

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM FÍSICA  
Tese de Doutorado

DIMENSÕES E MAGNETORRESISTÊNCIA  
EM MULTICAMADAS MAGNÉTICAS

Saulo Cordeiro Lima

Porto Alegre

2015

SAULO CORDEIRO LIMA

**DIMENSÕES E MAGNETORRESISTÊNCIA  
EM MULTICAMADAS MAGNÉTICAS**

Tese realizada sob a orientação do Prof. Dr. Mario Noberto Baibich, apresentado ao Programa de Pós-Graduação em Física da UFRGS como requisito parcial para a obtenção do título de Doutor em Ciências.

Porto Alegre  
2015

## AGRADECIMENTOS

Durante toda a labuta com um trabalho de doutorado, é imprescindível contar com a ajuda e colaboração de varias pessoas. Seja do ponto de vista estritamente relacionado ao desenvolvimento do tema ou num aspecto mais pessoal, sempre houve alguém que na medida (ou não) de suas capacidades eu pude contar. Antes de cometer a injustiça de não mencionar o nome de alguém, peço desculpas e compreensão (se é que alguém lerá isso aqui), pois, no momento em que escrevo estas linhas, meus olhos estão pesados e minha cognição esvanecendo-se. Todavia, cito alguns nomes que agora me vem na mente agradecendo-os pelo que de um modo ou de outro, foram importantes durante esses anos.

- ✓ Ao meu orientador, o professor Mario N. Baibich, por toda a sua dedicação, pelas discussões sobre física, ensinamentos, paciência (e que paciência) que se fez presente durante o curso de doutorado.
- ✓ Ao Mauro Fin, do setor de eletrônica, por sempre contribuir de modo determinante com relação às questões/problemas técnicos que vez ou outra surgem.
- ✓ Ao professor Henri Boudinov do Laboratório de Microeletrônica que contribuiu muito para a realização do processo de litografia além das limpezas de substratos, que foram muitos.
- ✓ Ao Físico Júlio Schoffen e ao Professor Antônio Marcos Helgueira (Teco) do LCN, onde as amostras foram depositadas.
- ✓ Aos Professores Antônio Domingues dos Santos (USP) e André Avelino Pasa (UFSC) que, em diferentes momentos em que o trabalho estava travado, cederam espaço em seus laboratórios para ajudar no prosseguimento.

- ✓ Ao professor Dante Homero Mosca Jr. (UFPR) por disponibilizar o PPMS de seu laboratório para a execução de algumas medidas.
- ✓ À galera com quem dividi apartamento durante todo esse tempo que, como é de se esperar, sempre propicia momentos de diversão (ou de tensão): Rafael Otoniel (Careca ou Goiano), Rafael Cichelero (Cica), Rangel Baldasso (Sassá), Rovani (Rovani) e Lutiene. Foram muitos, viu...
- ✓ Ao pessoal dos laboratórios (em ordem absolutamente aleatória): Rafael Otoniel, Paula Azambuja, Ramon Ferreira, Fabiano Mesquita, Luciano Berchon, Jorge Pimentel, Graziela Farinela, Moisés de Almeida, Alessandra Sternberg, Rovani Lopes, Lutiene Lopes, Bárbara Canto, e por aí vai...
- ✓ À minha namorada, Izabel Milena, que sempre tentava me confortar nas situações em que eu me encontrava chateado e desesperançoso.
- ✓ À minha amiga Andrea Cássia que, embora passemos meses sem conversar, nada muda e a alegria do reencontro é a mesma.
- ✓ Aos meus pais, Guilherme Cerqueira Lima e Izabel Cordeiro Lima que se preocupavam e já ansiavam faz muito tempo com o fim do doutorado e sempre me davam todo apoio, bem como meus irmãos Ivan e Alan.

Este trabalho foi parcialmente financiado pelo Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico - CNPq

# SUMÁRIO

**Lista de Figuras**

**Lista de Tabelas**

**Lista de Símbolos**

**Resumo**

**Abstract**

<b>1 - Introdução</b> .....	15
<b>2 - Aspectos Teóricos</b> .....	18
2.1 – Magnetismo da matéria .....	18
2.1.2 – Anisotropia Magnética .....	19
2.1.3 – Magnetismo de Filmes Finos e Multicamadas .....	21
2.2 – Magnetorresistência.....	23
2.2.1 – Magnetorresistência Ordinária .....	23
2.2.2 – Magnetorresistência Anisotrópica .....	23
2.2.3 – Magnetorresistência Gigante .....	25
2.3 –Efeito Hall .....	29
2.3.1 Efeito Hall Planar (PHE) .....	30
<b>3 – Apresentação do Problema</b> .....	32
3.1 – Confinamento Lateral das Multicamadas .....	32
3.2 – Multicamadas de Co/Cu .....	34
3.2.1 – Composição .....	34
3.2.2 - Espessura da Camada não Magnética .....	35
3.2.3 - Espessura da Camada Magnética .....	36
3.2.4 - Camada de <i>Buffer</i> .....	37
3.2.5 - Número de Bicamadas .....	38

3.2.6 - Camada de Cobertura .....	38
3.3 - Estruturas para Estudo.....	39
<b>4 – Aspectos Experimentais .....</b>	<b>40</b>
4.1 - Confeção das Amostras .....	40
4.1.1 Limpeza .....	40
4.1.2 Pulverização Catódica ou <i>Sputtering</i> .....	41
4.1.3 Conformação da amostra .....	43
4.2 - Caracterizações.....	46
4.2.1 Caracterização por raios X .....	46
4.2.2 Magnetometria de Gradiente de Força Alternada.....	48
4.2.3 Magnetotransporte .....	50
4.3 – Tratamento Térmico .....	53
<b>5 – Resultados e Discussões - Parte I .....</b>	<b>55</b>
5.1 – Reflectometria de raios X.....	55
5.2 – Difração de raios X.....	57
5.3 – Magnetorresistência e Magnetização.....	59
5.4 – Efeitos do Recozimento.....	62
5.5 – Medidas em Baixas Temperaturas.....	66
<b>6 – Resultados e Discussão - Parte II .....</b>	<b>72</b>
6.1 – Dependência da Resistência .....	74
6.2 – Dependência do Campo Coercivo .....	76
6.3 – Formato das Curvas de MR.....	78
<b>7 – Conclusões e Perspectivas .....</b>	<b>88</b>
<b>Referências .....</b>	<b>90</b>

## LISTA DE FIGURAS

- Figura 2.1:** (a) Campo desmagnetizante gerado em um material magneticamente polarizado. (b) Efeito do campo desmagnetizante na curva de histerese.....20
- Figura 2.2:** Esquema da topologia da interface e interação dos dipolos, dando origem ao acoplamento Orange-peel.....22
- Figura 2.3:** Diagrama esquemático mostrando a origem física da AMR. O disco em torno do vetor de magnetização representa a seção de choque de espalhamento relativo aos orbitais[18].....24
- Figura 2.4:** (a) Esquema da condução elétrica dependente do spin numa bicamada magnética separada por uma camada não magnética com orientações magnéticas de forma paralela e antiparalela. (b) Representação esquemática da GMR utilizando um esquema de associação de resistores. ....26
- Figura 2.5:** Diferentes geometrias de medida de magnetorresistência. (a) Corrente perpendicular ao plano - CPP. (b) Corrente no plano - CIP.....27
- Figura 2.6:** Efeito da inserção de uma fina camada magnética de Co na interface Cu/NiFe. Figura adaptada de [23].....28
- Figura 2.7:** Esquema representativo da configuração para medida de efeito Hall. ....30
- Figura 3.1:** Magnetorresistência de sanduíches Co/Cu/Co em função da largura da amostra. Figura adaptada de [34].....33
- Figura 3.2:** Magnetorresistência Gigante de uma serie de multicamadas Co/Cu em função da espessura do espaçador de cobre obtidas em temperatura ambiente [39]. ...35
- Figura 4.1:** Diagrama esquemático do processo de deposição por *sputtering* e detalhes da arquitetura do sistema utilizado[49].....42
- Figura 4.2:** Esquema mostrando os passos do processo de *spin coating*. (a) Deposição da solução. (b) Rotação do substrato. (c) Evaporação da solução. ....44
- Figura 4.3:** Representação do processo de litografia. (a) Estrutura inicial. (b) Após deposição do fotorresiste. (c) Depois da exposição à radiação UV. (d) Região sensibilizada removida. (e) Após corrosão efetuada. (f) Remoção do restante do fotorresiste. ....44

<b>Figura 4.4:</b> Esquema da amostra com largura reduzida exibindo também os contatos para medidas elétricas. ....	46
<b>Figura 4.5:</b> Refletividades calculadas para: (a) Camada de Cu de 30 nm sobre substrato de Si; (b) Camada de Cu de 30nm sobre substrato de Si com rugosidade na interface. ....	48
<b>Figura 4.6:</b> Diagrama esquemático do magnetômetro por gradiente de força alternada (AGFM) [55]. ....	49
<b>Figura 4.7:</b> Diagrama esquemático do sistema para medida de magnetorresistência. ....	52
<b>Figura 4.8:</b> Porta amostra (a) e suporte tubular (b) onde está instalado o sensor Hall. ....	52
<b>Figura 4.9:</b> Gaussímetro construído para a execução deste trabalho. ....	52
<b>Figura 4.11:</b> Diagrama esquemático do sistema para realização do tratamento ....	54
<b>Figura 5.1:</b> Curva de reflectometria de raios X de um filme cobalto utilizado para calibração de taxa de deposição. ....	56
<b>Figura 5.2:</b> Ajuste dos pontos de máxima intensidade da curva de XRR por meio da equação 5.1 ....	57
<b>Figura 5.3:</b> Difratoograma da multicamada com composição nominal Si/SiO <sub>2</sub> /[Cu (20 Å)/Co(14 Å)/Cu (50 Å)]. Acima de cada pico tem-se a indexação do pico central e dois satélites. No <i>inset</i> é apresentado o ajuste dos vetores de espalhamento em função das respectivas ordens harmônicas. ....	58
<b>Figura 5.4:</b> Curvas de magnetorresistência da multicamada Si/SiO <sub>2</sub> /[Cu (20 Å)/Co(14 Å)/Cu (50 Å)] obtidas em temperatura ambiente, com o campo aplicado no plano da amostra e paralelo (linha preta) ou perpendicular (linha vermelha) à corrente. No <i>inset</i> é apresentada a medida normalizada. ....	60
<b>Figura 5.5:</b> Curva de magnetização da multicamada Si/SiO <sub>2</sub> /[Cu (20 Å)/Co(14 Å)/Cu (50 Å)] obtida em temperatura ambiente, com o campo aplicado no plano da amostra e paralelo (linha preta) ou perpendicular (linha vermelha) a um eixo arbitrário (orientação em que a corrente fluía na medida de MR). No <i>inset</i> é mostrada a curva de histerese em campos mais baixos juntamente com a de MR. ....	61
<b>Figura 5.6:</b> (I) Variação da resistência em campo nulo durante o recozimento das multicamadas, normalizada pela resistência inicial; (II) Curvas de	

<p>magnetorresistência das multicamadas como depositada (CD) em preto e recozida em vermelho. No <i>inset</i> tem-se a curva de MR normalizada.....</p>	64
<p><b>Figura 5.7:</b> Medidas de magnetorresistência da amostra de composição Si/SiO<sub>2</sub>/[Cu(20 Å)/Co(14 Å)/Cu (50 Å)] e com largura de 30 μm em diferentes temperaturas.</p>	67
<p><b>Figura 5.8:</b> Variação dos campos coercivos (a) e de saturação (b) com a temperatura. Observa-se que as curvas não são simétricas com relação ao campo nulo. ....</p>	68
<p><b>Figura 5.9:</b> Variação dos fatores da equação 5.3 (dos quais dependem o valor da magnetorresistência) com a temperatura. Também esta inclusa a variação da razão entre as resistências em campo nulo. ....</p>	71
<p><b>Figura 6.1:</b> Design utilizado para a conformação das multicamadas, exibindo as conexões para as medidas de MR e PHE. O <i>inset</i> é uma ampliação da região ativa da amostrais; <math>w</math> é a largura da amostra. ....</p>	72
<p><b>Figura 6.2:</b> Magnetorresistência em temperatura ambiente para os campos aplicados perpendiculares ou paralelos ao fluxo de corrente; <math>w</math> é a largura de cada amostra. ....</p>	73
<p><b>Figura 6.3:</b> Dependência da resistência da amostra com <math>1/w</math>. (a) Valores medidos; (b) Valores corrigidos considerando fatias “mortas” junto à borda da amostra. ....</p>	75
<p><b>Figura 6.4:</b> Campo coercivo (<math>H_C</math>) em função do inverso da largura <math>w</math> (as linhas consiste em uma regressão linear sobre os quatro primeiros pontos). O <i>inset</i> exhibe a dependência direta de <math>H_C</math> vs. <math>w</math>. ....</p>	76
<p><b>Figura 6.5:</b> Comparativo entre as áreas disponíveis para nucleação de paredes de dominio magnético na região em que existem contatos e na região entre os contatos. (a) Configuração relativa à situação em que o canal de corrente é muito mais largo que as terminações dos contatos de tensão. (b) Configuração em que as larguras são próximas. ....</p>	77
<p><b>Figura 6.6:</b> Comparação dos lados positivo e negativo, com relação ao campo coercivo, dos ramos ascendentes e descendentes da MR na direção paralela (a) e perpendicular (b) do campo magnético com relação ao fluxo de corrente (ou eixo fácil). ....</p>	79

