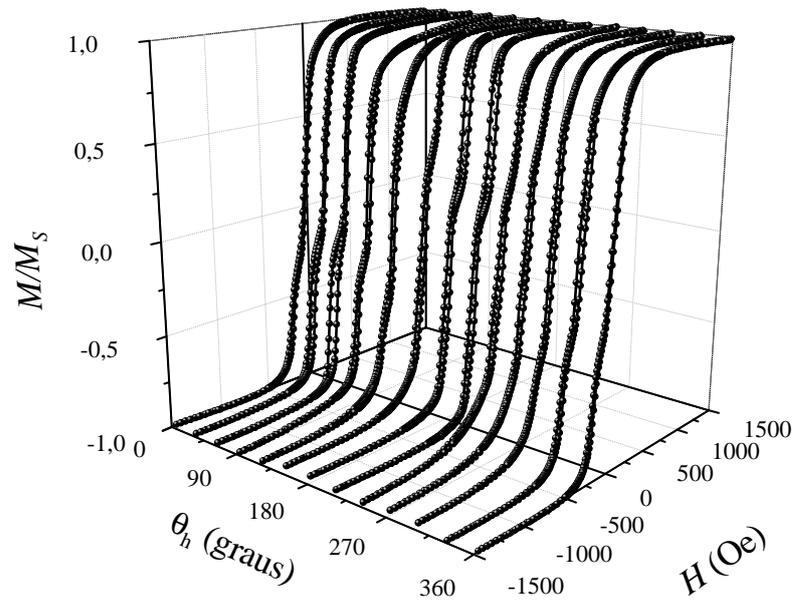


Figura A.40: Variação angular da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_3$  tratada com  $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$  e  $H_{\text{ann}} = 20$  Oe.

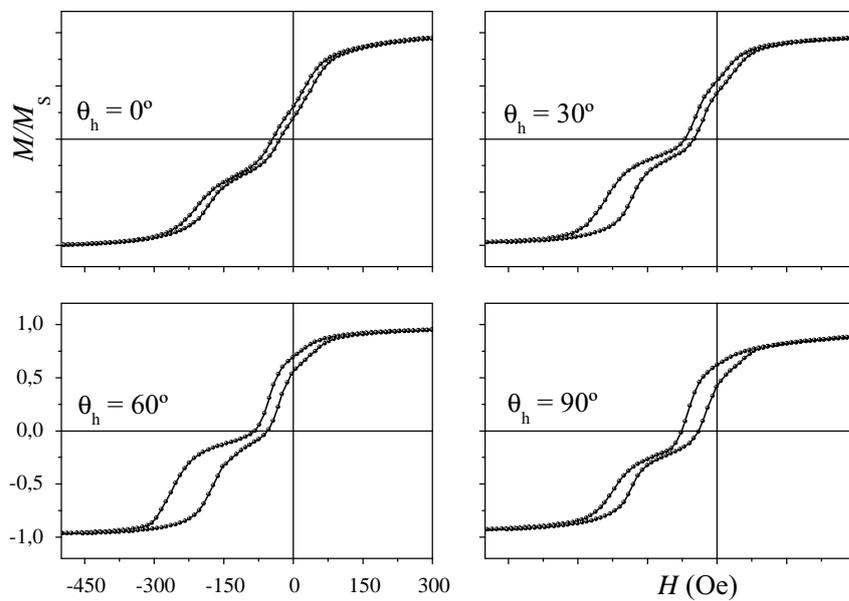


Figura A.41: Curvas de histerese da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_3$  tratada com  $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$  e  $H_{\text{ann}} = 20$  Oe para  $\theta_h = 0, 30, 60$  e  $90^\circ$ .

