

Universidade Federal do Rio Grande do Sul
Instituto de Física

**Estudo do Comportamento Magnético de Filmes Finos de
Ferro Depositados em Substrato de Silício**

Josiane Bueno Salazar

Trabalho de Conclusão de Curso

Porto Alegre, Junho de 2010

Universidade Federal do Rio Grande do Sul
Instituto de Física

**Estudo do Comportamento Magnético de Filmes Finos de
Ferro Depositados em Substrato de Silício[†]**

Josiane Bueno Salazar

Trabalho de conclusão de curso realizado sob orientação do Prof. Dr. Luis Gustavo Pereira, apresentada ao Instituto de Física, como requisito parcial para a obtenção do título de Bacharel em Física.

Porto Alegre, Junho de 2010

[†]Trabalho parcialmente financiado pela Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado do Rio Grande do Sul - FAPERGS

Agradecimentos

Ao Prof. Luis Gustavo Pereira pela orientação do meu trabalho, por todas as discussões (in)úteis e principalmente pela paciência.

Ao Prof. Julian Geshev pela colaboração.

Ao Prof. Pedro Grande e à Deise pelas irradiações feitas no Laboratório de Implantação Iônica.

À Bárbara pela deposição dos filmes finos e ajuda nas medidas no MOKE.

Ao Thiago por toda ajuda no L^AT_EX.

À todo pessoal do Laboratório de Magnetismo por tornar o ambiente de trabalho mais agradável.

Aos meus pais pelo apoio financeiro.

Aos meus amigos por tornarem tranquilas as últimas semanas deste trabalho.

Sumário

1	Introdução	1
2	Anisotropia Magnética	4
2.1	Anisotropia Magnetocristalina Cúbica	4
2.2	Anisotropia de Forma	7
2.3	Anisotropia Induzida por Irradiação	9
3	Métodos Experimentais	10
3.1	Amostras	10
3.1.1	Deposição via <i>Sputtering</i>	11
3.2	Magnetômetro Ótico de Efeito Kerr (MOKE)	12
3.2.1	Descrição do Equipamento	13
3.3	Irradiação Iônica	15
4	Resultados e Discussões	16
4.1	Caracterização Magnética	16
4.1.1	Filme de Fe (60 Å)	17
4.1.2	Filme de Fe (300 Å)	20
5	Conclusões e Perspectivas	23
	Referências Bibliográficas	25

1 *Introdução*

Os sistemas de baixa dimensão apresentam comportamentos peculiares que não são observados em sistemas massivos. Certas condições de crescimento dos filmes, vinculadas a orientação de seus eixos cristalográficos em relação ao substrato, assim como as características morfológicas, podem levar a surpreendentes processos magnéticos. Uma das razões está na presença de múltiplas componentes de anisotropias magnéticas. Esse comportamento tem origem principalmente em parâmetros como condições de deposição, espessura do filme e fenômenos magnetoelásticos. Interações entre o substrato e o filme são importantes, e a condição da superfície assim como a temperatura do substrato durante a deposição do filme são variáveis que podem ser controladas. Muitas das pesquisas recentes sobre filmes finos magnéticos foram motivadas por causa das suas aplicações em memórias de computadores, sistemas de armazenamento, leitura de dados e tecnologia de sensores. Estruturas de filmes finos podem ser fabricadas por diversas técnicas, entre elas as mais conhecidas são: deposição de vapor químico, eletrodeposição em um líquido eletrolítico, evaporação térmica e *sputtering*. A técnica de deposição usada neste trabalho, *sputtering*, será apresentada no capítulo 3.

Em trabalhos recentes, foi observado que, junto com a anisotropia magnetocristalina, uma anisotropia magnética uniaxial é induzida quando o filme é depositado com uma incidência oblíqua, ou cresce em uma superfície que apresenta degraus, mesmo na ausência de campo magnético. No caso do filme fino de ferro, essa anisotropia induzida pode favorecer o alinhamento perpendicular do momento magnético com os degraus bem como paralelo às bordas dos degraus. De acordo com Chen *et al.*^[1], filmes epitaxiais de ferro depositados sobre substratos de W(100), preparados com uma estrutura de degraus, apresentaram uma anisotropia uniaxial no plano com eixo fácil perpendicular aos degraus. No trabalho de Kawakami *et al.*^[2] foi mostrado que em filmes de Co crescidos em sobre Cu(001) vicinal, o eixo fácil da magnetização está orientado paralelo à borda dos degraus. Outros resultados, obtidos por Ressonância Ferromagnética (FMR), mostraram que filmes de ferro crescem epitaxiais sobre substratos de Si(111)^[3-6]. E de acordo com Rezende^[7], o plano (111) é extremamente sensível a desorientação da super-

fícies do substrato com respeito ao plano do cristal.

Em 2000, Santos *et al*^[8], investigando o comportamento magnético de filmes com 60Å de Fe crescidos em Si(111), mediram curvas de histerese invertidas e curvas com picos não usuais e demonstraram que a magnetização remanente negativa observada pode ser atribuída ao crescimento em "tiras" da camada de ferro no plano (111) gerada possivelmente pelo corte vicinal do silício e pela coexistência de anisotropias cúbica e aniaxial. Mais tarde, em 2003^[9], encontraram uma forte relação entre o procedimento de preparo do substrato, bem como sua morfologia, e a resposta magnética dos filmes de ferro. Em 2004^[10], mostraram que o ferro cresce na forma de dois tipos diferentes de grãos nanométricos alongados, alinhados paralelo ou perpendicular aos degraus do substrato.

Por outro lado, podemos modificar as propriedades dos filmes finos após a deposição por diversos processos, como por exemplo, irradiação de íons, tratamento térmico, etc. Neste trabalho será dada uma atenção especial as mudanças das propriedades magnéticas quando expostos a irradiação iônica.

A irradiação de um sólido magnético com partículas energéticas pode afetar tanto as propriedades magnéticas como outras (elétricas, mecânicas, térmicas e radioquímicas). Quando um sólido é bombardeado por íons, ele sofre danos de várias maneiras. A natureza desses danos vai de acordo com: 1) se o sólido é cristalino ou amorfo, 2) a característica de ligação dos átomos alvos e 3) a massa, a carga e a energia dos agentes bombardeadores. Praticamente não há limite no número de íons que podem ser usados nos experimentos de radiação. Entre os muitos processos de danos radioativos, quatro são considerados de principal importância: 1) deslocamento atômico, 2) excitação de elétrons e ionização dos átomos alvos, 3) transmutação e 4) aquecimento localizado em substâncias amorfas e cristalinas. Os dois primeiros processos, o que corresponde ao nosso caso, são os mais importantes para os sólidos cristalinos^[11].

Müller *et al*^[12] investigaram filmes de Fe/Si(100) irradiados com íons de Ne, Fe, Kr e Xe e foi observado que os filmes antes da implantação eram magneticamente isotrópicos e tinham uma alta coercividade. Depois da implantação iônica, a coercividade diminuiu e uma anisotropia magnética foi criada. Ambas mudanças se correlacionam com uma diminuição na tensão interna do filme. Nos casos de multicamadas de CoPt irradiadas com íons de He^[13] e multicamadas de CoFe irradiadas com íons de Xe^[14], uma redução na coercividade fora do plano foi encontrada, abrindo a possibilidade para a criação de nanoestruturas magnéticas por *ion-beam writing*.

O objetivo deste trabalho é apresentar alguns resultados de medidas de caracterização magnética em sistemas de filmes finos de Fe crescidos sobre Si(111) para duas espessuras: 60Å e

300Å depositados via *sputtering*. As medidas de caracterização foram feitas usando um magnetômetro ótico de efeito Kerr, o qual permite fazer a rotação da amostra em torno de um eixo normal ao plano da amostra e desta forma observar os efeitos das anisotropias no plano da mesma. Este tipo de medida fornece importantes informações sobre o comportamento magnetocristalino, assim como nos permite conhecer a existência de eixos uniaxiais resultantes das anisotropias de forma. No caso dos filmes estudados, percebeu-se que as espessuras dos filmes de ferro e a estrutura do substrato jogam um papel fundamental.

Também foi desenvolvido um estudo sobre a influência das mudanças estruturais via irradiação iônica e suas consequências no comportamento magnético. As amostras foram irradiadas com íons de ouro numa dose de 1×10^{11} íons/cm² com uma corrente constante de 4 nA/cm², energia de 2 MeV durante 1 min, num ângulo de 45 graus com a normal do filme. Serão apresentados os resultados de medidas de magnetização comparando as amostras antes e depois da irradiação.

2 Anisotropia Magnética

Anisotropia magnética está relacionada com a energia interna de um sistema. Os materiais ferromagnéticos podem apresentar respostas magnéticas dependentes da sua disposição espacial, que podem ou não, favorecer uma direção preferencial para a magnetização espontânea, ou seja, uma determinada direção possui energia mais baixa do que as outras. Quando um material apresenta esta dependência com a direção ou planos, dizemos que existe uma anisotropia e o material é chamado anisotrópico. Os sistemas que apresentam o mesmo comportamento magnético em todas as direções, denominamos que este é isotrópico. O comportamento de um sistema pode ser observado fazendo-se uma análise das curvas de histerese, levando em conta o campo coercivo, magnetização remanente e magnetização de saturação, bem como a forma de cada curva, e em medidas com diferentes direções entra também o campo aplicado e os eixos cristalinos da amostra.

