

Universidade Federal do Rio Grande do Sul
Programa de Pós-Graduação em Física

Modificação do efeito de *exchange bias* por inserção
de Fe na interface IrMn/Co: tratamento térmico e
irradiação iônica

Josiane Bueno Salazar

Dissertação de Mestrado

Porto Alegre, 28 de junho de 2012

Universidade Federal do Rio Grande do Sul
Programa de Pós-Graduação em Física

Modificação do efeito de *exchange bias* por inserção
de Fe na interface IrMn/Co: tratamento térmico e
irradiação iônica[†]

Josiane Bueno Salazar

Dissertação realizada sob orientação do Prof.
Dr. Luis Gustavo Pereira e co-orientação do
Prof. Dr. Pedro Luis Grande, apresentada
ao Programa de Pós-Graduação em Física da
UFRGS como requisito parcial para a obtenção
do título de Mestre em Física.

Porto Alegre

2012

[†]Trabalho parcialmente financiado pela Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico – CNPq

*“Farthest from your mind is the thought of falling back;
in fact, it isn’t there at all.
And so you dig your hole carefully and deep,
and wait.”*

Currahee Scrapbook

Agradecimentos

Agradeço primeiramente à meus pais, Eliseu e Núbia, que apesar dos pesares, deram todo o apoio necessário, possibilitando para que eu chegasse até aqui, de forma tranquila e segura. Um obrigado muito especial para eles.

Ao Professor Dr. Luis Gustavo Pereira, que não gosta de títulos e prefere ser chamado de Gugu, por toda a ajuda e incentivo durante todos estes anos de orientação, pelas conversa úteis e inúteis e por todo o aprendizado que proporcionaste.

Aos Professores Julian Geshev e Pedro Luis Grande, pela colaboração e discussões que ajudaram na compreensão deste trabalho.

Aos meus colegas de laboratório por fazerem do ambiente de trabalho um lugar melhor, com café, bobagens, risadas, churrascos, e um pouco de discussões úteis também. À Deise, Artur e Thiago pela "parceria confirmada do LAM" nos turismos científicos. Ao Thiago por toda a ajuda no \LaTeX .

Ao meu namorado Gabriel por estar sempre ao meu lado, na saúde e na doença, nas alegrias e nas tristezas... *ooh, wait*. Bem, sem ele com certeza este trabalho não teria se desenvolvido. Obrigada pelas conversas, pelo apoio e por tentar me entender.

Aos meus sogros, Dálmio e Maria do Horto, por todo apoio, carinho e atenção que me deram desde que eu entrei na família.

À todos os meus amigos, tanto os colegas de graduação e mestrado, quanto os da <Street Fighter>, que estiveram presentes na minha vida nestes últimos anos, tornando tudo mais fácil, pelas risadas, festas, jantares, viagens, arenas, bgs, dungeons e raids. Aos amigos também que mesmo longe, estavam sempre por perto.

À Blizzard pelos jogos desenvolvidos, úteis para aliviar o stress da faculdade.

Ao Laboratório de Magnetismo e Materiais Magnéticos da UFSM pelo forno resistivo e por receber tão bem o pessoal do LAM.

Ao Laboratório de Implantação Iônica da UFRGS pelas irradiações realizadas.

Ao Seu Otelo pelas medidas de raios-X.

À C. Deranlot e F. Petroff pelas amostras.

À CNPq pelo auxílio financeiro.

Lista de Abreviações

AF Antiferromagnético/antiferromagneto

AGFM *Alternating gradient force magnetometer* (Magnetômetro de gradiente de força alternada)

DC *Direct current* (Corrente contínua)

EB *Exchange bias*

FM Ferromagnético/ferromagneto

H Campo magnético

H_C Campo coercivo

H_{EB} Campo de *exchange bias*

IF Instituto de Física

LAM Laboratório de Magnetismo

LII Laboratório de Implantação Iônica

LMMM Laboratório de Magnetismo e Materiais Magnéticos

M Magnetização

M_S Magnetização de saturação

RF Rádio frequência

T_B Temperatura de bloqueio

T_C Temperatura de Curie

T_N Temperatura de Néel

UFRGS Universidade Federal do Rio Grande do Sul

UFSM Universidade Federal de Santa Maria

Sumário

Lista de Figuras	ix
Resumo	xi
Abstract	xii
Introdução	1
1 Revisão Teórica	5
1.1 Ordenamentos Magnéticos	5
1.2 Anisotropia Magnética	7
1.2.1 Anisotropia Magnetocristalina	7
1.2.2 Anisotropia de Forma	10
1.3 <i>Exchange-Bias</i>	11
1.4 Irradiação Iônica	16
2 Procedimentos Experimentais	18
2.1 AGFM	18
2.2 Tratamento Térmico	21
2.3 Irradiação de Íons	22
3 Amostras	24
3.1 Histórico	24
3.2 Motivação	26
3.3 Fabricação das Amostras	28

3.4	Caracterização Estrutural	29
4	Resultados e Discussões	32
4.1	Medidas de Magnetização	33
4.2	Evolução de H_{EB} em função de t_{Fe}	37
4.3	Comportamento da Coercividade	40
4.4	Dependência de H_{EB} em função da fluência	43
4.5	Discussões	44
5	Conclusões	49
	Referências	52
	Apêndice A – Curvas de Histerese	56
A.1	IrMn/Co	57
A.2	IrMn/Fe _{0.25} /Co	58
A.3	IrMn/Fe _{0.50} /Co	59
A.4	IrMn/Fe _{0.75} /Co	60
A.5	IrMn/Fe _{1.00} /Co	61
A.6	IrMn/Fe _{1.50} /Co	62

Lista de Figuras

1	Representação dos ordenamentos ferromagnético (FM) e antiferromagnético (AF).	5
2	Magnetização de saturação em função da temperatura para Fe, Co e Ni. . .	6
3	Curva de Bethe-Slater.	7
4	Curvas de magnetização para o ferro.	8
5	Curvas de magnetização para o cobalto.	10
6	Campo desmagnetizante.	10
7	Modelo intuitivo do EB.	12
8	Esquema representativo das interfaces compensada e não-compensada. . . .	13
9	Representação esquemática de uma interface FM/AF.	14
10	Poder de freamento nuclear e eletrônico de íons de He em um alvo de Si. .	17
11	Mudança de H_{EB} e de H_C em sistemas de IrMn/Cu/Co.	17
12	Configuração do AGFM.	19
13	Diagrama esquemático do AGFM.	20
14	Curva de histerese de um sistema que apresenta EB.	21
15	Diagrama esquemático do forno resistivo.	22
16	Esquema da câmara de irradiação iônica.	23
17	H_{EB} em função de t_{Cu}	25
18	H_{EB} em função de $t_{Al_2O_3}$	25
19	H_{EB} em função de t_{Cr}	26
20	Dependência de H_{EB} e H_C em função da quantidade de impureza inserida δ na interface Co/IrMn.	27

21	Amostras estudadas.	29
22	Difração de raios-X para o sistema IrMn/Fe(t_{Fe})/Co no estado como-feita.	31
23	Curvas de histerese para as amostras de IrMn/Fe(t_{Fe})/Co, como-feitas e submetidas a tratamento térmico, na direção de fácil magnetização.	35
24	Curvas de histerese para as amostras de IrMn/Fe(t_{Fe})/Co, submetidas a irradiação iônica em diversas fluências, na direção de fácil magnetização.	36
25	Dependência de H_{EB} e H_C das amostras tratadas termicamente em função da espessura da camada de Fe.	37
26	Comparação entre as camadas espaçadoras Fe, Cu, Cr e Al ₂ O ₃ no sistema IrMn/Co.	38
27	Dependência de H_{EB} e H_C das amostras irradiadas em função da espessura da camada de Fe, para as diversas fluências utilizadas.	39
28	Dependência de H_{C1} e H_{C2} das amostras tratadas termicamente em função da espessura da camada de Fe.	40
29	Dependência de H_{C1} e H_{C2} das amostras irradiadas em função da espessura da camada de Fe, para as diversas fluências utilizadas.	41
30	Dependência de H_{C1} e H_{C2} em função do tipo de tratamento utilizado, para as espessuras da camada espaçadora de Fe.	42
31	Dependência do H_{EB} em função da fluência utilizada durante a irradiação iônica.	43
32	Comparação entre as curvas obtidas experimentalmente e o ajuste, para H_{EB} em função de t_{Fe}	47
33	Curvas de histerese da amostra sem espaçador.	57
34	Curvas de histerese da amostra com espaçador de Fe=0.25 nm.	58
35	Curvas de histerese da amostra com espaçador de Fe=0.50 nm.	59
36	Curvas de histerese da amostra com espaçador de Fe=0.75 nm.	60
37	Curvas de histerese da amostra com espaçador de Fe=1.00 nm.	61
38	Curvas de histerese da amostra com espaçador de Fe=1.50 nm.	62

Resumo

Neste trabalho é apresentado um estudo sistemático sobre as modificações do fenômeno *exchange bias* (EB) quando há a inserção de uma camada espaçadora magnética no sistema IrMn/Co, com o objetivo de melhor entender a relação interfacial deste. Foram fabricadas, via *magnetron sputtering*, tricamadas do tipo IrMn/Fe(t_{Fe})/Co, onde a espessura da camada de Fe varia entre 0,25 e 1,50 nm. Para a otimização do efeito de EB, as amostras foram submetidas a dois tipos de tratamento *post-situ*: tratamento térmico, em uma temperatura de 210 °C, na presença de um campo magnético externo de 2,1 kOe; e irradiação iônica com íons He⁺, a uma energia de 40 keV, em seis fluências diferentes e campo magnético aplicado de 5,5 kOe. As caracterizações magnética e estrutural foram feitas utilizando um magnetômetro de gradiente de força alternada (AGFM) e um difratômetro de raio-x, respectivamente.

Os padrões de difração indicam que o IrMn cresce com textura (111) em todas as amostras, importante para a observação do EB. Uma análise do campo de deslocamento em função da espessura da camada espaçadora de Fe apresenta um aumento inicial significativo do H_{EB} , com um valor máximo em $t_{\text{Fe}}=0,5$ nm, seguido de um decréscimo gradual. Este comportamento é observado tanto para as amostras tratadas termicamente como para as submetidas a irradiação iônica. Isto pode ser explicado com dois mecanismos diferentes. O aumento inicial ainda não está bem entendido, mas uma possível explicação é o acréscimo na quantidade de *spins* interfaciais não-compensados, visto que para as baixas espessuras não se tem uma camada contínua de Fe. Outra hipótese seria a formação de ligas na interface que apresentem uma interação de troca mais intensa, como IrMnFe. As camadas espaçadoras com espessuras maiores que 0,5 nm já poderiam estar completas, apresentando ordem ferromagnética, e assim causando a diminuição do EB.

Abstract

In this work we present a systematic study of the modifications on *exchange bias* (EB) phenomenon when a magnetic spacer layer is inserted in the IrMn/Co system, in order to better understand its interfacial relation. IrMn/Fe(t_{Fe})/Co trilayers were prepared via magnetron sputtering, with Fe thicknesses between 0.25 and 1.50 nm. The EB effect was optimized using two different post-situ treatments: thermal annealing, at 210 °C, in the presence of an external magnetic field of 2.1 kOe; and 40 keV He ion irradiation with six different fluencies in the presence of an external magnetic field of 5.5 kOe. Magnetic and structural characterizations were made using an alternating gradient force magnetometer (AGFM) and a x-ray diffractometer, respectively.

The diffraction pattern indicates an (111) textured growth of IrMn in all samples, important for the EB observation. An analysis of the exchange bias field in function of the Fe spacer layer thickness shows a significant initial increase of the H_{EB} , with a maximum value at $t_{\text{Fe}}=0.5$ nm, followed by a gradual decrease. This behavior is observed for both annealed and irradiated samples. This can be explained by two different mechanisms. The initial enhancement is not yet well understood, but a possible explanation is an increase in the number of uncompensated interfacial spins, seeing that, for low thicknesses, the Fe layer is not continuous. Another hypothesis is the formation of alloys in interface, which may present a stronger exchange interaction, e.g., IrMmFe. The spacer layers with thicknesses larger than 0.5 nm could already be complete, presenting ferromagnetic order, thus causing the observed decrease in EB.

Introdução

O estudo de sistemas magnéticos de baixa dimensionalidade tem recebido uma atenção especial nas últimas décadas. Entre os motivos de tal interesse estão a fronteira de conhecimento e as aplicações tecnológicas a que estas estruturas podem levar. Do ponto de vista do conhecimento básico, em especial para o magnetismo, temos a possibilidade de estudar o comportamento da matéria quando em situação de diferentes vizinhanças, onde os efeitos gerados pelas anisotropias espaciais levam a um comportamento diferente daquele que observamos num sistema massivo. Em geral, em sistemas massivos tem-se que o comportamento magnético é dado principalmente pelo corpo e os efeitos de interface não ficam evidentes. Entretanto, em filmes finos as contribuições da interface são significativas. Conhecer e entender os efeitos devidos às anisotropias é fundamental para a descrição das propriedades da Física de Estado Sólido. Por outro lado, a aplicação destes dispositivos em produtos tecnológicos tem crescido significativamente, principalmente no uso em mídias de informação. A gravação magnética teve um grande progresso nas últimas cinco décadas. A quantidade de informação por unidade de área tem aumentado por muitas ordens de grandeza. Por exemplo, em 1956 os discos magnéticos tinham 2 kbits/pol², enquanto atualmente tem 100 Gbits/pol². Essa impressionante conquista está fortemente ligada com o progresso na redução das áreas magnetizadas controláveis (aumento da densidade superficial de bits) bem como a otimização do tamanho das mídias de leitura-gravação. Atualmente a maioria dos dispositivos magneto-eletrônicos são baseados nos efeitos de Magnetoresistência Gigante (GMR - *Giant Magnetoresistance*)^[1] e de Magnetoresistência Túnel (TMR - *Tunneling Magnetoresistance*)^[2]. O componente principal destes dispositivos é a válvula de *spin*, que consiste basicamente de uma multicamada com materiais ferromagnético (FM), antiferromagnético (AF) e metálico não-magnético (NM). Uma estrutura simples em que se observe a GMR é do tipo AF/FM/NM/FM. O transporte eletrônico através da estrutura é controlado por meio da orientação relativa dos *spins* nas camadas adjacentes FM. A mudança na configuração das camadas FM, de paralela para antiparalela é realizada pela aplicação de campo magnético externo. O comportamento magnético da camada FM acoplada à camada AF é influenciado pelo fenômeno *exchange bias* (EB), que tem relação com a anisotropia unidirecional induzida

na interface AF/FM, sob certas condições.

O fenômeno de *exchange bias*, cuja manifestação mais comum é o deslocamento em campo do ciclo de histerese magnética, chamado campo de *exchange bias* (H_{EB}), apesar de ter sido descoberto em 1956^[3, 4], ainda motiva muitas questões. Em especial a forma da interação interfacial. Por ser uma interação de contato, onde apenas os átomos mais próximos da interface conduzem o efeito, o EB apresenta-se como um fenômeno onde a importância da vizinhança é fundamental. Existem outros fatores, como por exemplo a estrutura do material AF, o tipo de interação AF/FM etc. Uma das possíveis formas de verificar as interações AF/FM está em inserir na interface um terceiro elemento. Este pode ser metálico (ferromagnético ou não) ou isolante. Recentes trabalhos feitos com inserção de metais não-ferromagnéticos e isolantes mostraram uma significativa dependência do efeito com o tipo, bem como as espessuras, do material inserido. Em especial, trabalhos realizados no Laboratório de Magnetismo (LAM) do Instituto de Física (IF) da UFRGS, onde foram estudados sistemas do tipo AF/NM/FM, apresentaram resultados significativos. Nicolodi *et al*^[5, 6] mostraram que um sistema com espaçador de cobre apresenta uma diminuição de H_{EB} com o aumento da espessura da camada de cobre, concluindo-se que a interação AF/FM desse sistema é de contato. Esses resultados motivaram novos trabalhos, que foram feitos utilizando-se camadas espaçadoras com materiais diferentes, como: Al_2O_3 ^[7, 8], que também apresenta uma diminuição do *exchange bias* em função da espessura da camada espaçadora, porém mais abrupta; e Cr^[8], com um resultado bastante peculiar, onde H_{EB} se comporta de forma oscilatória em função da espessura da camada de cromo.

Para o estudo com materiais metálicos ferromagnéticos, atualmente na literatura, encontram-se muitos trabalhos que envolvem esse tipo de estrutura. Ni *et al*^[9] estudaram o sistema IrMn/ $Co_{0.9}Fe_{0.1}$, para o qual observa-se um aumento significativo no EB com a inserção de uma camada "espaçadora" de $Co_{0.6}Fe_{0.4}$. Para a espessura da camada inserida $t=10 \text{ \AA}$, há um aumento de 170 Oe no valor do H_{EB} comparado com a amostra sem espaçador. Em outro trabalho, de Kuanr *et al*^[10], foi mostrado que filmes de IrMn/ $Fe(t_{Fe} \text{ nm})$ /IrMn apresentam uma diminuição do EB com o aumento de t_{Fe} . Zhang *et al*^[11] estudaram a competição entre os *spins* AF presos e os rodáveis, em sistemas de MgO/Fe/IrMn. Os resultados mais interessantes, que se relacionam com este trabalho, são apresentados por Ali *et al*^[12] que estudaram a influência de diferentes materiais espaçadores, magnéticos e não-magnéticos, na interface do sistema Co/IrMn. Para os espaçadores de Fe, $Ni_{0.8}Fe_{0.2}$ (conhecido também como *Permalloy*, ou apenas Py) e Ni foi observado um aumento do EB, seguido por uma diminuição, em função da espessura da

camada espaçadora. Estes dois últimos trabalhos serão melhor comentados na seção 3.2.

Outra área de pesquisa interessante tanto do ponto de vista do desenvolvimento tecnológico como da pesquisa básica, é o uso de feixes de íons para modificação de propriedades magnéticas. Irradiações iônicas podem ser feitas usando-se íons leves, onde não há um aquecimento macroscópico do sistema, e se observa apenas um ordenamento químico de curto alcance^[13, 14]; ou íons de energia mais alta, onde o ordenamento também está presente, sendo a causa o aquecimento macroscópico^[15, 16]. Usando a irradiação com íons leves na presença de um campo magnético, sistemas que apresentam *exchange bias* podem apresentar comportamentos diferentes, como: aumento no valor de H_{EB} e mudança na sua direção^[17, 18, 19, 20, 21], devido à mistura interfacial^[22]; ou redução e até mesmo supressão do H_{EB} ^[23], visto que há criação de defeitos no material antiferromagnético^[24]. Seguindo estas idéias, também foram feitos alguns trabalhos no LAM. Schafer^[25] mapeou a importância de parâmetros como energia, corrente e fluência da irradiação em filmes como-feitos de IrMn/Co e IrMn/Cu/Co. De acordo com o estudo, o íon de He com energia 40 keV é o mais indicado para a otimização do efeito do EB. Foram também analisados os efeitos da fluência e da corrente no sistema IrMn/Cu/Co^[26], no qual se observa que, para fluências mais altas, houve uma completa reorientação dos eixos fáceis de ambos FM e AF de acordo com a direção e o sentido do campo aplicado durante a irradiação. Num segundo trabalho^[27], os resultados mostraram claramente uma dependência de H_{EB} com os defeitos causados pelo bombardeamento iônico em bicamadas de IrMn/Co.

Dentro do contexto apresentado acima, torna-se importante um estudo sistemático para a análise do comportamento dos efeitos de interface com diferentes combinações entre materiais ferromagnéticos e o antiferromagnético IrMn. É necessário conhecer não somente as interações, como também os efeitos das modificações *post-situ*, como por exemplo, tratamento térmico e irradiações por íons, e confrontar os novos resultados com os já conhecidos. O objetivo deste trabalho é entender melhor o fenômeno EB, e para tal é importante o estudo da interface AF/FM. Foram fabricadas multicamadas do tipo AF/FM1/FM2 (AF = IrMn, FM1 = Fe e FM2 = Co), com o intuito de observar o comportamento quando há a inserção de um material ferromagnético como espaçador, com diferentes valores de espessura. Com o propósito de "ativar" o efeito de EB, as amostras foram submetidas a tratamento térmico com aplicação de baixo campo magnético, bem como irradiação iônica com He^+ na presença de alto campo magnético. Também foram estudados os efeitos de diferentes fluências de irradiação.

Este trabalho está dividido da seguinte forma: um capítulo inicial com conceitos

teóricos básicos, como ordenamentos magnéticos, anisotropia magnética, *exchange bias* e irradiação iônica; no segundo capítulo são descritas as técnicas experimentais utilizadas para tratamentos e caracterização magnética; o terceiro capítulo apresenta as amostras utilizadas neste trabalho, bem como a caracterização estrutural destas; o quarto capítulo mostra os resultados obtidos e uma breve discussão e no quinto capítulo são feitas as conclusões do trabalho. Referências bibliográficas e um apêndice, contendo a totalidade dos resultados obtidos, estão dispostos logo após o último capítulo.

1 Revisão Teórica

Neste capítulo serão apresentados os principais aspectos teóricos relativos ao assunto desta dissertação, dando maior importância àqueles tópicos que serão usados nas análises. Esta revisão começa com a seção sobre ordenamentos magnéticos, fundamental para o entendimento do comportamento dos sistemas que apresentam *exchange bias*. A seguir é introduzida uma seção sobre anisotropias magnéticas, onde as anisotropias magnetocristalina e de forma são apresentadas. Embora o EB leve a um tipo de anisotropia magnética, preferimos situar este assunto numa seção especial, por ser o tema deste trabalho. Por fim, na última seção, é apresentada uma breve discussão sobre irradiação iônica em sólidos.

1.1 Ordenamentos Magnéticos

De uma forma simples, podemos classificar os sistemas como não magnéticos, paramagnéticos e magnéticos. Este último ainda se subdivide em classes associadas ao tipo de ordenamento, isto é, como os momentos adjacentes estão alinhados. Este arranjo pode apresentar estruturas que vão das mais simples à extremamente complexas. Felizmente, no nosso caso, podemos realizar análises suficientemente satisfatórias usando apenas duas destas. Os filmes estudados neste trabalho apresentam dois tipos de ordenamentos magnéticos: ferromagnetismo e antiferromagnetismo. Os materiais ferromagnéticos^[28, 29, 30, 31](FM) são caracterizados por possuírem uma magnetização \mathbf{M} espontânea e macroscópica, ou seja, apresentam uma orientação paralela [figura 1] de seus momentos magnéticos, mesmo na ausência de um campo externo.

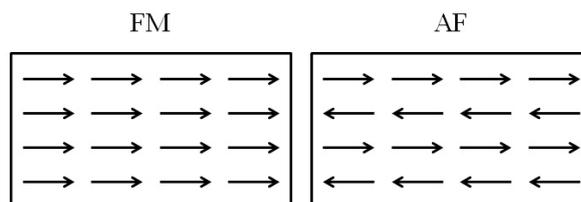


Figura 1: Representação dos ordenamentos ferromagnético (FM) e antiferromagnético (AF).