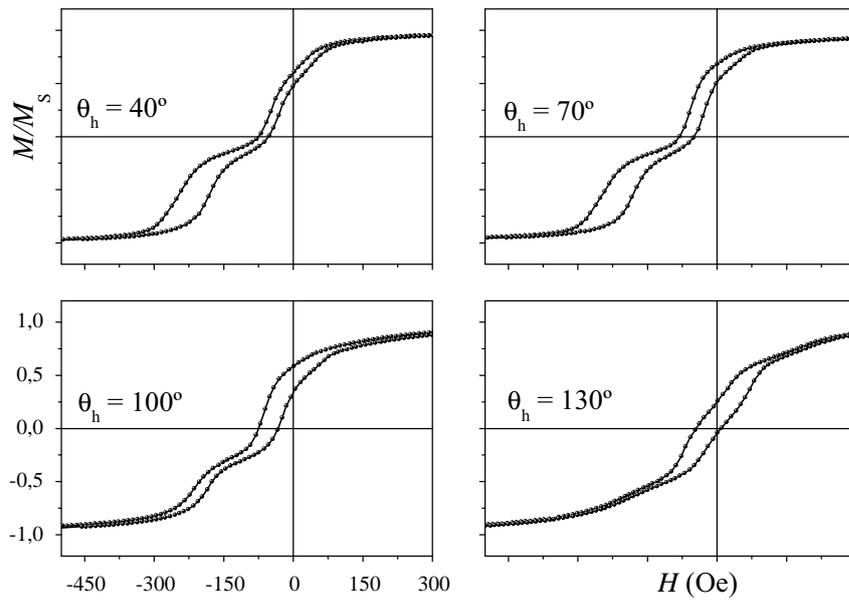


Figura A.42: Curvas de histerese da amostra de  $\text{Co}_3/\text{IrMn}/\text{Cu}_{0.75}/\text{Co}_3$  tratada com  $\theta_{\text{ann}} = 100^\circ$  e  $H_{\text{ann}} = 20$  Oe para  $\theta_h = 40, 70, 100$  e  $130^\circ$ .

## ***Apêndice B – Artigo Publicado***

Neste apêndice está anexado o artigo publicado durante a realização deste trabalho.

## Engineering double-shifted hysteresis loops in Co/IrMn/Cu/Co films

R. Cichelero,<sup>1</sup> L. G. Pereira,<sup>1</sup> T. Dias,<sup>1</sup> J. E. Schmidt,<sup>1</sup> C. Deranlot,<sup>2</sup> F. Petroff,<sup>2</sup> and J. Geshev<sup>1,a)</sup>

<sup>1</sup>Instituto de Física, UFRGS, 91501-970 Porto Alegre, RS, Brazil

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

(Received 7 July 2009; accepted 24 August 2009; published online 15 September 2009)

Co(3 nm)/IrMn(15 nm)/Cu( $d_{\text{Cu}}$ )/Co(7 nm) films were subjected to magnetic annealing where its temperature and duration as well as the direction and amplitude of the applied field were varied. We demonstrate that the exchange-bias field magnitude and sign of the subloop of the bottom-pinned Co layer can be tailored in a controlled manner allowing the whole hysteresis loop to be tuned from a double negatively/negatively shifted to a double negatively/positively shifted with the shifts of the subloops in antiphase. © 2009 American Institute of Physics. [doi:10.1063/1.3227840]

The exchange-bias (EB) phenomenon<sup>1-3</sup> results from the magnetic coupling between a ferromagnet (FM) and partially uncompensated interfacial spins in an adjacent antiferromagnet (AF). During the past decades, EB has been extensively studied owing to the fascinating physics involved and also due to its applicability in magnetoelectronic devices. The most known EB manifestations are the hysteresis loop shift along the field axis, called EB field,  $H_{\text{EB}}$ , and an increase of the coercivity,  $H_C$ . The EB is defined (initialized) by a magnetic field applied during the fabrication of the sample, a thermal postannealing, or ion bombardment,<sup>4,5</sup> if the FM has very low anisotropy, even its remnant magnetization is able to set the EB.<sup>6</sup> Tailoring the magnetic properties of EB systems by using postdeposition treatment is very appealing from a technological point of view as well as for a better understanding of the microscopic mechanisms leading to the effect and their parameters.<sup>7</sup>

In the present letter, we demonstrate that in Co/IrMn/Cu/Co films the EB field magnitude and sign of the subloop of the bottom-pinned Co layer can be tuned in a controlled manner by means of appropriate magnetic annealing. This allows the hysteresis loop to be changed from a double negatively/negatively shifted to a negatively/positively shifted one, which can be useful for development of linear magnetic field sensors.<sup>8,9</sup>