- Figura 6.7:** Representação do “movimento de tesoura” entre as magnetizações das camadas magnéticas com acoplamento AF exibindo as configurações onde (a)  $H_{\text{externo}} = 0$  e (b) para um  $H$  diferente deste. ....80
- Figura 6.8:** (a) Variação da orientação das magnetizações a partir de uma dependência hipotética  $\theta(H)$ . As setas esboçam o “movimento de tesoura”. (b) Resposta da PHE a uma evolução do tipo MT para ângulos diferentes entre a corrente e o campo magnético aplicado. (c) Resposta da MR. ....82
- Figura 6.9:** Medida de PHE para a amostra com largura de  $5 \mu\text{m}$  com diferentes ângulos entre campo magnético aplicado e fluxo de corrente. O gráfico de  $dMR/dH$  também é traçado para mostrar a correlação entre as duas quantidades. As linhas azuis são apenas guias para os olhos. ....84
- Figura 6.10:** Esquema da ampliação da região da borda evidenciando a rugosidade. (a) Condição que resultaria em um acoplamento FM é desfavorável por conta da interação magnetostática. (b) O acoplamento AF é a configuração energeticamente mais favorável. ....87

## **LISTA DE TABELAS**

**Tabela 4.1:** Rotina de limpeza dos substratos.....40

**Tabela 4.2:** Formulação utilizada na execução do processo de corrosão.....45

## LISTA DE SÍMBOLOS

AF	Antiferromagnético
AMR	Magnetorresistência Anisotrópica
CIP	Corrente no Plano
CPP	Corrente Perpendicular ao Plano
EHE	Efeito Hall Extraordinário
FIB	Feixe de Íons Focalizados
FM	Ferromagnético
GMR	Magnetorresistência Gigante
LANSEN	Laboratório de Nanoestruturas para Sensores (UFPR)
LCN	Laboratório de Conformação Nanométrica (UFRGS)
L $\mu$ E	Laboratório de Microeletrônica (UFRGS)
MR	Magnetorresistência
MT	Movimento de Tesoura
OMR	Magnetorresistência Ordinária
PHE	Efeito Hall Planar
PPMS	Sistema de Medida de Propriedades Físicas
RKKY	Interação Ruderman-Kittel-Kasuya-Yosida

## RESUMO

Neste trabalho são apresentados resultados que concernem ao estudo da magnetorresistência gigante (GMR) em amostras de multicamadas de Co/Cu com larguras de ordem micrométricas. Para isto, filmes com largura macroscópica foram depositados por *sputtering* e empregou-se técnica de litografia ótica, associada à corrosão úmida, para se proceder com o processo de conformação da estrutura. Foram mantidos constantes o comprimento e a espessura da amostra enquanto que a largura foi variada dentro de uma faixa de 2 a 30  $\mu\text{m}$ .

Com o objetivo de identificar a ocorrência de possíveis modificações estruturais devidas ao aquecimento da amostra durante o processo de litografia, uma análise prévia da estabilidade térmica da estrutura se fez necessária. Para isso um sistema de tratamento térmico com monitoramento *in situ* de sua resistência elétrica foi operacionalizado. Foi constatado que é improvável que as temperaturas empregadas durante a conformação da amostra promovam alguma modificação perceptível na amostra.

Pudemos observar efeitos sobre a curva de magnetorresistência (MR) decorrente do valor da largura da amostra e isso foi associado a possíveis mudanças no processo de magnetização. Para tanto, relacionamos as medidas MR e de efeito Hall planar (PHE), estabelecendo que, com a diminuição da largura ( $w$ ), houve uma maior tendência de que as magnetizações das camadas vizinhas realizassem um tipo de “movimento de tesoura” durante suas rotações, o que progressivamente leva a um perfil mais simétrico (em torno do campo coercivo) da curva de magnetorresistência.

Interpretamos que isso se deve a uma melhor correlação entre as camadas (ou mesmo domínios) vizinhas, impelidos pela aproximação de um estado de monodomínio induzido pela diminuição de  $w$ . Além disso, uma contribuição adicional ao acoplamento antiferromagnético pré-existente pode ter se originado a partir da interação magnetostática entre as bordas de camadas adjacentes.

## ABSTRACT

This thesis presents results that concern the study of giant magnetoresistance (GMR) in Co / Cu multilayers bearing widths ( $w$ ) of micrometer dimensions. For this, macroscopic width films were deposited by sputtering, and optical lithography associated with wet etching were employed to proceed with the changes to the structures. We kept constant both length and thickness of the sample, while the width was varied in the range 2 to 30 micrometers. In order to identify possible spurious effects from sample heating during the lithography process, a preliminary analysis of the thermal stability of the structure was performed.

For this purpose, a heat treatment system with in situ monitoring of the sample's electrical resistance was used. We found that it is unlikely that the temperatures employed during the lithographic process produce any noticeable change in the samples.

We have observed effects on the magnetoresistance curve (MR) due to the sample width value, and this was associated with possible changes in the magnetization process. To do so, we used both the MR and Planar Hall effect (PHE) measurements, establishing that, with decreasing  $w$ , there was a greater tendency that the magnetization of neighboring layers perform a kind of "scissors movement" during their rotations, which gradually leads to a symmetric plot (around the coercive field) of the magnetoresistance.

We interpret that this is due to a better correlation between the adjacent layers (or even domains), prompted by the approach of a monodomain state induced by the decrease in  $w$ . Furthermore, an additional contribution to the pre-existing antiferromagnetic coupling may have originated from the magnetostatic interaction between the edges of adjacent layers.

# 1 - INTRODUÇÃO

Uma das descobertas mais fascinantes na física do estado sólido no final do século XX foi a da Magnetorresistência Gigante (Magnetorresistência Gigante). Este efeito consiste de uma mudança relativamente grande da resistência de uma multicamada metálica quando submetida a um campo magnético [1].

Estruturas que exibem o efeito da Magnetorresistência Gigante foram intensamente estudadas e desenvolvidas e amplamente empregada tecnologicamente nos anos seguintes, como, por exemplo, na fabricação de leitores de discos rígidos, memórias não voláteis etc. [2].

O efeito foi obtido pela primeira vez pelos grupos liderados por Albert Fert e Peter Grünberg (laureados com o Prêmio Nobel de Física em 2007) quando estudavam estruturas nanoscópicas (composta de camadas magnéticas intercaladas com não magnéticas, com espessuras que chegavam ao limite inferior de cerca de três camadas atômicas). Isso foi possível graças aos avanços na capacidade de obtenção de pressões da ordem de  $10^{-9}$  mbar associados a métodos de deposição com controle preciso, que permitiram a produção de amostras extremamente finas.

É preciso ter em mente que as espessuras de ordem nanométrica das camadas é o ponto chave para o surgimento deste efeito e de tantos outros descobertos posteriormente. Assim, de modo geral, o entendimento do comportamento da matéria tem sido alavancado pelo estudo de sistemas nanoestruturados, onde os efeitos quânticos, por exemplo, assumem um importante papel.

Quando tratamos de transporte eletrônico, uma questão que se faz presente é quanto ao tipo de condução que está presente no sistema: se as dimensões são menores que o livre caminho médio dos elétrons de condução, veremos o surgimento de fenômenos como transporte balístico e resistências de nanocontatos, entre tantas.

Do ponto de vista do magnetismo, sistemas com dimensões reduzidas apresentam comportamentos peculiares, os quais não são observados em amostras em volume (*bulk*) de composição similar, o que traz outras informações a respeito das propriedades magnéticas.

Ao tratar de sistemas nanoscópicos, uma pergunta da maior importância se impõe: quão pequeno precisa ser o sistema para apresentar propriedades típicas das dimensões nanoscópicas? E, quando este sistema cresce em tamanho, a partir de onde começa o regime volumétrico (*bulk*)?

Em particular, para sistemas magnéticos, sabemos que se as dimensões são suficientemente extensas, estes procuram dividir-se em domínios magnéticos para reduzir sua energia total. Caso estejamos abaixo do limite onde a anisotropia de forma domina, poderemos ter a formação, por exemplo, de monodomínios e vórtices, fato este que interfere nas propriedades magnéticas de um sistema [3,4].

Amostras que apresentam GMR não escapam a isto: uma vez que este efeito depende da orientação relativa entre as camadas magnéticas, é de se esperar que, no limite em que os monodomínios tendem a se formar, se presencie um aumento na magnitude do efeito.

Alguns trabalhos buscaram entender a influência da dimensão lateral em sistemas que apresentavam GMR (válvulas de spin ou pseudo-válvulas de spin), porém, como estavam estimulados pela perspectiva de aplicações, centraram-se principalmente na variação da magnitude do efeito, sem dar muita atenção à mudança na resposta magnética [5-7].

Um aspecto interessante é que, se por um lado o efeito de magnetorresistência gigante, como dito, depende da orientação entre magnetizações das camadas, por outro, a própria GMR pode ser usada como um meio de detectar alterações na estrutura magnética da amostra, tornando-se uma alternativa para o estudo da evolução dos processos de magnetização com relação aos métodos convencionais mais utilizados, tais como a magnetização (por SQUID, AGFM ou VSM) ou microscopia de força magnética (MFM), por exemplo [8].

Além disso, a medida PHE é também uma ferramenta útil para investigar o processo de magnetização, uma vez que depende da direção da magnetização em cada camada magnética [9,10]. Esta é a informação que não pode ser obtida diretamente a partir da GMR, uma vez que esta depende da orientação relativa entre magnetizações das camadas vizinhas.

Nesta tese foi investigada a influência da largura de multicamadas magnéticas de Co/Cu, mas não focando na intensidade do efeito e, sim, na tentativa de identificar e compreender a origem das modificações magnéticas. Para tanto, fizemos uso dos efeitos de PHE e GMR.

A abordagem empregada neste trabalho segue, aproximadamente, a linha de raciocínio esquematizada abaixo:

- Obtenção de amostras que apresentem GMR com controle de suas propriedades;
- Estudo de suas propriedades e o efeito de tratamentos térmicos;
- Uma vez obtida a amostra “modelo”, reduziu-se as dimensões laterais por meio de litografia;
- Estudo das propriedades desta amostra após a redução das dimensões;
- Compreensão das razões físicas que levam à modificação destas propriedades.

## 2 - ASPECTOS TEÓRICOS

### 2.1 – Magnetismo da matéria

**Diamagnetismo:** Origina-se na variação do momento angular orbital atômico induzida pela interação dos elétrons com o campo magnético aplicado e está associado à lei de Lenz. Caracteriza-se por uma suscetibilidade negativa e pequena e está presente em qualquer substância. Quando a componente diamagnética do material é dominante, este é chamado diamagnético e, como resultado, é ligeiramente repelido na presença de campos magnéticos intensos.

**Ferromagnetismo:** Este tipo de magnetismo é caracterizado pela presença de um alinhamento paralelo entre os momentos magnéticos atômicos que ocorre espontaneamente. Entretanto, esta ordem desaparece acima de uma dada temperatura (temperatura de Curie,  $T_C$ ) por conta da desordem promovida pela energia térmica. Os exemplos clássicos de materiais ferromagnéticos são o Fe ( $T_C = 1043$  K), Co ( $T_C = 1388$  K) e Ni ( $T_C = 627$  K).

Embora o alinhamento entre os momentos magnéticos seja de longo alcance, este pode não se estender por toda a dimensão do material. Ao invés disso, é energeticamente favorável à formação de diversas regiões com diferentes orientações da magnetização. Essas regiões são os denominados domínios magnéticos e as regiões de transição entre esses domínios são chamadas de paredes de domínios.