Quando aplicado um campo, a magnetização pode atingir um valor máximo, conhecido como magnetização de saturação (M_S)^[28], que é dependente da temperatura, como mostra a figura 2. Há uma temperatura crítica T_C , chamada temperatura de Curie, na qual M_S atinge um valor nulo, e acima desta o material deixa de ser ferromagnético, tornando-se paramagnético.

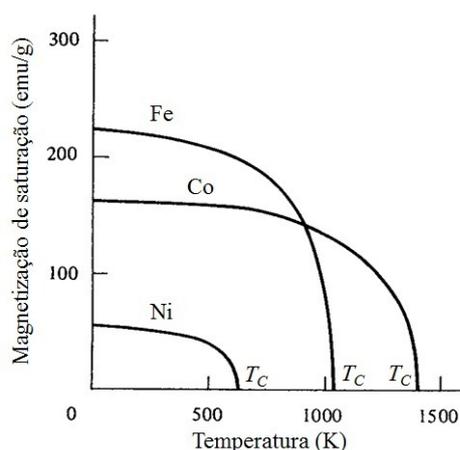


Figura 2: Magnetização de saturação em função da temperatura para Fe, Co e Ni^[28].

Já os materiais antiferromagnéticos (AF) são aqueles que tem seus momentos magnéticos alinhados antiparalelamente [figura 1], ou seja, apresentam duas sub-redes ferromagnéticas idênticas e interpenetrantes cujos momentos são opostos, totalizando uma magnetização espontânea nula. Neste caso também há uma temperatura crítica, na qual o material perde o caráter AF, conhecida como temperatura de Néel, T_N .

Os materiais ferromagnéticos raramente apresentam uma magnetização natural, e a primeira tentativa de explicação para este fato foi dada por Pierre Weiss^[32, 33], onde diz que o FM subdivide-se em pequenas regiões, chamadas de domínios, menores que o tamanho da amostras, mas maiores que as distâncias interatômicas. Cada domínio apresenta um valor de M_S orientado aleatoriamente, de modo que o momento magnético macroscópico seja nulo. A interação entre esses domínios seria dada por um campo magnético efetivo, chamado campo molecular, que alinharia os momentos magnéticos em uma certa direção. Mas para Weiss era desconhecida a origem física desse campo. Em 1928^[34], Heisenberg mostrou que este campo resulta da interação de troca (*exchange*) entre momentos magnéticos vizinhos, de acordo com^[28]:

$$E_{\text{ex}} = -2J_{\text{ex}}\mathbf{S}_i \cdot \mathbf{S}_j, \quad (1.1)$$

onde J_{ex} é a integral de troca e \mathbf{S}_i e \mathbf{S}_j são os momentos magnéticos dos sítios i e j ,

respectivamente. Quando $J > 0$, é favorecido o alinhamento paralelo dos *spins*, proporcionando o comportamento ferromagnético; por outro lado, quando $J < 0$, é favorecido o alinhamento antiparalelo dos *spins*, dando origem ao antiferromagnetismo.

O significado da integral de troca é melhor compreendido de acordo com a curva de Bethe-Slater [figura 3], onde é mostrada a variação da integral de troca em função da razão r_a/r_{3d} , onde r_a é o raio do átomo e r_{3d} é o raio da sua camada eletrônica 3d.

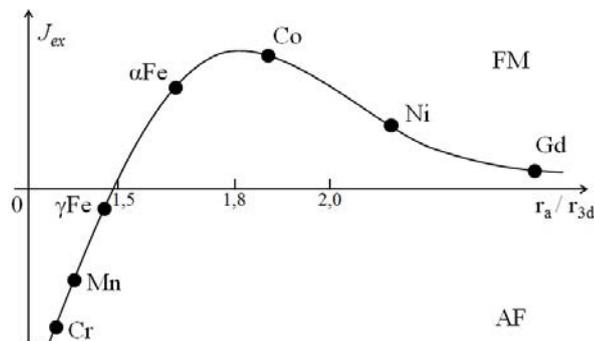


Figura 3: Curva de Bethe-Slater.

1.2 Anisotropia Magnética

Anisotropia magnética está relacionada com a energia livre do ferromagneto, que depende da direção da magnetização em relação a sua disposição espacial^[35]. Este material apresenta respostas magnéticas 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. O estudo das anisotropias é muito importante, tanto do ponto de vista da pesquisa básica quanto nas aplicações tecnológicas.

Existem vários tipos de anisotropias, mas serão apresentadas as pertinentes a este trabalho: magnetocristalina e de forma. As anisotropias de *exchange* e a rodável serão comentadas na seção 1.3 deste trabalho.

1.2.1 Anisotropia Magnetocristalina

De todas as anisotropias possíveis para um sistema, a magnetocristalina é a única intrínseca do material. Se refere à uma orientação preferencial em relação aos eixos ou planos cristalinos devido à estrutura atômica. A origem desta anisotropia está nos acoplamentos *spin-órbita* e *órbita-rede*, que corresponde a um acoplamento entre os *spins* e o movimento orbital dos elétrons^[36]. Sob a ação de campo magnético externo, os *spins*

são reorientados, e assim também a órbita dos elétrons. Mas a órbita é fortemente ligada à rede e resiste a esta variação, sendo necessário um campo maior para orientar os *spins* fora dos eixos preferenciais.

Os filmes estudados apresentam dois tipos de materiais FM: ferro e cobalto, e as características principais em termos de estrutura e anisotropia serão apresentadas.

O ferro apresenta uma estrutura cúbica de corpo centrado (b.c.c.), e quando submetido a um campo magnético em diferentes direções, apresenta as curvas de histerese ($M \times H$), representadas na figura 4. Na direção $\langle 100 \rangle$, com pequenos valores de campo aplicado H , em torno de 100 Oe, pode-se obter a saturação de M . Assim dizemos que essa direção é de fácil magnetização. Correspondentemente, o eixo $\langle 111 \rangle$ é chamado difícil, ou "duro".

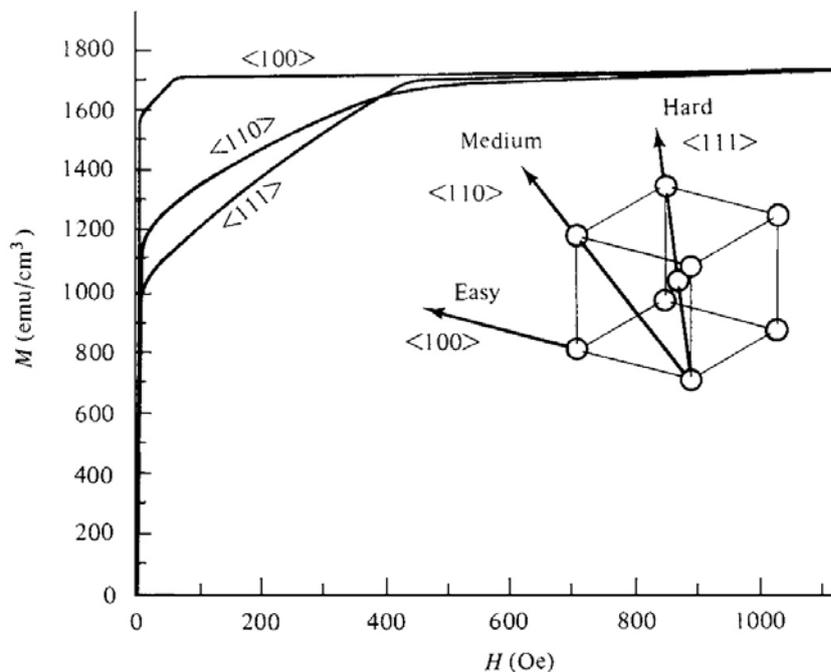


Figura 4: Curvas de magnetização para o ferro^[28].

O trabalho realizado pelo campo magnético externo ao mudar a direção dos momentos magnéticos locais, é armazenado pelo material na forma de energia potencial. A energia magnetocristalina será aquela armazenada quando o material é saturado numa determinada direção. Para o caso de um cristal cúbico será denotada por E_{cub} . Em 1929, o físico russo Akulov^[37] mostrou que esta energia pode ser expressa em termos de uma expansão em série dos cossenos diretores (α_i) de M_S relativos aos eixos cristalográficos. Em geral, para sistemas cúbicos de corpo centrado, a energia magnetocristalina pode ser expressa como:

$$E_{\text{cub}} = K_0 + K_1 (\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2) + K_2 (\alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2) + \dots, \quad (1.2)$$

onde K_0, K_1, K_2, \dots são constantes que dependem do material e da temperatura. O primeiro termo é angularmente independente, ou seja, não contribui para a anisotropia, podendo ser desprezado, como também acontecerá com K_2 quando este for muito pequeno. Quando K_2 for zero, a direção fácil de magnetização será determinada pelo sinal de K_1 . Se K_1 é positivo, $E_{100} < E_{110} < E_{111}$, e $\langle 100 \rangle$ será a direção fácil, pois E_{cub} é mínima quando M_S está nesta direção. Para K_1 negativo a direção de fácil magnetização será a $\langle 111 \rangle$. Se K_2 for diferente de zero, a direção fácil dependerá dos valores de K_1 e K_2 , de acordo com a seguinte tabela.

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

Tabela 1: Direções de fácil, média e difícil magnetização em cristais cúbicos^[28].

Para o cobalto, na fase cristalina hexagonal compacta (h.c.p.), as curvas de magnetização são mostradas na figura 5. Nestas estruturas, a direção de fácil magnetização será o eixo hexagonal c , e as de difícil serão as direções do plano basal. Assim, a energia de anisotropia dependerá de apenas um ângulo, o ângulo θ entre M_S e o eixo c , e a anisotropia poderá ser dita uniaxial. Essa energia, é descrita por^[28],

$$E_{\text{hex}} = K_0 + K_1 \sin^2 \theta + K_2 \sin^4 \theta + \dots, \quad (1.3)$$

onde K_1 e K_2 são constantes positivas. Quando θ for zero, a energia será mínima e o eixo c será de fácil magnetização. Entretanto, o cobalto, quando em forma de filme fino, pode apresentar uma estrutura cristalina f.c.c.

O cobalto é o único elemento que numa liga aumenta substancialmente a temperatura de Curie e a magnetização de saturação do ferro. Geralmente, ligas de Fe-Co são usadas onde são necessárias alta magnetização de saturação e alta temperatura de Curie. Ligas onde há de 30 a 50% de Co, apresentam magnetização de saturação (à temperatura ambiente) 10% maior que o ferro, e temperatura de Curie limitada por uma transformação de fase de b.c.c. para f.c.c., abaixo de 1000°C. As ligas 50-50, tem baixa anisotropia e

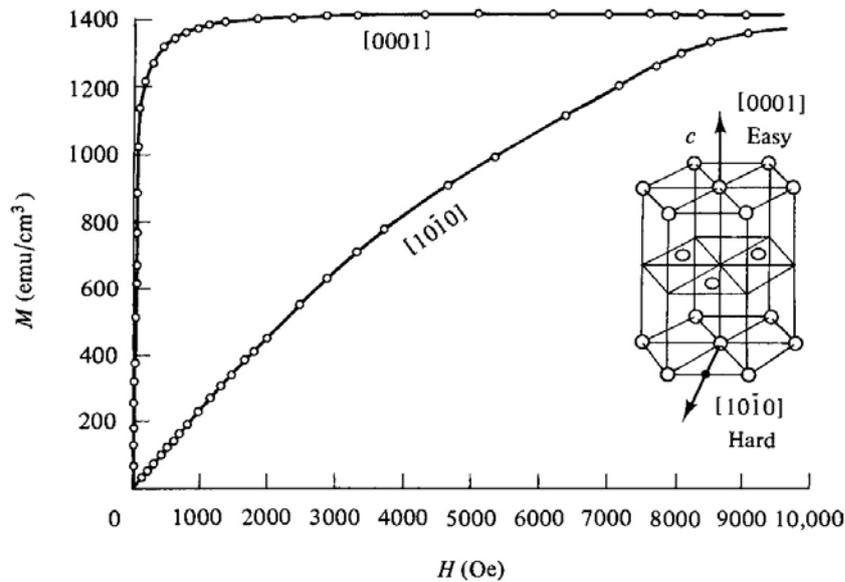


Figura 5: Curvas de magnetização para o cobalto^[28].

alta permeabilidade, mas desenvolvem rapidamente uma ordem de longo alcance que as tornam frágeis. Ligas com pouco Co tem menos propriedades magnéticas macias que o desejável.

1.2.2 Anisotropia de Forma

Devido à sua baixa dimensionalidade, os filmes finos apresentam uma grande anisotropia de forma, conhecida também como anisotropia magnética dipolar, que geralmente força a magnetização a recair sobre o plano do filme. Uma amostra magnetizada possui pólos na superfície que formam um campo contrário à magnetização, sendo portanto chamado de campo desmagnetizante H_d , que dá origem a uma energia magnetostática, resultando assim na anisotropia. Este campo desmagnetizante não será igual em todas as direções, criando um ou mais eixos preferenciais de magnetização [figura 6].

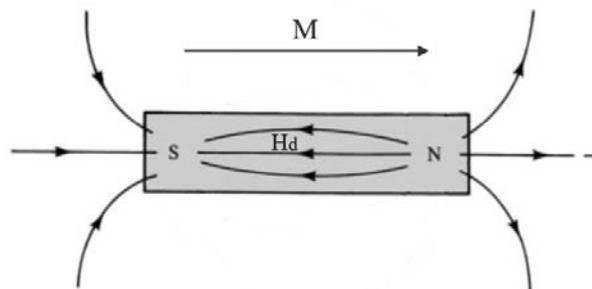


Figura 6: Campo desmagnetizante^[28].

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

$$H_d = N_d M , \quad (1.4)$$

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 filme é mais alongado. A magnetização irá permanecer nesta direção, quando não há um campo magnético externo aplicado, e isso é devido a energia magnetostática, dada por

$$E = \frac{1}{2} N_d M^2 , \quad (1.5)$$

Geralmente, o cálculo de N_d é muito complexo, a menos que a magnetização seja uniforme, ou até impossível se N_d variar a cada ponto da amostra. Para que um campo uniforme consiga induzir uma magnetização uniforme em um sistema isotrópico, este sistema deve ter a forma de um elipsóide, cuja soma dos fatores desmagnetizantes ao longo dos três eixos ortogonais é uma constante igual a 1 (no sistema SI). Para uma esfera generalizada, onde os fatores são iguais, N_d é igual a $\frac{1}{3}$ (SI). Filmes finos, podem ser aproximados de um esferóide oblato, ou seja, quando a altura é muito menor do que o plano (largura \times profundidade). Neste caso, o fator desmagnetizante no plano achatado do esferóide é praticamente nulo e na direção normal é constante e igual a 1 (SI).

1.3 *Exchange-Bias*

O fenômeno *exchange bias* (EB) tem origem na interação entre um sistema FM e um AF, e uma das suas manifestações mais conhecidas consiste no deslocamento em campo do ciclo de histerese magnética, conhecido como campo de *exchange bias* (H_{EB}). Devido ao acoplamento de troca entre os momentos magnéticos dos dois materiais, cria-se um eixo fácil de magnetização ao longo do qual é induzido um campo de anisotropia unidirecional, causado por um torque microscópico dos *spins* AF interfaciais agindo sobre os *spins* do FM. Uma característica importante é que, para que seja observado o deslocamento, o material AF deve apresentar anisotropia maior que a do FM. A origem deste fenômeno ainda não está suficientemente compreendida, e o problema está em não haver um conhecimento total da estrutura na interface.

Este efeito foi descoberto por Meiklejohn e Bean em 1956^[3, 4] em partículas de Co cobertas por uma fina camada de CoO (que funciona como um AF). Para este sistema foi observado que a curva de magnetização pode ter seu centro de simetria deslocado por

um campo de *bias* de 2 kOe após o sistema ter sido resfriado até 77 K sob a influência de um campo magnético de 10 kOe.

Um modelo intuitivo foi discutido por Nogués *et al*^[38], considerando uma bicamada FM/AF, como se pode ver na figura 7. Num regime onde haja um campo magnético \mathbf{H}_{ann} aplicado em uma temperatura $T_N < T < T_C$, a camada FM se encontrará no estado ferromagnético, ou seja, seus *spins* estarão alinhados com a direção do campo. Por outro lado, o AF será paramagnético, sem orientação definida para os *spins* [figura 7(a)]. Assim que o sistema começa a se resfriar, $T_N > T$, os *spins* interfaciais da camada AF começarão a se alinhar com os da camada FM, e as camadas subsequentes do AF se alinharão antiparalelamente, pois este se encontra agora em seu estado original antiferromagnético [figura 7(b)]. É importante salientar que neste modelo, a anisotropia do material AF é maior que a do FM.

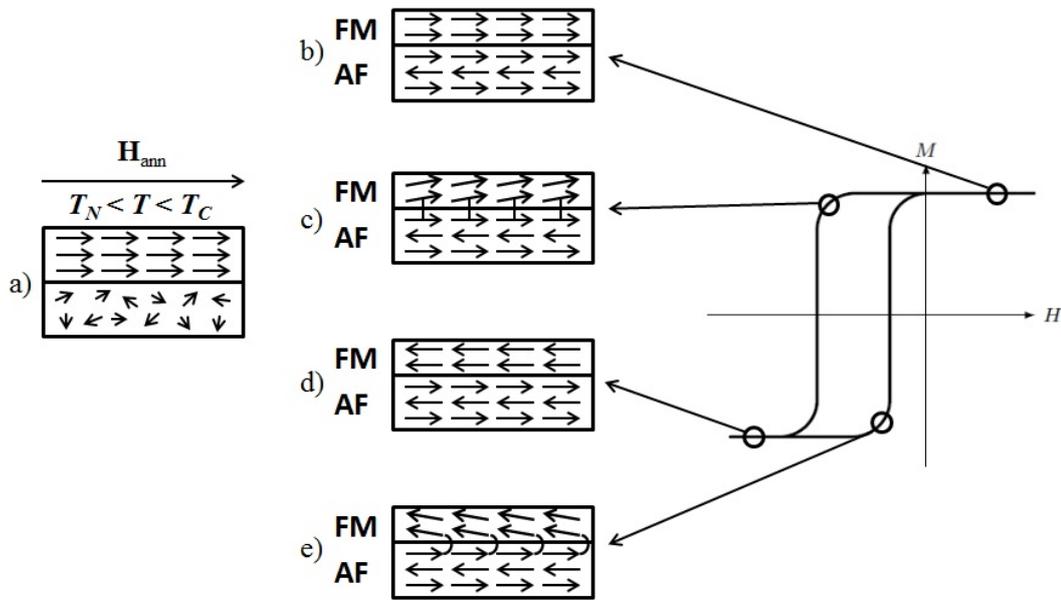


Figura 7: Modelo intuitivo do EB^[38].

Durante o processo de medida da curva de histerese, tem-se a reversão do campo magnético, com uma redução da sua magnitude, até que se torne nulo e comece a inverter o sentido. Neste momento, a tendência dos *spins* FM é se reorientar com o novo sentido, porém os da camada AF permanecem fixos à sua anisotropia, de tal modo que impedem esta reorientação, exercendo um torque sobre os *spins* FM [figura 7(c)]. Assim, é exigido um campo de magnitude maior para que este torque seja vencido e a camada FM consiga se reorientar, chegando na saturação [figura 7(d)]. Entretanto, quando há uma nova reversão do campo, o torque exercido pelos *spins* AF favorece a rotação dos *spins* FM, sendo necessário um campo menos intenso para realizar a reversão [figura 7(e)]. Nota-se

que o sentido do deslocamento em campo é contrário ao do sentido do campo \mathbf{H}_{ann} .

Mas o mesmo não acontece para um material AF que tenha uma anisotropia pequena. Nesse caso, quando houvesse a inversão do campo, os *spins* AF se orientariam junto com os FM, tendo assim um aumento na coercividade, sem deslocamento da curva de histerese^[39, 40].

O modelo descrito acima apresenta estruturas cujos *spins* estão orientados numa mesma linha, com interface atômicamente lisa. Essa configuração é chamada linear, e pode ter duas formas: compensada, onde os momentos AF estão orientados em direções opostas; e não-compensada, onde os momentos AF estão alinhados numa mesma direção [figura 8]. Para este tipo de interface, as camadas FM e AF são monocristalinas e epitaxiais, e o valor calculado da densidade de energia interfacial é duas ordens de grandeza maior que os valores observados experimentalmente.

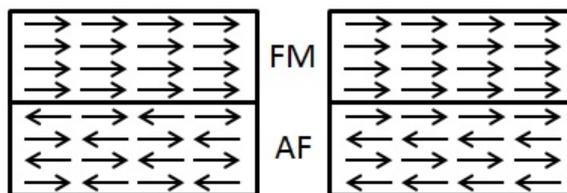


Figura 8: Esquema representativo das interfaces compensada e não-compensada.

Portanto, o modelo intuitivo com este tipo de configuração não se torna aplicável para filmes finos policristalinos pois estes apresentam rugosidade na interface com uma distribuição de grãos AF, que podem levar à desordem estrutural e magnética. Na figura 9, tem-se uma representação esquemática de uma interface complexa, onde: os spins interfaciais preferem se alinhar ferromagneticamente, as marcas em "X" indicam as ligações de troca frustradas (*spins* AF), a região interfacial pode ter um alto grau de *stress* visto que os materiais FM e AF podem apresentar parâmetros de rede muito diferentes, e deslocamentos que podem ser formados durante o crescimento do filme.

Outro fator que influencia no deslocamento do ciclo de histerese, é a ordem de deposição das camadas FM e AF. Quando a camada ferromagnética é depositada primeiro, denomina-se "*top-pinned* FM". Esta configuração, geralmente, apresenta um valor de H_{EB} maior, pois quando há um crescimento magneticamente orientado da camada FM (por *magnetron sputtering*, por exemplo), isto é suficiente para o alinhamento dos *spins* AF na interface. Por outro lado, quando a camada AF é depositada antes, chamado "*bottom-pinned* FM", o arranjo aleatório dos domínios magnéticos AF não consegue orientar a camada FM num sentido preferencial, necessitando assim de métodos, como tratamento

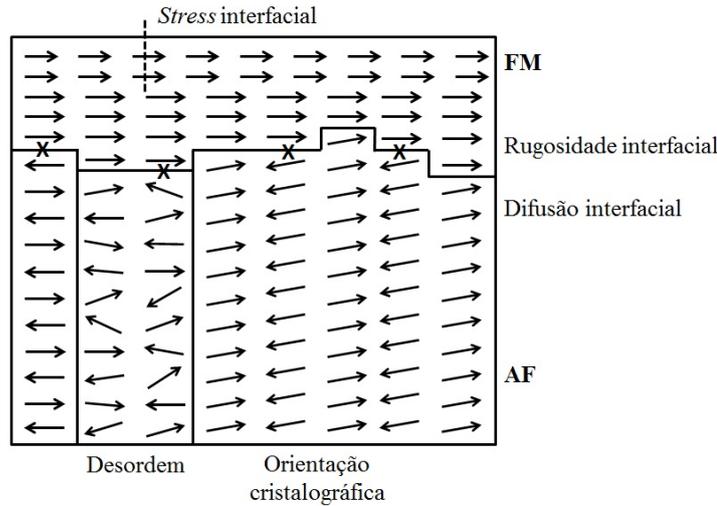


Figura 9: Representação esquemática de uma interface FM/AF^[41].

térmico e irradiação iônica, para que seja possível observar o EB.