Existem vários tipos de anisotropias, mas serão apresentadas apenas as que são pertinentes a este trabalho:

1. Anisotropia magnetocristalina cúbica
2. Anisotropia de forma
3. Anisotropia induzida por irradiação

2.1 Anisotropia Magnetocristalina Cúbica

De todas as anisotropias que existem, a magnetocristalina é a única intrínseca do material. Trata-se de uma orientação preferencial em relação aos eixos ou planos cristalinos devido a estruturação atômica. No caso do ferro, que apresenta uma estrutura cúbica de corpo centrado

(bcc), quando aplicamos um campo magnético em diferentes direções, obtemos as seguintes curvas de magnetização:

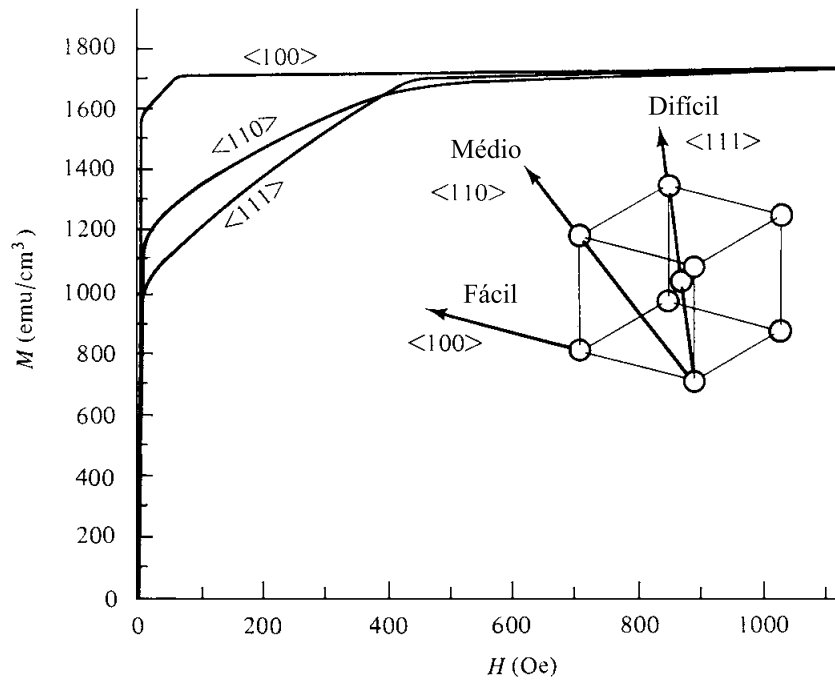


Figura 2.1: Curvas de magnetização para o ferro^[15].

Percebe-se que na direção $\langle 100 \rangle$ a saturação pode ser obtida com pequenos valores do campo aplicado (menores do que nas outras direções, em torno de 100 Oe) e por esse motivo é chamada direção fácil de magnetização. Podemos dizer que a direção de fácil magnetização de um cristal é a direção de magnetização espontânea quando este está livre de interações externas.

O trabalho realizado pelo campo magnético externo ao mudar a direção dos momentos magnéticos locais, é armazenado pelo material na forma de energia potencial. Quando o material é saturado em uma certa direção, chamamos a energia armazenada de energia de anisotropia magnetocristalina E_m . Em 1929, o físico russo Akulov^[16] mostrou que esta energia pode ser expressada em termos de uma expansão em série dos cossenos diretores α_i de \mathbf{M}_s relativos aos eixos cristalográficos,

$$E_m = K_0 + K_1(\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2) + K_2(\alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2) + \dots \quad (2.1)$$

onde K_0, K_1, K_2, \dots são constantes que dependem do material e da temperatura. O primeiro termo K_0 é angularmente independente, ou seja não contribui para a anisotropia, e geralmente é ignorado. Para o ferro, em temperatura ambiente, temos que $K_1 = 4.8 \times 10^4 \text{ J/m}^3$ e $K_2 = 1.5 \times 10^4 \text{ J/m}^3$. Às vezes, K_2 é tão pequeno que o termo pode ser desprezado.

Quando K_2 é zero, a direção fácil de magnetização é determinada pelo sinal de K_1 . Se K_1 é positivo, então $E_{100} < E_{110} < E_{111}$, e $\langle 100 \rangle$ é direção fácil, pois E_m é mínimo quando M_s está nessa direção. Já para K_1 negativo a direção fácil de magnetização é a E_{111} . Se K_2 é diferente de zero, a direção fácil depende dos valores de K_1 e K_2 , de acordo com a tabela abaixo.

K_1	+	+	+	-	-	-
K_2	$+\infty$ to $-9K_1/4$	$-9K_1/4$ to $-9K_1$	$-9K_1$ to $-\infty$	$-\infty$ to $9 K_1 /4$	$9 K_1 /4$ to $9 K_1 $	$9 K_1 $ to $+\infty$
Fácil	$\langle 100 \rangle$	$\langle 100 \rangle$	$\langle 111 \rangle$	$\langle 111 \rangle$	$\langle 110 \rangle$	$\langle 110 \rangle$
Médio	$\langle 110 \rangle$	$\langle 111 \rangle$	$\langle 100 \rangle$	$\langle 110 \rangle$	$\langle 111 \rangle$	$\langle 100 \rangle$
Difícil	$\langle 111 \rangle$	$\langle 110 \rangle$	$\langle 110 \rangle$	$\langle 100 \rangle$	$\langle 100 \rangle$	$\langle 111 \rangle$

Figura 2.2: Direções de fácil, média e difícil magnetização em um cristal cúbico^[15].

Podemos dizer também que há uma relação entre a direção de magnetização, fácil ou difícil, e o modo que os átomos são arranjados na estrutura cristalina. No ferro, com estrutura *bcc*, a direção com maior densidade atômica é a $\langle 111 \rangle$, que, como vimos, é a direção difícil.

O comportamento magnético de um determinado sistema pode ser entendido estudando as interações (acoplamentos) existentes. Entre os vários tipos de interações podemos citar^[15]:

- Spin-spin: Acoplamento de troca entre dois spins vizinhos. Pode ser muito forte, e atua para manter spins paralelos ou antiparalelos vizinhos uns dos outros. Mas a energia de troca associada é isotrópica, depende somente do ângulo entre spins adjacentes, e não de todos na direção do eixo de spin relativo a rede cristalina. Por isso o acoplamento spin-spin não contribui para a anisotropia magnetocristalina.
- Spin-rede: Visto que a rede consiste de um número de núcleos atômicos arranjados no espaço, cada um com uma nuvem de elétrons ao redor, podemos também falar de um acoplamento spin-rede e concluir que este também é fraco.
- Órbita-rede: Como os momentos magnéticos orbitais são quase inteiramente dissipados, as orientações das órbitas são fixadas fortemente a rede, pois nem campos grandes podem mudá-los, por isso podemos dizer que este é um acoplamento forte.
- Spin-órbita: A anisotropia magnetocristalina é devido principalmente ao acoplamento spin-órbita, o que corresponde a um acoplamento entre o spin e o movimento orbital de cada elétron. Quando um campo externo tenta reorientar o spin de um elétron, a órbita do elétron também tende a ser reorientada. Mas a órbita é fortemente acoplada a rede e por

isso resiste a tentativa de girar o eixo do spin. A energia necessária para girar o sistema spin de um domínio longe da direção fácil, que chamamos de energia de anisotropia, é somente a energia necessária para vencer o acoplamento spin-órbita. Esse acoplamento é relativamente fraco, e campos de poucas centenas de oersteds são geralmente fortes o bastante para girar os spins.

2.2 Anisotropia de Forma

Os filmes finos, devido a baixa dimensionalidade, apresentam grande anisotropia de forma, ou anisotropia magnética dipolar, que em muitos casos força a magnetização a recair sobre o plano do filme. Isso ocorre devido a produção de cargas magnéticas ou pólos na superfície de uma amostra magnetizada. Estes pólos representam um campo contrário à magnetização, sendo chamado portanto de campo desmagnetizante H_d , que origina uma energia magnetostática resultando assim na anisotropia. O campo desmagnetizante não será igual em todas as direções criando assim um ou mais eixos, ou planos, fáceis de magnetização.

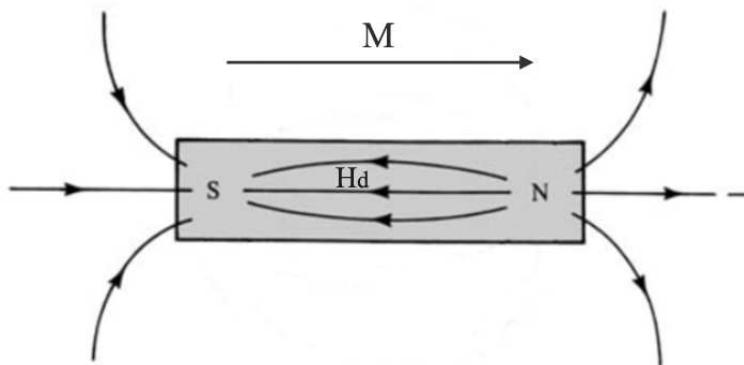


Figura 2.3: Campo desmagnetizante contrário a magnetização.