Our Si/SiO<sub>2</sub>(400 nm)/Ta(5 nm)/Ru(15 nm)/Co(3 nm)/IrMn(15 nm)/Cu( $d_{\text{Cu}}$ )/Co(7 nm)/Ru(3 nm) films were deposited by magnetron sputtering with base pressure of  $5.0 \times 10^{-8}$  mbar, Ar pressure of  $1.0 \times 10^{-2}$  mbar for the IrMn deposition, and  $2.5 \times 10^{-3}$  mbar for the others. Here, thicknesses of the Cu layer  $d_{\text{Cu}}=0.75, 1.0,$  and  $1.2$  nm were chosen in an attempt to produce samples with top Co layer weakly coupled to IrMn. This would allow easier modification of the respective EB direction, the value of  $H_{\text{EB}}$  and even its sign.<sup>5,10</sup>

The magnetic characterization was done at room temperature via alternating gradient-field magnetometer with the measurement magnetic field,  $H$ , applied in the plane of the films. After determining the common (to both FM and AF) easy magnetization axis (i.e., the EB direction) induced by the stray field from the magnetron during the deposition,

hysteresis loops were traced for different  $H$  orientations. Subsequently, the films were subjected to different annealing procedures, varying the following parameters: each sample was heated to the annealing temperature,  $T_a$  and kept for a given time interval,  $t_a$  in certain magnetic field,  $H_a$  applied in different in-plane directions,  $\theta_a$  ( $=0^\circ$  for  $H_a$  along the EB direction of the as-deposited samples). None of our samples showed considerable training effects.

The easy-axis hysteresis loops of the as-deposited samples are shown in Fig. 1. The thinner, first-deposited (henceforth, hard magnetic phase,  $h$ ) Co layers represent 30% of the films' magnetization, show relatively high  $H_C$  value of  $\approx 60$  Oe, and  $H_{\text{EB}}^h \approx 300$  Oe. A conventional for IrMn/Co annealing procedure, i.e., high  $H_a$  of 1.6 kOe,  $\theta_a = 0^\circ$ ,  $T_a = 200^\circ\text{C}$ , and  $t_a = 15$  min, led to a 30% decrease of  $H_C$  and almost 50% lower  $H_{\text{EB}}$  for all films, as seen from the corresponding loops, also plotted in Fig. 1 (the loops for the sample with  $d_{\text{Cu}}=1.0$  nm, not shown, are very similar to those for 0.75 nm). Whether the IrMn layer is deposited below (i.e., AF/FM, or bottom-pinned FM configuration) or on top of the FM (FM/AF, or top-pinned) layer is rather important in both in-plane and perpendicular EB systems.<sup>11-14</sup> Magnetic field annealing of bottom-pinned structures enhances  $H_{\text{EB}}$  and normally exceeds that of top-pinned films. However, large decrease of  $H_{\text{EB}}$  (also obtained here) has been found upon heating for the FM/AF configuration, fre-

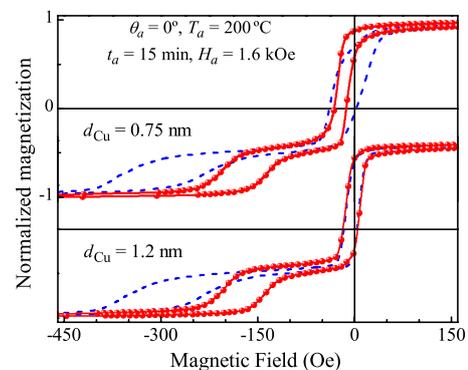


FIG. 1. (Color online) Hysteresis loops of the samples annealed for 15 min at  $200^\circ\text{C}$  with high  $H_a$  along the original EB direction; the dashed lines correspond to the as-deposited samples. The lines are only guides to the eyes.

<sup>a)</sup>Electronic mail: julian@if.ufrgs.br.