Relacionada ao EB, há também a anisotropia rodável (ou *rotatable anisotropy*), responsável pelo aumento do campo coercivo H_C , quando comparados dois sistemas, um do tipo FM/AF e outro com apenas o material FM. Isso é devido a uma porção de momentos magnéticos AF não-compensados da interface, que acompanham os momentos FM adjacentes durante a reversão da magnetização. A anisotropia própria destes momentos contribui para que haja o aumento da coercividade.

Existem muitos modelos teóricos que tentam explicar o fenômeno EB, e uma revisão completa destes pode ser encontrada em Kiwi^[42]. O modelo que melhor representa este trabalho é o de Mauri *et al*^[43], que sugere a formação de paredes de domínio na interface FM/AF. Este modelo leva em consideração alguns pontos: rotação coerente dos *spins* FM; camada AF espessa e camada FM fina; *spins* FM e AF se acoplam ferromagneticamente com uma interface extremamente fina e perfeitamente lisa; e a espessura da camada FM deve ser menor que a espessura da parede de domínio, desta forma ela se formará no interior do AF. Os autores conseguiram calcular curvas de histerese bastante realistas e valores razoáveis de H_{EB} , onde

$$H_{EB} \propto \frac{1}{M_{St_{FM}}} . \quad (1.6)$$

No contexto deste modelo, pode-se deduzir uma expressão para a energia total livre por unidade de área de um filme FM com vetor de magnetização \mathbf{M}_{FM} acoplado a um filme AF policristalino formado por grãos AF estáveis, na seguinte forma^[44, 45]:

$$E = E_{\text{FM}} + E_{\text{AF}} + E_{\text{int}} . \quad (1.7)$$

A energia do ferromagneto, normalizada pela espessura da camada FM, será dada por:

$$\frac{E_{\text{FM}}}{t_{\text{FM}}} = 2\pi(\mathbf{M}_{\text{FM}} \cdot \hat{\mathbf{n}})^2 - \mathbf{H} \cdot \mathbf{M}_{\text{FM}} - K_{\text{FM}} \left(\frac{\mathbf{M}_{\text{FM}} \cdot \hat{\mathbf{u}}_{\text{FM}}}{M_{\text{FM}}} \right)^2 - K_{\text{ra}} \left(\frac{\mathbf{M}_{\text{FM}} \cdot \hat{\mathbf{h}}}{M_{\text{FM}}} \right)^2 , \quad (1.8)$$

onde os três primeiros termos são as energias desmagnetizante, Zeeman e de anisotropia uniaxial FM, respectivamente. O último termo se refere à anisotropia rodável, importante para o *exchange bias*, pois é responsável pelo aumento da coercividade, já dito anteriormente como uma das manifestações deste fenômeno. K_{FM} e K_{ra} são constantes de anisotropia. Os vetores unitários $\hat{\mathbf{u}}_{\text{FM}}$, $\hat{\mathbf{n}}$ e $\hat{\mathbf{h}}$ representam a direção de anisotropia uniaxial da camada FM, a direção normal à superfície do filme e a direção do campo aplicado, respectivamente.

O segundo termo da equação 1.7 é a energia do antiferromagneto, normalizada pela espessura da camada AF, e pode ser expressa por:

$$E_{\text{AF}}^{\text{W}} = -\sigma_{\text{W}} \frac{\mathbf{M}_{\text{AF}} \cdot \hat{\mathbf{u}}_{\text{AF}}}{M_{\text{AF}}} , \quad (1.9)$$

onde σ_{W} é ..., \mathbf{M}_{AF} é a magnetização do AF e K_{AF} é a constante de anisotropia.

Por fim, o terceiro termo da equação 1.7 representa a energia de interação entre os momentos FM e AF, dada por:

$$E_{\text{int}} = -J_1 \left(\frac{\mathbf{M}_{\text{FM}} \cdot \mathbf{M}_{\text{AF}}}{M_{\text{FM}} M_{\text{AF}}} \right) + J_2 \left(\frac{\mathbf{M}_{\text{FM}} \cdot \mathbf{M}_{\text{AF}}}{M_{\text{FM}} M_{\text{AF}}} \right)^2 , \quad (1.10)$$

onde J_1 é o acoplamento direto do momento do grão AF ($J_1 > 0$ e $J_1 < 0$, correspondem aos acoplamentos ferromagnético e antiferromagnético, respectivamente) e J_2 é o acoplamento *spin-flip*, que favorece uma orientação relativa perpendicular entre os momentos FM e AF.

Neste contexto, Geshev^[44] derivou soluções analíticas para o campo de *exchange bias*, coercividade e campo efetivo de anisotropia. Para tal, foi considerado um campo magnético aplicado ao longo do eixo fácil comum, e para quaisquer valores de energia de

interação, de anisotropia uniaxial FM e de parede de domínio da camada AF.

1.4 Irradiação Iônica

Atualmente, a irradiação iônica tem se mostrado uma ferramenta eficaz na modificação das propriedades dos materiais, e seu uso nas aplicações tecnológicas tem sido fundamental. Para o caso de filmes finos magnéticos, os feixes de íons tem a finalidade de aprimorar e até mesmo sintetizar novos materiais. Íons energéticos podem, dependendo da sua energia e da sua massa atômica, fornecer energia aos sistemas eletrônico e atômico do alvo, provocando alterações na estrutura eletrônica, bem como deslocamentos atômicos, desbastamento de superfície, mistura interfacial, aquecimento localizado em materiais amorfos e cristalinos, entre outros.

Um íon acelerado perde energia quando incide contra um alvo, colidindo com os elétrons e com os núcleos dos átomos deste, e estes dois eventos são geralmente não-correlacionados. A energia média perdida por unidade de caminho percorrido pelo íons é chamada poder de freamento e é expressa por:

$$\frac{dE}{dx} = \left(\frac{dE}{dx}\right)_E + \left(\frac{dE}{dx}\right)_N, \quad (1.11)$$

onde $\left(\frac{dE}{dx}\right)_E$ é o poder de freamento eletrônico, $\left(\frac{dE}{dx}\right)_N$ o poder de freamento nuclear e x o comprimento percorrido pelo feixe no interior do material.

Estas duas formas de perda de energia acontecem em diferentes faixas de energia do íon incidente [figura 10]. Pode-se observar que para baixas energias prevalece o poder de freamento nuclear, ou seja, a perda de energia se dá preferencialmente para os núcleos, enquanto que para altas energias prevalece o poder de freamento eletrônico. Como neste trabalho são utilizados íons muito leves, como o He^+ , com energia 40 keV, o poder de freamento a ser considerado é o eletrônico, onde os íons colidem com os elétrons do material, gerando efeitos de ionização e excitação. Quando há a aplicação de campo magnético durante o processo de irradiação, os elétrons do material, excitados pelas colisões, decaem em um mínimo local de energia, e seus *spins* se orientam na direção do campo aplicado.

Para sistemas que apresentam *exchange bias*, é muito importante que se use íons com massa adequada, bem como fluência, energia e corrente adequadas, pois, se houver colisão dos íons com os núcleos dos átomos do material, pode haver deslocamento destes, provocando cascatas de colisão; criação de fônons, causando um hiperaquecimento local;

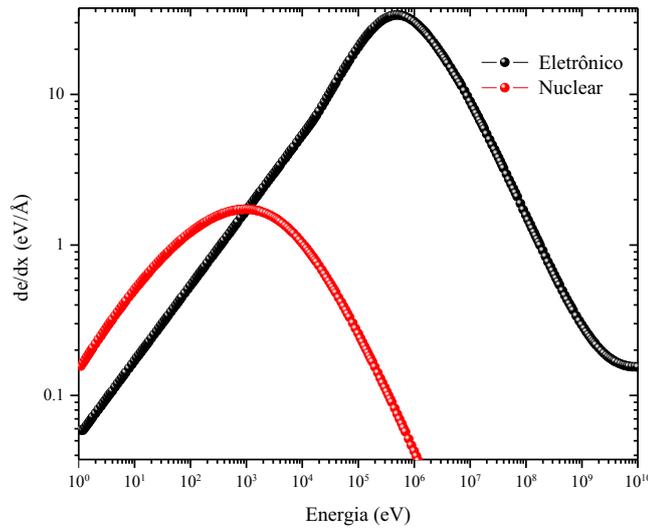


Figura 10: Poder de freamento nuclear e eletrônico de íons de He em um alvo de Si, obtidos através do código SRIM^[46].

defeitos na rede; e movimentos dos átomos para pontos intersticiais na rede. Todos estes fatores podem levar o sistema a ter uma diminuição do EB. De acordo com trabalhos já realizados, para o sistema IrMn/Co, íons de He com fluências baixas, na ordem de 5×10^{13} íons/cm² não conseguem variar significativamente o valor de H_{EB} [figura 11].

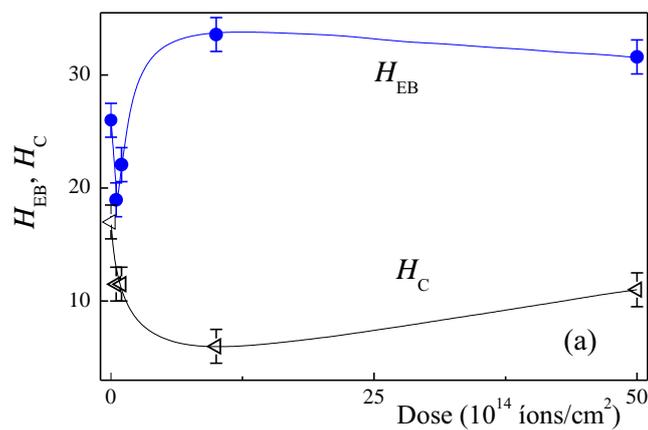


Figura 11: Mudança de H_{EB} e de H_C em sistemas de IrMn/Cu/Co^[25, 26].

2 Procedimentos Experimentais

Neste capítulo serão apresentados os procedimentos experimentais utilizados, referentes à caracterização magnética, tratamento térmico, irradiação iônica e caracterização estrutural das amostras.

No Laboratório de Magnetismo (LAM) da UFRGS foram feitas a caracterização magnética, utilizando-se um Magnetômetro de Gradiente de Força Alternada (AGFM) e o tratamento térmico, num forno resistivo. Um outro tratamento térmico foi realizado do Laboratório de Magnetismo e Materiais Magnéticos (LMMM) da Universidade Federal de Santa Maria (UFSM), e como o equipamento é similar ao usado no LAM, não há necessidade de descrevê-lo. As irradiações iônicas foram feitas no Laboratório de Implantação Iônica (LII) da UFRGS.

2.1 AGFM

O Magnetômetro de Gradiente de Força Alternada, ou *Alternating Gradient Force Magnetometer* (AGFM), é um equipamento utilizado para medidas de curva de magnetização de filmes finos com material magnético de poucos nanômetros (nm) de espessura, e isso é possível devido sua alta sensibilidade ($\approx 10^{-6}$ emu $\approx 10^{-9}$ Am²)^[28].

Seu funcionamento é baseado na força (\mathbf{F}_m) medida quando um momento magnético é submetido à um gradiente de campo magnético. Essa força é dada por:

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

onde \mathbf{m} é a magnetização da amostra e $\nabla \mathbf{h}$ é o gradiente de campo magnético, mantido constante, para a força ser proporcional à magnetização.

Para medirmos esta força, conforme a figura 12, a amostra é colocada num porta amostra de vidro que se encontra na extremidade inferior de uma haste também de vidro,

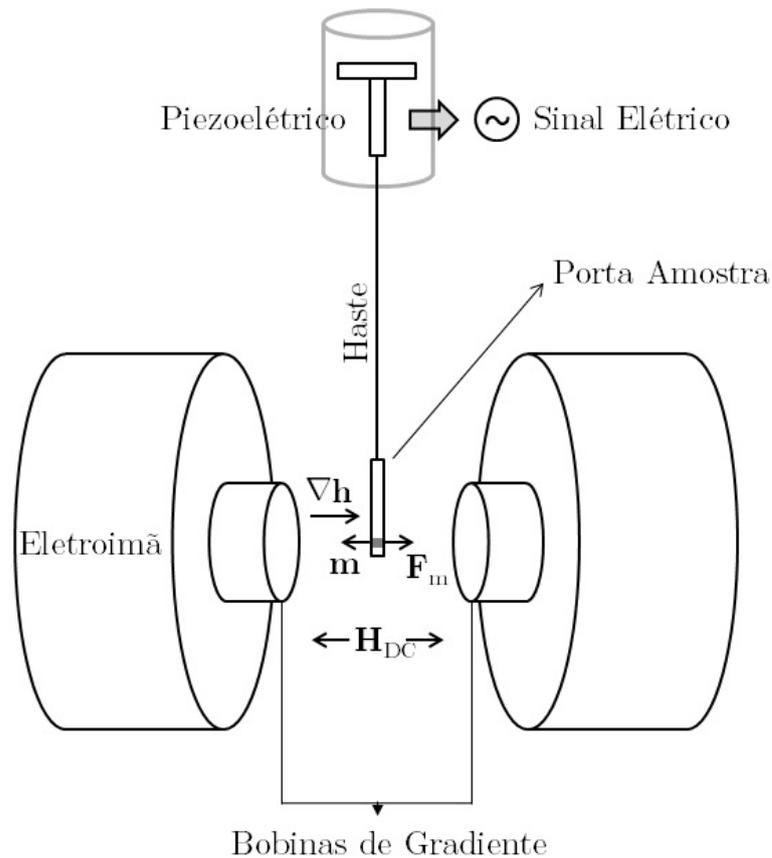


Figura 12: Configuração do AGFM.

e então é posicionada entre um arranjo de bobinas, que são alimentadas por um gerador de corrente alternada e geram um gradiente de campo $\nabla\mathbf{h}$. Estas bobinas de gradiente estão acopladas paralelamente à um eletroímã, responsável pelo campo magnético estático \mathbf{H}_{DC} , que magnetiza a amostra. Devido ao campo gerado pelas bobinas, a amostra sofre uma força e deflexiona a haste. Essa oscilação mecânica é transformada em sinal elétrico pelo piezoelétrico posicionado na extremidade superior da haste de vidro. Este sinal será proporcional à magnetização da amostra \mathbf{m} na direção do campo \mathbf{H}_{DC} , e será medido por um amplificador *Lock-In*. Essa parte superior da haste é protegida por uma cápsula responsável pela proteção contra choque mecânicos e interferências eletromagnéticas.

A figura 13 apresenta um diagrama esquemático onde estão representados os componentes do equipamento. Há uma fonte que alimenta o eletroímã gerando assim o campo estático \mathbf{H}_{DC} e um circuito formado pela fonte de corrente, voltímetro e sensor Hall, para medida do valor deste campo. Um gerador de funções alimenta as bobinas de gradiente e envia um sinal para o amplificador *Lock-In* para que, durante uma medida, as fases do amplificador e do sistema permaneçam iguais. O *Lock-In* também controla a fonte do eletroímã, mede o sinal enviado pelo piezoelétrico e faz a comunicação do sistema com o

computador, onde os dados são armazenados. Devido à sua alta sensibilidade, o sistema é montado numa câmara anti-vibração com isolamento acústico, evitando algum tipo de ruído ou interferência.

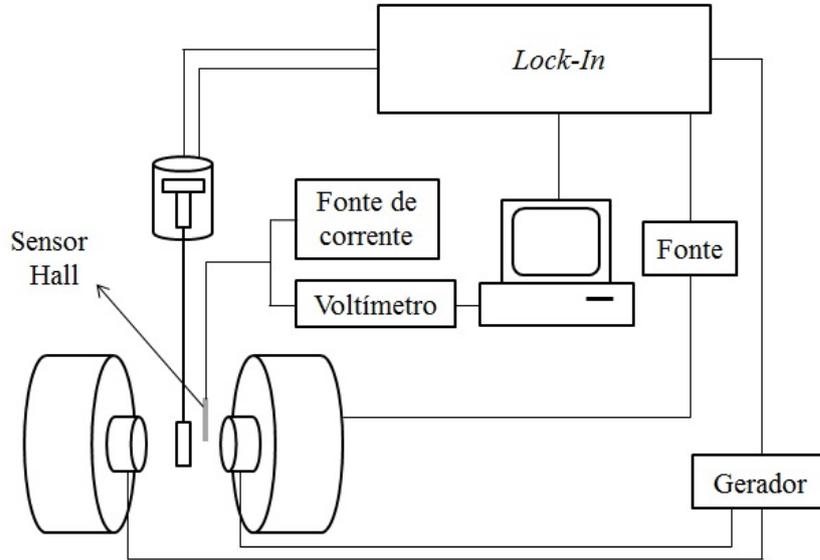


Figura 13: Diagrama esquemático do AGFM.

A curva de histerese obtida no AGFM para sistemas que apresentam o EB é representada na figura 14, onde o eixo vertical é a magnetização, à qual é proporcional ao sinal de tensão do piezoelétrico e o horizontal é o valor de campo DC aplicado. A partir da figura podemos definir: o campo de EB (H_{EB}) e o campo coercivo (H_C), usando os valores dos dois pontos onde a curva corta o eixo horizontal, e que serão chamados de campo coercivo 1 (H_{C1}) e campo coercivo 2 (H_{C2}).

$$H_{EB} = \frac{|H_{C1}| + |H_{C2}|}{2}, \quad (2.2)$$

$$H_C = \frac{|H_{C1}| - |H_{C2}|}{2}. \quad (2.3)$$

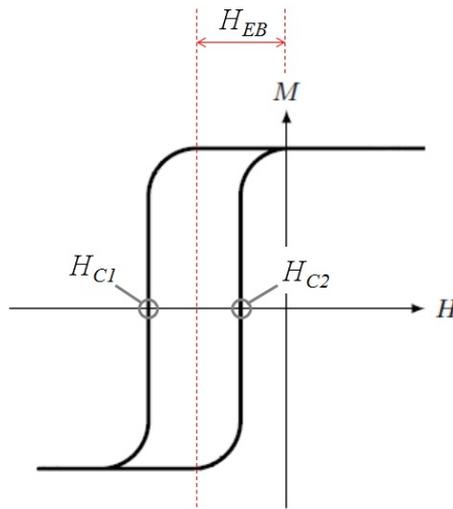


Figura 14: Curva de histerese de um sistema que apresenta EB.

2.2 Tratamento Térmico

O fenômeno de EB pode aparecer em amostras como-feitas, onde exista contato atômico entre a interface AF/FM. Mas, em alguns sistemas, é preciso que o efeito seja otimizado, ou seja, os momentos magnéticos na interface precisam ser orientados. Isso se dá de algumas maneiras, como por exemplo: fabricação das amostras com campo magnético aplicado, submissão à um campo extremamente alto, irradiação com íons leves e tratamento térmico. Neste trabalho foram usadas as duas últimas técnicas mencionadas. A irradiação iônica será descrita na próxima seção.

Os tratamentos térmicos foram realizados em forno resistivo, onde as amostras são expostas a temperatura de 210°C e aplicando-se um campo magnético. O sistema, conforme a figura 15, consiste em uma haste que possui em sua ponta um porta-amostra e uma resistência elétrica, que é alimentada por um controlador de potência linear. Conectado a este controlador e próximo a haste, é colocado um sensor de temperatura do tipo PT100®, no qual é programada a temperatura de tratamento térmico, com um erro de $\pm 2^\circ\text{C}$. Este aparato é protegido por um tubo de quartzo, que está conectado a uma bomba de vácuo turbomolecular. Para evitar a oxidação das amostras durante o tratamento, precisa-se de um vácuo de aproximadamente 4×10^{-6} mbar. Todo este sistema então é colocado entre as bobinas de um eletroímã, responsável por um campo de aproximadamente 2,1 kOe.

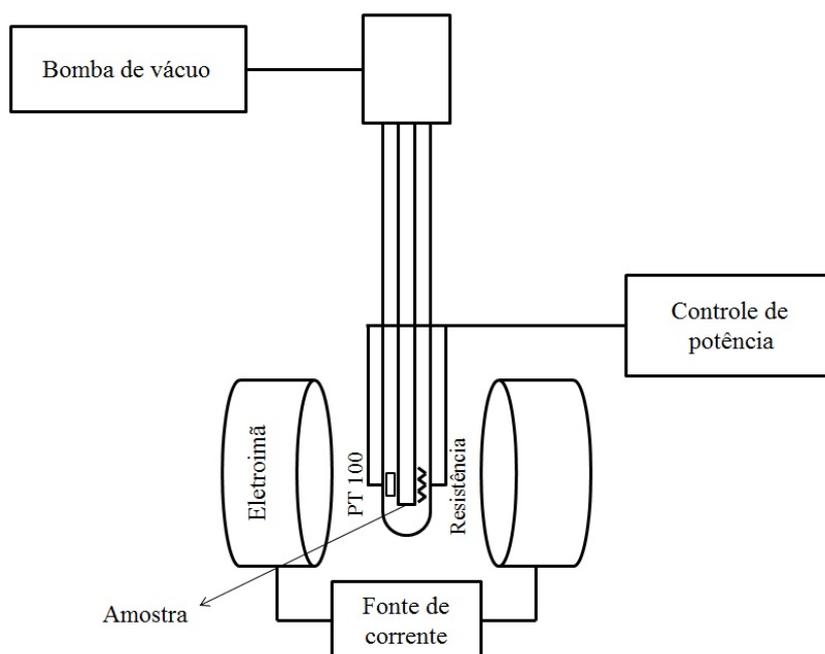


Figura 15: Diagrama esquemático do forno resistivo.

2.3 Irradiação de Íons

Como já dito na seção anterior, a irradiação iônica na presença de um campo magnético (no plano das amostras) é outro método utilizado para iniciar o efeito de EB. Neste trabalho, todas as amostras foram irradiadas com He^+ no acelerador linear de 500 kV HVEE (*High Voltage Engineering Europe*) do LII.

Diferentes fluências foram utilizadas, onde fluência se entende como o número total de íons incidentes por unidade de área.

No acelerador, gases são injetados da fonte para gerar os íons. Devido às impurezas que podemos encontrar dentro da câmara, os íons desejados precisam ser selecionados. Isso acontece por meio de um eletroímã que deflexiona o feixe, separando íons de massas diferentes em função da carga/massa dos mesmos. A partir daí, os íons passam através de um sistema de eletrodos cilíndricos coaxiais, onde são acelerados, formando assim feixes com energias que podem ser selecionadas entre 10 e 450 keV. O equipamento utilizado possui baixa divergência do feixe de íons e uma fonte de alta tensão com excelente estabilidade.