A intensidade do campo H_d em função da magnetização é dada por

$$H_d = N_d M \quad (2.2)$$

onde N_d é uma constante adimensional de proporcionalidade chamada fator de desmagnetização e depende da direção de magnetização, sendo menor na direção onde o material é mais alongado. Na ausência de um campo magnético externo, a magnetização irá permanecer nesta direção, e isso acontece pelo fato do campo desmagnetizante possuir uma energia, chamada

magnetostática, dada por

$$E = \frac{1}{2} N_d M^2 \quad (2.3)$$

No geral, o cálculo de N_d é muito complexo, a menos que a magnetização seja uniforme, ou até impossível se N_d varia a cada ponto da amostra. Maxwell^[15] mostrou que um campo uniforme induz uma magnetização uniforme em um sistema isotrópico somente se o sistema tem a forma de um elipsóide, cuja soma dos fatores de desmagnetização ao longo dos três eixos ortogonais é uma constante

$$\begin{aligned} N_a + N_b + N_c &= 4\pi \quad (\text{no sistema cgs}) \\ N_a + N_b + N_c &= 1 \quad (\text{no SI}) \end{aligned} \quad (2.4)$$

Para uma esfera generalizada (fig. 2.4), $N_a = N_b = N_c$, então o fator de desmagnetização é $\frac{4}{3}\pi$ (cgs) ou $\frac{1}{3}$ (SI). Expressões analíticas para os fatores de desmagnetização, em função da forma da amostra, são obtidas considerando-se amostras elipsoidais. Esses cálculos foram feitos em 1945, por Osborn^[17] e Stoner^[18]. O fator de desmagnetização para um filme fino aproxima-se ao de um esferóide oblato no seu caso limite (quando a altura é muito menor do que a largura), com eixos $a < b = c$.

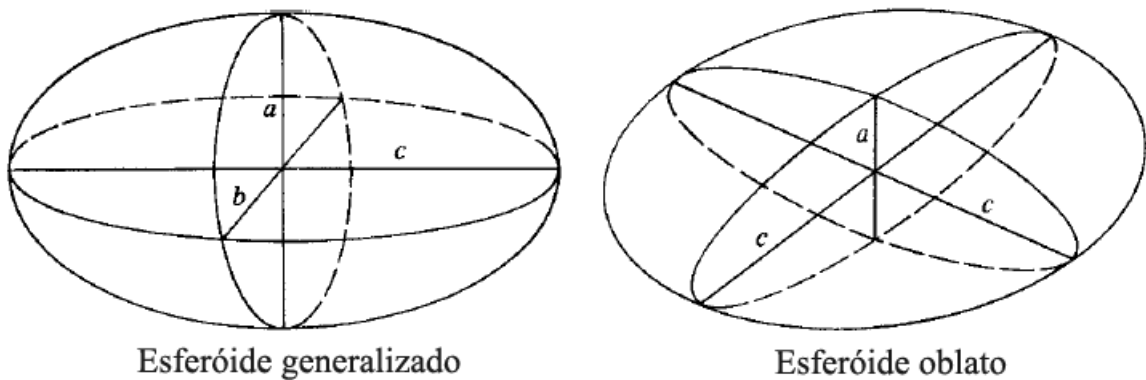


Figura 2.4: Representação de geometrias elipsoidais^[15].

Quando a amostra é magnetizada na direção do eixo a , o fator de desmagnetização é dado por^[15]

$$N_a = \frac{4\pi r^2}{r^2 - 1} \left(1 - \sqrt{\frac{1}{r^2 - 1}} \arcsin \frac{\sqrt{r^2 - 1}}{r} \right) \quad (2.5)$$

$$N_b = N_c = \frac{4\pi - N_a}{2} \quad (2.6)$$

onde $r = \frac{c}{a}$. No caso limite em que $r \rightarrow \infty$, o esferóide oblato torna-se semelhante a um filme fino, logo, para N_a , N_b e N_c , temos que

$$N_a \cong 4\pi \quad (2.7)$$

$$N_b = N_c = \frac{\pi^2}{r} \approx 0 \quad (2.8)$$

Pelas equações acima, nota-se que no plano achatado do esferóide o fator de desmagnetização é praticamente nulo e na direção normal é constante.

2.3 Anisotropia Induzida por Irradiação

A anisotropia magnetocristalina, como foi mostrada na seção 2.1, é uma consequência natural do acoplamento *spin*-órbita presente em todos materiais ferromagnéticos. Mas existem outras anisotropias que podem ser induzidas por diversos processos, como a irradiação iônica. Essa anisotropia é geralmente uniaxial no sentido que o eixo fácil de magnetização é único.

A modificação das propriedades magnéticas através de feixes de íons tem sido muito investigada durante os últimos anos com a finalidade de aprimorar e sintetizar novos materiais magnéticos. Íons energéticos podem, dependendo da sua energia e da sua massa atômica, fornecer energia aos sistemas eletrônico e atômico, provocando assim alterações na estrutura eletrônica, bem como deslocamentos atômicos, mistura interfacial e debastamento de superfícies. Um aspecto interessante dessas modificações é que eles podem produzir um aumento substancial na resistência mecânica e na dureza de muitos metais e ligas metálicas, mas sem um aumento correspondente na dureza magnética. De fato, a irradiação pode tornar alguns materiais mais macios magneticamente^[15].

3 *Métodos Experimentais*

Neste capítulo serão apresentadas as amostras estudadas, bem como os procedimentos experimentais utilizados no trabalho, referentes à técnica empregada na deposição dos filmes finos, investigação das anisotropias magnéticas e irradiação iônica das amostras.

As caracterizações magnéticas dos filmes foram feitas utilizando o efeito Kerr magneto-ótico (MOKE). Este equipamento se encontra no Laboratório de Magnetismo. As irradiações foram feitas no Laboratório de Implantação Iônica. Ambos laboratórios encontram-se no Instituto de Física da UFRGS.

3.1 Amostras

Neste trabalho foram utilizadas duas amostras, ambas com uma única camada de ferro com diferentes espessuras: 60 Å e 300 Å, depositadas sobre um substrato de Si(111). O filme de 60 Å foi fabricado no Laboratório de Magnetismo do Instituto de Física da UFRGS e o o filme de 300 Å no Grupo de Magnetismo e Materiais Magnéticos do Departamento de Física da UFPE, ambas por *sputtering*.

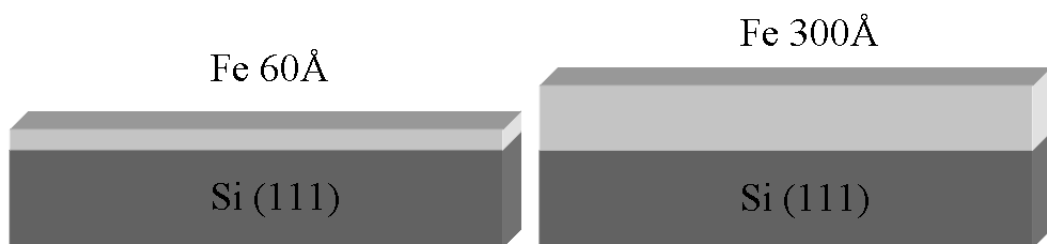


Figura 3.1: Representação esquemática dos filmes.

3.1.1 Deposição via *Sputtering*

Sputtering é um método de deposição muito usado pois permite que as amostras sejam feitas com muitas combinações de elementos para a deposição. Átomos são fisicamente ejetados de um material alvo por íons energéticos de um gás, geralmente argônio. Isso acontece pois os íons transferem energia cinética para o alvo, liberando assim os átomos, que são coletados por um substrato controlado termicamente. O arranjo é mostrado na figura 3.2.

É necessário criar um plasma na câmara de deposição. A presença deste plasma significa que as condições de deposição são menos puras que no caso da evaporação térmica, que é feita em condições de alto vácuo. Apesar destas dificuldades, a produção de filmes finos por *sputtering* podem ser feitas de uma maneira altamente reprodutível, e é usado, por exemplo, na produção de várias camadas na superfície dos discos de HDDs (*Hard Disk Drives*). *Sputtering* que utiliza um plasma confinado magneticamente é geralmente chamado *magnetron sputtering*.