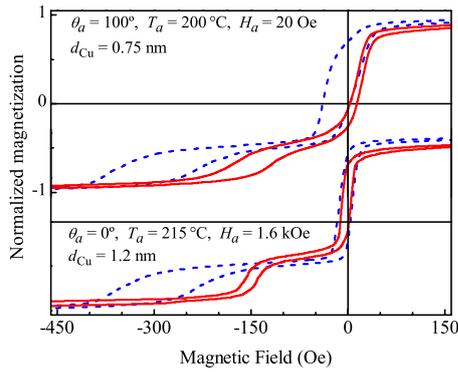


FIG. 2. (Color online) Solid lines: hysteresis loops for the samples with  $d_{\text{Cu}}=0.75$  and 1.2 nm annealed for 60 min. The annealing parameters are given in the body of the figure; dashed lines correspond to the as-deposited samples.

quently attributed to a realignment of the pinned interfacial AF spins.<sup>11,14</sup> Conflicting reports about the role of grain size and texture of IrMn films can be found (e.g., Refs. 12 and 15 and the references therein). Employing numerical simulations as in Ref. 10, we estimated the Co(3 nm)/IrMn exchange coupling constant of the as-deposited samples as  $J_E = 0.15$  erg/cm<sup>2</sup>, practically coinciding with that of a similar, however inverted, annealed IrMn/Co(5 nm) film.<sup>10</sup> The drop of  $H_{\text{EB}}$  and subsequently of  $J_E$  of the hard phase of top-pinned Co layers after heating could be due to Mn diffusion toward the Co layers; bottom-pinned CoFe/IrMn interfaces have been found to be more stable against such a Mn outdiffusion.<sup>16</sup>

The modifications of the bottom-pinned (soft magnetic phase, *s*) Co layers after this annealing are also in agreement with above-cited literature data. IrMn and Co are practically decoupled<sup>10</sup> for  $d_{\text{Cu}} > 1.0$  nm, so no change is detected for this phase, as clearly shown in the bottom panel of Fig. 1. The corresponding *s*-part of the hysteresis loops of the annealed films are clearly displaced in the same direction as the *h* parts, as expected.

Annealing the as-deposited sample with  $d_{\text{Cu}}=1.2$  nm at slightly higher  $T_a$  and the same  $H_a$  (Fig. 2) decreased significantly  $H_C$  of both phases;  $H_{\text{EB}}^h$  15% lower than that of the sample annealed at 200 °C was measured as well. Thermally activated interdiffusion at the IrMn/Co interface during prolonged annealing could be responsible for the apparent difficulty to saturate the soft phase at low measuring fields. The same features regarding the hard phase are also observed when the sample with the thinnest spacer layer was subjected to prolonged annealing with  $H_a=20$  Oe applied at  $\theta_a = 100^\circ$ , i.e., a field with very small negative component along the original EB direction. The hysteresis loop of the soft phase, however, showed a significant positive field shift.

To study this effect, pieces of the as-deposited sample with  $d_{\text{Cu}}=0.75$  nm were annealed for 15 min at the same temperature and field amplitude, where the in-plane direction of  $H_a$  was varied. The loops corresponding to the EB direction of the hard and soft phases for three particular orientations are plotted in Fig. 3. Neither treatment changed the EB direction of the hard-phase, i.e.,  $\theta_{\text{EB}}^h = 0^\circ$  for all  $\theta_a$ ; the only effect on the magnetization of this phase is a reduction of  $H_C$  when  $\theta_a$  is increased.  $\theta_{\text{EB}}^s$  however, showed a very strong dependence on the  $H_a$  orientation. The soft-phase

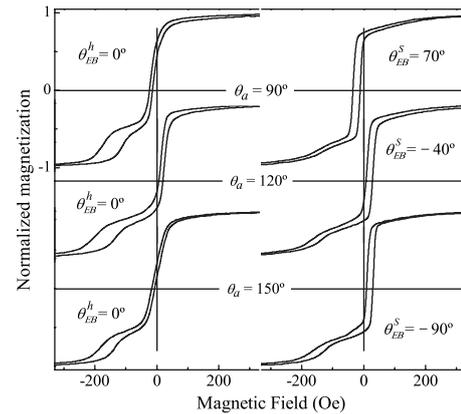


FIG. 3. Variation of the soft-phase shift with the direction of  $H_a$  for the sample with  $d_{\text{Cu}}=0.75$  nm, annealed for 15 min at 200 °C in  $H_a=20$  Oe. Left: loops traced for measuring field along the EB direction of the hard phase; right: the same for measuring field along the EB direction of the soft phase.