**Antiferromagnetismo:** É o magnetismo associado ao caso em que os momentos magnéticos estão alinhados na mesma direção, mas estando estes intercalados em sentidos opostos, resultando numa magnetização nula. Quando um material antiferromagnético é submetido a um campo magnético, seus momentos magnéticos tendem a se alinhar com este, fazendo com que o alinhamento antiparalelo seja perdido. Assim como no ferromagnetismo, a formação de domínios magnéticos pode ser identificada num material antiferromagnético e estes desaparecem acima da chamada de temperatura de Néel ( $T_N$ ).

**Paramagnetismo:** acima da temperatura crítica ( $T_C$  ou  $T_N$ ), a energia térmica é maior que a energia de acoplamento dos momentos magnéticos atômicos, mesmo na presença de

um campo magnético. Este estado se caracteriza por uma suscetibilidade positiva cujo inverso varia linearmente com a temperatura (Lei de Curie-Weiss).

Existem tipos de magnetismo associados a outras formas de disposição dos momentos magnéticos. Alguns exemplos são o ferrimagnetismo, superparamagnetismo, speromagnetismo, vidros de spin, etc. Não trataremos aqui destes arranjos visto que nosso interesse está focado nas multicamadas magnéticas mais simples, que estudamos para entender os limites da aplicabilidade dos modelos existentes para descrever estas amostras.

Diversos modelos são utilizados para explicar a existência dos vários estados magnéticos. Para o caso do ferromagnetismo, por exemplo, o problema pode ser tratado a partir de interações de caráter magnético descritos, por exemplo, pela hipótese de campo médio de Weiss e considerando o magnetismo de banda. Entretanto, um importante tipo de interação indireta é a denominada RKKY (Ruderman-Kittel-Kasuya-Yosida) [11].

Esta consiste numa interação de origem quântica entre os momentos magnéticos dos elétrons mais internos com os elétrons de condução. O gás de elétron é o responsável pela interação ente dois spins localizados e o tipo de acoplamento (FM ou AF) entre estes depende (de forma oscilatória) da distância entre ambos. Através deste mecanismo de interação entre entes magnéticos e sua dependência com a distância, se explicam os ordenamentos ferro- ou antiferromagnéticos em muitos materiais, como é o caso dos metais de transição e suas ligas como, por exemplo, o Mn (metal antiferromagnético) pode se ordenar ferromagneticamente numa liga de Heusler[12].

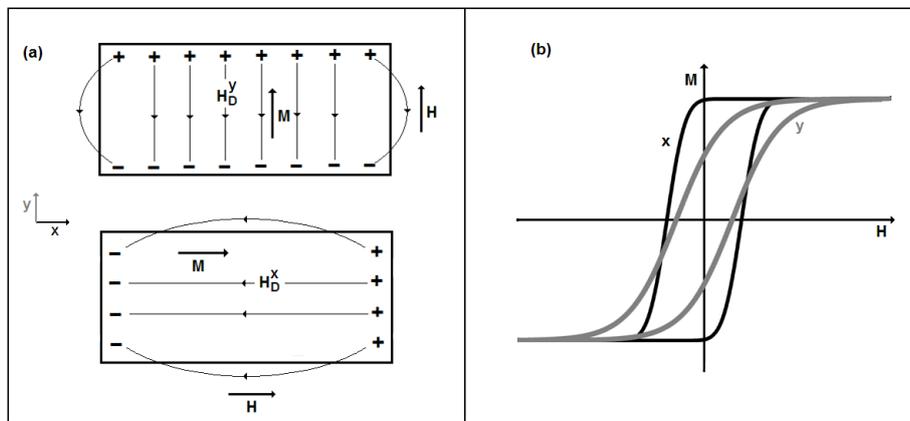
### **2.1.2 – Anisotropia Magnética**

Em certos materiais existe a situação em que a magnetização orienta-se, preferencialmente, em determinadas direções. Nestes casos, dizemos que o material é magneticamente anisotrópico, ou que é dotado de algum tipo de anisotropia magnética. Isso implica que pode existir alguma direção (chamada de eixo fácil) ao longo do qual a energia magnética do material é minimizada.

Dentre vários tipos de anisotropia que existentes, que podem ter origem na estrutura cristalina, no stress em que o material está submetido, dentre outras[13], tratamos apenas da anisotropia magnética de forma, já que esta é a mais relevante para este trabalho.

### 2.1.2.1 – Anisotropia Magnética de Forma

Quando uma amostra é magnetizada, são formados em suas extremidades “polos magnéticos” descompensados. Estes polos são capazes de formar um campo magnético descrito por linhas que os ligam, que podem situar-se tanto no interior quanto no exterior do material. O campo gerado dentro do material tem como efeito a tendência de desmagnetizar a amostra, como mostrado na figura 2.1, e por isso é chamado de campo desmagnetizante,  $H_D$ .



**Figura 2.1:** (a) Campo desmagnetizante gerado em um material magneticamente polarizado. (b) Efeito do campo desmagnetizante na curva de histerese.

A magnitude deste campo é proporcional à magnetização da amostra e é dada por:

$$H_D = N_D M \quad (2.2)$$

onde  $N_D$  é o fator desmagnetizante. Se as três dimensões da amostra não forem iguais, esse fator assumirá um valor distinto para cada direção em que o campo externo é aplicado. Na figura 2.1,  $H_D^x < H_D^y$ .

Tal efeito consiste na anisotropia de forma e está associado à diferença na quantidade destes polos magnéticos não compensados existentes nas diferentes superfícies da amostra. Como resultado, a curva de magnetização também é modificada conforme a direção de aplicação do campo, como mostrado na figura 2.1(b).

### **2.1.3 – Magnetismo de Filmes Finos e Multicamadas**

As propriedades físicas de um material dependem de suas dimensões. Com respeito às propriedades magnéticas sabe-se, por exemplo, que a temperatura de Curie e a curva de magnetização de um filme ferromagnético possuem forte dependência com sua espessura. Tais efeitos podem surgir de diversos fatores, tais como a quebra de simetria de translação (que resulta, por exemplo, na maior proporção de átomos superficiais), modificação da densidade de estados eletrônicos, bem como o fato de que a espessura do filme pode apresentar dimensão comparável a comprimentos característicos (por exemplo, tamanho dos domínios magnéticos)[14].

Devido à quebra de simetria de translação, existe uma contribuição à anisotropia em filmes finos chamada de anisotropia de superfície ou de interface. Em certos casos, esta anisotropia é responsável pela ocorrência de magnetização espontânea perpendicular ao plano do filme. Entretanto, com o aumento da espessura, os efeitos da anisotropia de forma tendem a dominar, fazendo com que a magnetização espontânea mantenha-se paralela ao plano do filme.

Quando dois materiais magnéticos compartilham uma interface, ou mesmo quando existe uma camada não magnética intermediária, as energias de acoplamento intercamadas devem ser levadas em consideração para compreender as propriedades magnéticas destas estruturas. Alguns mecanismos que promovem acoplamento são descritos a seguir:

#### ***2.1.3.1 Acoplamento Tipo RKKY entre Camadas***

Existe um mecanismo de interação que é observado entre camadas magnéticas de uma multicamada magnética que se dá através da camada separadora (não magnética). Como o nome sugere, este acoplamento remete-se à extensão da interação magnética RKKY observada entre íons magnéticos em uma matriz metálica [15], onde há participação dos elétrons de condução no estabelecimento da ordem magnética observada. O acoplamento resultante depende da espessura da camada separadora, podendo assumir caráter ferromagnético (FM) ou antiferromagnético (AF), ou seja, as magnetizações oscilam entre os estados paralelo e antiparalelo para camadas magnéticas adjacentes conforme a camada não magnética tem sua espessura variada.

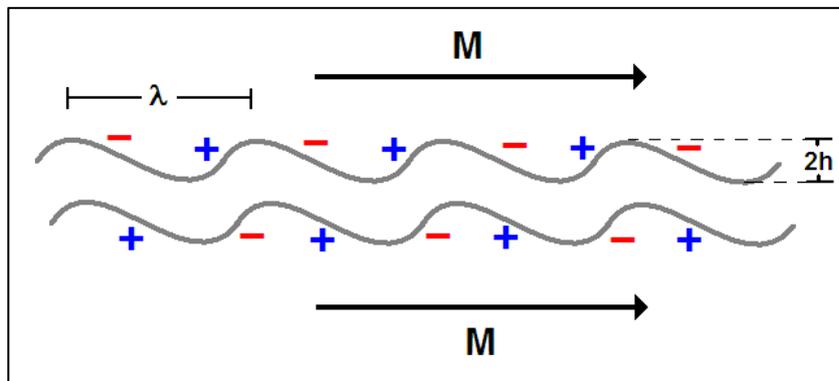
A energia deste acoplamento tende a diminuir com o aumento da espessura da camada separadora, sendo que um modo simples de medir a constante de acoplamento de uma multicamada com acoplamento AF é dado por:

$$J_{AF} = \frac{H_S M_S t_M}{4} \quad (2.3)$$

onde  $H_S$  é o campo de saturação determinado,  $M_S$  é a magnetização e  $t_M$  é a espessura dos filmes ferromagnéticos (considerados iguais). Este modelo supõe que a interação entre as camadas magnéticas provoca um ordenamento simétrico e é descrita por uma função linear para a magnetização em função do campo aplicado até que se alcance a saturação, num valor denominado campo de saturação ( $H_S$ ).

### 2.1.3.2 Acoplamento “Orange-Peel”

O acoplamento “Orange-peel” (casca de laranja), também conhecido como acoplamento Néel, é uma forma de acoplamento ferromagnético que é oriundo da interação magnetostática e se origina da topografia das interfaces[16]. Dois filmes que compartilham uma mesma interface geralmente têm suas rugosidades e topografias correlacionadas, levando à formação de dipolos magnéticos tais como ilustrado na figura 2.2. Dessa forma, essas interações dipolares dão origem a um acoplamento ferromagnético.



**Figura 2.2:** Esquema da topologia da interface e interação dos dipolos, dando origem ao acoplamento Orange-peel.

Considerando que a camada espaçadora tem espessura  $t$ , sua topografia possui comprimento e amplitude da onda dados, respectivamente, por  $\lambda$  e  $h$ , tem-se que a energia deste acoplamento [17]:

$$E = \frac{\pi}{\sqrt{2}} \frac{h^2}{\lambda} M_1 M_2 \exp\left(\frac{-2\pi\sqrt{2}t}{\lambda}\right) \quad (2.3)$$

## 2.2 – Magnetorresistência

O efeito de magnetorresistência em materiais refere-se, genericamente, à propriedade de mudar sua resistência elétrica quando submetidos a um campo magnético. Neste tópico tratamos brevemente das magnetorresistências ordinária e anisotrópica e, em mais detalhe, da magnetorresistência gigante.

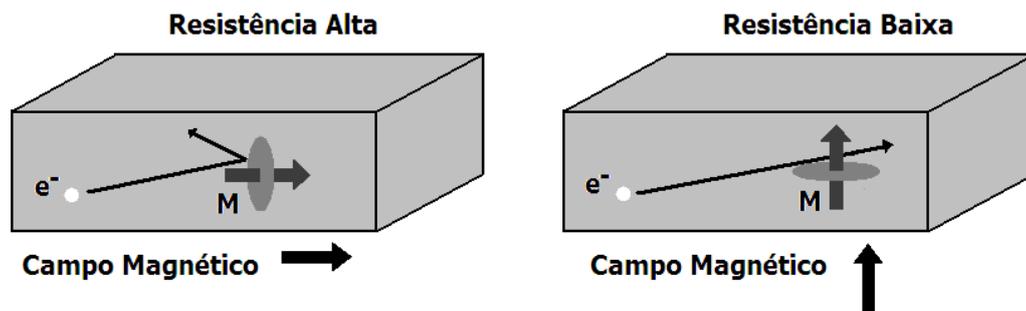
### 2.2.1 – Magnetorresistência Ordinária

A Magnetorresistência Ordinária (OMR) surge da interação (via força de Lorentz) dos elétrons de condução (principalmente na superfície de Fermi) com o campo magnético aplicado. Quanto mais intenso este campo, mais afetadas serão as órbitas desses elétrons, de modo que a resistividade do material sempre aumenta (independente da direção relativa entre a corrente e o campo). Este efeito também está presente em materiais ferromagnéticos, no entanto, torna-se inexpressivo frente a outros tipos de magnetorresistência mais intensos, ou seja, ela é principalmente observada em materiais não magnéticos.