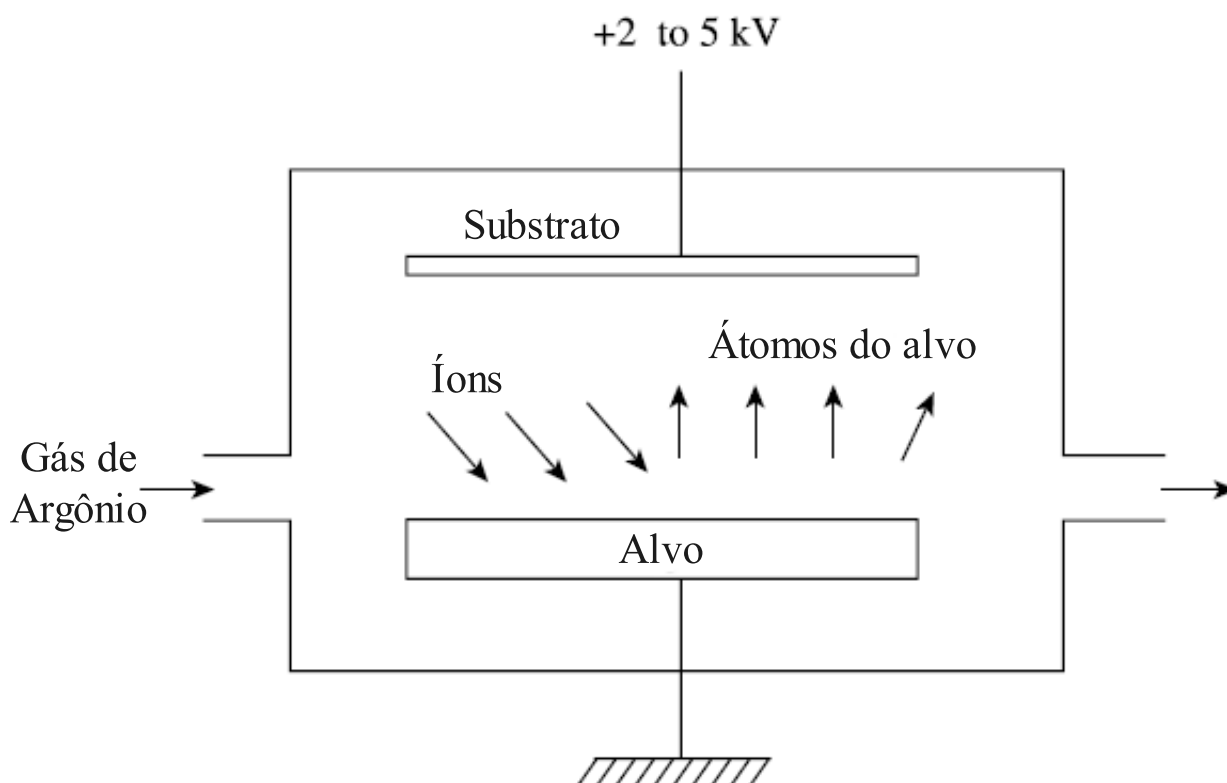


Figura 3.2: Diagrama esquemático de uma câmara de *sputtering*.

3.2 Magnetômetro Ótico de Efeito Kerr (MOKE)

A magnetometria ótica por efeito Kerr (MOKE) é uma poderosa técnica de caracterização de filmes finos devido a sua grande sensibilidade. Os sistemas MOKE podem "observar" estruturas compostas por poucos átomos de espessura. Por outro lado, o MOKE é limitado à profundidades relativamente pequenas, em torno de 30 nm, pois depende da penetração da luz no meio, em geral metálico. Comparado com outras técnicas empregadas para filmes finos, temos que o sistema MOKE apresenta algumas vantagens significativas, como por exemplo: SQUID (*Superconducting Quantum Interference Device*) necessita de baixas temperaturas e o AGFM (*Alternating Gradient Force Magnetometer*) necessita de um campo alternado que pode interferir na resposta da amostra. Outras características peculiares do MOKE são: obter a magnetização em pequenas regiões da amostra, não sofrer a interferência do porta amostras e sensibilidade apenas à superfície da amostra.

O efeito Kerr é caracterizado por uma mudança, seja na polarização da luz incidente ou na intensidade de reflexão numa superfície magnetizada. Existem três tipos de efeitos Kerr magneto-óticos: polar, transversal e longitudinal; que são classificados de acordo com o plano de incidência da luz. Neste trabalho usamos a configuração transversal, onde o efeito é dado pela variação da intensidade devido apenas a quantidade de momentos magnéticos na direção perpendicular ao plano formado pelos feixes incidentes e refletidos, como pode ser visto de modo esquemático na figura 3.4.

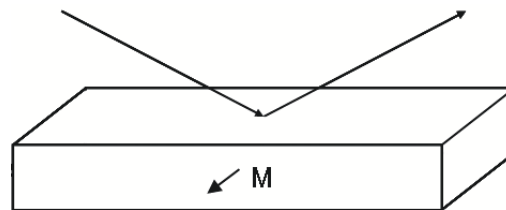


Figura 3.3: Esquema da configuração transversal.

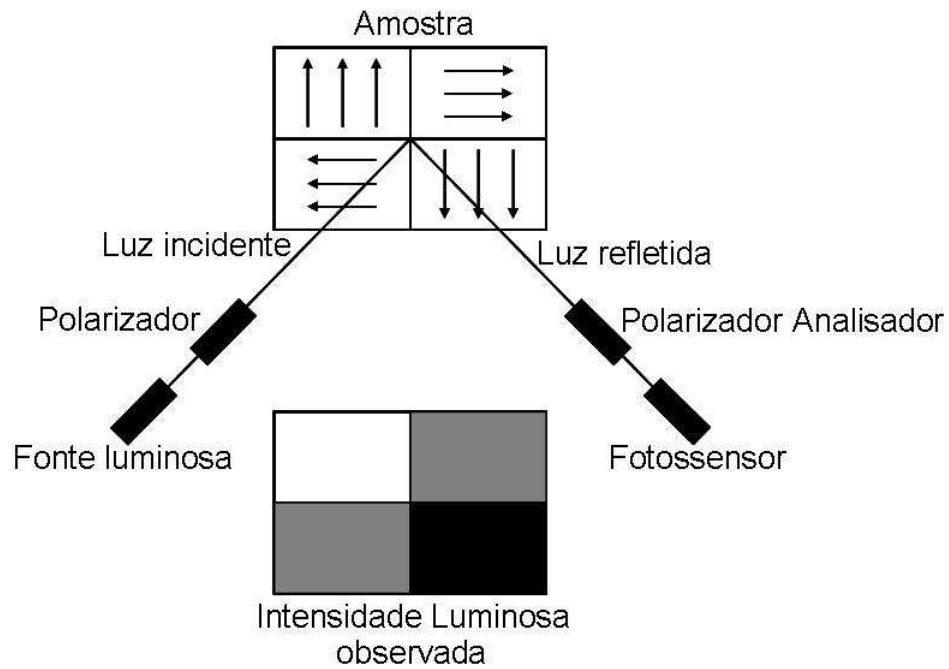


Figura 3.4: Esquema da configuração transversal.

3.2.1 Descrição do Equipamento

O equipamento usado neste trabalho apresenta os seguintes recursos:

1. Laser diodo modulável com $\lambda=638$ nm;
2. Polarizador filtro;
3. Polarizador analisador;
4. Espelho divisor;
5. Dois fotodiodos amplificados;
6. Amplificador Lock-In;
7. Gerador de função controlado;
8. Sensor de campo Hall (fator de conversão 56,63 kOe/V);
9. Eletroímã de 6 kOe com corrente máxima de 10 A;

10. Computador;
11. Placa IEE-488 na interface entre o computador e o Lock-In;
12. Multímetro interligando o sensor Hall com o computador.

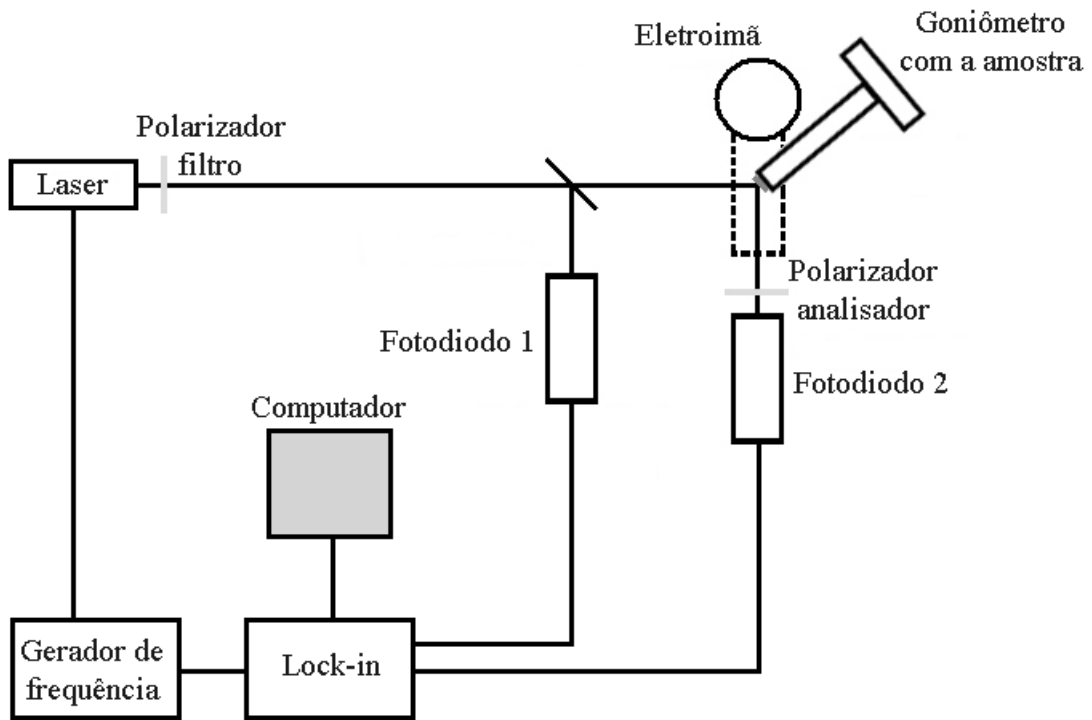


Figura 3.5: Diagrama esquemático do MOKE^[8].