A câmara de irradiação, conforme diagrama esquemático mostrado na figura 16, contém ímãs permanentes de Nd-B-Fe de alta remanência e estabilidade, responsáveis pelo campo magnético de aproximadamente 5,5 kOe. Este campo não é suficiente para

deflexionar o feixe iônico de forma significativa.

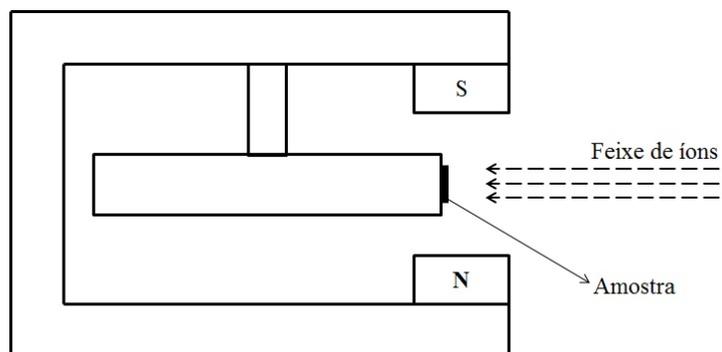


Figura 16: Esquema da câmara de irradiação iônica.

3 Amostras

Neste capítulo serão apresentadas as amostras estudadas nesta dissertação: um histórico do sistema IrMn/SL/Co (SL se entende por *spacer layer*, ou, camada espaçadora), a motivação para inserção de um material FM como SL, o método de fabricação dos filmes e sua caracterização estrutural.

As amostras foram fabricadas por C. Deranlot e F. Petroff na Unité Mixte de Physique CNRS/Thales, em Orsay, França. As medidas de caracterização estrutural foram feitas no Laboratório de Altas Pressões da UFRGS utilizando difratometria de raios-X nas amostras como-feitas.

3.1 Histórico

Os sistemas IrMn/Co ou IrMn/CoFe são muito utilizados na indústria de dispositivos magnetoeletrônicos, pois, além de apresentarem o fenômeno *exchange bias*, o IrMn tem propriedades bem interessantes para o efeito, como boa resistência à corrosão, alto valor do campo de EB, alta temperatura de bloqueio (temperatura na qual o EB não é mais observado) e baixa espessura crítica (poucas camadas de material são necessárias para o efeito ser observado)^[47].

Como já mencionado na introdução, no LAM foram feitos muitos trabalhos utilizando este sistema, dando ênfase para tricamadas com uma camada espaçadora entre os materiais AF e FM, visto que a interação interfacial leva ao EB. No trabalho de mestrado de Sabrina Nicolodi de Oliveira^[6], foram estudadas amostras de IrMn/Cu/Co, onde a espessura do cobre (t_{Cu}) era variada. As medidas de magnetização [figura 17] mostraram uma rápida diminuição de H_{EB} conforme o aumento de t_{Cu} e, a partir de $t_{\text{Cu}}=1,5$ nm, não foi observado acoplamento magnético entre IrMn e Co. Isso porque abaixo dessa espessura, ainda não há uma camada completamente preenchida de Cu, havendo assim pequenas regiões de contato (*pinholes*), responsáveis pelo acoplamento entre os momentos magnéticos das camadas de IrMn e Co. Como consequência de tal dissertação foram

publicados três artigos^[48, 5, 49].

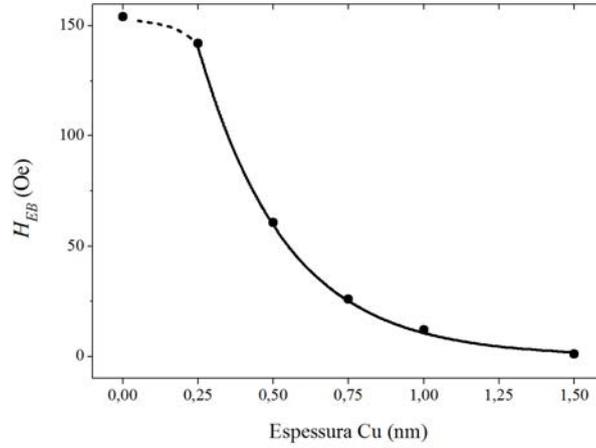


Figura 17: H_{EB} em função de t_{Cu} ^[48, 5, 49].

Em seu trabalho de doutorado^[8], foram estudados outros dois sistemas com diferentes camadas espaçadoras: IrMn/ Al_2O_3 /Co, sendo a alumina um material isolante e não-magnético; e IrMn/Cr/Co, sendo que o cromo é um material AF com anisotropia fraca. Para a série com espaçador de alumina foi observada uma diminuição do acoplamento entre o IrMn e Co com o aumento da espessura da alumina, sendo uma supressão abrupta, com comprimento de decaimento pelo menos quatro vezes menor que os valores já observados [figura 18] e esse comportamento se deve à rápida diminuição no número de *pinholes* na área de contato.

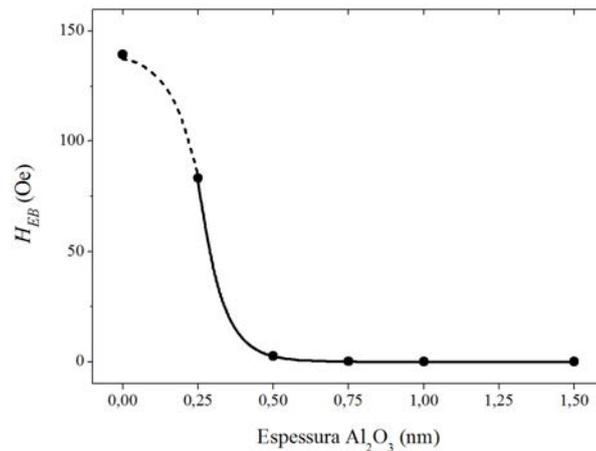


Figura 18: H_{EB} em função de $t_{Al_2O_3}$ ^[8].

Já para a série com espaçador de cromo, foi observado um comportamento oscilatório de H_{EB} com o aumento da espessura de Cr [figura 19], onde existe um mínimo local. Este comportamento poderia ser atribuído às interações entre os elementos que compõem o sistema (Ir, Mn, Cr e Co) bem como à rugosidade, entre outros.

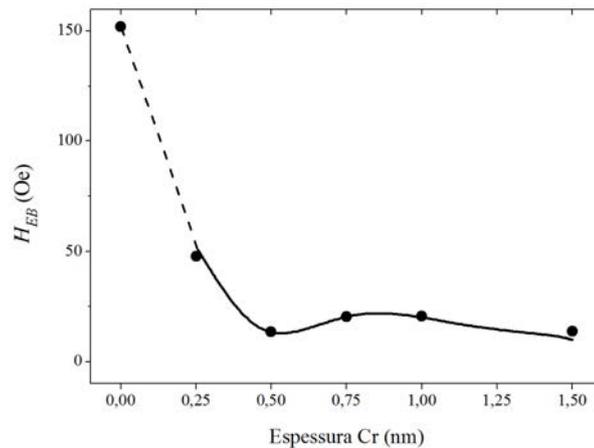


Figura 19: H_{EB} em função de t_{Cr} [8].

Outro trabalho realizado numa colaboração entre o LAM e o LII, foi o de Deise Schafer^[25], que analisou o *exchange bias* em filmes de IrMn/Co e IrMn/Cu/Co, de acordo com a corrente e a fluência utilizadas durante a irradiação iônica com íons de He. Outros íons foram irradiados com o objetivo de estudar os efeitos provocados nos filmes. Através da irradiação foi obtido um aumento do H_{EB} de acordo com a fluência, sendo este mais rápido nas amostras sem espaçador, visto que há mais pontos de contato entre o FM e o AF. Variando-se a corrente, não se observou uma modificação no H_{EB} para a amostra com espaçador, mas para a sem espaçador há um valor máximo em 300 nA/cm^2 . Isto é explicado pelo fato de que, quanto maior a corrente utilizada, maior o recozimento dentro do sistemas, diminuindo o número de defeitos formados, fazendo com que o EB diminua.

Outro resultado interessante do trabalho foi o aumento observado do H_{EB} das amostras irradiadas em comparação com as amostras tratadas termicamente, ou seja, a irradiação iônica apresentou-se como sendo mais eficiente, obtendo estados antes inacessíveis pelo tratamento térmico. Para a amostra com espaçador obteve-se um aumento de 30% e para a sem espaçador, o aumento é de 50%.

3.2 Motivação

A motivação para o estudo realizado neste trabalho é descobrir qual a influência de usar um material FM como espaçador em sistemas do tipo AF/FM, onde o material espaçador (Fe) é mais magneticamente macio que o material ferromagnético (Co). Existem alguns trabalhos na literatura que investigam a interação entre IrMn e Fe, como citado anteriormente na introdução, mas nesta seção será dada maior atenção àqueles que estão correlacionados com o estudo realizado neste trabalho.

Zhang *et al*^[11] estudaram sistemas do tipo MgO/Fe(15 nm)/IrMn(t_{IrMn} nm), onde t_{IrMn} é a espessura da camada AF, analisando os valores de H_{EB} em função de t_{IrMn} . Observaram que em $t_{\text{IrMn}} \leq 4$ nm é difícil estabelecer o EB devido à fraca anisotropia do AF. Os *spins* AF na interface invertem com os *spins* FM, por causa do forte acoplamento de troca, e contribuem para o aumento da anisotropia rodável do FM. Assim que t_{IrMn} aumenta, alguns *spins* AF começam a ficar presos, iniciando o EB. Como este é um efeito de interface, o número total de *spins* presos e rodáveis atinge a saturação num certo valor de t_{IrMn} . Acima deste valor, a quantidade de *spins* AF presos se torna maior que a de rodáveis.

Outro trabalho importante é o de Ali *et al*^[12], onde são estudados os efeitos da inserção de diferentes materiais, que são chamados "impurezas", em bicamadas de Co/IrMn, tanto na interface quanto dentro do *bulk* AF. Dependendo do material ou da posição da impureza, é observado a supressão ou o aumento do EB.

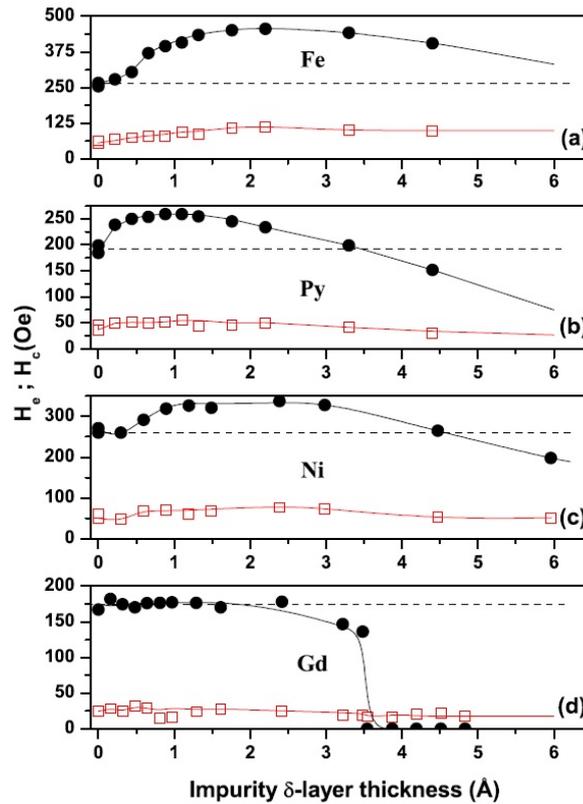


Figura 20: Dependência de H_{EB} (círculos pretos) e H_C (quadrados vermelhos) em função da quantidade de impureza inserida δ na interface Co/IrMn^[12].

Como já era esperado, impurezas não-magnéticas, à medida que ficam mais espessas, diminuem o H_{EB} até a total supressão, quando não há mais contato atômico entre as camadas FM e AF. Mas para impurezas magnéticas o resultado é surpreendente. O

esperado era que, com o aumento de material FM, o EB diminuísse, visto que é conhecida da literatura a expressão $H_{EB} \sim 1/M_S t_{FM}$ ^[43, 50], onde M_S e t_{FM} são a magnetização de saturação e a espessura totais da camada FM, respectivamente. Mas as amostras com impurezas de Fe, Ni e *Permalloy* (Py), apresentam um grande aumento no valor de EB, com um pico na espessura aproximada 1-2 Å. Para o Fe há um aumento 72%, enquanto para o Py é de 34% e pro Ni, 29%, comparado com a amostra sem impureza [figura 20]. Os autores concluem que esse aumento do EB é devido ao aumento da desordem magnética (interface magnética se torna heterogênea) através da indução de interações de troca mais fortes.

3.3 Fabricação das Amostras

As amostras foram feitas pela técnica de desbastamento iônico, ou *sputtering*, que é um método de deposição muito usado na fabricação de filmes finos, pois permite que possamos fazer diversas combinações de elementos a taxas variadas. Essa técnica consiste em ejetar material de uma superfície (alvo do elemento a ser depositado) através de colisões (entre 5 e 10 keV) em cascata provocadas pelo bombardeamento de partículas, geralmente íons de argônio, neste alvo, podendo assim ejetar átomos do material.

Para que o processo de desbaste iônico ocorra, o sistema deve estar contido em uma câmara de vácuo, que atinja a menor pressão possível (pressão de base) e depois parcialmente preenchida pelo argônio até atingir a pressão de deposição. Aplica-se uma diferença de potencial entre dois eletrodos: o alvo negativo (cátodo) e o suporte com o substrato, que será positivo (ânodo), dispostos em oposição dentro da câmara. Deste modo, há o início do processo de ionização do gás e ao conseqüente desencadeamento do processo de formação do plasma, que deve se manter estável e auto-sustentado. Os íons positivos do argônio são atraídos para o alvo, possibilitando a ejeção dos átomos do elemento a ser depositado, por transferência de energia cinética (colisões elásticas). Esses átomos serão adsorvidos pelo substrato, formando o filme fino. Esse tipo de configuração para a deposição é conhecida como DC *sputtering*, usada para alvos condutores e não sendo indicada para alvos não condutores ou de baixa condutividade. Para tal, é usada uma modificação do processo, conhecida como RF (rádio frequência) *sputtering*, no qual é aplicado um sinal alternado de alta frequência, que pode variar entre 0,5 e 30 MHz. Este ciclo é dividido em duas etapas, uma onde os elétrons do plasma são atraídos para o alvo com a finalidade de evitar o acúmulo de cargas, e outra onde o potencial acelera os íons, provocando choques e possíveis ejeções. Nesta outra configuração, há um aumento na

taxa de deposição.

Na deposição dos filmes, ainda pode-se utilizar o chamado *magnetron sputtering*, aplicável a ambos os tipos DC e RF. Essa técnica consiste em colocar imãs permanentes num arranjo circular abaixo do alvo. Desta forma os elétrons separados dos íons não são atraídos para o filme, ficando confinados no campo magnético dos imãs. Como a colisão eletrônica entre os elétrons dos átomos do gás e os livres aumenta o número de íons, aumenta também a taxa de deposição.

Para este trabalho foram fabricadas seis amostras, representadas na figura 21, depositadas sobre substrato de silício (100) oxidado termicamente e sua estrutura básica consiste em: Si-SiO₂/Ta(5 nm)/Ru(15 nm)/IrMn(7 nm)/Fe(t_{Fe} nm)/Co(5 nm)/Ru(3 nm), onde $t_{\text{Fe}} = 0; 0,25; 0,5; 0,75; 1$ e $1,5$ nm.

As camadas de Ta e Ru, depositadas sobre o Si, servem como semente garantindo que haja formação da textura (111) da camada de IrMn, aderência e rugosidade do filme. A camada superior de Ru é usada para proteger o filme, evitando sua oxidação.

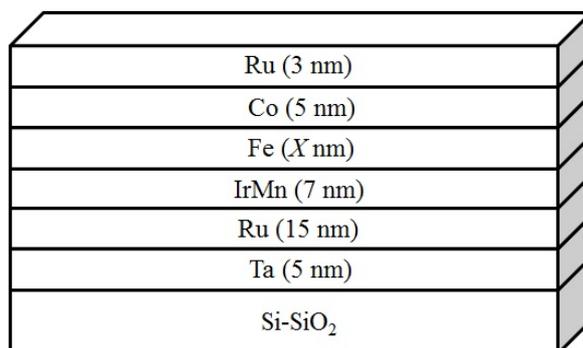


Figura 21: Amostras estudadas.

As multicamadas foram produzidas utilizando-se o *magnetron sputtering* RF, onde a pressão de base na câmara foi de 5×10^{-8} mbar, e as pressões de deposição foram de 1×10^{-2} mbar para o IrMn e de $2,5 \times 10^{-3}$ mbar para Ru, Ta, Co e Fe.

3.4 Caracterização Estrutural

A análise da estrutura cristalina e da interface dos filmes foram feitas utilizando-se a técnica de difração de raios-X, que é uma das principais técnicas de caracterização microestrutural de materiais cristalinos. Os raios-X são ondas eletromagnéticas que possuem frequências da ordem de 10^{16} Hz até 10^{18} Hz, e por terem frequências muito altas, seus comprimentos de onda são pequenos, da ordem de 0,1 nm, ou seja, da mesma ordem de

grandeza das distâncias interplanares dos materiais cristalinos, tornando o material em uma rede de difração para os raios incidentes. Se o material apresenta átomos arranjados de maneira sistemática, como em uma estrutura cristalina, é possível verificar que as relações de fase entre os espalhamentos tornam-se periódicas e que a difração pode ser observada em vários ângulos. Tal fenômeno depende de alguns fatores, como a diferença de caminho percorrida pelos raios-X e o comprimento de onda da radiação incidente. Esta condição é expressa pela Lei de Bragg^[51]

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

onde d é a distância interplanar, θ é o ângulo de incidência dos raios-X em relação ao plano do filme, λ é o comprimento da onda incidente e n é um número inteiro positivo.

As medidas foram realizadas no difratômetro do Laboratório de Altas Pressões do IF-UFRGS na configuração $\theta - 2\theta$ utilizando radiação K_{α} do Cu ($\lambda=1,5418 \text{ \AA}$). A figura 22 mostra as medidas de DRX para todas as espessuras da camada espaçadora de Fe no sistema estudado, e a partir desta pode-se determinar o tipo de estrutura cristalina formada nos filmes. Os valores de ângulo onde são localizados os picos foram comparados com dados extraídos do *Internacional Center for Diffraction Data* (ICDD).

São identificados os seguintes picos: Ru (100) em $2\theta=38,36^{\circ}$; Ta (110) em $2\theta=38,50^{\circ}$; IrMn (111) em $2\theta=41,32^{\circ}$; Ru (002) em $2\theta=42,17^{\circ}$; Co (111) em $2\theta=43,74^{\circ}$; e Ru (101) em $2\theta=44,02^{\circ}$. Não foi identificado o pico referente ao ferro inserido, e isso é provavelmente devido a pouca quantidade de material.

Comparando as medidas, nota-se que o pico do IrMn não muda, garantindo que em todas as amostras o material AF apresenta a textura (111). Entretanto o pico de Co (111) vai desaparecendo a medida que t_{Fe} aumenta, indicando que, com a inserção de Fe na interface, o Co muda de orientação, perdendo o padrão registrado pelo IrMn. Entretanto, há o surgimento de um pico em aproximadamente $2\theta=40,76^{\circ}$, que infelizmente não pode ser identificado com a base de dados utilizada.

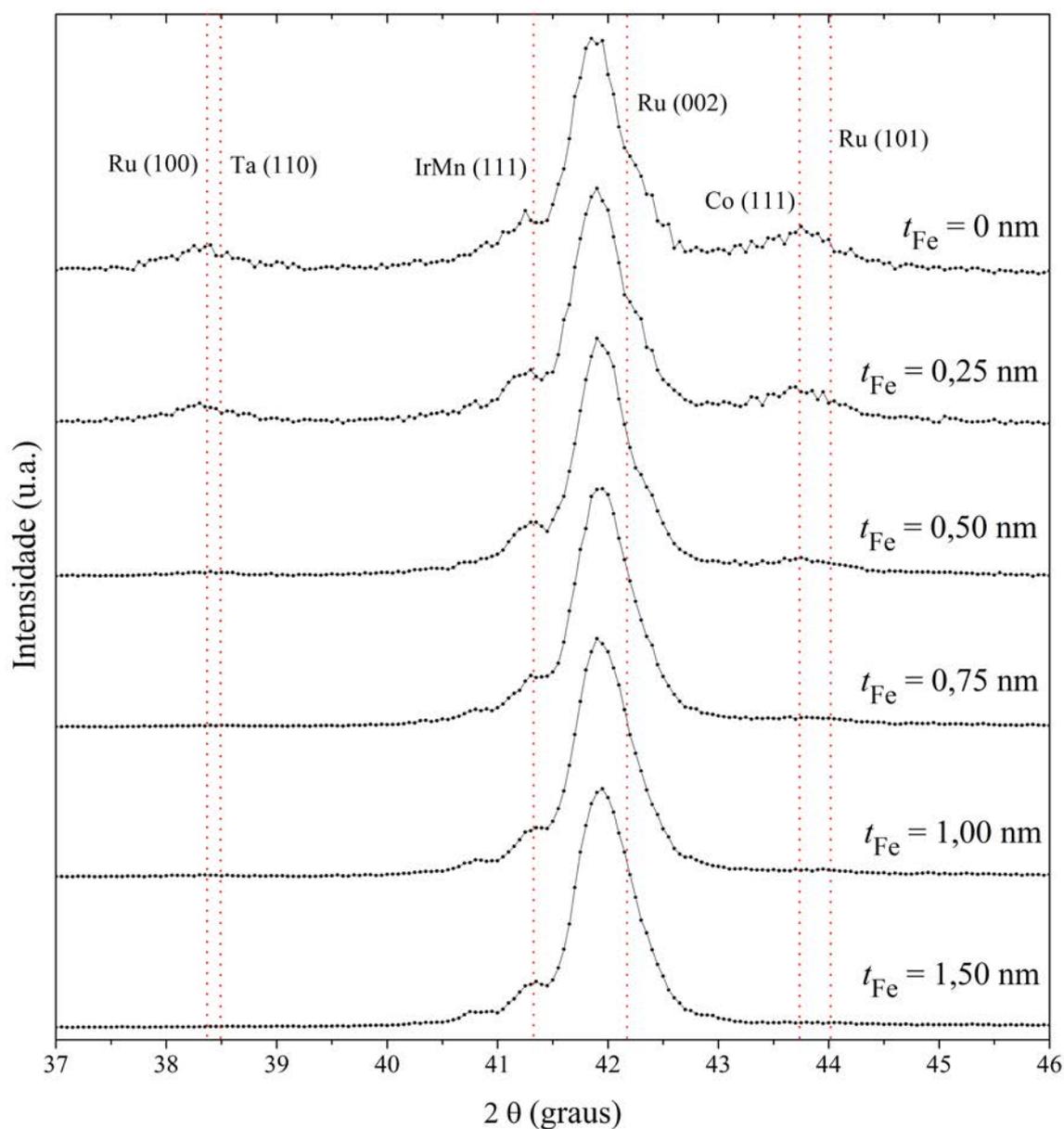


Figura 22: Difração de raios-X para o sistema IrMn/Fe(t_{Fe})/Co no estado como-feita.