### 2.2.2 – Magnetorresistência Anisotrópica

A Magnetorresistência Anisotrópica (AMR) tem sua origem física associada ao acoplamento spin-órbita [18]. Quando um campo magnético é aplicado sobre o material, a

nuvem de elétrons em torno do núcleo é ligeiramente deformada pela magnetização, executando uma precessão. Esta deformação promove uma alteração no espalhamento sofrido pelos elétrons de condução, isto é, há uma modificação na seção de choque de espalhamento destes elétrons. Desta forma, se o campo magnético e a magnetização estiverem orientados paralelamente à corrente, as órbitas eletrônicas estarão perpendiculares à corrente, de modo a aumentar a seção de choque e, conseqüentemente, mudando a resistência do material. Por outro lado, se o campo magnético e a magnetização estiverem perpendiculares à direção da corrente, resultará uma resistência baixa, uma vez que as orbitas eletrônicas estarão no plano da corrente, promovendo uma seção de choque menor do que no caso anterior. A figura 2.2 representa as situações discutidas.



**Figura 2.3:** Diagrama esquemático mostrando a origem física da AMR. O disco em torno do vetor de magnetização representa a seção de choque de espalhamento relativo aos orbitais[18].

Dizemos então que a resistividade que determinado material ferromagnético apresenta está relacionada ao seu estado magnético (que leva em conta, por exemplo, a distribuição de seus domínios magnéticos) e também da orientação relativa entre a magnetização e a corrente elétrica. Uma forma simplificada da AMR pode ser descrita pela equação 2.4 [19]:

$$\rho(\alpha) = \rho_{\perp} + (\rho_{\parallel} - \rho_{\perp})\cos^2\alpha \quad (2.4)$$

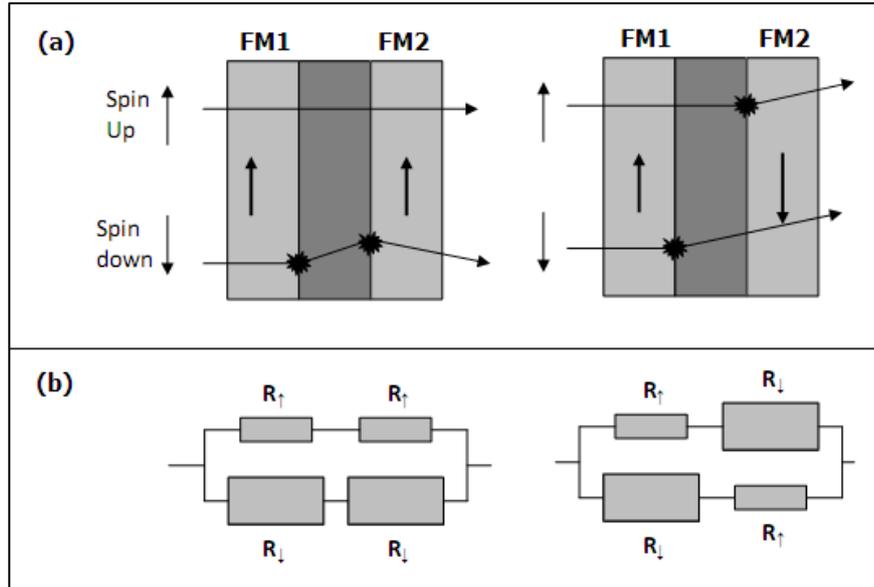
onde  $\rho_{\perp}$  e  $\rho_{\parallel}$  representam as resistividades nas orientações perpendicular e paralela, respectivamente, e  $\alpha$  o ângulo entre a corrente e o vetor de magnetização. A resistividade tem também uma dependência quadrática com o valor da magnetização [20].

### 2.2.3 – Magnetorresistência Gigante

A Magnetorresistência Gigante (GMR) foi descoberta por Baibich et al. em 1988 ao estudarem multicamadas de Fe/Cr [1]. O fenômeno caracteriza-se por uma grande variação (negativa) na resistência elétrica da amostra quando submetida a um campo magnético. O princípio da GMR pode ser entendido a partir do modelo de duas correntes de Mott [21, 22] que consiste, basicamente, na suposição de dois canais de condução eletrônica distintos, cada um associado a um tipo de spin (*up* e *down*). A probabilidade de transição entre os estados de spin é, em primeira aproximação, considerada nula. Neste modelo, a resistência total é expressa como a combinação em paralelo das resistências destes dois canais. Isto significa que, se um dos canais for sensivelmente menos resistivo que o outro, a condutividade do material será dominada pelo canal mais condutor.

A figura 2.4(a) mostra de forma diagramática o comportamento dos elétrons de spins *up* e *down* em uma multicamada magnética, supondo uma corrente elétrica atravessando duas camadas ferromagnéticas separadas por uma camada não magnética (condutora).

Supondo que os sentidos de magnetização das camadas magnéticas FM1 e FM2 sejam paralelos (condição da figura à esquerda), com magnetizações definidas pelos portadores majoritários de spin (*up*), tem-se um forte espalhamento dos elétrons de spin para baixo (*down*) nas duas camadas ferromagnéticas, pois os canais de condução  $\rho_{\downarrow}$  são mais resistivos nesta configuração. Por outro lado, os elétrons de spin para cima (*up*), que representam os portadores majoritários para essa configuração, são pouco espalhados. Acaba, então, ocorrendo um efeito de “curto-circuito” para este canal de condução.



**Figura 2.4:** (a) Esquema da condução elétrica dependente do spin numa bicamada magnética separada por uma camada não magnética com orientações magnéticas de forma paralela e antiparalela. (b) Representação esquemática da GMR utilizando um esquema de associação de resistores.

Numa configuração antiparalela entre os momentos magnéticos das camadas FM (conforme a condição à direita), temos que os elétrons de spin *down* são fortemente espalhados na camada FM1, onde estes são minoritários, enquanto na camada FM2 estes são pouco espalhados. Os elétrons de spin *up* apresentam um comportamento semelhante, mas em camadas diferentes. Desta forma, a resistividade da multicamada na configuração paralela é menor do que na configuração antiparalela e estas podem ser expressas como:

$$R_P = \frac{R_\uparrow R_\downarrow}{R_\uparrow + R_\downarrow} \quad (2.5a)$$

$$R_{AP} = \frac{R_\uparrow + R_\downarrow}{2} \quad (2.5b)$$

Tomando essas expressões e supondo a aplicação de um campo magnético suficiente para inverter a orientação de uma das camadas, temos que a magnetorresistência pode ser escrita como:

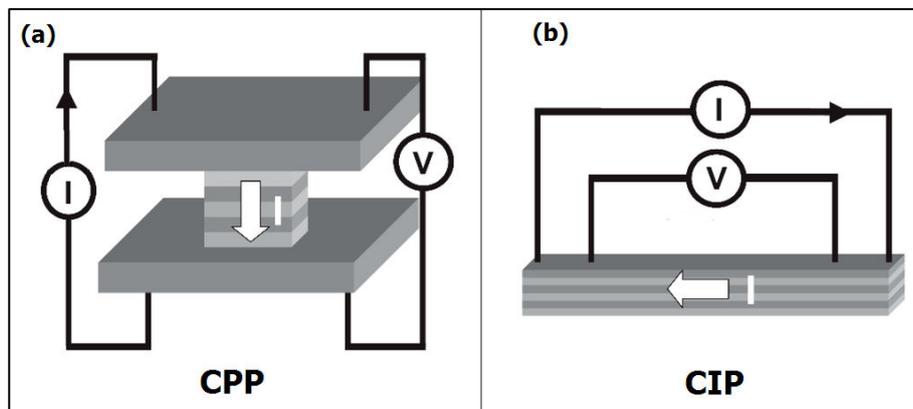
$$\frac{\Delta R}{R} = \frac{R_{AP} - R_P}{R_P} = \frac{(R_{\downarrow} - R_{\uparrow})^2}{4R_{\uparrow}R_{\downarrow}} \quad (2.6)$$

Desta forma, temos que a GMR está associada à orientação relativa entre as magnetizações das camadas ferromagnéticas. A amostra tem a menor resistência quando as magnetizações estão mutualmente paralelas e a máxima resistência quando estão antiparalelas. Pode-se, então, representar genericamente a resistência da amostra por meio da equação:

$$R = R_0 + \Delta R \sin^2 \left( \frac{\theta}{2} \right) \quad (2.7)$$

onde  $\theta$  é o ângulo entre as magnetizações das camadas adjacentes.

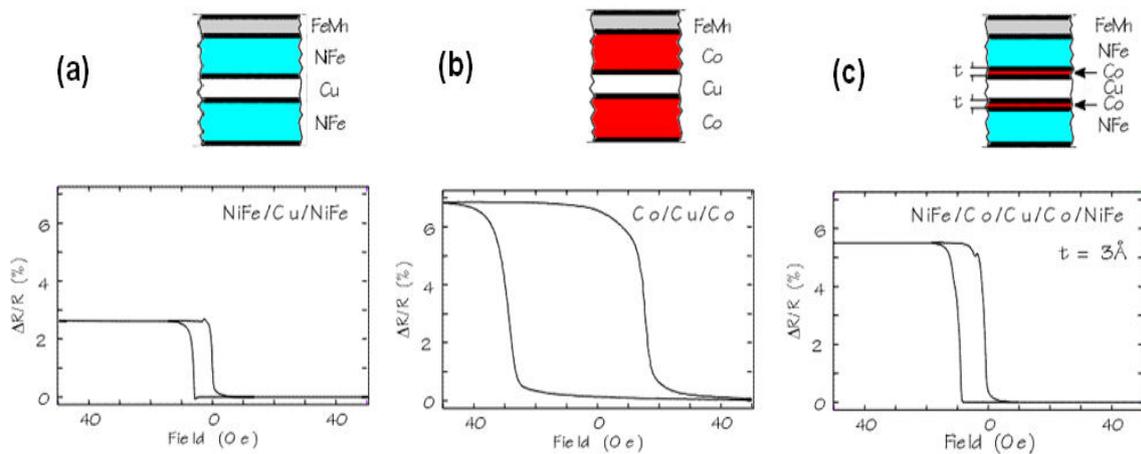
Embora o esquema representado na figura 2.4 esteja associado à geometria *CPP* (*current perpendicular to plane*) onde os terminais de corrente e tensão posicionam-se em diferentes lados da tricamada ou multicamada [figura 2.5(a)], as considerações feitas são ainda válidas para a geometria *CIP* (*current in plane*), pois existem espalhamentos que, inevitavelmente, induzem os elétrons a adotarem trajetórias que atravessam as interfaces entre as camadas, submetendo-se assim, aos critérios de seleção de spin.



**Figura 2.5:** Diferentes geometrias de medição de magnetorresistência. (a) Corrente perpendicular ao plano - CPP. (b) Corrente no plano - CIP.

Existia uma discussão quanto à localização do espalhamento dependente de spin, ou seja, se este era proveniente das interfaces ou de todo o volume da estrutura. Um trabalho realizado por Parkin [23], que consistiu em inserir uma segunda camada ferromagnética de cobalto muito fina ( $\sim 3\text{\AA}$ ) entre as interfaces originais de uma amostra tipo sanduíche (tricamada), composta por Cu e Py (*Permalloy*), constatou uma grande variação no valor da Magnetorresistência Gigante que se aproxima do valor obtido quando a camada ferromagnética é composta apenas por cobalto. (ver figura 2.6).

Observou-se que a GMR da estrutura com Py [figura 2.6(a)] é menor que a metade obtida para a estrutura que tem o Co como camada magnética [figura 2.6(b)]. Entretanto, ao adicionar o que corresponde a aproximadamente uma monocamada de cobalto entre a interface Py/Cu, o valor da magnetorresistência é praticamente recuperado [figura 2.6(c)]. Tem-se ainda que a largura da curva permanece dependente da propriedade da camada magnética mais volumosa.



**Figura 2.6:** Efeito da inserção de uma fina camada magnética de Co na interface Cu/NiFe. Figura adaptada de [23].

O que aparentemente acontece é que a assimetria de spin na estrutura de bandas é necessária, mas não uma condição suficiente para obter alta GMR [24]. O valor alto na GMR estaria associado à combinação das estruturas de bandas nas interfaces. [25]

Diversos modelos foram propostos para descrever o fenômeno como, por exemplo, o apresentado por Camley-Barnas [26], que utilizaram um tratamento semiclássico baseado na

equação de transporte de Boltzmann, estendendo a teoria de Fuchs-Sondheimer ao introduzir a dependência de spin ao problema.