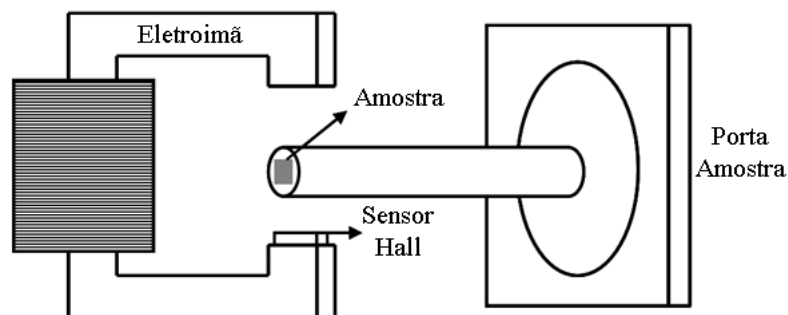


Figura 3.6: Esquema do porta amostra, amostra e eletroimã^[8].

Nesse equipamento, a fonte de luz consiste em um laser de estado sólido, monocromático, modulado por uma fonte de onda quadrada com uma frequência de 400 Hz determinada por um gerador de função. Esse feixe passa por um polarizador filtro que fixa a direção do campo

elétrico. Depois a luz incide em um espelho semitransparente onde é dividido em dois. Parte do feixe é enviado para o fotodiodo 1 e a outra parte atinge a amostra onde é refletido na direção do analisador. A amostra está em um porta amostra graduado, que nos permite medidas com precisão de décimo de grau, e é posicionada entre os pólos do eletroimã. O campo magnético gerado pelo eletroimã é monitorado pela sonda Hall.

Depois de refletido na amostra, o feixe passa pelo polarizador analisador, que retira as componentes não transversais da luz refletida, para depois incidir no fotodiodo 2. Os sinais luminosos obtidos nos fotodiodos 1 e 2 são convertidos em sinais elétricos V_{ref} e $V(M)$, respectivamente, que são pré-amplificados antes de serem enviados ao Lock-In. No Lock-In é calculada a diferença entre os sinais $\Delta V = V_{ref} - V(M)$.

A aquisição de dados é realizada com o programa HPVEE, sendo armazenados em um registro X-Y. O sinal X corresponde ao campo detectado pelo sensor Hall e o Y é o ΔV obtido pelo Lock-In.

3.3 Irradiação Iônica

As irradiações iônicas foram feitas no Laboratório de Implantação Iônica, em um acelerador linear de 500kV HVEE (*High Voltage Engineering Europe*).

As amostras foram irradiadas com íons de Au numa dose de 10^{11} íons/cm², com corrente constante de 4 nA/cm², energia de 2 MeV, durante 1 min. Visando a criação de defeitos nas amostras, foi escolhido colocá-las num porta amostra que permitisse um ângulo de 45° entre as normais dos filmes e a direção de irradiação.

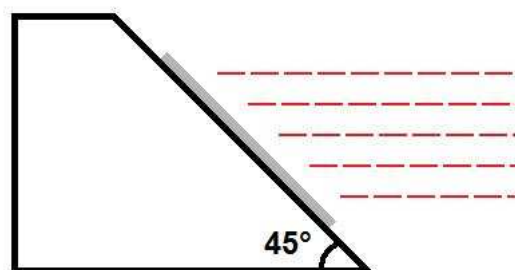


Figura 3.7: Figura esquemática mostrando o ângulo entre a direção da irradiação e o porta amostra.

4 *Resultados e Discussões*

Neste capítulo serão apresentados os resultados da análise da caracterização magnética das amostras estudadas. Será feita também uma discussão sobre estas medidas, pois a partir do comportamento magnético dos filmes podemos inferir sobre suas estruturas cristalinas.

Na seção que segue, serão mostrados os resultados obtidos para cada amostra, antes e depois da irradiação iônica, bem como uma análise do que ocorreu com o comportamento magnético dos filmes após a irradiação.

4.1 **Caracterização Magnética**

As medidas de magnetização foram feitas utilizando o sistema MOKE (seção 3.2), que permite um controle mais preciso na rotação das amostras em torno de um eixo paralelo ao plano da amostra, característica esta interessante no estudo de sistemas magnéticos anisotrópicos com grande sensibilidade em relação à direção dos seus eixos cristalográficos. Nesse sistema a amostra é rodada em ângulos específicos de 10° a fim de estudar a anisotropia da mesma. De cada ângulo, obtém-se uma curva de histerese. A partir da análise das curvas de histerese, figura 4.1, obtemos o valor do campo coercivo H_c e da magnetização remanente normalizada M_r e com esses valores podemos conhecer as anisotropias presentes nos filmes. Por definição, de acordo com a figura 4.1, temos que:

$$H_c = \frac{|H_{c1}| + |H_{c2}|}{2} \quad (4.1)$$

$$M_r = \frac{|M_{r1}| + |M_{r2}|}{2} \quad (4.2)$$

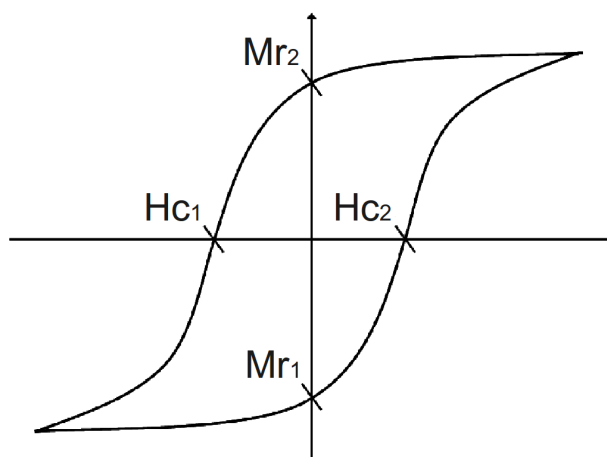


Figura 4.1: Curva de histerese.

4.1.1 Filme de Fe (60 Å)

Antes da irradiação

A figura 4.2 mostra, respectivamente, os gráficos da magnetização remanente e do campo coercivo em função dos ângulos medidos.

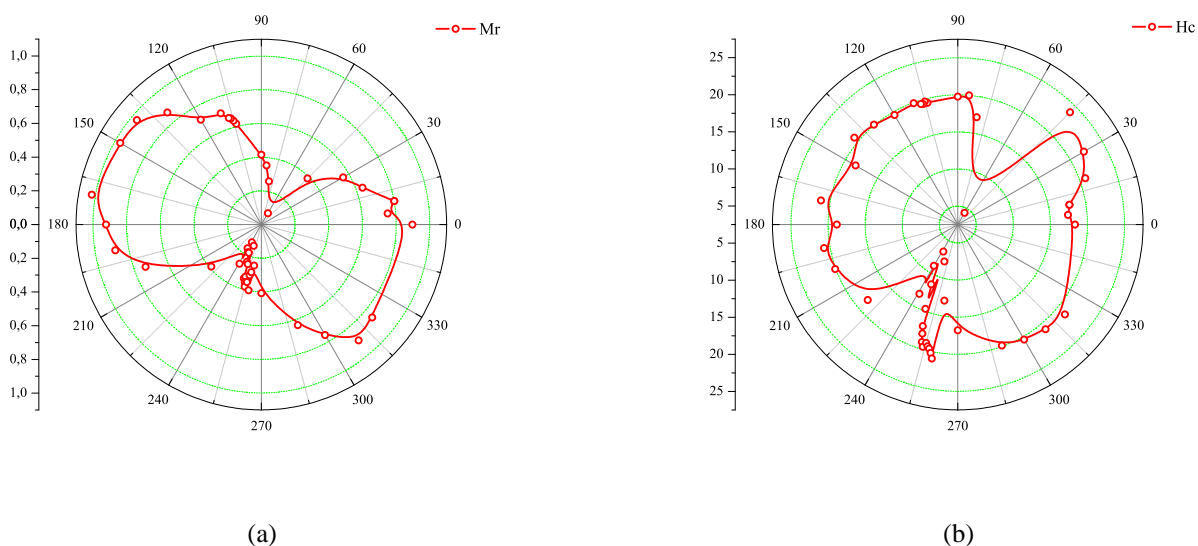


Figura 4.2: Magnetização remanente normalizada (a), e campo coercivo (b), em coordenadas polares, antes da irradiação iônica.