4 Resultados e Discussões

Neste capítulo serão apresentados os principais resultados deste trabalho. A análise parte do estudo sistemático do comportamento magnético dos sistemas, onde cada amostra foi submetida a tratamento térmico ou irradiação iônica. Inicialmente será apresentado um breve resumo do sistema e dos tratamentos *post-situ* realizados.

Como descrito na seção 3.3, as amostras estudadas apresentam a estrutura básica do tipo IrMn/Fe(t_{Fe})/Co; com $t_{\text{Fe}} = 0; 0,25; 0,50; 0,75; 1,00$ e $1,50$ nm; em diferentes estados de preparação: como-feitas, tratadas termicamente e submetidas a irradiação iônica. O tratamento térmico foi realizado a 210°C durante 15 min, com campo magnético de 2,1 kOe aplicado. Os parâmetros utilizados durante o tratamento são resultado de um estudo feito em nosso grupo em sistemas de IrMn/Co^[52], onde se verificou que tratamentos térmicos de curta duração e temperatura relativamente baixa, conseguem iniciar o efeito de EB sem modificar as propriedades estruturais dos filmes. As irradiações iônicas foram feitas com íons de He, com energia 40 keV e campo magnético aplicado de 5,5 kOe, nas seguintes fluências: 5×10^{13} , 1×10^{14} , 5×10^{14} , 1×10^{15} , 5×10^{15} e 1×10^{16} íons/cm². Foram utilizados dois valores diferentes de corrente, 100 nA/cm² para as quatro primeiras fluências e 200 nA/cm² para as duas últimas. De acordo com o estudo realizado por Schafer^[25], a corrente só influencia no valor de H_{EB} acima de 300 nA/cm². As medidas de caracterização magnética foram feitas no AGFM à temperatura ambiente, com um campo magnético aplicado de no máximo 1500 Oe, suficiente para a saturação. As amostras foram submetidas a diferentes direções de aplicação do campo magnético, obtendo-se uma curva de histerese para cada direção. Desta forma define-se o sentido do EB (eixo fácil de magnetização) como sendo aquele que está a 90° da curva cujo deslocamento é nulo (eixo difícil). Neste trabalho, apenas as curvas referentes às direções de fácil e difícil magnetização serão apresentadas, algumas na seção 4.1 e as demais no apêndice. De cada curva de histerese obtém-se os valores H_{EB} , H_{C} , H_{C1} e H_{C2} , de acordo com o que já foi mencionado na seção 2.1 [figura 14]. Em todos os gráficos aqui apresentados, as linhas são guias para os olhos.

Os resultados serão apresentados da seguinte maneira: na seção 4.1 serão mostradas e discutidas algumas medidas de magnetização para amostras tratadas termicamente e submetidas a irradiação iônica; na seção 4.2 estarão os resultados do campo de *exchange bias* em função da espessura da camada espaçadora de Fe para todas as amostras; na seção 4.3 será feita uma análise da coercividade, afim de compreender melhor que *spins* sofrem os efeitos dos tratamentos; na seção 4.4 serão mostrados os perfis do EB em função das fluências de irradiação utilizadas e na seção 4.5 serão feitas discussões acerca dos resultados obtidos.

4.1 Medidas de Magnetização

Nesta seção encontram-se alguns gráficos com medidas de magnetização referentes às amostras submetidas a tratamento térmico ou irradiação iônica. Os gráficos apresentam apenas o eixo fácil de magnetização para cada amostra. Resultados contendo ambos eixos fácil e difícil estão no apêndice deste trabalho, divididos por amostra, a fim de uma melhor visualização dos efeitos gerados em cada sistema. É importante observar que ambos os tratamentos foram realizados com campo magnético aplicado na direção do eixo de fácil de magnetização, em todas em as amostras. Como o efeito apresenta anisotropia com relação ao sentido de evolução do campo externo aplicado nas medidas e os eixos magnéticos preferenciais da amostra, as curvas de histerese não apresentam simetria par, ou seja, medidas feitas com 180° de diferença no plano apresentarão curvas em lados opostos com relação à origem do eixo de campo (exceto para o eixo difícil). Aqui serão mostradas apenas uma de cada destas curvas.

Amostras tratadas termicamente

A figura 23 apresenta as curvas de magnetização das amostras como-feitas e submetidas a tratamento térmico, para todas as espessuras de camada intersticial de Fe (t_{Fe}). Percebe-se que as amostras como-feitas já apresentam um pequeno deslocamento do centro da curva de histerese, ou seja, mesmo sem nenhum tipo de tratamento, o efeito de EB já é perceptível. Isto pode ser explicado pelo fato da deposição dos sistemas ter sido feita por *magnetron sputtering*, onde o campo magnético dos ímãs permanentes pode ter induzido, mesmo que fracamente, o EB durante a fabricação das amostras. Além de baixo valor do H_{EB} , as amostras como-feitas também apresentam alta coercividade.

É interessante notar o formato das curvas como-feitas, que é característico de sistemas do tipo AF/FM, pois durante a deposição o padrão aleatório de domínios AF fica

registrado na camada FM^[53, 54]. Também pode-se dizer que a inserção da camada de Fe não muda significativamente a forma da curva de histerese.

Após o tratamento térmico, com um campo magnético externo de 2,1 kOe, as curvas de histerese magnética apresentam um formato bem diferente, com o eixo fácil bem definido (na direção do campo externo aplicado), alto valor de H_{EB} e baixa coercividade, o que significa que os parâmetros do EB foram ativados. Nesta nova configuração pode-se observar que existe uma significativa dependência do comportamento magnético com as espessuras da camada de Fe. Também há um eixo difícil definido, mostrando que EB depende do ângulo em que o campo magnético é aplicado durante a medida de magnetização. Para uma melhor visualização desta dependência, ver gráficos por amostra no apêndice deste trabalho. Posteriormente será feita uma análise destes resultados em função da espessura da camada espaçadora de Fe, mas já se pode observar na figura que em $t_{Fe}=0,50$ nm tem-se o maior EB encontrado, $H_{EB} \approx 330$ Oe.

Amostras irradiadas com He⁺

As curvas de histerese das amostras submetidas a irradiação iônica, com campo magnético externo de 5,5 kOe, são apresentadas na figura 24. É importante observar a escala usada, sendo neste caso menor que na figura anterior, mas necessária para a visualização de todas as curvas. As diversas fluências utilizadas estão indicadas na legenda. De acordo com a referida figura pode-se notar que para os baixos valores de fluência as curvas já apresentam um eixo fácil definido, um evidente EB, mas ainda coercividade relativamente alta. Para as demais fluências, as curvas já se assemelham bastante com as da amostra tratada termicamente, sendo esta comparação melhor de ser notada nos gráficos do apêndice. Pode-se também observar que, de forma similar ao tratamento térmico, a estrutura inicial de fases desaparece. Aqui também há um ponto de maior valor de H_{EB} em $t_{Fe}=0,50$ nm. A análise do EB em função do espessura da camada de Fe será feita na próxima seção, e em função da fluência utilizada na seção 4.4.

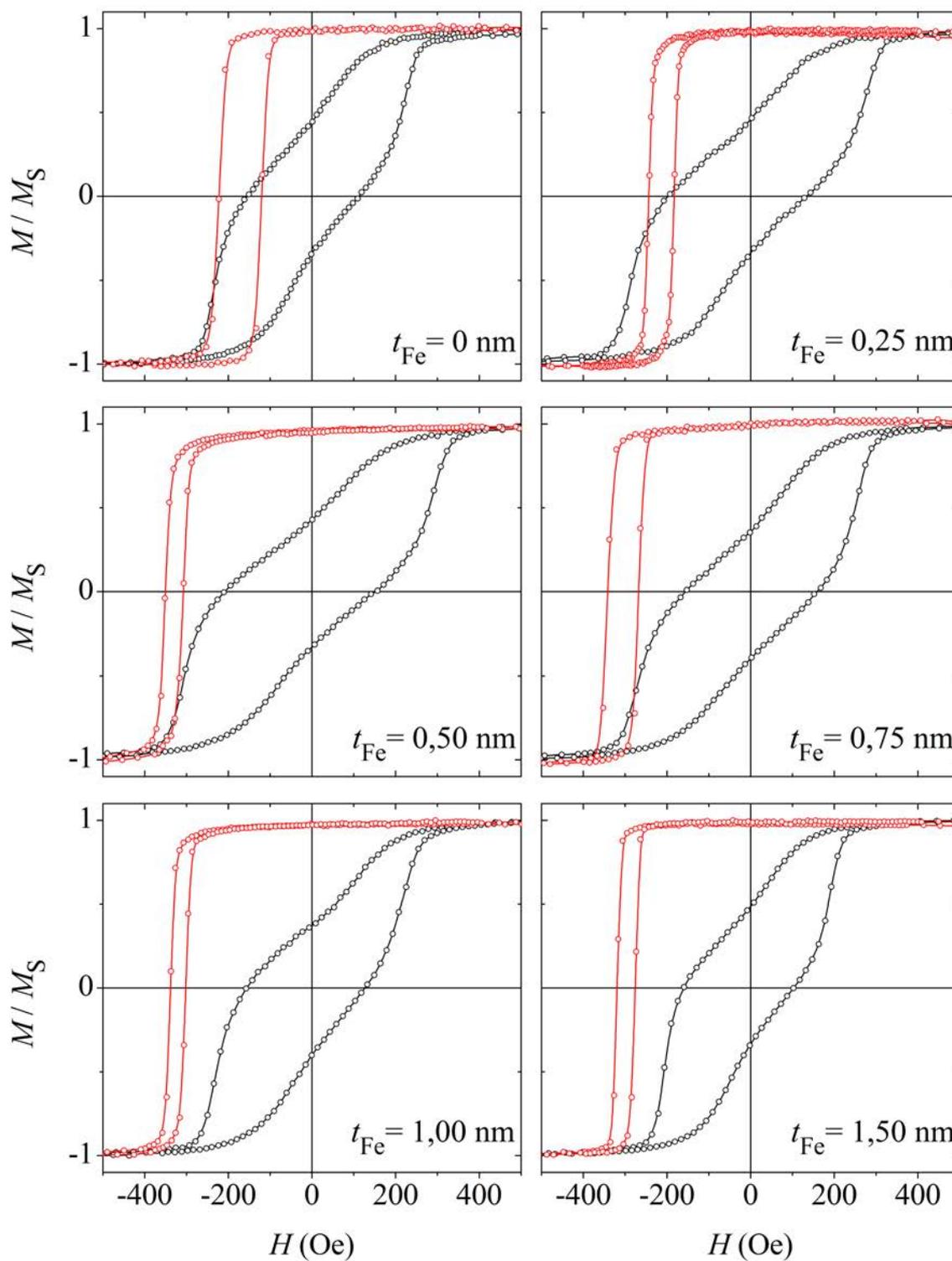


Figura 23: Curvas de histerese para as amostras de IrMn/Fe(t_{Fe})/Co, como-feitas e submetidas a tratamento térmico, na direção de fácil magnetização. A curva preta representa a amostra como-feita e a curva vermelha a amostra tratada termicamente.

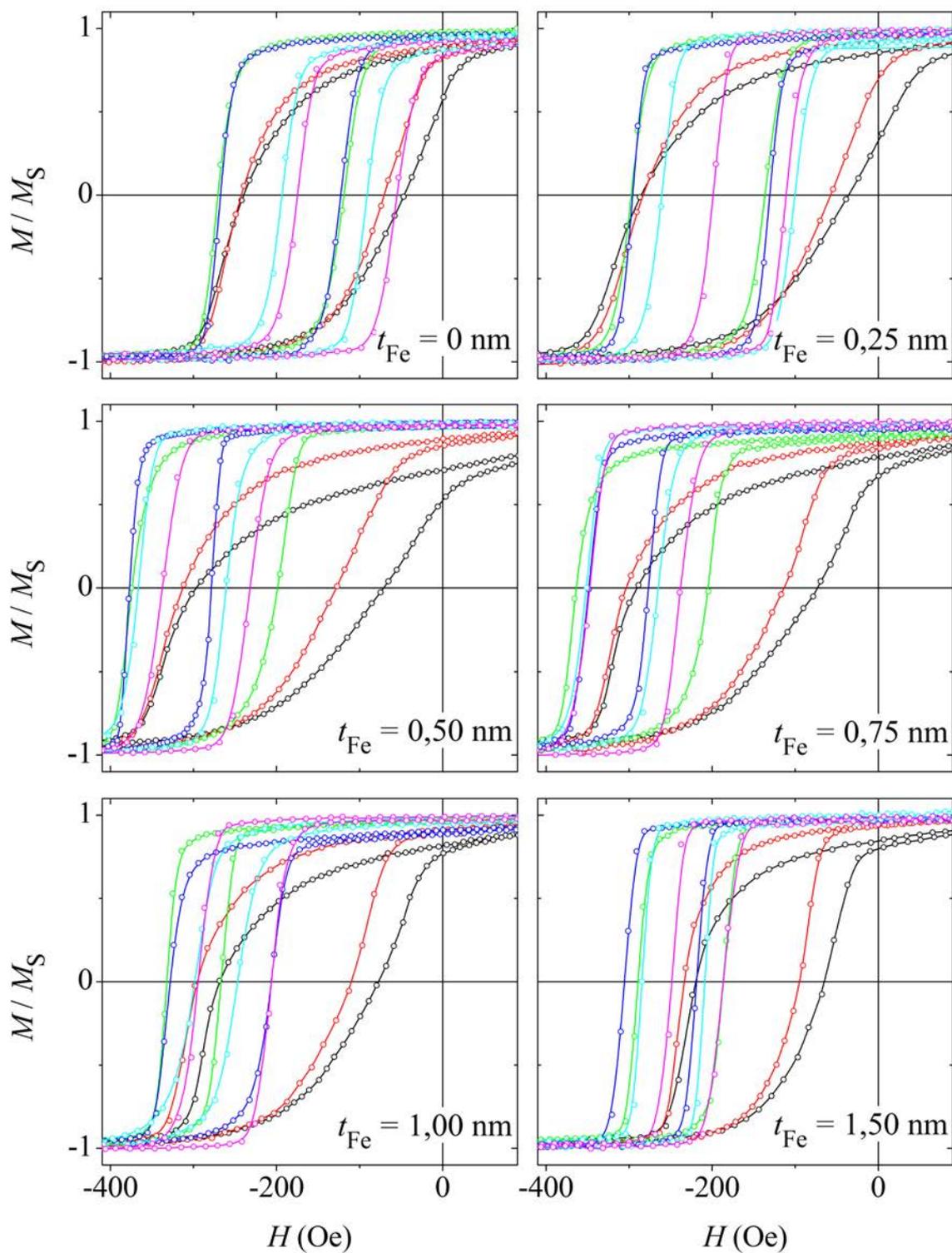


Figura 24: Curvas de histerese para as amostras de IrMn/Fe(t_{Fe})/Co, submetidas a irradiação iônica em diversas fluências, na direção de fácil magnetização. Relação cor da curva-fluência: Preto - 5×10^{13} , Vermelho - 1×10^{14} , Verde - 5×10^{14} , Azul - 1×10^{15} , Ciano - 5×10^{15} e Magenta - 1×10^{16} íons/cm².

4.2 Evolução de H_{EB} em função de t_{Fe}

Os resultados apresentados na seção anterior mostram que existe uma variação no deslocamento e na forma das curvas de histerese com relação à espessura da camada de Fe nas amostras tratadas *post-situ*. Nesta seção vamos analisar alguns parâmetros, os quais consideramos importantes para o entendimento do fenômeno, com o objetivo de gerar um mapa de evolução e desta forma facilitar a interpretação do efeito. Serão mostrados novos gráficos, construídos a partir da análise das curvas de histerese, com o intuito de analisar o perfil de comportamento do fenômeno com a inserção de um material FM na interface IrMn/Co, bem como uma comparação com diferentes tipos de materiais espaçadores. Na sequência desta seção, serão apresentados gráficos do tipo H_{EB} versus t_{Fe} , H_C versus t_{Fe} (considerando os chamados H_{C1} e H_{C2}), para os tratamentos térmicos e as irradiações.

Amostras tratadas termicamente

A figura 25 apresenta valores de H_{EB} e H_C em função da espessura da camada espaçadora de Fe.

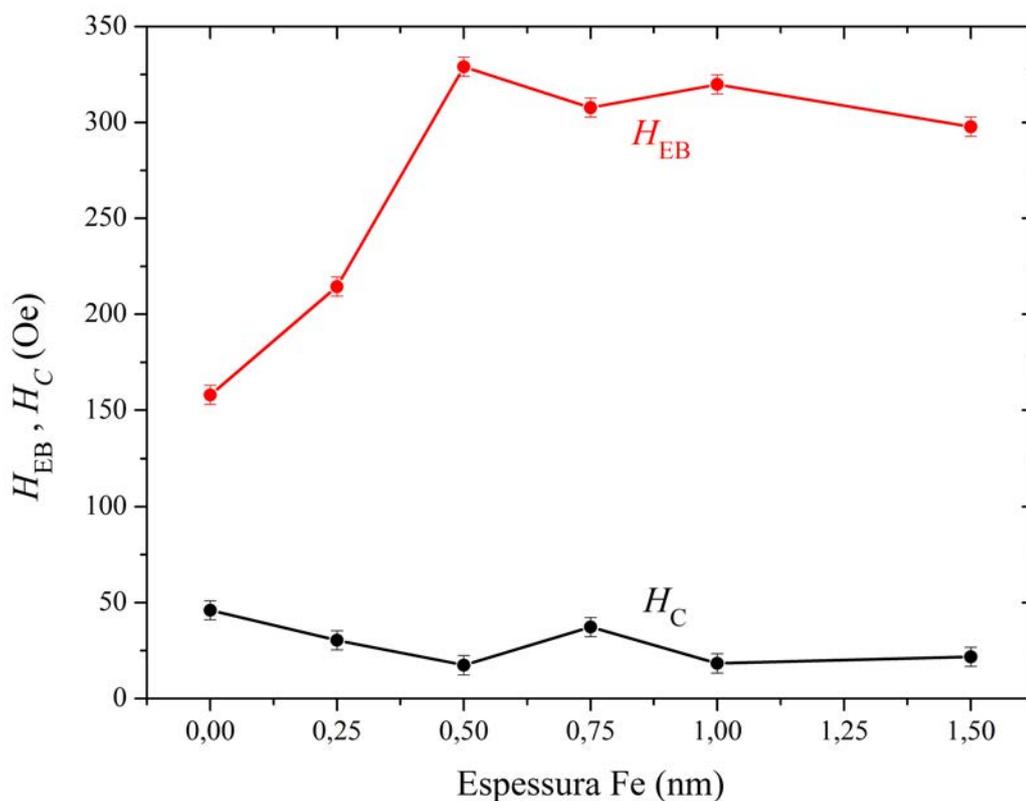


Figura 25: Dependência de H_{EB} e H_C das amostras tratadas termicamente em função da espessura da camada de Fe.

É possível observar um aumento do EB para as menores espessuras, passando por uma espessura com valor de EB máximo e na sequência um decaimento para as maiores espessuras. Comparando as espessuras $t_{Fe}=0$ nm e $t_{Fe}=0,50$ nm, nota-se um aumento no valor de H_{EB} de aproximadamente 100%. A coercividade apresenta uma pequena variação tendendo a um valor constante com o aumento da espessura da camada de Fe.

Uma maneira de se entender a importância destes resultados está em compará-los com aqueles obtidos quando os espaçadores não são ferromagnéticos. A figura 26 apresenta a evolução dos valores de H_{EB} para os diferentes materiais da camada espaçadora estudados no LAM, como já comentado na seção 3.1. Aqui devemos levar em consideração que o sistema estudado nesta dissertação apresenta variação na quantidade do material ferromagnético, o que irá influir no valor do deslocamento em campo. Isto será discutido mais tarde.

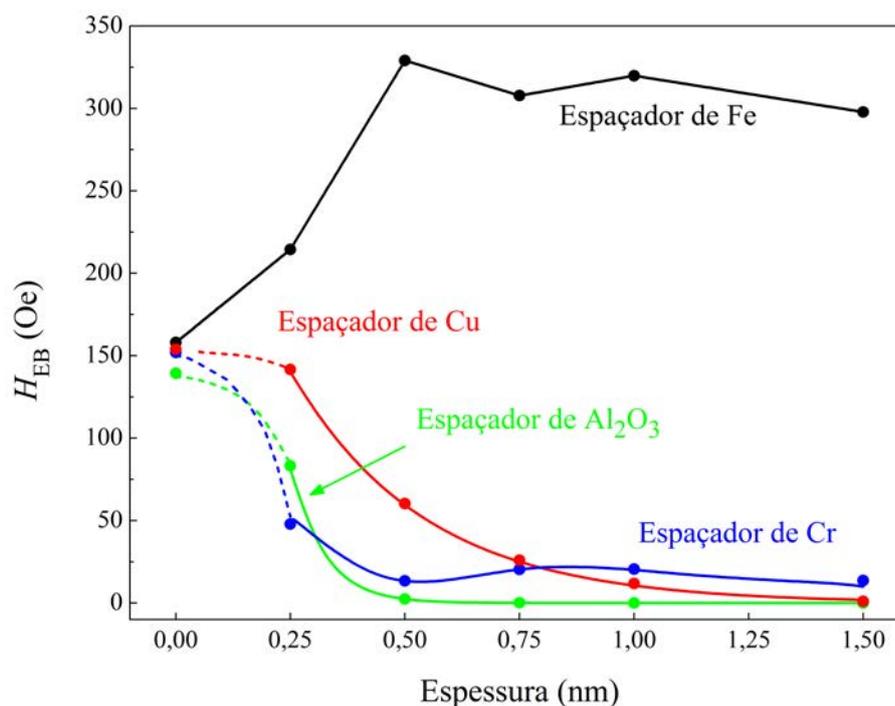


Figura 26: Comparação entre as camadas espaçadoras Fe, Cu^[48, 5, 49], Cr^[8] e Al_2O_3 ^[8] no sistema IrMn/Co.

Amostras irradiadas com He^+

O tratamento de dados aqui é similar ao feito para os resultados das medidas de magnetização para as amostras recozidas. Neste caso, foram obtidos os parâmetros para cada uma das seis amostras e para cada uma das fluências. Este procedimento permite analisar as variações dos parâmetros H_{EB} e H_C , buscando padrões nas modificações. A figura 27

apresenta a curva de H_{EB} e H_C em função de t_{Fe} para as amostras submetidas a irradiação iônica em seis fluências diferentes. Como pode ser observado, existe um comportamento padrão para todos os sistemas, independente das fluências. Um aumento do H_{EB} para as primeiras amostras, com relação ao padrão $t_{Fe}=0$ nm, atingindo um máximo de *exchange* em $t_{Fe}=0,5$ nm, e depois o deslocamento em campo decresce lentamente. Em alguns casos a variação é significativa.