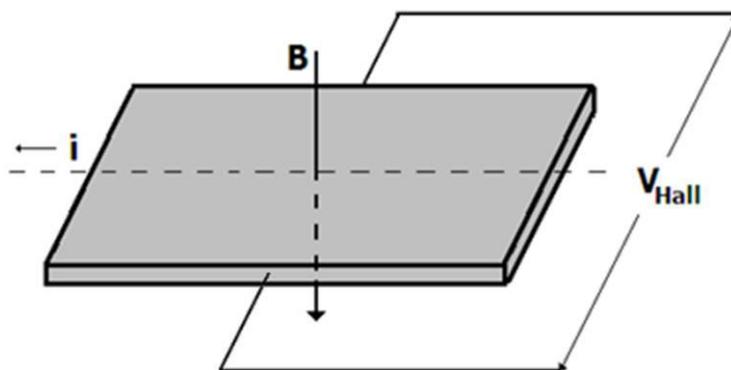
Também foram desenvolvidos modelos quânticos [27] para entender o fenômeno. Estes partem do formalismo de Kubo para calcular a condutividade dos sistemas Fe/Cr, Co/Ru e Co/Cu, por exemplo, tomando como base uma multicamada composta por infinitas camadas onde os elétrons estão sujeitos a potenciais de espalhamento. Estes potenciais são originados de defeitos estruturais, impurezas no interior das camadas e de rugosidade nas interfaces.

Zhang et al [28] fizeram uma comparação entre as diversas abordagens (semiclássicas e quânticas) para a determinação da condutividade deste tipo de multicamada. A conclusão é de que existe um bom acordo entre os resultados destes modelos. Desta forma, o tratamento semiclássico tem certa vantagem por apresentar uma maior simplicidade.

## **2.3 –Efeito Hall**

O efeito Hall convencional está associado à força de Lorentz oriunda de um campo de indução magnética sobre a amostra, que promove a curvatura das trajetórias dos portadores de carga, gerando uma diferença de potencial transversal ao fluxo de corrente [29]. A figura 2.6 é uma representação esquemática do experimento para a medida Hall. Nota-se que o campo é aplicado perpendicular ao plano da amostra. A voltagem Hall é proporcional à corrente que atravessa o material e estas grandezas são relacionadas pela denominada resistência Hall que pode ser descrita como função de uma resistividade Hall ( $\rho_H$ ) e parâmetros geométricos da amostra.

Tal medida é muito utilizada para identificação do sinal e densidade dos portadores de carga em semicondutores. Este efeito também é de grande utilidade na detecção de campo magnético, onde neste caso, empregam-se semicondutores como sensores.



**Figura 2.7:** Esquema representativo da configuração para medida de efeito Hall.

Em materiais magnéticos existe uma contribuição adicional à resistividade Hall advinda do denominado efeito Hall extraordinário (EHE) ou efeito Hall anômalo. A resistividade Hall é então comumente descrita a partir de uma expressão fenomenológica definida pela equação 2.8 [31] onde  $R_0$  é o coeficiente Hall ordinário,  $B$  é o campo de indução magnética,  $R_e$  é o coeficiente Hall extraordinário e  $M$  a magnetização do material.

$$\rho_H = R_0 B + R_e \mu_0 M \quad (2.8)$$

O primeiro termo da equação está propriamente relacionado à força de Lorentz, enquanto que o segundo é atribuído ao efeito Hall extraordinário. Este efeito se origina da polarização de spin que induz uma quebra de simetria esquerda-direita durante o espalhamento spin-órbita do elétron, resultando numa diferença de potencial adicional. Como esse termo é proporcional à magnetização, em alguns casos a voltagem Hall serve como uma medida da magnetização do material.

### 2.3.1 Efeito Hall Planar (PHE)

É necessário salientar, antes de discutir sobre o Efeito Hall Planar, que este não consiste, rigorosamente, em um efeito Hall. Ou seja, no PHE o campo magnético é aplicado no plano da amostra (e não perpendicular a esta) e a diferença de potencial gerada não é

originada de uma modificação na trajetória dos elétrons (devida a uma interação de origem magnética). Apesar disto, este efeito galvânico recebe este nome por ser medido utilizando-se a mesma configuração de contatos usada para medir o efeito Hall.

Este efeito origina-se da magnetorresistência anisotrópica [31]. Uma vez que a amostra apresenta anisotropia morfológica e/ou magnética, resultando numa dependência direcional da resistência, ocorre que as superfícies equipotenciais podem não ser perpendiculares ao fluxo de corrente e, assim, têm-se duas componentes de campo elétrico: uma na direção da corrente (que está associada à medida AMR) e outra perpendicular, gerando uma diferença de potencial associada ao PHE.

Para um filme fino, no caso em que a magnetização situa-se no plano, essa *d.d.p.* (chamada de Voltagem Hall Planar) pode ser fenomenologicamente escrita como[32]:

$$V_{PHE} = \frac{1}{2}PM^2j \sin 2\alpha \quad (2.9)$$

onde  $P$  é um parâmetro que depende tanto da geometria do filme como das propriedades do material,  $j$  é a densidade de corrente,  $M$  a magnetização e  $\alpha$  é o ângulo entre a corrente e o vetor de magnetização.

O efeito Hall planar é tido como uma ferramenta poderosa para analisar os processos de reversão da magnetização, pois o efeito é bastante sensível à direção do vetor  $M$ . O PHE pode ser usado, por exemplo, para avaliação da presença de ruído Barkhausen nos ciclos de magnetização em válvulas de spin [33].

## 3 – APRESENTAÇÃO DO PROBLEMA

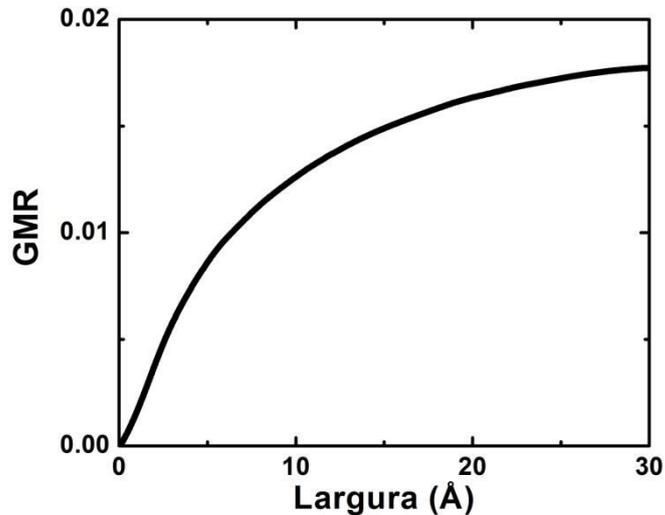
### 3.1 – Confinamento Lateral das Multicamadas

Ao pensar na redução das dimensões laterais deste tipo de sistema, considerações quanto aos aspectos magnéticos e de transporte eletrônico devem ser levadas em conta.

Sabe-se que em amostras de multicamadas magnéticas usualmente obtidas em laboratório a magnetização nunca atinge alinhamentos totalmente paralelos (ou antiparalelos) devido às estruturas dos domínios no plano das camadas. A fabricação de “fios” (multicamadas magnéticas com larguras micrométricas ou menores) induz forte anisotropia de forma, de maneira que a formação de domínios é virtualmente suprimida, resultando em um estado de domínio único longitudinal [3].

Conseqüentemente, os alinhamentos paralelos ou antiparalelos deveriam corresponder melhor ao modelo idealizado nas várias camadas dos “fios” e, portanto, deveria ser observado um aumento na magnetorresistência com relação à multicamada de grandes dimensões laterais.

Por outro lado, um estudo da Magnetorresistência Gigante para multicamadas confinadas lateralmente, realizado por Majumdar et al. [34], fazendo o uso da equação de Boltzmann em geometria de corrente paralela ao plano (CIP) obteve que a Magnetorresistência Gigante tende a diminuir com a diminuição da largura do filme. Isto se deve, segundo os autores, à redução do livre caminho médio efetivo nas camadas devido ao espalhamento nas laterais. Essa diminuição torna-se evidente no caso de multicamadas baseadas em cobalto com largura abaixo de 30 Å, como pode ser visto na figura 3.1.



**Figura 3.1:** Magnetorresistência de sanduíches Co/Cu/Co em função da largura da amostra. Figura adaptada de [34].

Existem, então, ao confinar a dimensão lateral a escalas sub-micrométricas, tendências opostas para o comportamento da GMR quando são levadas em conta as predições do comportamento magnético ou de transporte eletrônico. Entretanto, espera-se que ao atingir dimensões nanoscópicas, com larguras da ordem de algumas dezenas ou centenas de nanômetros, o efeito da forte anisotropia das camadas magnéticas prevaleça e proporcione um aumento da magnetorresistência. Até o momento e dentro do que foi por nós pesquisado na literatura, não existe nenhum tratamento teórico que leve em consideração estas duas contribuições nesta faixa de tamanhos.

Alguns grupos [6, 7, 35] realizaram experimentos na tentativa de investigar esta dependência do valor da GMR com a largura do filme. Para moldar as estruturas nas dimensões sub-micrométrica, foi utilizada uma combinação de técnicas de litografia (óptica ou por feixes de elétrons) e de *ion milling*. Os resultados, entretanto, não foram como esperado, ou seja, houve uma diminuição da magnetorresistência ao reduzir a dimensão lateral do filme.

Os autores supõem que tal desacordo é resultado de degradações que ocorreram durante o processo de fabricação da amostra, tais como o recozimento que ocorre durante o processo de cura do polímero usado no processo de litografia (chegando até 170 °C) e pelo aquecimento das bordas dos fios enquanto é feito o bombardeio de íons de argônio na etapa de desbaste. Além disto, a possível ocorrência de desbastes nas laterais dos fios (ao estilo da

cavitação) não é descartada [35], o que acarretaria grande espalhamento nestas bordas, aumentando a proporção de espalhamentos independentes de spin. O comportamento esperado foi observado apenas quando a redução desta espessura limitou-se à largura de aproximadamente 1  $\mu\text{m}$  [36, 37]. De fato, não foi encontrado nenhum estudo que variasse as larguras a partir de algumas dezenas de micrometros até a escala de nanometros.

## **3.2 – Multicamadas de Co/Cu**

Trataremos, neste tópico, aspectos importantes que influem nas características magnéticas e de (magneto) transporte do sistema utilizado e que devem ser considerados para a determinação de uma estrutura específica para estudo.

### **3.2.1 – Composição**

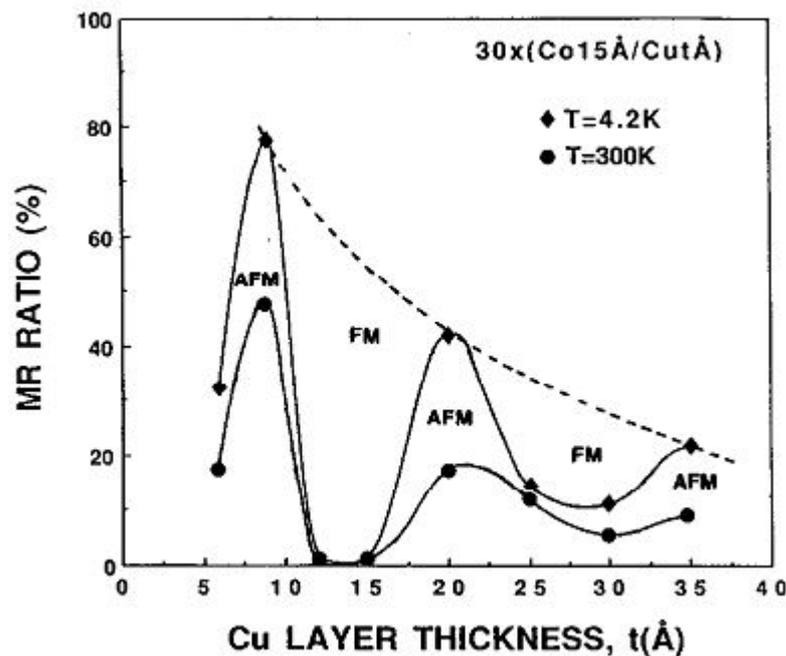
Apesar do fenômeno da Magnetoresistência Gigante ter sido primeiramente observado em multicamadas de Fe/Cr, diversas outras estruturas exibem o efeito como, por exemplo, Co/Ag, Ni/Ag, Ni/Cu, Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>/Cu, Co/Cu.