Na figura 4.2 podemos notar a existência de dois mínimos para M_r e H_c separados de um ângulo de 180°, característica da presença de uma anisotropia uniaxial no plano da amostra. Já

foi observado que, em filmes finos de ferro e cobalto, a origem desta anisotropia está vinculada a presença de degraus no substrato, efeito magnetoelástico e distorções na rede cristalina que podem ocorrer durante a deposição^[19-21]. No nosso caso, o tratamento do substrato de silício foi tal que este forma degraus (figura 4.3), de aproximadamente 70 Å de altura, em sua superfície e conseqüentemente devido a estas características, o filme crescido apresenta uma anisotropia uniaxial. Já a anisotropia magnetocristalina tem uma contribuição pouco significativa, o que nos leva a supor que o crescimento dele é policristalino.

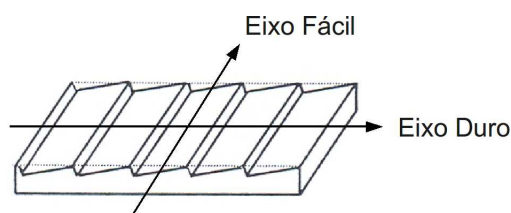


Figura 4.3: Representação esquemática dos degraus do substrato de silício^[22].

Depois da irradiação

As medidas de caracterização magnética após a irradiação com íons estão na figura 4.4.

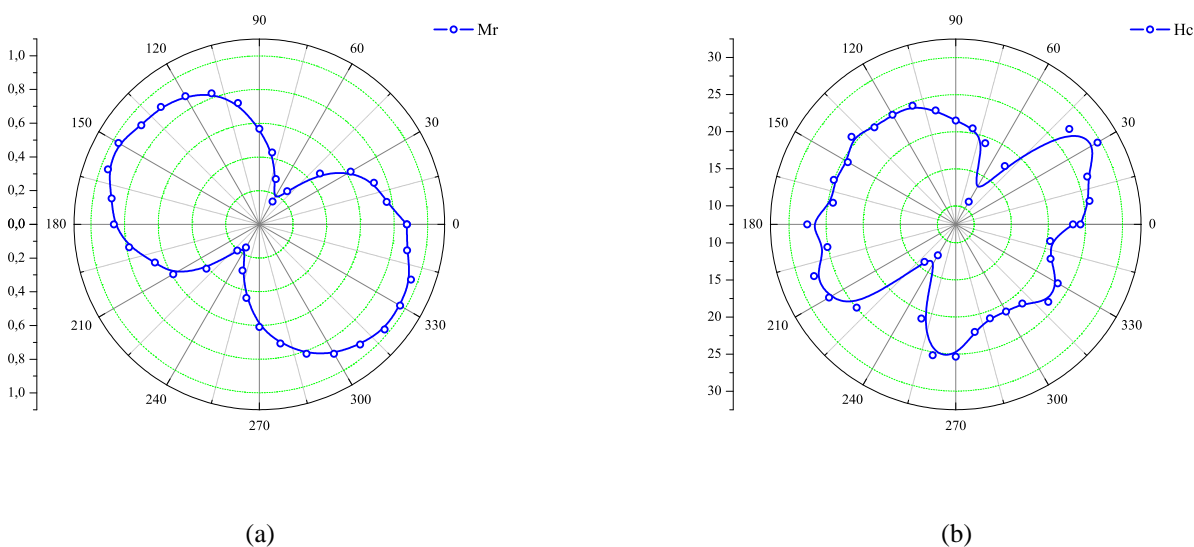


Figura 4.4: Magnetização remanente normalizada (a), e campo coercivo (b), em coordenadas polares, depois da irradiação iônica.

Como podemos ver, a amostra ainda apresenta a anisotropia uniaxial. Se compararmos os gráficos, antes e depois da irradiação, nota-se que houve um aumento mais significativo no valor

de H_c (figura 4.5(b)). Esse aumento é consequência da irradiação ter sido feita num ângulo de 45° com o plano do filme e provavelmente formou trilhas na superfície do filme, aumentando o caráter uniaxial da anisotropia.

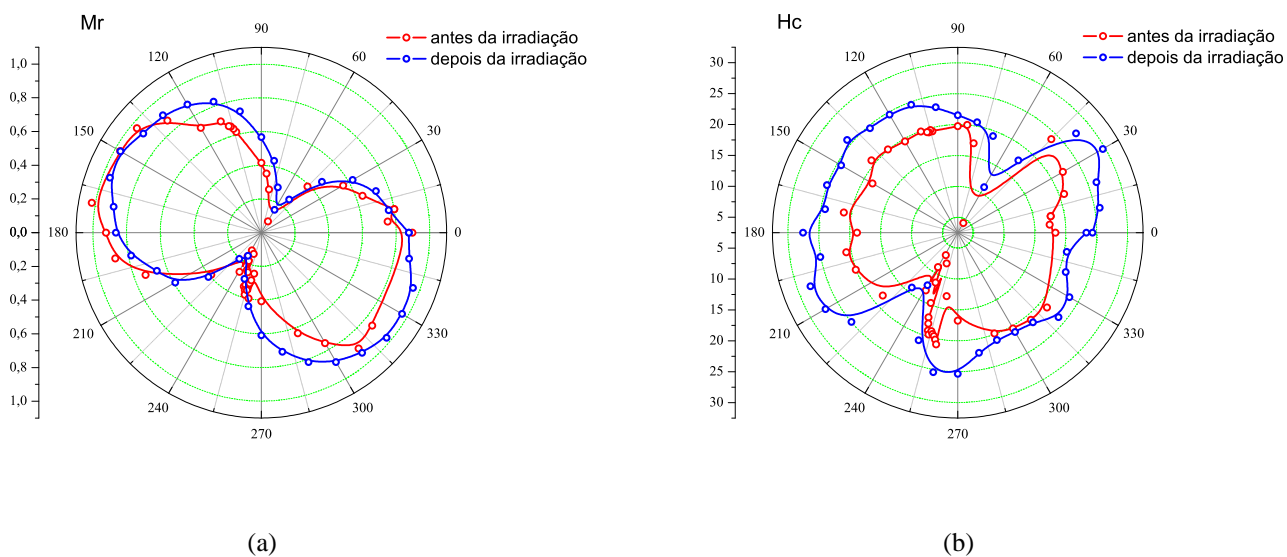


Figura 4.5: Gráficos comparativos da magnetização remanente normalizada (a) e do campo coercivo (b).

Escolhendo dois ângulos significativos, podemos notar que os efeitos da irradiação foram mais eficientes no eixo fácil de magnetização, de acordo com a figura 4.6(b).

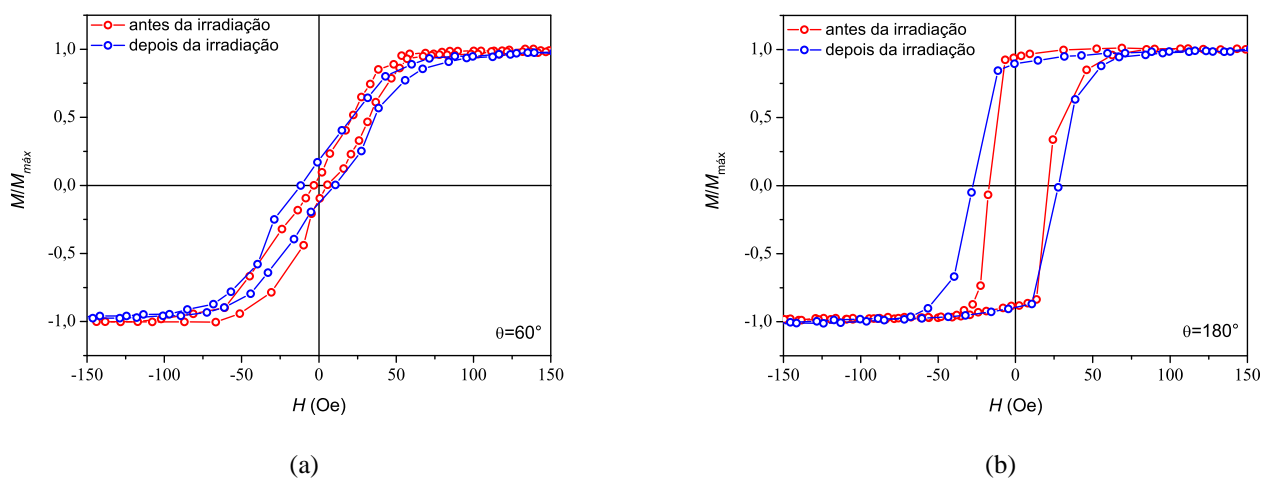


Figura 4.6: Curvas de histerese para os ângulos de medida, 60° (a) e 180° (b).

4.1.2 Filme de Fe (300 Å)

Antes da irradiação

Gráficos de magnetização remanente normalizada e de campo coercivo, para o filme de 300 Å antes da irradiação.