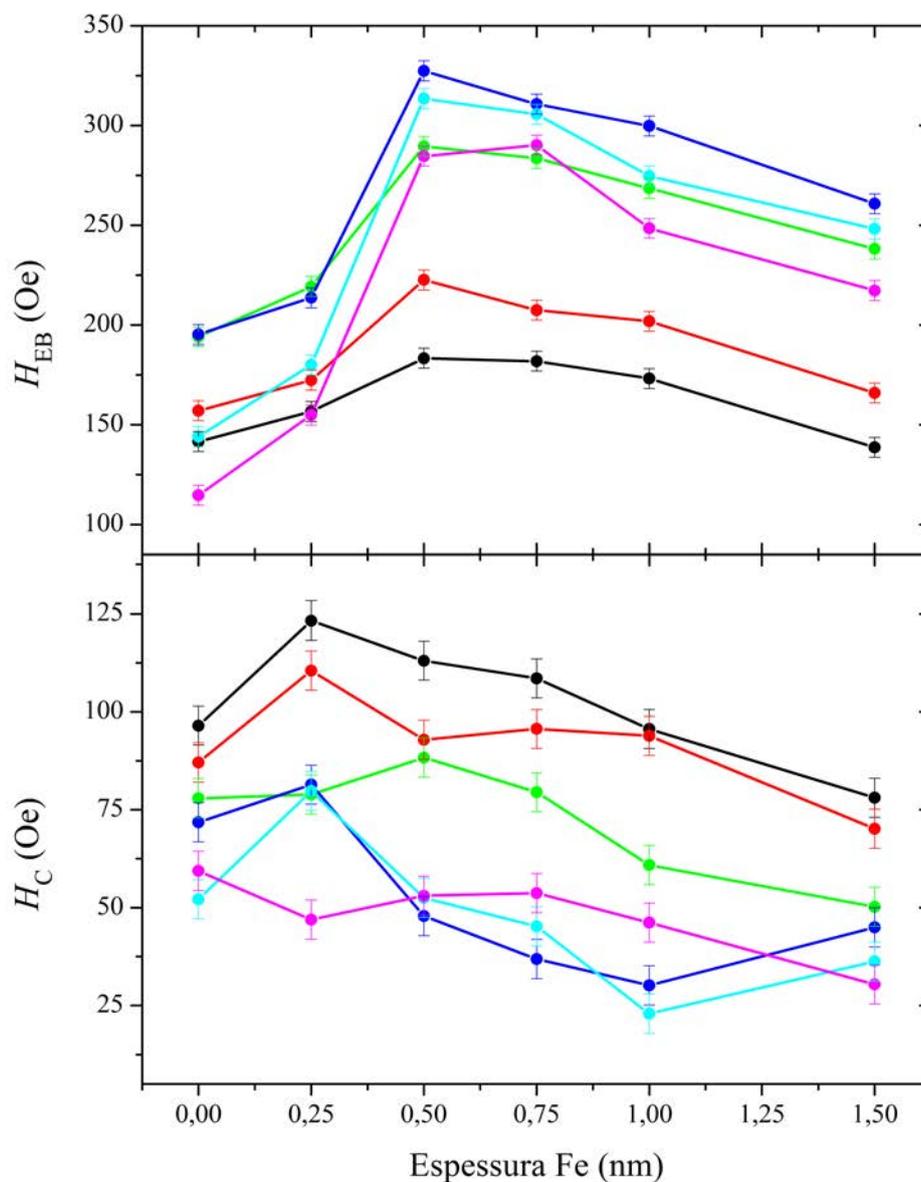


Figura 27: Dependência de H_{EB} e H_C das amostras irradiadas em função da espessura da camada de Fe, para as diversas fluências utilizadas. Relação cor da curva-fluência: Preto - 5×10^{13} , Vermelho - 1×10^{14} , Verde - 5×10^{14} , Azul - 1×10^{15} , Ciano - 5×10^{15} e Magenta - 1×10^{16} íons/cm².

4.3 Comportamento da Coercividade

Similar ao que ocorre com o campo de *exchange bias*, o campo coercivo das amostras apresenta evoluções, tanto no tratamento térmico quanto para os tratamentos de irradiação iônica.

A figura 25 mostra a dependência da coercividade para as amostras tratadas termicamente. Pode-se notar que existe uma tendência de redução do H_C e, excetuando o ponto em $t_{Fe}=0,75$ nm, o sistema tende a um mesmo valor para espessuras maiores.

As amostras irradiadas apresentam um comportamento de H_C que depende tanto das fluências quanto das espessuras [figura 27]. Em algumas destas fluências, como por exemplo 5×10^{13} íons/cm², o sistema apresenta um aumento inicial e depois vai reduzindo, sem mostrar uma tendência clara de estabilização, como ocorre nos sistemas tratados termicamente.

Uma outra forma de tentar entender o que ocorre com o sistema está em analisar o comportamento dos campos coercivos H_{C1} e H_{C2} . Estas informações servem para identificar as contribuições de diferentes grãos para o H_{EB} . As figuras 28 e 29 apresentam as evoluções de H_{C1} e H_{C2} para as amostras tratadas termicamente e para as submetidas a irradiações.

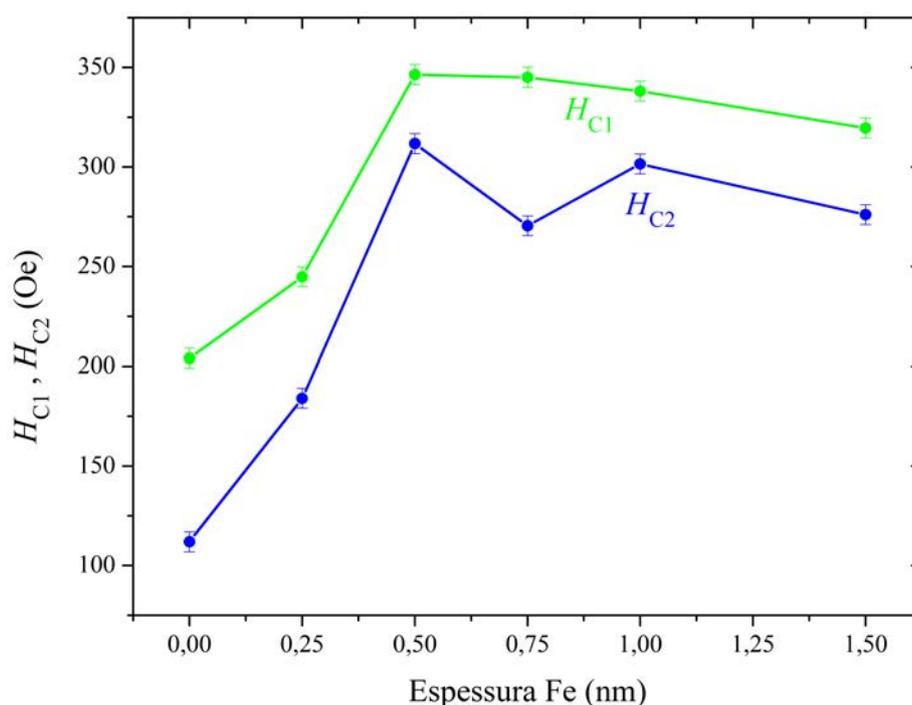


Figura 28: Dependência de H_{C1} e H_{C2} das amostras tratadas termicamente em função da espessura da camada de Fe.

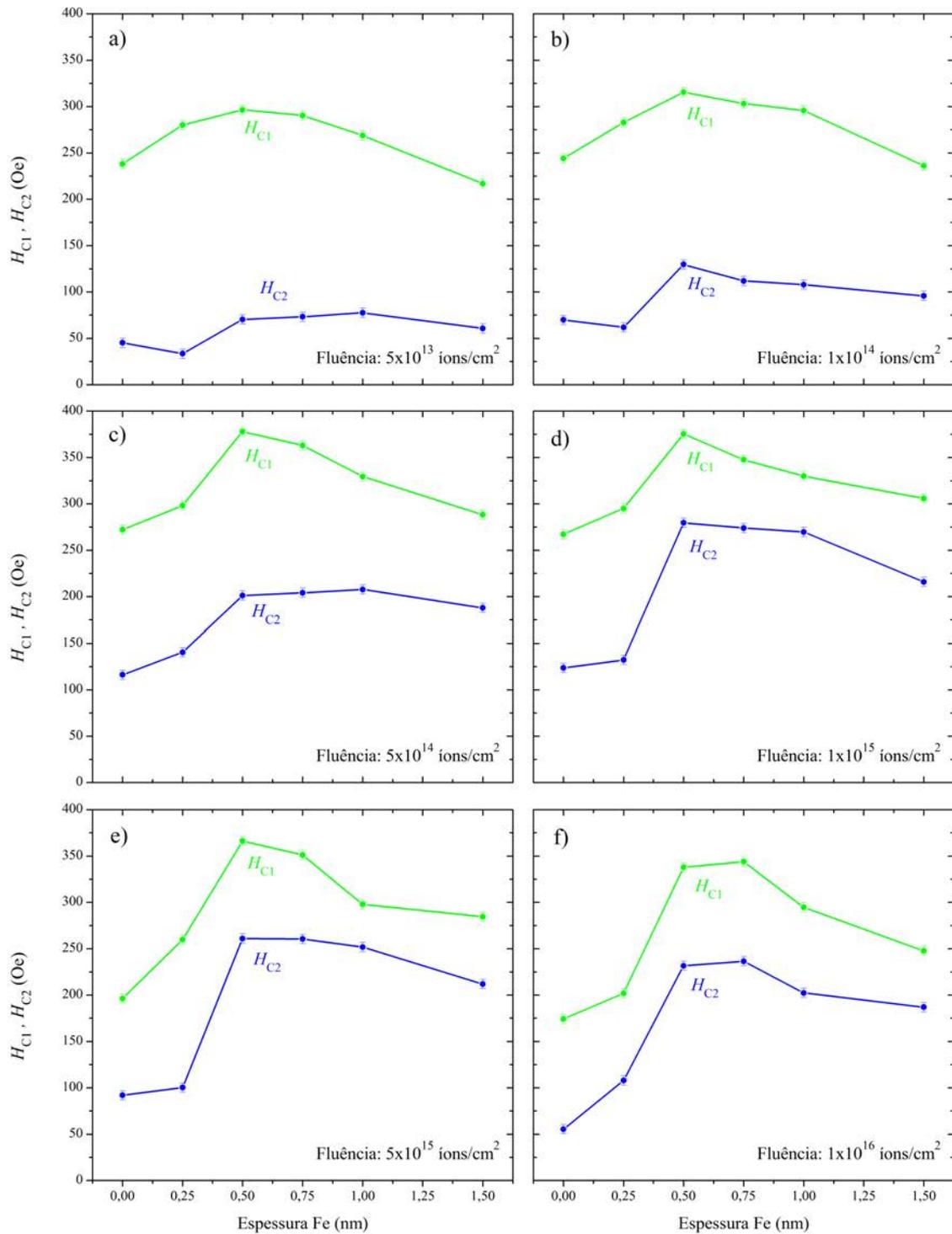


Figura 29: Dependência de H_{C1} e H_{C2} das amostras irradiadas em função da espessura da camada de Fe, para as diversas fluências utilizadas.

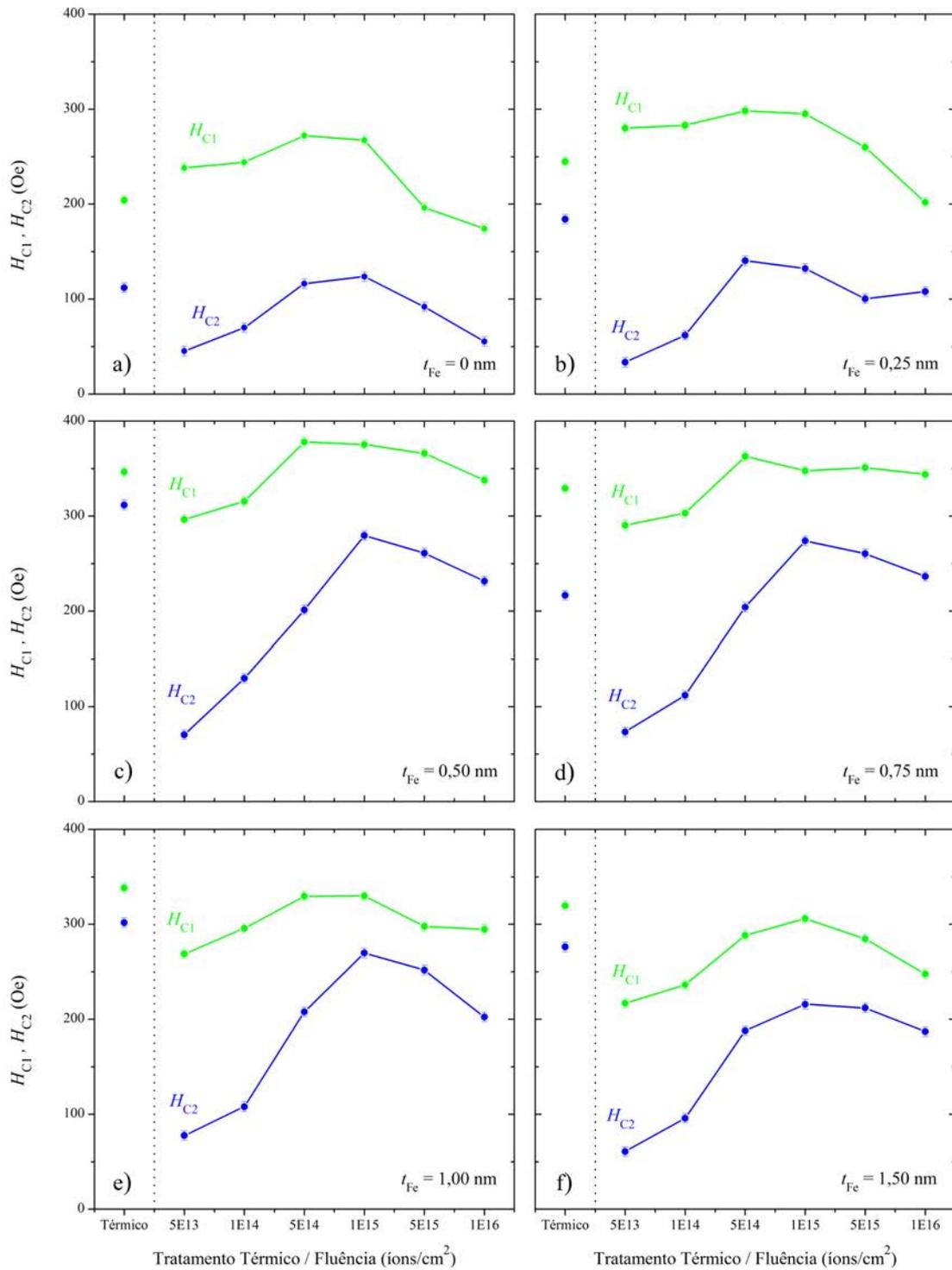


Figura 30: Dependência de H_{C1} e H_{C2} em função do tipo de tratamento utilizado, para as espessuras da camada espaçadora de Fe.

4.4 Dependência de H_{EB} em função da fluência

A figura 31 apresenta os valores de H_{EB} em função da fluência utilizada na irradiação. Com exceção da fluência mais baixa, todas as demais mantiveram o mesmo padrão de comportamento, concordando com o resultado obtido no tratamento térmico, sendo a fluência 1×10^{15} íons/cm² a que mais se assemelha em termos de valores. Na dissertação de mestrado de Schafer^[25], a autora conseguiu, através de irradiação iônica, chegar a valores de H_{EB} que não conseguira com o tratamento térmico, ou seja, o uso de feixe de íons se apresentou mais eficiente na ativação do fenômeno EB, como já mencionado na seção 3.1 deste trabalho. Para as amostras com espaçador FM o resultado não foi o mesmo, e apesar da irradiação chegar a altos valores de H_{EB} , este tipo de tratamento não se mostrou mais eficiente que o térmico.

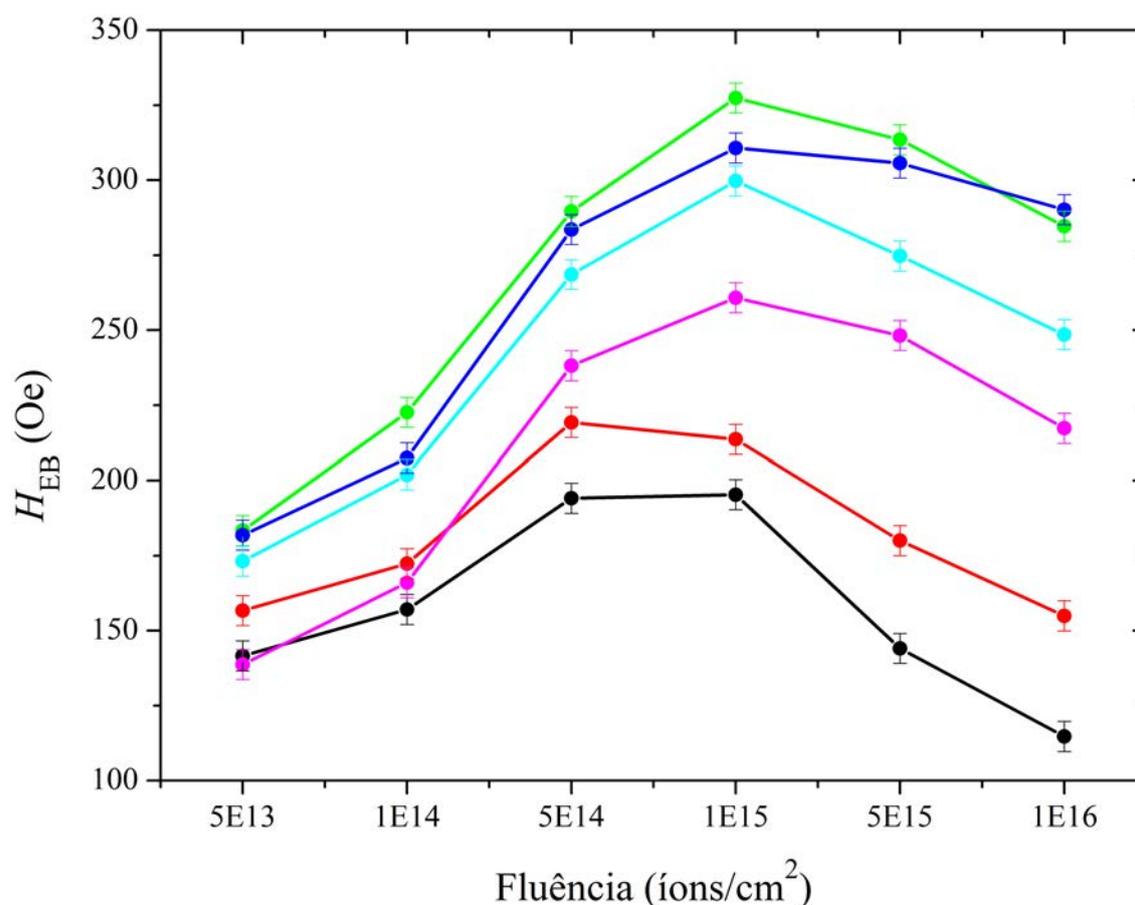


Figura 31: Dependência do H_{EB} em função da fluência utilizada durante a irradiação iônica.

4.5 Discussões

Os resultados apresentados neste trabalho mostraram que a inserção de uma material ferromagnético, neste caso Fe, na interface IrMn/Co, gera comportamentos magnéticos distintos daqueles observados no sistema original. A proposta de fabricação, ou seja, a disposição de crescimento das camadas no filme, conduz a uma preservação da estrutura da camada de IrMn e, conseqüentemente, para todos os filmes estudados esta camada deverá ter as mesmas características físicas. Isto leva a supor que o que está variando são as interações entre o material antiferromagnético e o ferromagnético, sendo este agora composto por duas espécies.

Inicialmente, iremos discutir a importância da espessura da camada de ferro para o efeito do EB. Nota-se que, independente do tipo de tratamento, existe um aumento significativo no valor do campo de deslocamento. Este comportamento ocorre desde as espessuras mais finas da camada de Fe, sendo este máximo, aproximadamente 100%, para a espessura $t_{\text{Fe}}=0,50$ nm. Para as demais espessuras o comportamento se dá de forma diferente e é observado um decaimento. Esse comportamento similar já foi observado por Ali *et al*^[12], comentado na seção 3.2, onde o aumento, seguido por um decaimento, ocorre para espessuras de Fe bem menores que as estudadas neste trabalho. O diferencial está na ordem de deposição das camadas na amostra. No caso de Ali *et al*, a camada de Co é *top-pinned*, ou seja, é crescida antes do material AF, no caso IrMn, fazendo com que o IrMn cresça com a mesma estrutura magnética do Co, mas ainda apresentado a sua própria estrutura cristalina. Quando há inserção de Fe na interface, ambas estruturas podem mudar. Logo, os sistemas Co/IrMn e Co/Fe/IrMn vão apresentar o material AF com estruturas diferentes, devido à constituição da amostra e à ordem de deposição das camadas. No trabalho aqui apresentado, foi escolhido uma camada FM *bottom-pinned* para que o IrMn tivesse sempre as mesmas estruturas magnética e cristalina no crescimento, sendo esta última na direção (111) das camadas semente de Ta e Ru, confirmada nos resultados obtidos para difração de raios-X, na seção 3.4. As proporções dos materiais utilizados nesta semente foram resultados de um estudo feito por C. Deranlot e F. Petroff para que o IrMn apresentasse uma melhor estrutura afim de se obter o maior valor de EB.

Um dos objetivos deste trabalho é buscar explicações para o aumento do campo de deslocamento no caso de baixas espessuras de Fe. Inicialmente podemos fazer uma comparação com trabalhos já realizados, onde são observadas evoluções diferenciadas em relação ao tipo de tratamento. No caso de amostras de IrMn/Co^[25], as modificações geradas pelo tratamento térmico apresentam efeitos de EB bastante inferiores àqueles

cujas irradiações conseguiram obter valores máximos. No nosso caso os maiores valores de H_{EB} das amostras irradiadas são comparáveis aos do tratamento térmico. O que coloca em pé de igualdade estes dois tipos de transformação *post-situ*. Este resultado pode servir como ponto de partida para o entendimento da interação íon-matéria neste tipo de estrutura.

A coercividade da amostra pode servir como um importante parâmetro para o entendimento do comportamento magnético e, em especial, do campo de deslocamento. Podemos relacionar as características das curvas de histerese magnética, em especial os valores de H_{C1} e H_{C2} , com o tipo de grão que sofre a rotação:

H_{C1} : associado à rotação dos sítios magnéticos fracamente ligados com o antiferromagneto, com relação ao H_{C2} . Estas são as primeiras contribuições dos momentos na direção do campo externo aplicado, chamada de curva de ida. Nota-se que o valor de H_{C1} é o limite para H_{EB} ;

H_{C2} : associado à rotação dos sítios magnéticos fortemente ligados com o antiferromagneto. São as partículas que sofrem as primeiras rotações quando o campo externo é diminuído (curva de volta).