Os experimentos realizados com esta última estrutura resultaram nas maiores variações da resistência quando submetidos a um campo magnético, ou seja, as multicamadas baseadas na estrutura Co/Cu, depositadas por *sputtering*, apresentam expressivos valores de Magnetoresistência Gigante mesmo em temperatura ambiente [38], tornando-se, assim, a estrutura mais estudada nesta área.

A rica bibliografia acerca desta estrutura a torna atrativa para explorar as novas propriedades que queríamos investigar. A seguir são apresentados aspectos importantes que consideramos ao definir as amostras que foram utilizadas em nosso estudo.

### 3.2.2 - Espessura da Camada não Magnética

Em multicamadas de Co/Cu, Mosca et al. [39] foram os primeiros a observar e estudar a dependência da GMR em função da espessura da camada separadora. A figura 3.2 exibe a variação da Magnetorresistência Gigante em função da espessura do espaçador de cobre.



**Figura 3.2:** Magnetorresistência Gigante de uma serie de multicamadas Co/Cu em função da espessura do espaçador de cobre obtidas em temperatura ambiente [39].

Percebe-se a existência de grandes valores de GMR em torno de espessuras de cobre bem definidas. Estes picos estão relacionados à presença de acoplamento antiferromagnético (AF) via interação tipo RKKY. O primeiro posiciona-se em aproximadamente 10 Å, o segundo perto de 20 Å e o terceiro em torno de 31 Å. Nestas configurações e na ausência de campo magnético, as camadas adjacentes de cobalto estão com seus momentos magnéticos dispostos antiparalelamente, resultando numa resistência alta. Quando aplicado o campo, essas camadas tendem a alinhar-se, reduzindo assim a resistência.

Para espessuras intermediárias às citadas, tem-se acoplamento ferromagnético, onde as orientações relativas entre as magnetizações das camadas de cobalto não mudam significativamente, resultando numa variação pequena ou praticamente nula da resistividade.

Caso a espessura da camada não magnética seja demasiado grande, ocorre o desacoplamento das camadas de cobalto e, assim, a ocorrência do fenômeno da Magnetorresistência Gigante fica mascarada pelo “curto-circuito” estabelecido pela espessa camada de cobre.

Em muitos casos é observado que a utilização de camadas muito finas de Cu propicia o surgimento de um tipo de defeito chamado de *pinhole*. Isto consiste numa falha (buraco) no recobrimento de uma camada ferromagnética de modo a promover um acoplamento de troca direta entre as camadas ferromagnéticas contíguas. Como resultado, é observado que as duas camadas atuam como se fossem uma única [40].

### 3.2.3 - Espessura da Camada Magnética

Em experiências que avaliaram a influência da espessura da camada ferromagnética em multicamadas [41, 42], foi observado que existe uma faixa de espessuras “ideal” para a obtenção das maiores variações na magnetorresistência. Para espessuras acima deste valor, o decréscimo se dá por conta do aumento relativo da proporção de corrente que flui nas camadas espessas, reduzindo a importância do espalhamento nas interfaces.

Por outro lado, em espessuras da camada magnética que tendem a ser menores que o livre caminho médio associado aos spins *up* e *down*, os espalhamentos mais relevantes tendem a acontecer nas regiões externas (camadas de *buffer* e de cobertura), que não são dependentes de spin.

No experimento realizado por Sakrani *et al.* [42], que usaram justamente uma multicamada de Co/Cu, obtiveram que esta espessura “ideal” de Co é de aproximadamente 5 nm. Estas espessuras, no entanto, limitariam as amostras a um número reduzido de bicamadas.

O melhor compromisso entre os diversos fatores apontados seria limitar a espessura das camadas magnéticas a um máximo de cerca de 2 a 2,5 nm, permitindo assim aumentar

o número de bicamadas, o que aumenta a magnetorresistência do conjunto. Isto significa maior sensibilidade aos efeitos da redução de dimensões aqui proposta.

Em nossas tentativas preliminares de obtenção de amostras, encontramos que camadas de 1,4 nm de cobalto resultaram em melhores valores de magnetorresistência do que as confeccionadas com 2 nm, o que significa ter mais sensibilidade para as mudanças induzidas por variações nas dimensões. Para compreender todos os fatores que levam a este resultado, seria necessário um maior estudo nesta direção, que não é o viés deste trabalho. Assim, adotamos a espessura que nos forneceu o maior percentual de Magnetorresistência Gigante, dentro dos limites por nós estabelecidos.

### **3.2.4 - Camada de *Buffer***

A influência da adição de camadas de acomodação da estrutura (*buffer*) também foi um tema de muita investigação [43, 44]. A inclusão deste tipo de camada pode promover a melhora da qualidade cristalina, texturização ou mesmo induzir o crescimento de fases cristalográficas das camadas seguintes. O tântalo caracteriza-se, talvez, como o melhor metal “não magnético” a ser utilizado para este fim, proporcionando também uma melhora do valor da Magnetorresistência Gigante.

Em nossas primeiras experiências adotamos uma camada de 5 nm de tântalo como *buffer*. Porém, quando adicionamos sobre o tântalo uma camada de 2 nm de cobre, percebemos um aumento significativo no valor da Magnetorresistência Gigante.

Tendo em vista que o cobre não representa, em geral, uma boa camada de *buffer* para o cobalto, a explicação deve estar relacionada ao fato de que o cobre e o cobalto possuem estruturas cristalinas semelhantes se as camadas de cobalto são suficientemente finas (inclusive com parâmetros de rede quase idênticos), como parece ser nosso caso.

Provavelmente isso propicia um maior grau de coerência estrutural nos primeiros empilhamentos das multicamadas. Por fim, adotou-se esta camada de acomodação composta por tântalo e cobre, com espessura total de 7 nm, pois adotamos camadas de cobalto de pequena espessura.

### 3.2.5 - Número de Bicamadas

O aumento que se observa da Magnetorresistência Gigante em função do número de bicamadas é principalmente atribuído à modificação das interfaces entre as camadas. Na literatura é encontrada a utilização de sistemas com até 50 bicamadas [38, 45], promovendo grandes magnetorresistências.

Paul *et al.* [46] investigaram a correlação entre o número de bicamadas e as propriedades de magnetotransporte em multicamadas de Co/Cu. Seus resultados indicam que há um grande aumento na Magnetorresistência Gigante quando se varia de 2 até 10 bicamadas. A partir de então, embora ainda ocorra um aumento, este é mais lento e tende a saturar a partir de 20 bicamadas. Este resultado não deve ser visto como geral, uma vez que a variação dos parâmetros de deposição pode resultar em diferentes mecanismos de crescimento.

De toda forma, adotamos um total de 10 bicamadas em nossa estrutura que, além de fornecer uma boa razão para a Magnetorresistência Gigante, resulta numa altura da pilha que não é demasiadamente grande, ficando o total desta em cerca de 44 nm.

### 3.2.6 - Camada de Cobertura

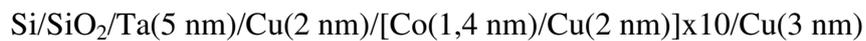
Esta é a camada que finaliza a estrutura, sendo importante na prevenção de oxidação e conseqüente degradação da amostra. A espessura desta camada também é um ponto importante pois, caso seja muito delgada, não será eficiente no seu papel protetor e, sendo demasiadamente espessa, se tornaria a camada de condução preferencial, reduzindo o efeito de interesse.

Utilizamos então uma camada de 5 nm de cobre, que se mostrou suficiente, uma vez que, mesmo deixando a amostra exposta à atmosfera, não houve variação dos valores de resistência e magnetorresistência ao longo de meses.

### 3.3 – Estruturas para Estudo

Levando em conta todos os fatores citados para obter boas propriedades de magnetorresistência, chegamos à escolha das estruturas que serviram de padrão em nosso trabalho.

As amostras são, então, compostas da uma camada de acomodação constituída por 5 nm de tântalo e mais 2 nm de cobre. Sobre esta camada são depositadas as 10 bicamadas de cobalto e cobre e, por fim, a camada adicional de cobre para proteção. Estes filmes são depositados sobre substratos de silício (100) oxidado termicamente. Abaixo está esquematizada a composição final da estrutura.



Na tentativa de proceder com a redução da largura da multicamada, inicialmente foi pensado em utilizar a técnica de litografia por FIB (*focused ion beam*), entretanto nossos resultados preliminares demonstraram que tal metodologia é inviável. Ao realizar o desbaste das bordas da amostra, infelizmente ocorre também a sua degradação.

Por fim, para redução da largura das amostras, utilizamos o processo de litografia ótica que é melhor detalhado no próximo capítulo. Isso acabou por limitar a faixa de larguras inicialmente pretendida, ou seja, não foi possível utilizar amostras com larguras sub-micrométricas.

## 4 – ASPECTOS EXPERIMENTAIS

### 4.1 - Confeção das Amostras

Trataremos neste tópico as questões pertinentes à confecção das amostras, que consiste numa breve explanação da técnica de deposição utilizada (*sputtering*) bem como do processo de limpeza dos substratos. Também é tratada a metodologia empregada na etapa de redução das dimensões laterais dos filmes.

#### 4.1.1 Limpeza

Os substratos utilizados para a deposição foram Si(100) termicamente oxidado (camada de óxido de aproximadamente 1  $\mu\text{m}$ ).

Para uma boa deposição do filme, garantindo a sua aderência no substrato bem como a ausência de impurezas que podem, eventualmente, prejudicar sua integridade, foi seguida uma receita de limpeza RCA[47], que envolve alguns passos descritos na tabela 4.1:

**Tabela 4.1:** Rotina de limpeza dos substratos.

Soluções	Proporção	Temperatura	Objetivo
$\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_2\text{O}_2$	(4 : 1)	120 °C	Remoção de compostos orgânicos
$\text{H}_2\text{O (DI)} + \text{NH}_4\text{OH} + \text{H}_2\text{O}_2$	(4 : 1 : 1)	80 °C	Remoção de metais e materiais orgânicos
$\text{H}_2\text{O (DI)} + \text{HI} + \text{H}_2\text{O}_2$	(4 : 1 : 1)	80 °C	Remoção de compostos alcalinos e íons metálicos

A saber, a limpeza RCA completa abarca ainda a utilização de HF para a remoção de óxidos. Entretanto este passo não foi implementado, haja vista que é de nosso interesse a manutenção da camada de  $\text{SiO}_2$  que serve para evitar que a condução eletrônica se dê

também pelo *wafer* de silício. Entre cada passo especificado na tabela, os substratos são lavados por cinco minutos em água deionizada corrente, a fim de remover totalmente a última solução empregada. Após o último passo, os substratos são secados utilizando jato de nitrogênio seco.

Depois de limpas, as amostras são posicionadas sobre o porta amostras e fixadas com o auxílio de uma fita adesiva especial para vácuo. Então, são inseridas no interior das câmaras de deposição seguindo o procedimento padrão de cada modelo.

#### **4.1.2 Pulverização Catódica ou *Sputtering***

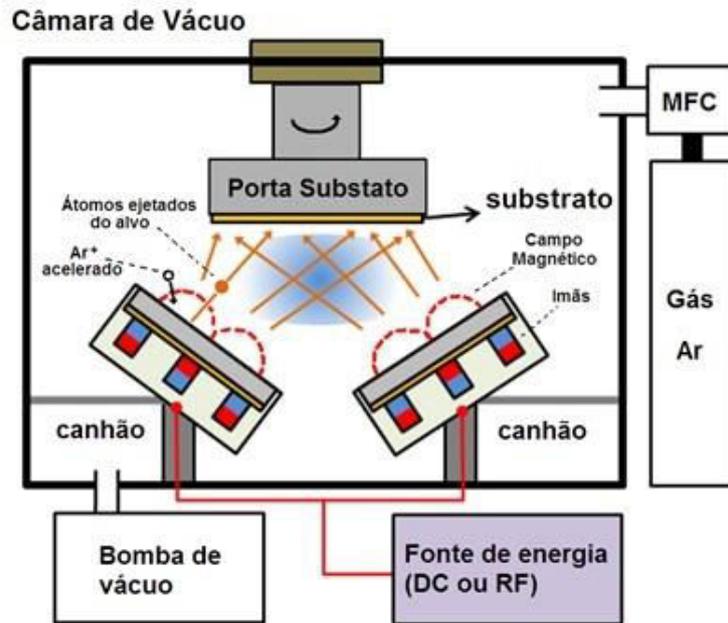
O fenômeno de *sputtering* consiste na ejeção dos átomos (ou aglomerados – *clusters*) da superfície de um sólido (o alvo) por meio de um bombardeamento de íons acelerados, fazendo com que estes sejam arrancados do alvo, ou seja, remete-se à transferência de momentum e energia entre essas partículas, além da natural emissão de elétrons secundários. Para isso é necessário que a energia destes íons seja maior ou igual à energia de ligação do átomo na superfície (energia de sublimação).