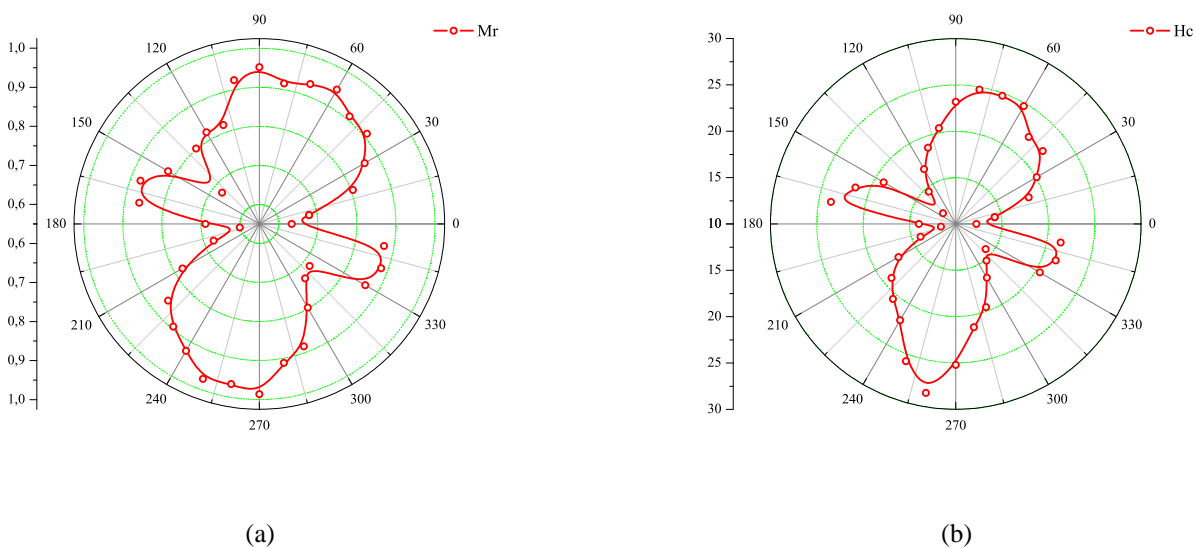


Figura 4.7: Magnetização remanente normalizada (a), e campo coercivo (b), em coordenadas polares, antes da irradiação iônica.

Na figura 4.7(b) percebemos que existem quatro sentidos de fácil magnetização, característicos da anisotropia magnetocristalina cúbica presente neste filme.

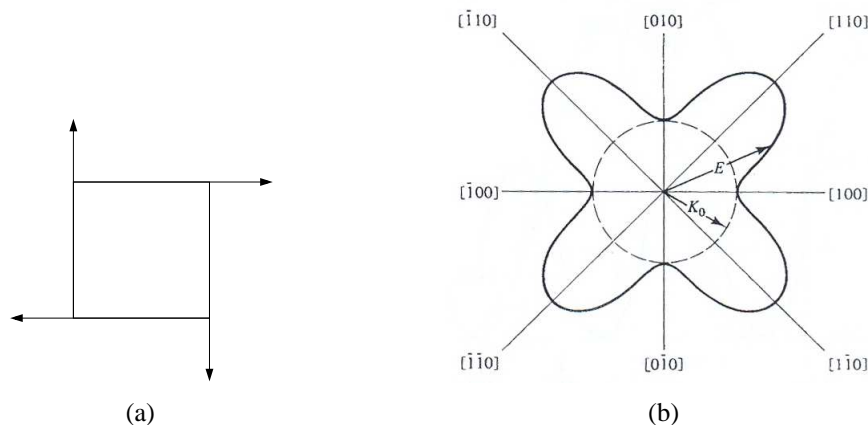


Figura 4.8: Figura esquemática dos eixos fáceis de magnetização no Fe (a) e anisotropia magnetocristalina cúbica^[15] (b).

Também podemos notar que existe uma anisotropia uniaxial, observada em dois dos sentidos, nas regiões de 75° e 260° . A contribuição desta anisotropia é muito fraca se comparada com a que tínhamos no filme de Fe (60 \AA). A partir destes resultados podemos dizer que, para esta espessura, o filme teve crescimento contínuo e a sua superfície não mantém mais a característica de degraus presente no substrato de silício.

Depois da irradiação

A figura 4.9 mostra os resultados de M_r e H_c depois da irradiação.

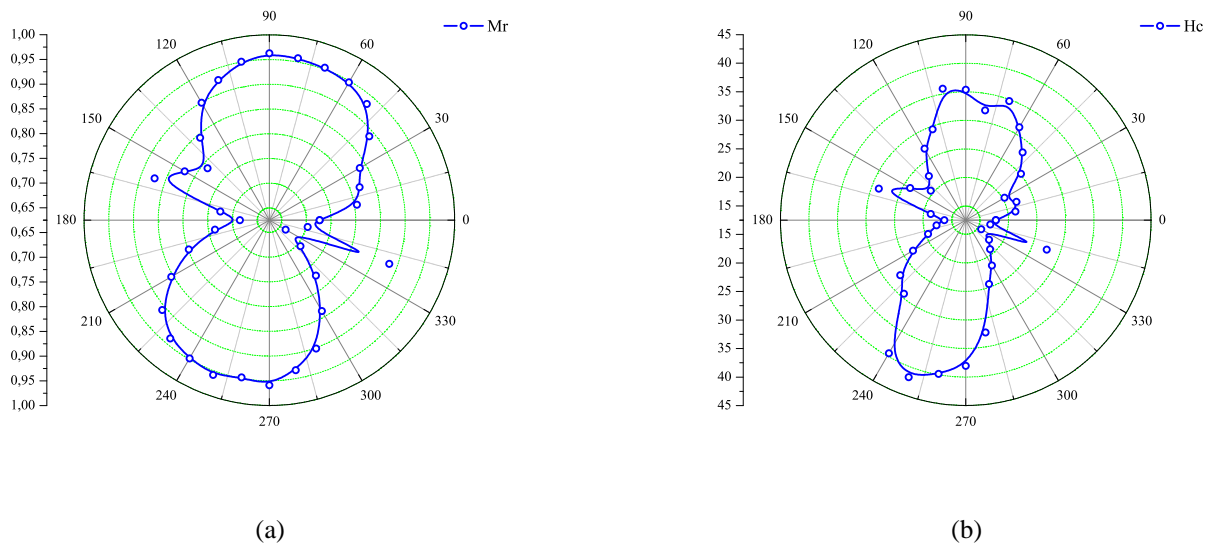
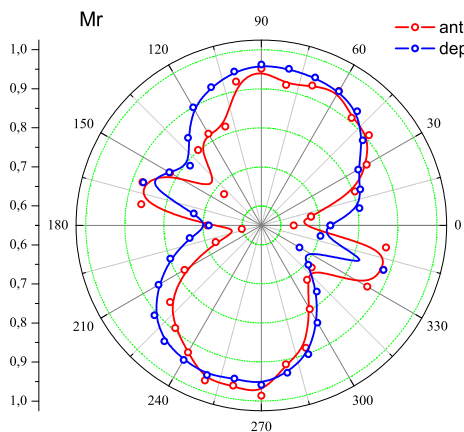
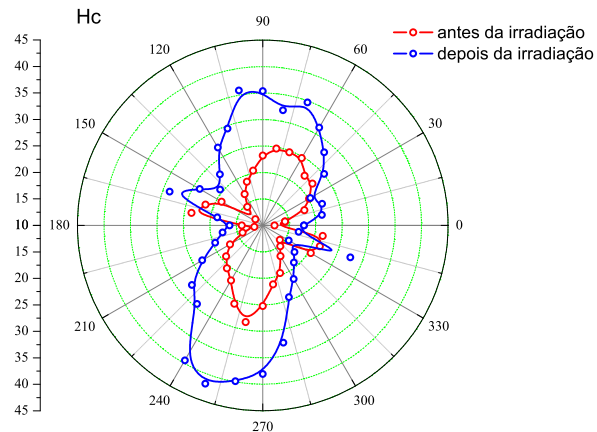


Figura 4.9: Magnetização remanente normalizada (a), e campo coercivo (b), em coordenadas polares, depois da irradiação iônica.

Na figura 4.10(b) podemos notar que, após a irradiação, os dois máximos aumentaram de valor significativamente e isto nos indica uma maior contribuição da anisotropia uniaxial. A anisotropia de forma que surgiu nesta amostra também é consequência do ângulo de irradiação e, como no filme de Fe (60 \AA), houve formação de trilhas na superfície. De acordo com os gráficos da figura 4.11, a irradiação neste filme também foi mais eficiente no eixo fácil de magnetização (250°).