Para o caso das amostras tratadas termicamente [figura 28], podemos observar que existe uma variação do H_{C2} mais expressiva que do H_{C1} . De acordo com o que foi referido acima, isto significa que, com o aumento da espessura da camada intersticial de Fe, o número de contribuições dos sítios magnéticos com interação forte também aumenta, e conseqüentemente o deslocamento é maior. Quando analisamos o comportamento dos campos coercivos para as espessuras maiores que $t_{Fe}=0,50$ nm, vemos que a redução destes valores é aproximadamente proporcional, ou seja, o H_{EB} decresce acompanhando H_{C1} e H_{C2} .

A análise dos campos coercivos H_{C1} e H_{C2} para as amostras irradiadas vai informar sobre os efeitos das modificações causadas pela interação do íon no sistema. Podemos observar que nas figuras 29a) e 29b), as interações são pouco dependentes da quantidade de material na interface, o que significa que o estado dos sistemas são similares. Uma possível interpretação é que nesta situação o efeito é devido às modificações na parte massiva do antiferromagneto. Com o aumento da fluência os efeitos devido à quantidade de material na interface ficam mais evidentes. Para a fluência de 1×10^{15} íons/cm², temos o maior campo de deslocamento, mas como podemos observar na figura 29d), isto se deve principalmente ao fato de que os sítios magnéticos que antes tinham uma interação fraca

com o AF começam a interagir mais fortemente. Para fluências mais altas, tanto os sítios magnéticos com interações fracas e fortes começam a apresentar comportamentos mais macios ("doces").

Quando observamos os efeitos das fluências para cada uma das amostras individualmente, na figura 30, percebemos que a inserção do Fe na interface conduz a diferentes evoluções dependentes das espessuras da camada intersticial. Nesta figura, do lado esquerdo da linha tracejada, foram colocados os valores de H_{C1} e H_{C2} observados nas amostras tratadas termicamente. É possível ver que os tratamentos térmicos apresentam valores de H_{C1} e H_{C2} bem mais próximos um do outro do que os obtidos via irradiação iônica. Ou seja, os mecanismos responsáveis pelo surgimento do campo de deslocamento são diferentes, embora os valores de H_{EB} sejam iguais. A figura 29c), para a fluência 1×10^{15} íons/cm², apresenta um claro exemplo desta constatação, comparado com tratamento térmico. Abaixo é construída uma tabela para um melhor entendimento.

Amostra com $t_{Fe}=0,5$ nm				
Tratamento	H_{C1}	H_{C2}	H_C	H_{EB}
Térmico	346	311	17	329
Fluência 1×10^{15} íons/cm ²	375	279	47	327

É importante, agora, tentar entender quais mecanismos são responsáveis pelo comportamento do *exchange bias*. É conhecido da literatura que, à medida que aumenta a espessura do material FM, diminui o H_{EB} ^[43, 50], de acordo com a equação 1.6, e isso se dá pelo fato de que o fenômeno EB é devido à interface entre um material FM e um AF. À medida que o volume do ferromagneto aumenta, há uma competição de anisotropias, onde a magnetocristalina vai prevalecer, "escondendo" a unidirecional de *exchange*. Com base nesta equação do H_{EB} , foi simulado um ajuste usando os seguintes valores: $M_{S-Co}=1400$ emu/cm³, $M_{S-Fe}=1700$ emu/cm³, $t_{Co}=4$ nm e $t_{Fe}=0; 0,25; 0,50; 0,75; 1,00$ e $1,50$ nm.

De acordo com a figura 32 podemos perceber que o tratamento térmico segue a tendência do ajuste realizado, com uma pequena discrepância no ângulo de decaimento. Já as curvas para as diversas fluências de irradiação seguem bem o comportamento do ajuste, com exceção da fluência mais baixa, que apresenta pouca semelhança. Neste caso, pode-se dizer que este valor de fluência é suficiente para ativar o *exchange bias*, mas não tão eficientemente. Enfim, o decaimento no valor de H_{EB} inversamente proporcional à espessura total dos materiais ferromagnéticos é a explicação para a queda do efeito a partir

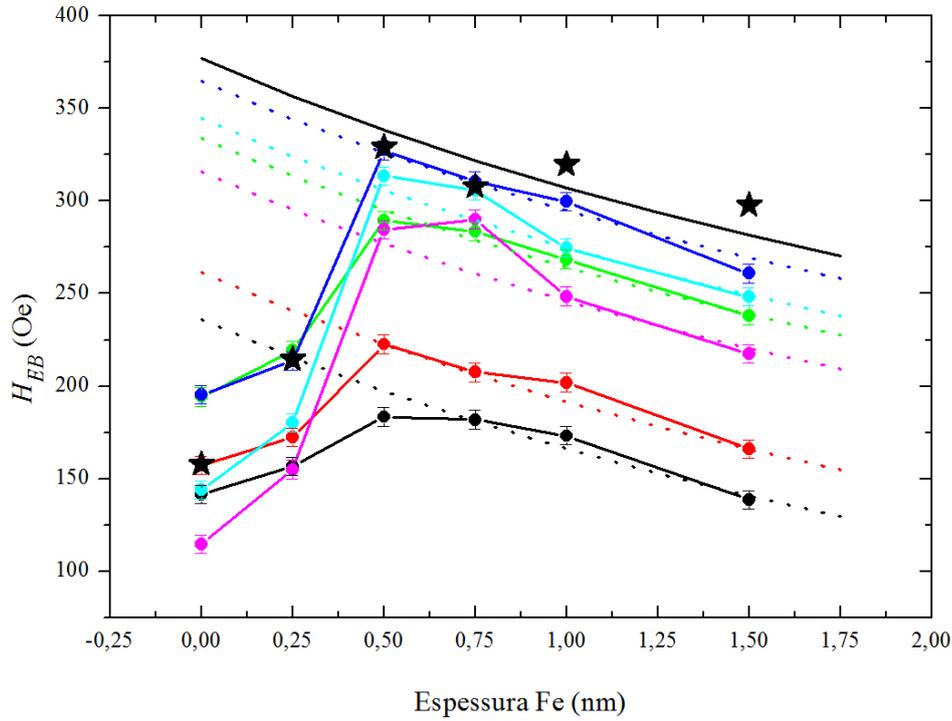


Figura 32: Comparação entre as curvas obtidas experimentalmente e o ajuste, para H_{EB} em função de t_{Fe} . Os pontos em estrela indicam o tratamento térmico, e a linha cheia o seu ajuste. As curvas coloridas indicam a irradiação iônica, e as linhas pontilhadas coloridas os seus ajustes. Relação cor-fluência: Preto - 5×10^{13} , Vermelho - 1×10^{14} , Verde - 5×10^{14} , Azul - 1×10^{15} , Ciano - 5×10^{15} e Magenta - 1×10^{16} íons/cm².

de $t_{Fe} > 0,50$ nm. Desta análise, juntamente com o que foi discutido anteriormente, vemos que a redução do campo de *exchange bias*, para espessuras maiores que $t_{Fe} = 0,5$ nm, é decorrente da soma de dois fatores: aumento da espessura e redução dos campos coercivos H_{C1} e H_{C2} , ambos da camada ferromagnética.

O resultado mais surpreendente é o aumento observado para as menores espessuras de Fe, e neste ponto, com os resultados experimentais obtidos durante este trabalho, podemos fazer algumas suposições para explicar tal comportamento. Entre as possíveis explicações estão: o surgimento de novos acoplamentos na interface, onde estes teriam uma interação de troca mais intensa do que o IrMn/Co como, por exemplo, a fase IrMnFe, a qual seria antiferromagnética, ou até mesmo FeMn. Outra hipótese diz respeito à compensação da interface, visto que esta possui *spins* não-compensados (grãos), que se comportam como um mono-domínio, e cujas propriedades são diferentes do FM e do AF e, por interação de troca podem se comportar como um ou como outro. Estes grãos são divididos em grupos, dependendo do comportamento apresentado, onde uma parcela são responsáveis pelo EB.

Quando há a inserção de espaçador, no caso Fe, para as pequenas espessuras, $t_{\text{Fe}}=0,25$ e $0,5$ nm, por ser pouco material, ainda não há a formação de uma camada completa, formando ilhas. Estas estariam se acoplando com grãos AF na interface e, apesar de serem ferromagnéticas, não apresentariam o comportamento típico deste ordenamento e sim do ordenamento antiferromagnético dos grãos, provocando assim um aumento na magnetização líquida da amostra e, por conseguinte, um aumento do *exchange bias*. Com o aumento da espessura, a ordem ferromagnética da camada espaçadora seria estabelecida, apresentando o comportamento típico descrito nos parágrafos anteriores.

5 Conclusões

Nesta dissertação foi estudado o comportamento magnético do sistema IrMn/Co, que apresenta o fenômeno *exchange bias*, quando há a inserção de uma camada de material ferromagnético como espaçador na interface, com o objetivo de melhor entender os mecanismos que levam ao efeito, visto que este é devido à interação de contato entre as camadas FM e AF.

As amostras foram depositadas via *magnetron sputtering* e, para haver a ativação do EB, foram submetidas a dois tipos de tratamento diferentes: térmico ou irradiação com íons de He^+ em diversas fluências, ambos na presença de campo magnético para que se defina a direção do campo de EB. A caracterização magnética foi realizada via AGFM, onde foram obtidas curvas de magnetização das amostras como-feitas e submetidas aos tratamentos. A partir destes resultados, pode-se analisar a intensidade do efeito de EB no sistema IrMn/Co, em função da espessura da camada espaçadora de Fe.

Foram realizadas medidas de caracterização estrutural nas amostras como-feitas, via difração de raios-x, onde foi observado que, para todas as espessuras da camada de Fe, o IrMn (111) está presente, sendo este importante para o efeito do EB. Entretanto, nota-se uma modificação na orientação do Co, sendo esta causada pela inserção de Fe na interface.

As medidas de magnetização mostraram que as amostras como-feitas apresentam alta coercividade, formas similares nos eixos fácil e difícil de magnetização, e o efeito de EB, mesmo sendo este fraco. Após o tratamento térmico, o eixo fácil aparece bem definido, indicando que o fenômeno é dependente do ângulo do campo magnético aplicado durante a medida. As curvas de histerese apresentam alto valor de H_{EB} e baixa coercividade para todas as espessuras de Fe. Referente às irradiações iônicas, as fluências estudadas se mostram eficazes na ativação do efeito, embora as amostras irradiadas com as fluências mais baixas ainda apresentem coercividade relativamente alta e baixo campo de EB. Para as maiores fluências o comportamento é semelhante ao observado no tratamento térmico.

Neste trabalho, os resultados obtidos para o tratamento térmico mostraram que, ao

inserir um espaçador magnético de Fe no sistema estudado, tem-se um aumento no valor de H_{EB} até $t_{Fe} = 0,50$ nm, sendo este aumento em torno de 100%. Acima desta espessura, à medida que a quantidade de Fe depositado é aumentada, tem-se uma diminuição do EB. Dentro deste contexto, podem-se comparar os diferentes materiais já utilizados como camada espaçadora, como, por exemplo, alguns trabalhos realizados no LAM, onde é observado que materiais não-magnéticos podem diminuir ou até mesmo suprimir o efeito de EB.

As amostras submetidas a irradiação iônica também apresentaram o mesmo comportamento, confirmando os resultados obtidos com o recozimento, sendo que, entre as fluências usadas, a de valor 1×10^{15} íons/cm² foi identificada como sendo a ótima para o sistema IrMn/Fe/Co, apresentando valores de H_{EB} próximos ao do tratamento térmico. Este é um ponto que deve ser observado, sistemas de IrMn/Co e de IrMn/Cu/Co, quando submetidos a irradiação com feixe de íons, conseguem chegar a valores de H_{EB} que o tratamento térmico não conseguia, ou seja, a irradiação iônica se apresentava mais eficaz. Nos sistemas deste trabalho, essa característica não se observa, sendo os valores obtidos na irradiação semelhantes ou piores, dependendo da fluência utilizada, aos obtidos com tratamento térmico.

Foi feita uma análise detalhada no comportamento da coercividade para todas as amostras, onde os parâmetros H_{C1} e H_{C2} se mostraram importantes para determinarmos quais tipos de grãos interfaciais estão sendo modificados de acordo com cada tipo de tratamento realizado. Os resultados indicam que, embora o tratamento térmico e uma dada fluência de irradiação apresentem valores máximos similares para campo de deslocamento na amostra com $t_{Fe} = 0,5$ nm, os mecanismos responsáveis pelo EB são diferentes para cada um deles.

O padrão de comportamento observado para H_{EB} em função da camada de Fe pode ser explicado dividindo-o em dois intervalos, de $t_{Fe} = 0$ nm a 0,5 nm, no qual é observado o aumento de H_{EB} , e $t_{Fe} > 0,5$ nm, no qual é observado o decaimento. Para o aumento há algumas hipóteses. Entre elas, pode-se dizer que as camadas mais finas, até $t_{Fe} = 0,5$ nm, se comportam como *spins* AF não-compensados, provocando o aumento do H_{EB} . Outra hipótese está na formação de novos materiais interfaciais, que apresentam um acoplamento mais forte. Já as camadas com espessuras acima de $t_{Fe} = 0,50$ nm apresentam ordem ferromagnética e, assim, o H_{EB} se comporta de forma típica, diminuindo com o aumento do FM. Como estas são hipóteses especulativas, se faz necessário um trabalho de pesquisa avançado, utilizando outras técnicas experimentais para uma melhor compreensão

da interação interfacial destes sistemas. Assim, como perspectivas futuras, podemos citar: medidas de Ressonância Ferromagnética (*Ferromagnetic Resonance* - FMR), importante para o estudo das anisotropias, em especial a rodável; fabricação de novas amostras com espessuras de Fe maiores, bem como uma contendo apenas IrMn/Fe; simulações computacionais, baseadas em modelos fenomenológicos; entre outras.

Referências

- 1 BAIBICH, M. N. *et al.* Giant magnetoresistance of (001)fe/(001)cr magnetic superlattices. **Physical Review Letters**, v. 61, p. 2472–2475, 1988.
- 2 JULLIERE, M. Tunneling between ferromagnetic films. **Physics Letters A**, v. 54, p. 225 – 226, 1975.
- 3 MEIKLEJOHN, W. H.; BEAN, C. P. New magnetic anisotropy. **Physical Review**, v. 102, n. 5, p. 1413, 1956.
- 4 MEIKLEJOHN, W. H.; BEAN, C. P. New magnetic anisotropy. **Physical Review**, v. 105, n. 3, p. 904, 1957.
- 5 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, 2007.
- 6 NICOLODI, S. **Exchange Bias em Filmes de IrMn/Cu/Co**. Disserta[U+FFFF] (Mestrado) — Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2007.
- 7 NICOLODI, S. *et al.* Abrupt suppression of the exchange bias across a non-magnetic insulator spacer. **Journal of Applied Physics**, v. 110, n. 6, p. 063922, 2011.
- 8 NICOLODI, S. **Estudo de Exchange Bias em Filmes de IrMn/Al₂O₃/Co e IrMn/Cr/Co**. Tese (Doutorado) — Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2011.
- 9 NI, J. *et al.* Enhancement of exchange bias in Ir-Mn/Co_{0.9}Fe_{0.1} bilayers by inserting an ultra-thin Co_{0.6}Fe_{0.4}. **Journal of Physics D**, v. 39, p. 730–733, 2006.
- 10 KUANR, B. K. *et al.* Determination of exchange and rotational anisotropies in IrMn/Fe(*t*)/IrMn exchange coupled structures using dynamic and static techniques: Application to microwave devices. **Journal of Applied Physics**, v. 103, p. 07C107, 2008.
- 11 ZHANG, W.; BOWDEN, M. E.; KRISHNAN, K. M. Competing effects of magnetocrystalline anisotropy and exchange bias in epitaxial Fe/IrMn bilayers. **Applied Physics Letters**, v. 98, p. 092503, 2011.
- 12 ALI, M.; MARROWS, C. H.; HICKEY, B. J. Controlled enhancement or suppression of exchange biasing using impurity δ layers. **Physical Review B**, v. 77, p. 134401, 2008.
- 13 RAVELOSONA, D. *et al.* Chemical order induced by ion irradiation in FePt (001) films. **Applied Physics Letters**, v. 76, n. 2, p. 236–238, 2000.
- 14 BERNAS, H. *et al.* Ordering intermetallic alloys by ion irradiation: A way to tailor magnetic media. **Physical Review Letters**, v. 91, n. 7, p. 077203, 2003.

- 15 LAI, C.-H.; YANG, C.-H.; CHIANG, C. C. Ion-irradiation-induced direct ordering of 11_0 FePt phase. **Applied Physics Letters**, v. 83, n. 22, p. 4550–4552, 2003.
- 16 YANG, C.-H.; LAI, C.-H.; CHIANG, C. C. Low-ordering-temperature fabrication FePt by ion irradiation. **IEEE Transactions on Magnetism**, v. 40, n. 4, p. 2519–2521, 2004.
- 17 POPPE, S.; FASSBENDER, J.; HILLEBRANDS, B. On the mechanisms of irradiation enhanced exchange bias. **Euromagnetism 2003**, v. 2, 2003.
- 18 ENGEL, D. *et al.* Exchange anisotropy modification in nio/nife bilayers by ion bombardment. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 263, n. 3, p. 275 – 281, 2003.
- 19 FASSBENDER, J. *et al.* Ion irradiation of exchange bias systems for magnetic sensor applications. **Applied Physics A**, v. 77, p. 51, 2003.
- 20 FASSBENDER, J.; RAVELOSONA, D.; SAMSON, Y. Tailoring magnetism by light-ion irradiation. **Journal of Physics D: Applied Physics**, v. 72, p. R179, 2004.
- 21 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, 2001.
- 22 MOUGIN, A. *et al.* Modification of the exchange bias effect by He ion irradiation. **IEEE Transactions on Magnetism**, v. 36, n. 5, p. 2647–2649, 2000.
- 23 MEWES, T. *et al.* Suppression of exchange bias by ion irradiation. **Applied Physics Letters**, v. 76, n. 8, p. 1057, 2000.
- 24 MILTÉNYI, P. *et al.* Diluted antiferromagnets in exchange bias: Proof of the domain state model. **Phys. Rev. Lett.**, v. 84, p. 4224–4227, 2000.
- 25 SCHAFER, D. **Modificação da anisotropia magnética através de feixes de íons**. Disserta[U+FFFF] (Mestrado) — Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2010.
- 26 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, 2008.
- 27 SCHAFER, D. *et al.* Ion irradiation effects on the exchange bias in IrMn/Co films. **Journal of Applied Physics**, v. 109, n. 2, p. 023905, 2011.
- 28 CULLITY, B. D. **Introduction to magnetic materials**. Menlo Park: Addison-Wesley Publishing Company, 1972.
- 29 COEY, J. M. D. **Magnetism and Magnetic Materials**. Cambridge, UK: Cambridge University Press, 2010.
- 30 KITTEL, C. **Introduction to Solid State Physics**. 7. ed. New York: John Wiley & Sons, Inc., 1996.
- 31 ASHCROFT, N. W.; MERMIN, N. D. **Solid State Physics**. Philadelphia: Saunders College Publishing, 1976.

- 32 WEISS, P. La variation du ferromagnétisme avec la temperature. **Comptes Rendus**, v. 143, p. 1136, 1906.
- 33 WEISS, P. L'Hypothèse du champ moléculaire et de la propriété ferromagnétique. **Journal de Physique**, v. 6, p. 661, 1907.
- 34 HEINSEBERG, W. Zur theorie des ferromagnetismus. **Zeitschrift für Physik**, v. 49, p. 619, 1928.
- 35 ISHIKAWA, Y.; MIURA, N. **Physics and Engineering Applications of Magnetism**. Tokyo: Springer-Verlag, 1991.
- 36 CHIKAZUMI, S.; CHARAP, S. H. **Physics of Magnetism**. 1^a. ed. Huntington: Robert E. Krieger Publishing Co., Inc., 1978.
- 37 AKULOV, N. S. Über das magnetische quadrupolmoment des eisenatoms. **Zeitschrift für Physik**, v. 57, n. 3-4, p. 249, 1929.
- 38 NOGUÉS, J. *et al.* Exchange bias in nanostructures. **Physics Reports**, v. 422, p. 65, 2005.
- 39 LEIGHTON, C. *et al.* Coercivity enhancement in exchange biased systems driven by interfacial magnetic frustration. **Physical Review Letters**, v. 84, n. 15, p. 3466, 2000.
- 40 HOU, C.; FUJIWARA, H.; ZHANG, K. Structural origin of coercivity enhancement and exchange-bias field in double antiferromagnet/ferromagnet bilayers. **Applied Physics Letters**, v. 76, p. 3974, 2000.
- 41 BERKOWITZ, A. E.; TAKANO, K. Exchange anisotropy — a review. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 200, p. 552, 1999.
- 42 KIWI, M. Exchange bias theory. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 234, p. 584, 2001.
- 43 MAURI, D. *et al.* Simple model for thin ferromagnetic films exchange coupled to an antiferromagnetic substrate. **Journal of Applied Physics**, v. 62, p. 3047, 1987.
- 44 GESHEV, J. Analytical solutions for exchange bias and coercivity in ferromagnetic/antiferromagnetic bilayers. **Physical Review B**, v. 62, n. 9, p. 5627, 2000.
- 45 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, 2002.
- 46 ZIEGLER, J. F.; BIERSACK, J. P.; ZIEGLER, M. D. **SRIM - The Stopping and Range of Ions in Matter**. Software. Disponível em www.srim.org.
- 47 DIJKEN, S. van *et al.* IrMn as exchange-biasing material in systems with perpendicular magnetic anisotropy. **Journal of Applied Physics**, v. 97, p. 10K114, 2005.
- 48 NICOLODI, S. *et al.* Angular dependence of the exchange bias and coercivity on IrMn/Co bilayers. **Physica B**, v. 384, p. 141, 2006.
- 49 GESHEV, J. *et al.* Exchange bias through a Cu interlayer in IrMn/Co system. **Physical Review B**, v. 75, p. 214402, 2007.

-
- 50 NOGUÉS, J.; SCHULLER, I. Exchange bias. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, v. 192, p. 203, 1999.
- 51 CULLITY, B. D. **Elements of X-ray diffraction**. Massachussets: Addison-Wesley Publishing Company, 1956.
- 52 HARRES, A. *et al.* Effect of short-duration annealing on the exchange bias in IrMn/Co films. v. 323, p. 2398, 2011.
- 53 BRÜCK, S. *et al.* Exploiting length scales of exchange-bias systems to fully tailor double-shifted hysteresis loops. **Advanced Materials**, v. 17, p. 2978, 2005.
- 54 NOLTING, F. *et al.* Direct observation of the alignment of ferromagnetic spins by antiferromagnetic spins. **Nature**, v. 405, p. 767, 2000.

APÊNDICE A – Curvas de Histerese

Neste apêndice serão apresentados todas as curvas de histerese obtidas durante este trabalho. Os resultados estão organizados por amostra e em cada seção se encontram os resultados das medidas das amostras como-feitas, tratadas termicamente e irradiadas com diversas fluências.