A energia típica desses íons (tipicamente argônio,  $\text{Ar}^+$ ) utilizados no processo de deposição de filmes variam entre dezenas de eV a alguns keV. Esta energia é obtida ao submeter os íons a uma diferença de potencial (DC ou RF) entre o cátodo (alvo) e o anodo (onde o substrato é fixado). Por outro lado, a energia da partícula ejetada está na faixa de 1 - 10 eV (de fato, cerca de 90% da energia da partículas incidentes é perdida sob a forma de calor para o aquecimento do alvo) [48].

O filme é então formado quando os átomos (ou *clusters*) ejetados atingem o substrato localizado a certa distancia do alvo e condensam, consolidando o material (durante este processo, parte da energia desses átomos promove o aquecimento do substrato). Um diagrama do processo está esquematizado na figura 4.1.

Dentre diversos fatores que influenciam na deposição do filme e subsequentemente em sua microestrutura, o livre caminho médio da partícula ejetada é muito importante, pois está estreitamente relacionado com a taxa de deposição do filme, bem como com a energia com que esta atinge o substrato. O livre caminho médio é

controlado principalmente pela pressão do gás dentro da câmara, que é mantida na ordem de  $10^{-3}$  Torr, numa condição em que também é possível a manutenção de uma descarga autossustentável.



**Figura 4.1:** Diagrama esquemático do processo de deposição por *sputtering* e detalhes da arquitetura do sistema utilizado[49].

Como é interessante aumentar a taxa de *sputtering* e, conseqüentemente, a velocidade de deposição, utiliza-se a técnica chamada de *magnetron sputtering*, que consiste na aplicação de um campo magnético nas imediações do alvo (por meio da instalação de ímãs apropriados próximos a estes) com o objetivo de confinar o plasma próximo à superfície do alvo. Deste modo, os elétrons que estão próximos ao alvo são submetidos a uma força magnética que induz trajetórias helicoidais em torno das linhas de campo magnético e, assim, a probabilidade de que ocorram colisões com os átomos de argônio com subseqüente ionização é elevada, propiciando um aumento na eficiência do desgaste.

Para a deposição das amostras neste trabalho, foi utilizado o sistema de *sputtering* AJA Orion-8 UHV, instalado no Laboratório de Conformação Nanométrica (LCN) do IF-UFRGS. Este sistema, de operação automática, possui uma geometria de deposição confocal, onde os canhões são posicionados em ângulo com o porta substrato, que por sua

vez gira com velocidade ajustável (máximo de 80 r. p. m.), propiciando uma deposição de filmes com espessura mais uniforme.

### 4.1.3 Conformação da amostra

O processo de litografia ótica foi a técnica adotada para reduzir o tamanho das amostras, estabelecendo a estrutura desejada. A seguir, são descritas as etapas seguidas durante este processo.

Utilizamos um processo que dispensa o uso de máscaras (*maskless lithography*), ou seja, não foi utilizado o método convencional, que consiste na transferência do padrão a partir de uma máscara. Ao invés disso, um feixe estreito de radiação ultravioleta varre a amostra coberta com fotorresiste, seguindo o *layout* programado via software, sensibilizando localmente o mesmo e formando a estrutura pré-estabelecida.

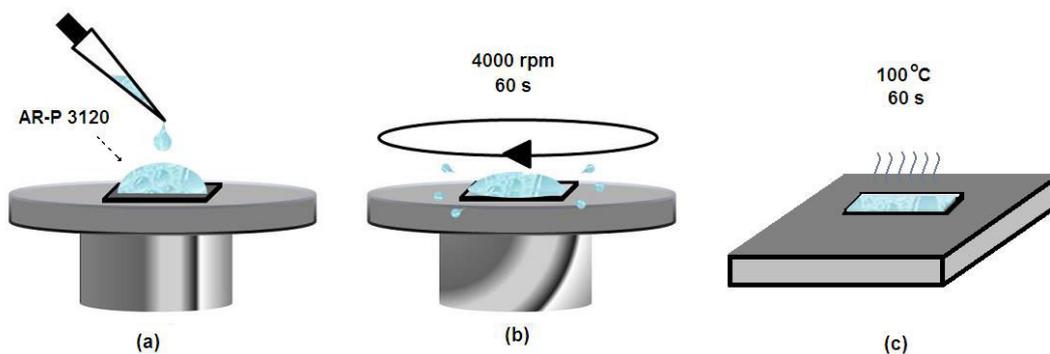
O equipamento utilizado nesta etapa é a denominada *laser writer* modelo  $\mu$ PG 101 construído pela *Heidelberg Instruments* [50], instalado no Laboratório de Microeletrônica (L $\mu$ E) da UFRGS, onde foram realizadas todas as etapas concernentes ao processo de litografia.

Utilizamos o fotorresiste positivo AR-P 3120 [51], que se caracteriza por sua alta fotossensibilidade, alta resolução e boa adesão a metais. O resiste foi depositado sobre o filme utilizando o método de *spin coating*, que consiste em imprimir alta velocidade de rotação ao substrato, inicialmente recoberto pela solução ainda líquida do fotorresiste.

Durante essa rotação, a solução polimérica é espalhada uniformemente sobre a superfície do substrato, resultando num filme fino. A espessura desse filme depende de diversos fatores, tais como a diluição da solução, a velocidade e o tempo de rotação.

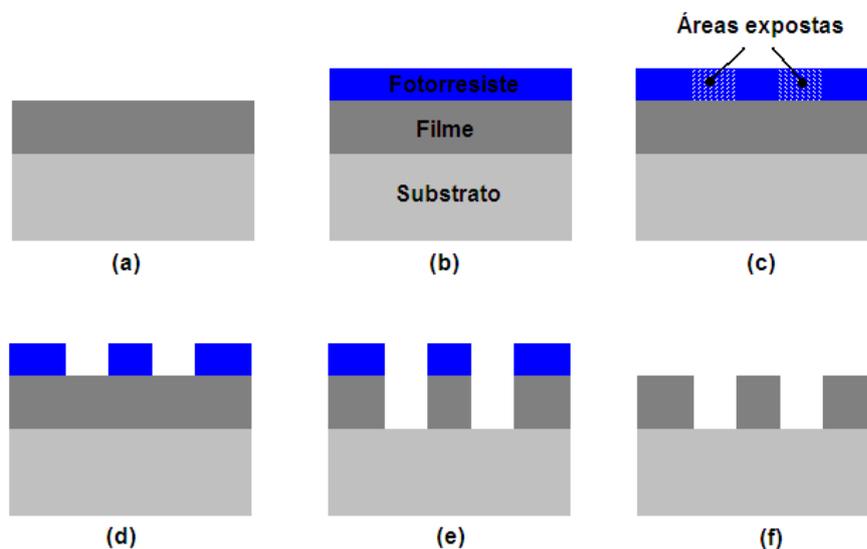
Após a deposição, a amostra é aquecida a 100 °C sobre um “prato quente” para que o solvente seja evaporado. O processo de deposição do fotorresiste está esboçado na figura 4.2, onde são especificados os parâmetros utilizados.

Após a deposição do fotorresiste, a amostra assim coberta é inserida na *laserwriter* para se proceder com a etapa de exposição. Há uma série de parâmetros que interferem na qualidade da litografia, como intensidade do laser, foco etc. e estes foram previamente estabelecidos em testes preliminares.



**Figura 4.2:** Esquema mostrando os passos do processo de *spin coating*. (a) Deposição da solução. (b) Rotação do substrato. (c) Evaporação da solução.

A figura 4.3 ilustra o processo completo de litografia. Após a deposição e exposição do fotorresiste à radiação UV, o substrato é mergulhado no solvente para revelação, ou seja, remove-se o fotorresiste sensibilizado, desprotegendo o filme metálico sob aquela região.



**Figura 4.3:** Representação do processo de litografia. (a) Estrutura inicial. (b) Após deposição do fotorresiste. (c) Depois da exposição à radiação UV. (d) Região sensibilizada removida. (e) Após corrosão efetuada. (f) Remoção do restante do fotorresiste.

Segue-se, então, a etapa de corrosão química por ácido (*wet-etching*). Foi necessário um estudo prévio para que fossem determinados os ácidos a serem usados (ácido nítrico e

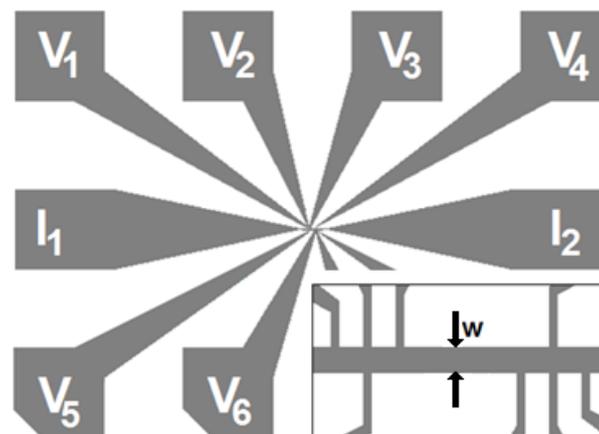
ácido fluorídrico), bem como a concentração empregada e o tempo de corrosão. Verificamos que o melhor resultado, no que se refere à qualidade da corrosão, consiste numa receita que difere do padrão. Na tabela 4.2 estão especificadas as soluções e concentrações efetivamente utilizadas.

**Tabela 4.2:** Formulação utilizada na execução do processo de corrosão.

Solução	Proporção	Tempo	Objetivo
HNO <sub>3</sub> + H <sub>2</sub> O (DI)	( 1 : 100)	40 s	Corrosão de Cu e de Co
HF + H <sub>2</sub> O (DI)	(2 : 5)	3 min	Corrosão de Ta

Por fim, o fotorresiste é totalmente removido utilizando-se acetona e álcool isopropílico. A “bolacha” de silício é recortada em torno de cada pedaço que compõe uma amostra e é finalmente limpa com água deionizada.

O esquema de uma amostra é apresentado na figura 4.4, onde temos a visão global da amostra e, no detalhe (*inset*), a estrutura mais interna da amostra, onde temos os contatos separados por uma distância de 10 μm. Também é possível ver contatos dispostos em configuração para medida de efeito Hall. As amostras variam quanto à largura (*w*) do canal de corrente, tendo os valores de 30 e 2 μm as larguras máximas e mínimas respectivamente.



**Figura 4.4:** Esquema da amostra com largura reduzida exibindo também os contatos para medidas elétricas.

Como as medidas de transporte são realizadas com a técnica de quatro pontas, o fato de que os contatos são constituídos de multicamada não deve influenciar na medida.

## 4.2 – Caracterizações

### 4.2.1 Caracterização por raios X

As propriedades estruturais da matéria podem ser amplamente investigadas por meio de raios X. Isto se faz possível porque em boa parte dos sólidos existe algum tipo de ordenamento estrutural cujas dimensões são da mesma ordem de grandeza dos comprimentos de onda dos raios X. Mesmo no caso de amorfos há análises possíveis, visto que o espalhamento de raios X se dá se houver um par de átomos disponível. No caso dos amorfos, o que se consegue estabelecer é uma função distribuição de pares, ou sua transformada, o fator de estrutura. No caso de policristais, como nossas multicamadas, pode ser estudada a estrutura de cada camada ou até a superestrutura formada pela repetição das bicamadas.

A técnica consiste no uso de um feixe monocromático de raios X, tipicamente a linha  $K_{\alpha}$  do cobre ( $\lambda \sim 1,54 \text{ \AA}$ ), incidindo sobre a amostra. Uma fração desta radiação é refletida ou difratada e, então, coletada pelo detector que se posiciona no ângulo equivalente relativo à amostra em que se faz a incidência ( $\theta - 2\theta$ ). Por meio da análise deste sinal, diversas propriedades referentes à estrutura cristalina ou morfologia do material podem ser determinadas.

O difratograma completo de raios X pode ser dividido em regiões distintas, sendo que a reflectometria (XRR) corresponde a incidências entre 0 e 5° e a difratometria (XRD) para ângulos maiores.

#### 4.2.1.1 Difração de raios X

Através da difração de raios X (XRD) é possível obter informações sobre a composição, estrutura cristalina, grau de cristalinidade e tamanho de grão a partir das posições, intensidades e larguras dos picos de difração.