EB direction gradually rotates with  $\theta_a$ , being  $\theta_{\text{EB}}^s = -90^\circ$  for  $\theta_a = 150^\circ$ .

The top panels of Fig. 4 show the hysteresis loops measured along the easy and hard directions for a sample treated in the same conditions as above but with  $H_a$  antiparallel to the original EB direction. The subloop of the soft phase is positively displaced and although the hard phase presents the same  $H_{\text{EB}}^h$  as that obtained after the conventional treatment (Fig. 1), now  $H_C$  is twice lower. This shows that low-field annealing with  $\theta_a = 180^\circ$  is not the best treatment if one is looking for oppositely displaced and well-defined subloops. Note also that the magnetization of the 3 nm thick Co layer, when measured along the hard axis (Fig. 4, top right), is split into two identical and oppositely shifted subloops. This means that, as a result of the annealing, approximately half of the uncompensated AF spins at the interface (responsible for the EB of the as-deposited sample) are reversed during the annealing and the rest remained along the deposition-field direction.

Sizable reduction of  $H_{\text{EB}}$  and even change of its sign have been obtained after prolonged reverse-field annealing<sup>17</sup> in temperatures lower than 200 °C, attributed to reversal of AF spins due to thermally induced frustration of the coupling at the FM/AF interface, whatever the influence of the  $H_a$  on

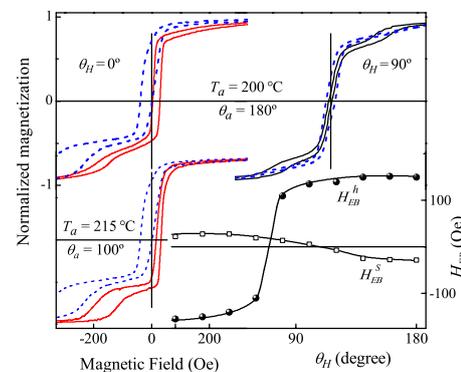


FIG. 4. (Color online) Magnetization curves for the sample with  $d_{\text{Cu}} = 0.75$  nm, annealed for 15 min in  $H_a=20$  Oe; the other parameters are given in the figure. Left: the EB-direction loops. Top right: the corresponding hard-axis curve. The dashed lines correspond to the as-deposited samples.  $H_{\text{EB}}(\theta_H)$  of both phases for the sample annealed at 215 °C and  $\theta_a = 100^\circ$  are plotted in the bottom right corner.

the AF; theoretical interpretation of this effect can be found, e.g., in Refs. 18 and 19 and the references therein. The re-orientation of AF interface spins only at the side of the incomplete Cu spacer layer during our short-duration thermal treatment strongly indicates that, in our case, if the effect is caused by exchange-coupling frustration, the latter comes from the incomplete separation of the IrMn and the 7 nm thick Co layer. At  $T_a$ , even a field of only 20 Oe is sufficient to completely orient the soft FM layer moments which, on their turn, align the interface AF spins, thus reorienting the EB direction. This field is not able to saturate the thinner Co layer, so no change is observed in its magnetic behavior. However, we verified that for  $H_a \geq 50$  Oe, both  $h$  and  $s$  EB directions are reoriented along the  $h_a$  direction through annealing.

Thus, performing low-field off-aligned annealing at 200 °C we succeeded to reorient the EB direction of *only one* of the two Co layers. Still, as seen in Figs. 2 and 3, when the two subloops coexist, at least one of these is not very well defined. A better result was obtained for  $T_a=215$  °C and  $\theta_a=100^\circ$ . The hysteresis loop for measuring field along the original EB direction is shown in the bottom left corner of Fig. 4. Both hard and soft subloops have characteristics very similar to those of the conventionally annealed sample (Fig. 1), the only difference being the oppositely shifted soft-phase subloop. As seen from  $H_{EB}(\theta_H)$  of both Co layers plotted in Fig. 4, these shifts are, practically, in antiphase.