As figuras mostram o eixo difícil (curva preta) e o eixo fácil (curva vermelha) de magnetização. Os tratamentos estão indicados em cada gráfico.

A.1 IrMn/Co

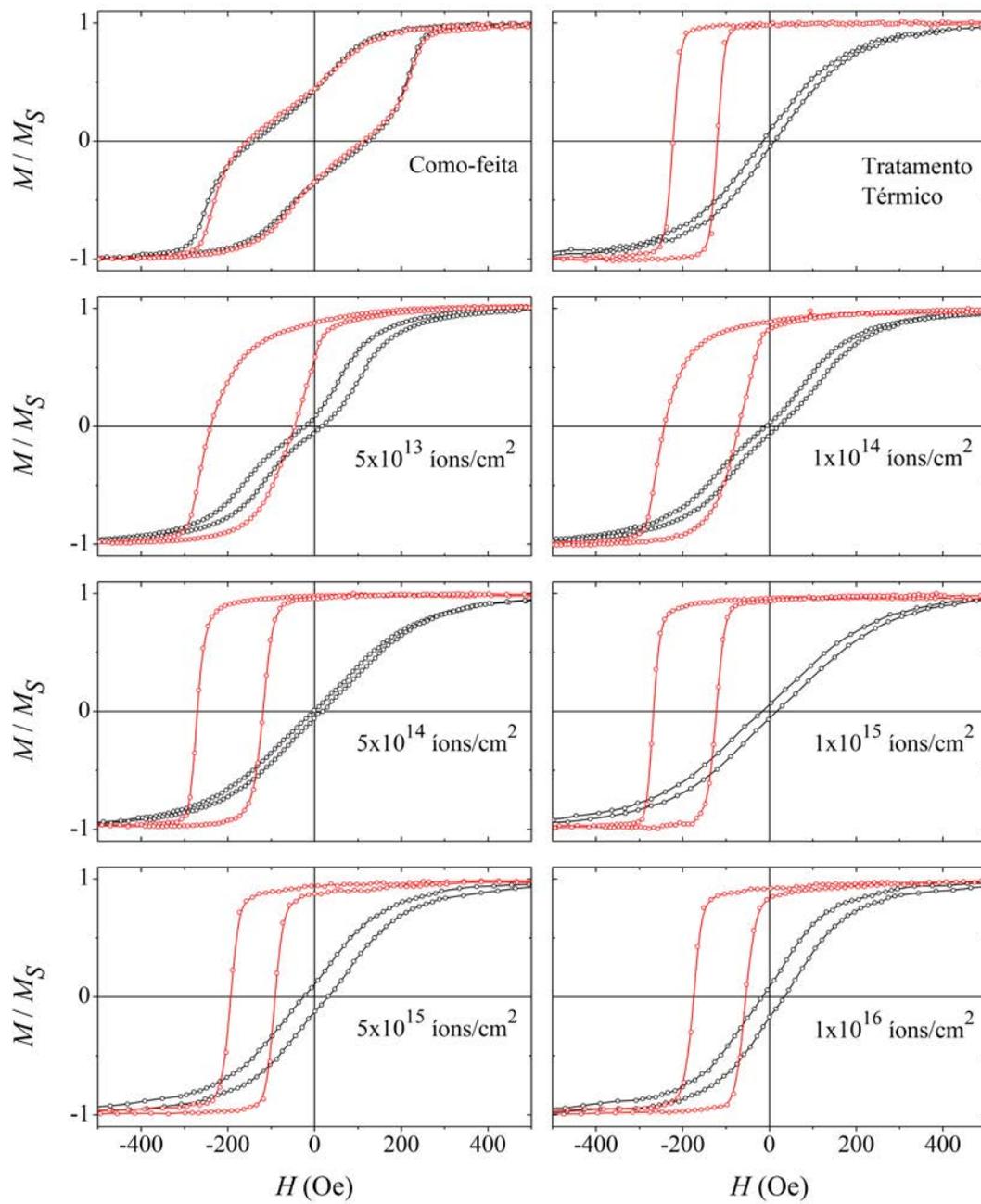


Figura 33: Curvas de histerese da amostra sem espaçador.

A.2 IrMn/Fe_{0.25}/Co

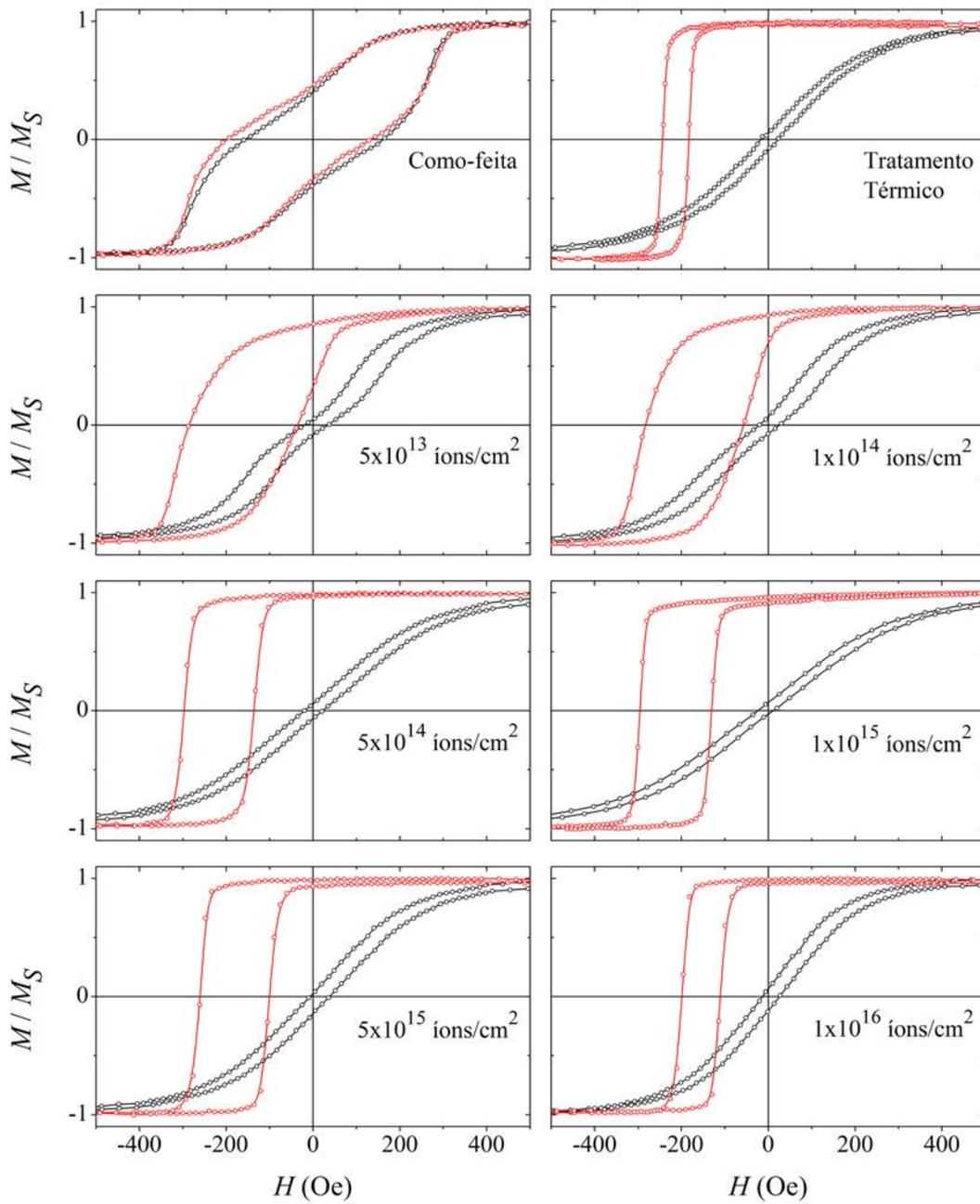


Figura 34: Curvas de histerese da amostra com espaçador de Fe=0.25 nm.

A.3 IrMn/Fe_{0.50}/Co

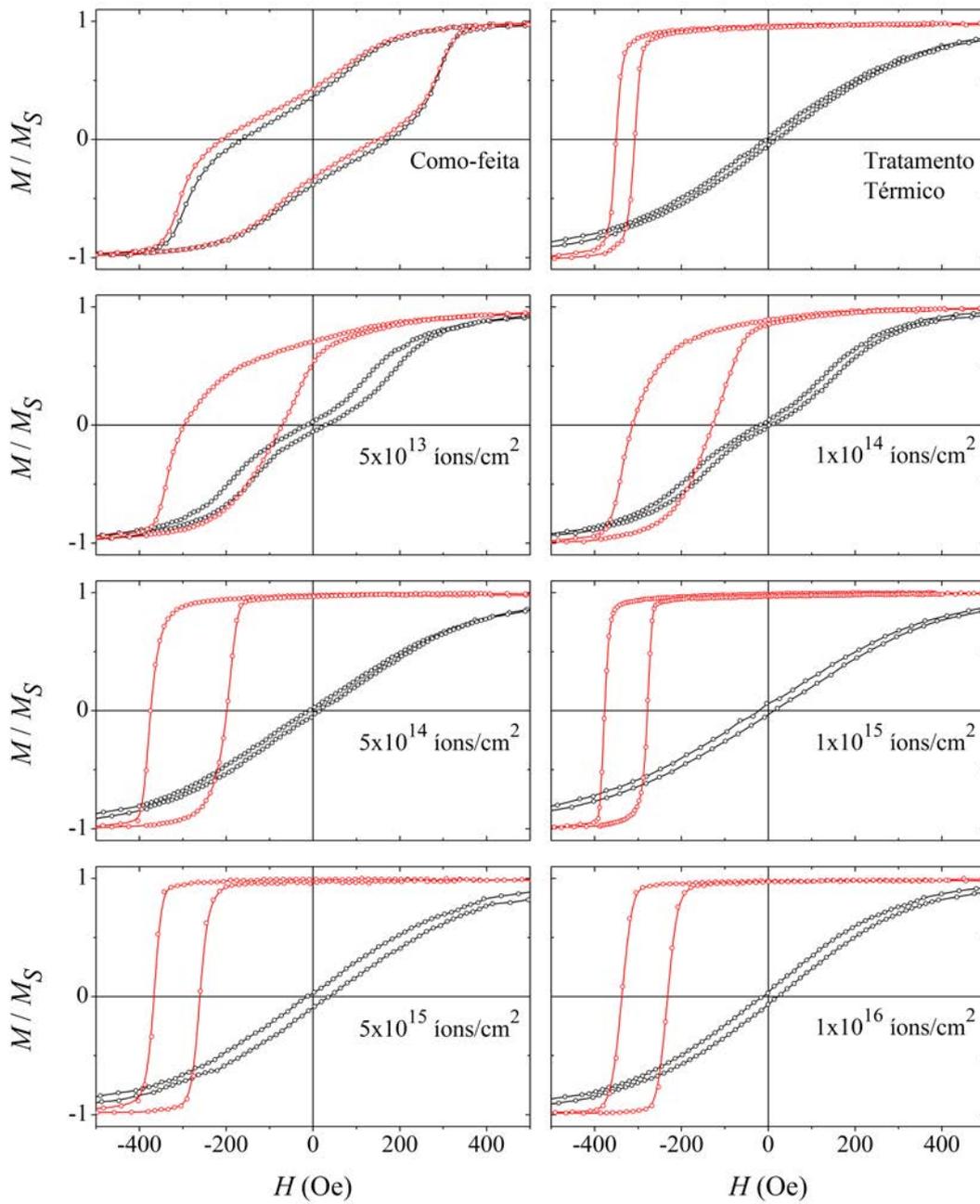


Figura 35: Curvas de histerese da amostra com espaçador de Fe=0.50 nm.

A.4 IrMn/Fe_{0.75}/Co

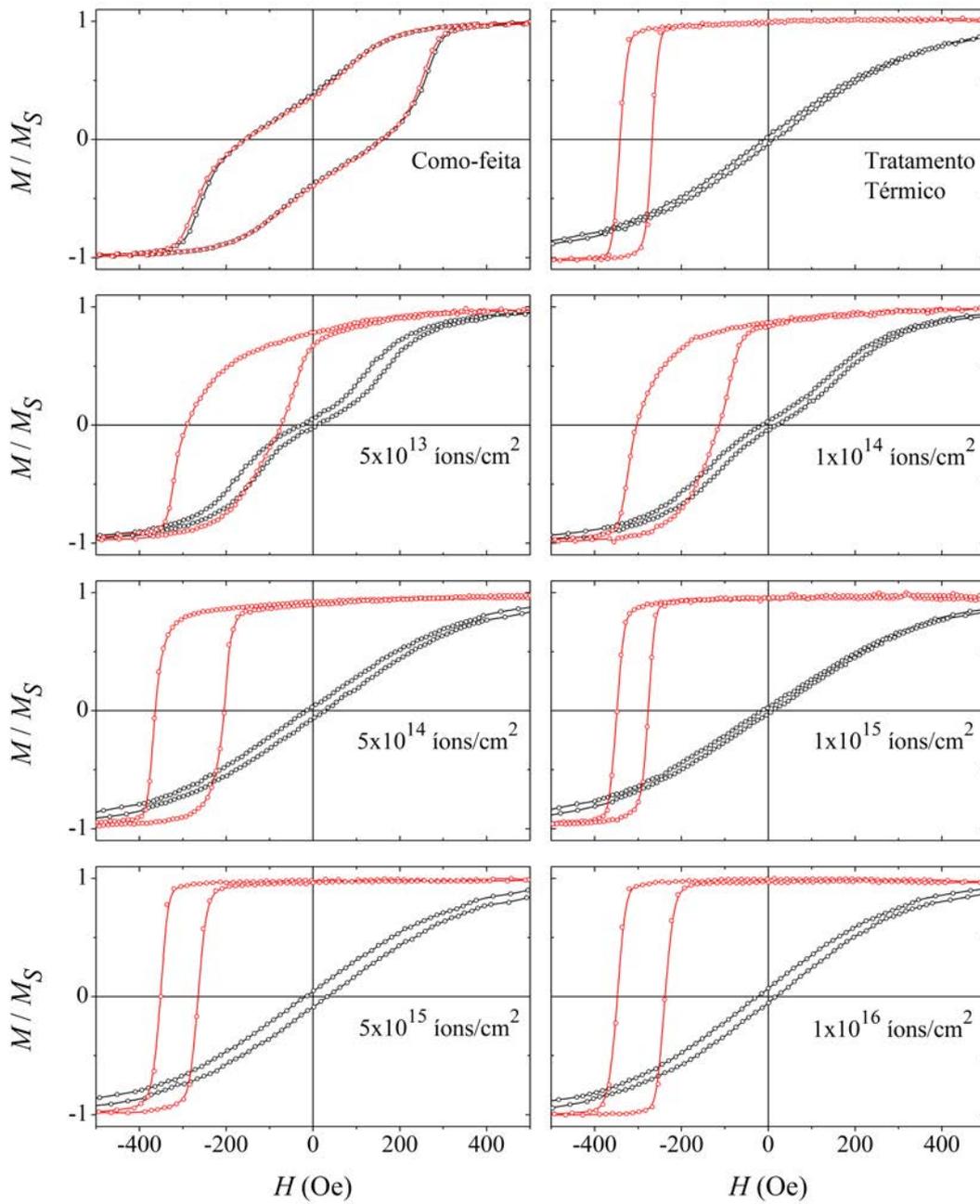


Figura 36: Curvas de histerese da amostra com espaçador de Fe=0.75 nm.

A.5 IrMn/Fe_{1.00}/Co

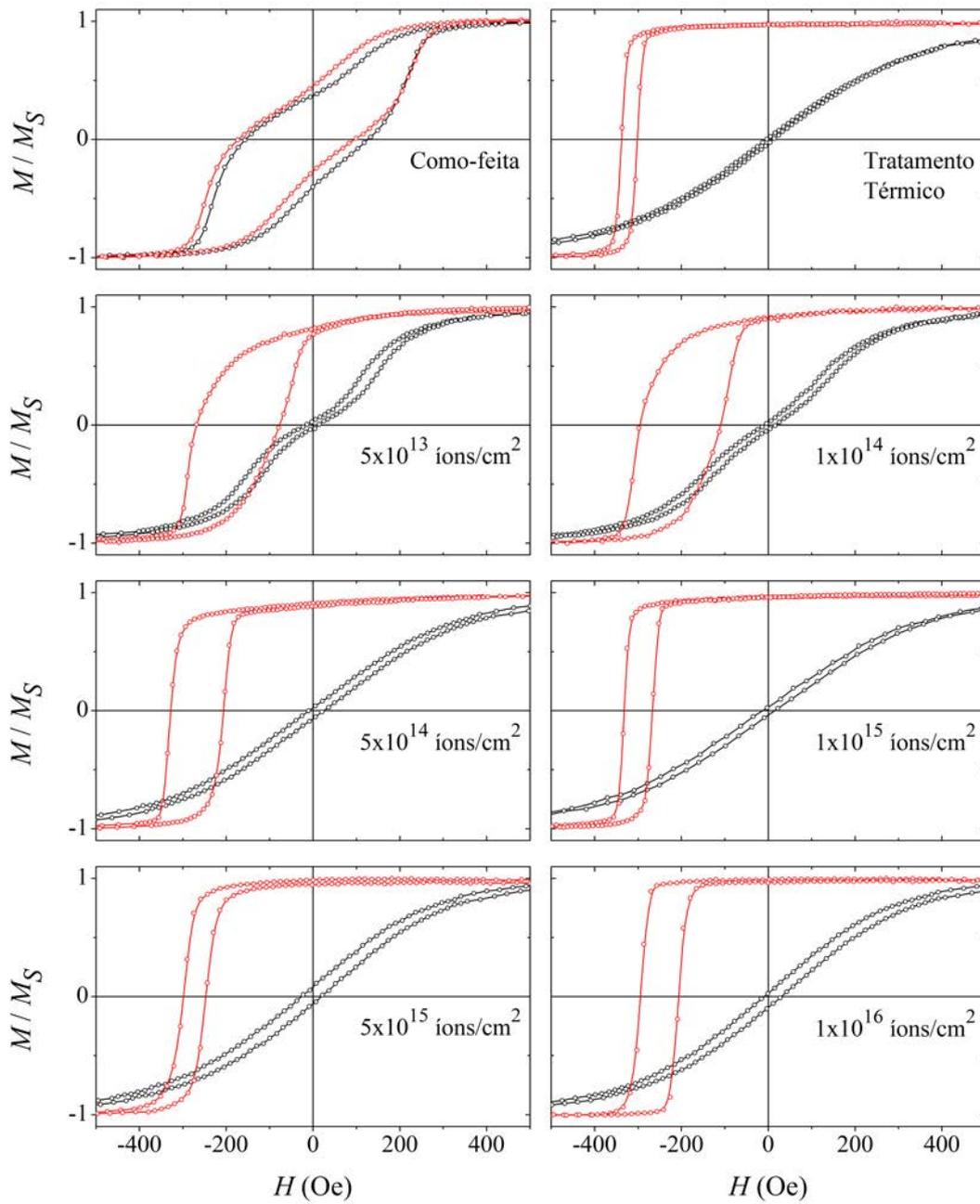


Figura 37: Curvas de histerese da amostra com espaçador de Fe=1.00 nm..

A.6 IrMn/Fe_{1.50}/Co

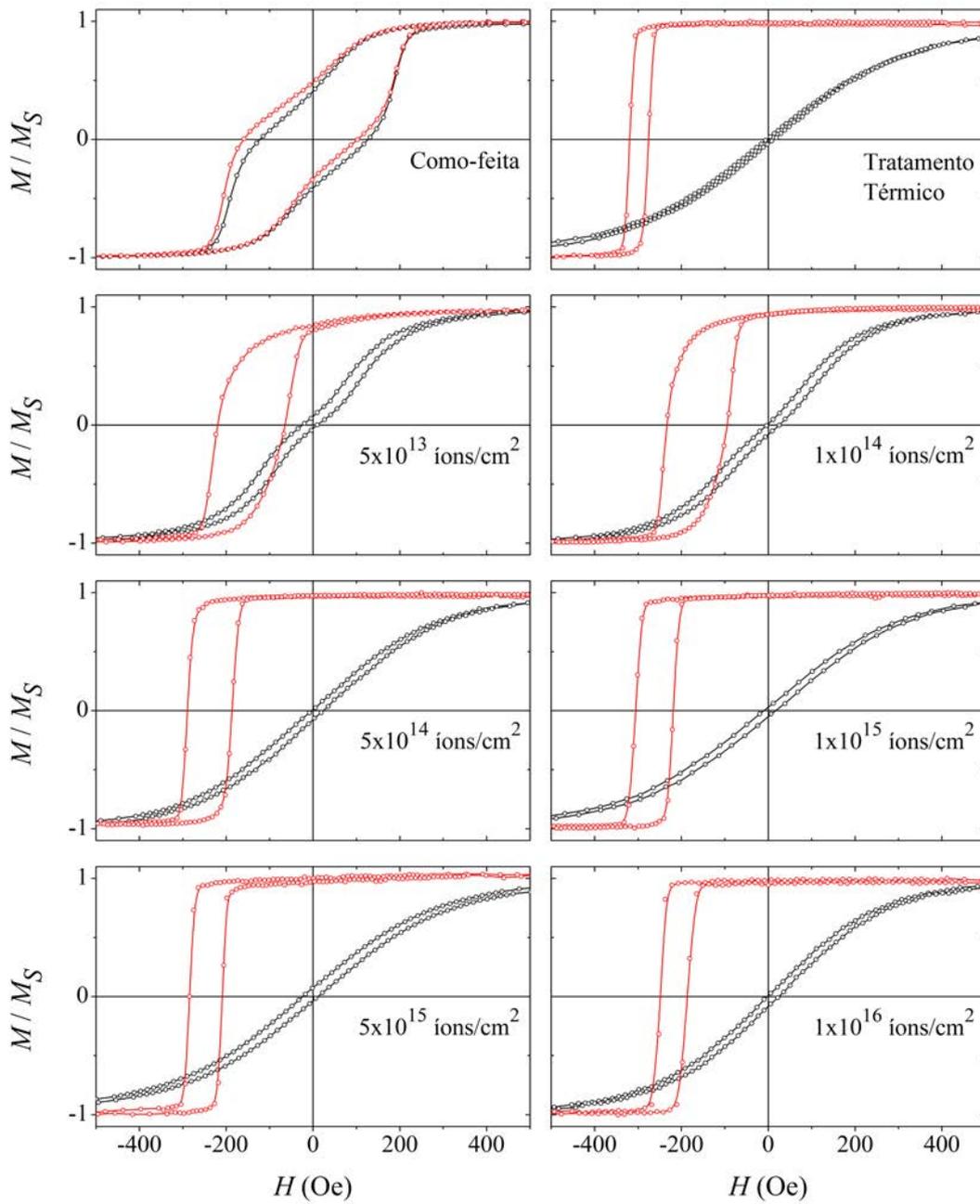


Figura 38: Curvas de histerese da amostra com espaçador de Fe=1.50 nm.