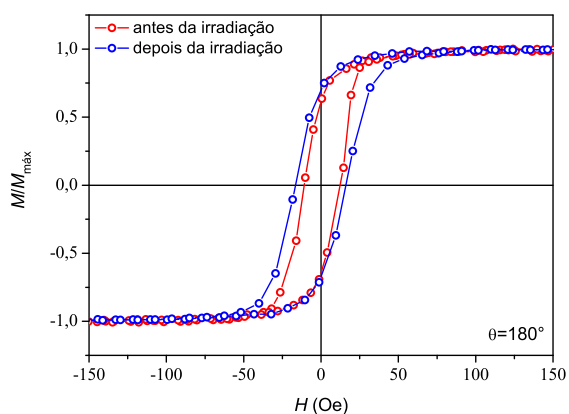


(a)

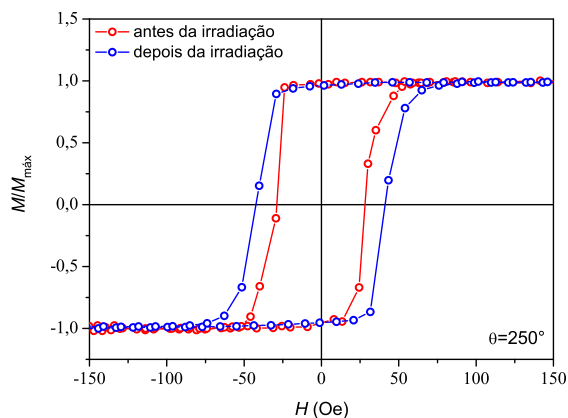


(b)

Figura 4.10: Gráficos comparativos da magnetização remanente normalizada (a) e do campo coercivo (b).



(a)



(b)

Figura 4.11: Curvas de histerese para os ângulos de medida, 180° (a) e 250° (b).

5 *Conclusões e Perspectivas*

Neste trabalho estudamos o comportamento magnético do sistema Si(111)/Fe(x), onde x representa as duas espessuras estudadas, 60 Å e 300 Å. As amostras foram submetidas a irradiação iônica a fim de investigarmos a mudança nos seus comportamentos, comparando resultados antes e depois de serem irradiadas. As irradiações foram feitas com íons de Au com energia de 2 MeV, para garantirmos que nenhum íon ficaria depositado nos filmes, e com ângulo de 45° com a normal do filme para haver o surgimento de defeitos. A seguir, serão apresentados os principais resultados obtidos neste trabalho, bem como as perspectivas futuras da sua continuidade.

Os filmes foram fabricados utilizando-se a técnica de deposição *sputtering*, em substratos de Si(111). A utilização deste tipo de substrato nos é interessante pois este apresenta degraus consequentes do tipo de corte adotado no seu preparo. As curvas de histerese obtidas com o MOKE nos mostraram que o filme de Fe (60 Å) apresenta uma forte anisotropia uniaxial e uma fraca contribuição da anisotropia magnetocristalina cúbica. Essas características sugerem que o filme continua apresentando, em sua superfície, os degraus presentes no substrato de silício. Nesta amostra a irradiação contribuiu para aumentar o valor do campo coercivo H_c , mantendo basicamente a anisotropia uniaxial.

No filme de Fe (300 Å), as curvas de histerese nos mostraram que, ao contrário do filme de Fe (60 Å), este apresenta a anisotropia magnetocristalina cúbica com uma pequena contribuição da anisotropia uniaxial e isto nos indica que o filme já não apresenta mais os degraus característicos do silício. Depois da irradiação iônica, o filme passa a ter a presença da anisotropia uniaxial como consequência das trilhas formadas pelos íons. Em ambos os filmes percebemos, de acordo com as curvas de histerese, que a irradiação foi mais eficiente na direção do eixo fácil de magnetização, e isto era esperado, visto que as irradiações foram feitas nesta direção.

A partir destes resultados concluímos que os filmes finos apresentam um comportamento magnético diferenciado dependendo de suas espessuras e que podemos, através da irradiação iônica, modificar as características morfológicas e magnéticas dos sistemas. Para os trabalhos

futuros, pretende-se explorar melhor os efeitos da irradiação iônica nos filmes finos. Para tal, poderemos variar o ângulo entre o feixe incidente e o plano das amostras, e mudar também as características dos feixes de íon, como por exemplo a dose utilizada e o tipo de íon.

Para um melhor entendimento dos efeitos da irradiação na estrutura dos filmes, pretende-se utilizar, como um outro parâmetro de comparação, a Microscopia de Força Atômica, onde poderá ser feita uma análise superficial do filme. Será usado também um programa computacional desenvolvido a partir de um modelo fenomenológico^[8], para simular as curvas de histerese tendo como objetivo tentar entender as alterações ocorridas no processo de irradiação.

Referências Bibliográficas

- 1 Chen, J.; Erskine, J. L. Surface-step-induced magnetic anisotropy in thin epitaxial Fe films on W(100). *Physical Review Letters* **68**, 1212 (1992).
- 2 Kawakami, R. K.; Bowen, M. O.; Escorcia-Aparicio, E. J.; Qiu, Z. Q. Effect of atomic steps on the magnetic anisotropy in vicinal Co/Cu(001). *Physical Review B*. **58**, 5924 (1998).
- 3 Cheng, Y.-T.; Chen, Y.-L.; Karmarkar, M.; Meng, W.-J. Epitaxial growth of α -Fe films on Si(111) substrates. *Applied Physics Letters* **59**, 953 (1991).
- 4 Cheng, Y.-T.; Chen, Y.-L., Meng, W.-J., Li, Y. Formation of twins during epitaxial growth of α -iron films on silicon (111). *Physical Review B* **58**, 14729 (1993).
- 5 Foss, S.; Merton, C.; Proksch, R.; Skidmore, G.; Schmidt, J.; Dahlberg, E. D.; Pokhil, T.; Cheng, Y.-T. Variable magnetic field magnetic force microscopy of the magnetization reversal in epitaxial iron (111) thin films. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **190**, 60 (1998).
- 6 Fermin, J. R.; Azevedo, A.; Rezende, S. M.; Pereira, L. G.; Teixeira, S. Magnetic properties of Nd/Fe double layers grown on Si(111) by electron beam evaporation. *Journal of Applied Physics* **83**, 4869 (1998).
- 7 Rezende, S. M.; Moura, J. A. S.; Aguiar, F. M.; Schreiner, W. H. Ferromagnetic resonance of Fe(111)/Cu(111) multilayers. *Physical Review B* **49**, 15105 (1994).
- 8 Santos, M. C. dos.; Geshev, J.; Schmidt, J. E.; Teixeira, S. R.; Pereira, L. G. Origin of the magnetization reversal of an Fe thin film on Si(111). *Physical Review B*. **61**, 1311 (2000).
- 9 Santos, M. C. dos.; Geshev, J.; Silva, D. K.; Schmidt, J. E.; Pereira, L. G.; Hubler, R.; Allongue, P. Strong dependence of the Fe thin-film magnetic anisotropy on the Si(111) substrate preparation. *Journal of Applied Physics* **94** 1490 (2003).
- 10 Santos, M. C. dos.; Geshev, J.; Pereira, L. G.; Schmidt, J. E. Intralayer coupling in self-organized Fe nanoclusters grown on vicinal Si(111). *Physical Review B*. **90** 104420 (2004).
- 11 Chen, C.-W. *Magnetism and metallurgy of soft magnetic materials*. New York: Dover Publications. 1986.
- 12 Müller, G. A.; Carpena, E.; Gupta, R.; Schaaf, P.; Zhang, K.; Lieb, K. P. Ion-beam induced changes in magnetic and microstructural properties of thin iron films. *The European Physical Journal B* **48**, 449 (2005).
- 13 Devolder, T.; Pizzini, S.; Vogel, J.; Bernas, H.; Chappert, C.; Mathet, V.; Borowski, M. X-ray absorption analysis of sputter-grown Co/Pt stackings before and after helium irradiation. *The European Physical Journal B* **22**, 193 (2001).

- 14 Zhang, K.; Gupta, R.; Müller, G. A.; Schaaf, P.; Lieb, K. P. Interface mixing and phase transformations in Xe-ion-irradiated Co/Fe bilayers. *Applied Physics Letters* **84**, 3915 (2004).
- 15 Cullity, B. D. *Introduction to magnetic materials*. New Jersey: Wiley. 1972.
- 16 Akulov, N. S. *Zeit. fur Phys.* **54**, 582 (1929).
- 17 Osborn, J. A. Demagnetizing factors of the general ellipsoid. *Physical Review* **67**, 351 (1945).
- 18 Stoner, E. C. The demagnetizing factors for ellipsoids. *Philosophical Magazine* **36**, 803 (1945).
- 19 Durand, O.; Childress, J. R.; Galtier, P.; Bisaro, R.; Schuhl, A. Origin of the uniaxial magnetic anisotropy in Fe films grown by molecular beam epitaxy. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **145**, 111 (1995).
- 20 Postava, K.; Jaffres, H.; Schuhl, A.; Nguyen Van Dan, F.; Goiran, M.; Fert, A. R. Linear and quadratic magneto-optical measurements of the spin reorientation in epitaxial Fe films on MgO. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **172**, 199 (1997).
- 21 Daboo, C.; Gester, M.; Gray, S. J.; Bland, J. A. C.; Hicken, R. J., Gu, E.; Ploessl, R., Chapman, J. N. Magnetic anisotropy and magnetization reversal in Fe films grown on GaAs (001) and (100). *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* **148**, 262 (1995).
- 22 Maurício Cougo dos Santos. Estudo da anisotropia magnética em filmes finos de Fe crescidos sobre Si(111). *Dissertação de mestrado*, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Junho de 1999.