In summary, we demonstrated that appropriate low-field off-aligned annealing of Co/IrMn/Cu/Co films can transform a double negatively/negatively shifted loop to a negatively/positively shifted one. Certainly, more systematic research needs to be conducted to further clarify the role of each of the annealing parameters on this rearrangement, which will be the aim of a forthcoming study.

The authors thank P. L. Grande for the helpful discussions. This work was supported by the Brazilian foundations CNPq and FAPERGS.

- <sup>1</sup>W. H. Meiklejohn and C. P. Bean, *Phys. Rev.* **102**, 1413 (1956); **105**, 904 (1957).
- <sup>2</sup>J. Nogués and I. K. Schuller, *J. Magn. Magn. Mater.* **192**, 203 (1999).
- <sup>3</sup>A. E. Berkowitz and K. Takano, *J. Magn. Magn. Mater.* **200**, 552 (1999).
- <sup>4</sup>J. Fassbender, D. Ravelosona, and Y. Samson *J. Phys. D: Appl. Phys.* **37**, R179 (2004); J. Fassbender and J. McCord, *J. Magn. Magn. Mater.* **320**, 579 (2008).
- <sup>5</sup>D. Schafer, J. Geshev, S. Nicolodi, L. G. Pereira, J. E. Schmidt, and P. L. Grande, *Appl. Phys. Lett.* **93**, 042501 (2008).
- <sup>6</sup>J. Geshev, L. G. Pereira, and V. Skumryev, *Phys. Rev. Lett.* **100**, 039701 (2008).
- <sup>7</sup>S. Brück, J. Sort, V. Baltz, S. Suriñach, J. S. Muñoz, B. Dieny, M. D. Baró, and J. Nogués, *Adv. Mater.* **17**, 2978 (2005).
- <sup>8</sup>M. J. Caruso, T. Bratland, C. H. Smith, and R. Schneider, *Sensors Magazine*, December 1998 and March 1999.
- <sup>9</sup>R. B. da Silva, A. D. C. Viegas, V. P. Nascimento, M. A. Corrêa, L. F. Schelp, E. Baggio-Saitovitch, and R. L. Sommer, *Appl. Phys. Lett.* **94**, 042501 (2009).
- <sup>10</sup>J. Geshev, S. Nicolodi, L. G. Pereira, L. C. C. M. Nagamine, J. E. Schmidt, C. Deranlot, F. Petroff, R. L. Rodríguez-Suárez, and A. Azevedo, *Phys. Rev. B* **75**, 214402 (2007).
- <sup>11</sup>J. van Driel, R. Coehoorn, K.-M. H. Lenssen, A. E. T. Kuiper, and F. R. de Boer, *J. Appl. Phys.* **85**, 5522 (1999).
- <sup>12</sup>J. van Driel, F. R. de Boer, K.-M. H. Lenssen, and R. Coehoorn, *J. Appl. Phys.* **88**, 975 (2000).
- <sup>13</sup>G. Anderson, Y. Huai, and L. Miloslawsky, *J. Appl. Phys.* **87**, 6989 (2000).
- <sup>14</sup>S. van Dijken, J. Moritz, and J. M. D. Coey, *J. Appl. Phys.* **97**, 063907 (2005).
- <sup>15</sup>E. Kerr, S. van Dijken, and J. M. D. Coey, *J. Appl. Phys.* **97**, 093910 (2005).
- <sup>16</sup>Y. K. Kim, G.-H. Park, S.-R. Lee, S.-H. Min, J. Y. Won, and S. A. Song, *J. Appl. Phys.* **93**, 7924 (2003).
- <sup>17</sup>P. A. A. van der Heijden, T. F. M. M. Maas, W. J. M. de Jonge, J. C. S. Kools, F. Roozeboom, and P. J. van der Zaag, *Appl. Phys. Lett.* **72**, 492 (1998).
- <sup>18</sup>E. Fulcomer and S. H. Charap, *J. Appl. Phys.* **43**, 4190 (1972).
- <sup>19</sup>G. Vallejo-Fernandez, L. E. Fernandez-Outon, and K. O'Grady, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **41**, 112001 (2008).