No caso de filmes finos, observa-se frequentemente a intensificação de alguns picos devido a orientações cristalinas preferenciais (textura). Tal técnica é amplamente

conhecida e um ótimos compêndios sobre esta podem ser encontrado na literatura [por exemplo, 52].

No caso de uma multicamada magnética, além da periodicidade inerente às redes cristalinas dos materiais, tem-se que o padrão de repetição das camadas resulta numa rede artificial que é responsável pelo surgimento de picos extras no difratograma do filme, chamados então de pico satélites por situarem-se em torno de um pico de Bragg, tanto à esquerda como à direita.

#### **4.2.1.2 Refletometria de raios X**

A reflectometria de raios X (XRR) é uma técnica não destrutiva que permite a obtenção da espessura de filmes (cristalinos ou amorfos) entre 2 e 200 nm com precisão de cerca de 1 - 3 Å. Além disto, a técnica também é empregada na determinação da densidade e rugosidade de filmes e multicamadas.

A reflexão na superfície externa e interfaces é devida à diferença de densidade eletrônica nas diferentes camadas, correspondendo a diferentes índices de refração da ótica clássica [52, 53]. A figura 4.5 ilustra uma simulação de medidas de reflectometria de raios X [54].

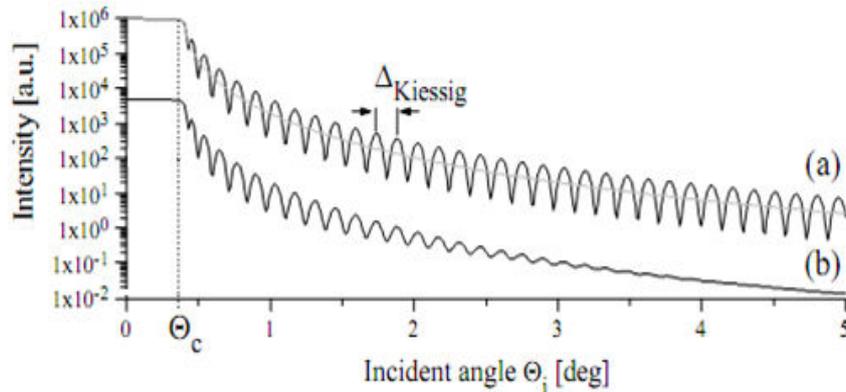
Para ângulos de incidência abaixo de um valor crítico  $\theta_C$ , ocorre reflexão externa total, resultando em um sinal muito intenso. A densidade do material da superfície pode, assim, ser obtida através de  $\theta_C$ . Para valores acima deste ângulo, a intensidade cai abruptamente e começam a surgir os picos oriundos da interferência construtiva dos raios espalhados por interfaces distintas.

Considerando um filme único, como ilustrado na figura 4.5, surgem as chamadas franjas de Kiessig, que estão diretamente relacionadas com a espessura da camada. Esta pode ser determinada via:

$$d \approx \frac{\lambda}{2\Delta_{\text{Kiessig}}} \quad (4.1)$$

onde  $\Delta_{\text{Kiessig}}$  é a distância  $n$  entre dois máximos de interferência.

A amplitude das franjas de Kiessig depende do contraste de densidade (óptica, na faixa de comprimentos de onda dos raios X) entre as camadas e da rugosidade da superfície e interfaces. Quando existe uma superfície lisa e uma interface rugosa, como na figura 4.5 (b), ocorre um decréscimo na amplitude das franjas devido ao espalhamento mais difuso na interface.



**Figura 4.5:** Refletividades calculadas para: (a) Camada de Cu de 30 nm sobre substrato de Si; (b) Camada de Cu de 30nm sobre substrato de Si com rugosidade na interface. [54]

Por outro lado, quando se tem uma superfície rugosa e uma interface lisa, ocorre o contrário, uma vez que a superfície rugosa tem uma transmissividade maior [52].

Se a superfície e as interfaces são rugosas, a intensidade refletida cai drasticamente com o ângulo de incidência e as franjas são fortemente atenuadas. Para uma superfície rugosa, a transmissividade é maior do que para superfícies lisas e, assim, a intensidade das franjas de interferência é aumentada.

## 4.2.2 Magnetometria de Gradiente de Força Alternada

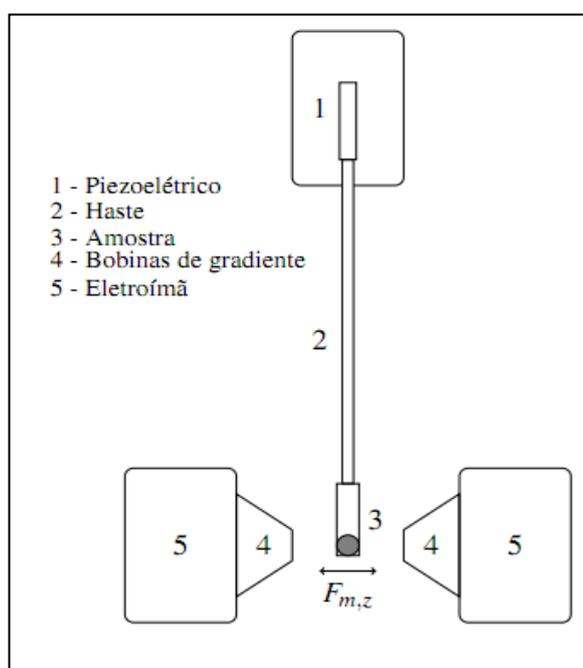
A caracterização magnética é realizada em um magnetômetro de gradiente de força alternado (AGFM) que se baseia na medida da força, em uma determinada direção ( $F_{m,z}$ ), que uma amostra magnetizada sofre quando submetida a um gradiente de campo magnético ( $dH/dz$ ). Esta força é dada por:

$$F_{m,z} = M \frac{dH}{dz} \quad (4.2)$$

onde  $M$  é a magnetização da amostra. Desta forma, para um dado valor fixo do gradiente, temos que a força magnética gerada é proporcional ao valor da magnetização. Um diagrama esquemático da técnica de AGFM é apresentado na figura 4.6.

Inicialmente, a amostra (3) é fixada numa haste de vidro (2) (não magnética) e posteriormente posicionada entre os polos de um eletroímã (5) que é responsável pela magnetização da amostra a partir da aplicação de um campo magnético constante  $H_{0,z}$ .

Um arranjo de bobinas (4) produz um gradiente de campo magnético  $dH/dz$  cuja magnitude oscila com o tempo. Assim, a amostra sofre uma força alternada, proporcional à magnetização, que irá defletir a haste (2) e, então, será transformada em sinal elétrico oscilatório devido à compressão exercida sobre um material piezelétrico (1) fixado ao corpo do magnetômetro.



**Figura 4.6:** Diagrama esquemático do magnetômetro por gradiente de força alternada (AGFM) [55].

Com o objetivo de obter a maior relação sinal/ruído, antes da medida em si, é determinada a frequência de ressonância do sistema amostra/haste/piezelétrico (usualmente

cerca de 20 Hz no sistema utilizado) e, então, esta frequência é usada na alimentação das bobinas de gradiente, promovendo uma grande deflexão da haste e gerando, portanto, um sinal de saída maior.

Através de um amplificador sensível à fase (*Lock-In Amplifier*), compara-se o sinal proveniente do experimento com o sinal de referência, gerando uma diferença de potencial proporcional à magnetização da amostra (a técnica não fornece uma medida absoluta da magnetização), o que permite a obtenção de curvas de histerese magnética variando-se o campo externo gerado pelo eletroímã.

### 4.2.3 Magnetotransporte

As caracterizações por magnetotransporte foram realizadas através da típica medida de quatro pontas na configuração CIP (corrente no plano da amostra), utilizando um sistema de detecção síncrona. Isto permite a obtenção da magnetorresistência em função do campo magnético aplicado sobre a amostra.

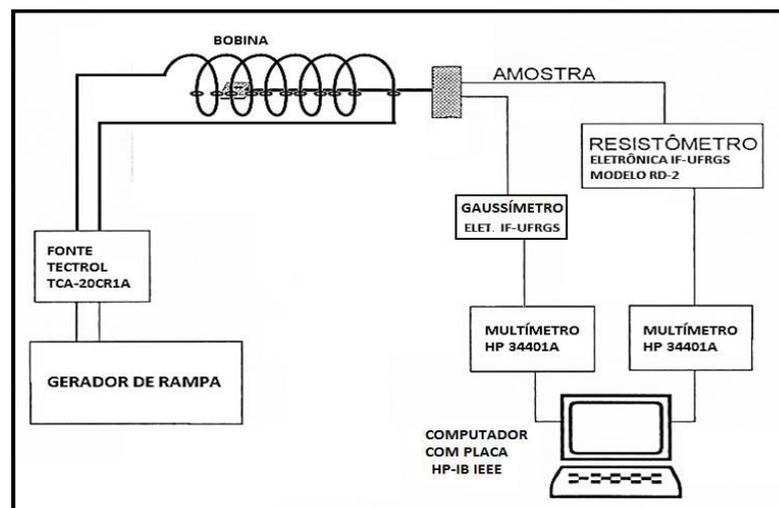
Medidas em temperatura ambiente foram realizadas utilizando-se um sistema montado especialmente para este fim em nosso laboratório. O esquema está representado na figura 4.7, e é composto por:

- Um porta amostras com suporte modular embutido para permitir a rápida troca de orientação da amostra em relação ao Campo Magnético, contendo um sensor Hall (tipo AD22151) com sensibilidade melhor que 0,1 Gauss (veja figura 4.8);
- Um Resistômetro Diferencial RD2 [56] que permite medir as variações da resistência elétrica da amostra com sensibilidade até uma parte em  $10^5$ ;
- Um solenoide, onde é posicionada a amostra a ser medida (o máximo Campo Magnético possível, por curto período de tempo, de cerca de  $\pm 1$  kG com refrigeração para evitar sobreaquecimento);
- Uma fonte de corrente para alimentar a bobina geradora do Campo Magnético controlada por sinal externo controlado por computador ou com um gerador de rampa. Uma chave de inversão é necessária para inverter a polaridade;
- Um gerador de rampa com taxa variável; a varredura completa pode ir de 30 s a 15 min na configuração atual;

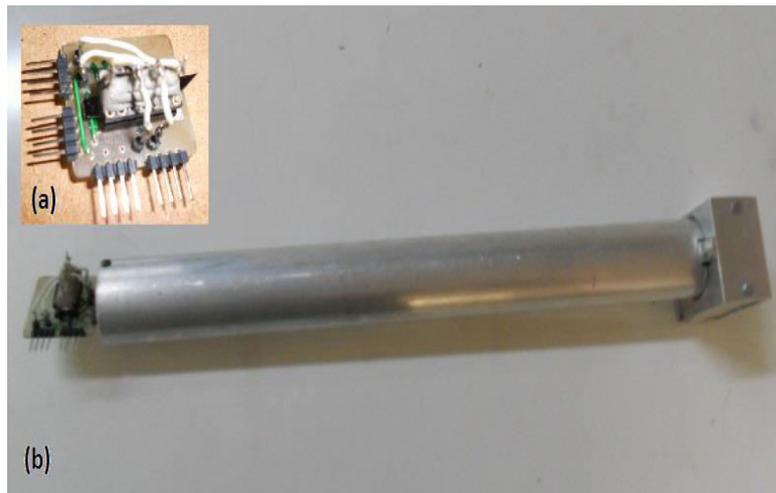
- Um gaussímetro com precisão melhor que 0,1 Gauss, com saída analógica proporcional, construído no Setor de Eletrônica do IF para a realização deste trabalho (veja figura 4.9);
- Dois multímetros HP 34401A (precisão de até 6½ dígitos e leitura GP-IB/IEEE488)
- Computador com placa de aquisição GP-IB e programa HP-VEE instalado.

O solenoide é alimentado pela fonte de potência com corrente controlada pelo gerador de rampa. Assim, a magnitude da corrente que circula no solenoide e o campo magnético no seu interior são proporcionais ao sinal instantâneo provido pelo gerador de rampa. A velocidade de varredura do campo magnético aplicado é controlada, assim, por este gerador de rampa.

Durante a varredura contínua do campo magnético são feitas, paralelamente, a medida da resistência elétrica pelo Resistômetro Diferencial e a medida do campo magnético pelo gaussímetro. Estas medidas foram lidas pelos multímetros e a aquisição de todos os dados no computador é feita através das interfaces GP-IB (IEEE-488). Foi também desenvolvido um programa em linguagem HP-VEE para mediar a comunicação entre o usuário e o equipamento.



**Figura 4.7:** Diagrama esquemático do sistema para medida de magnetorresistência.



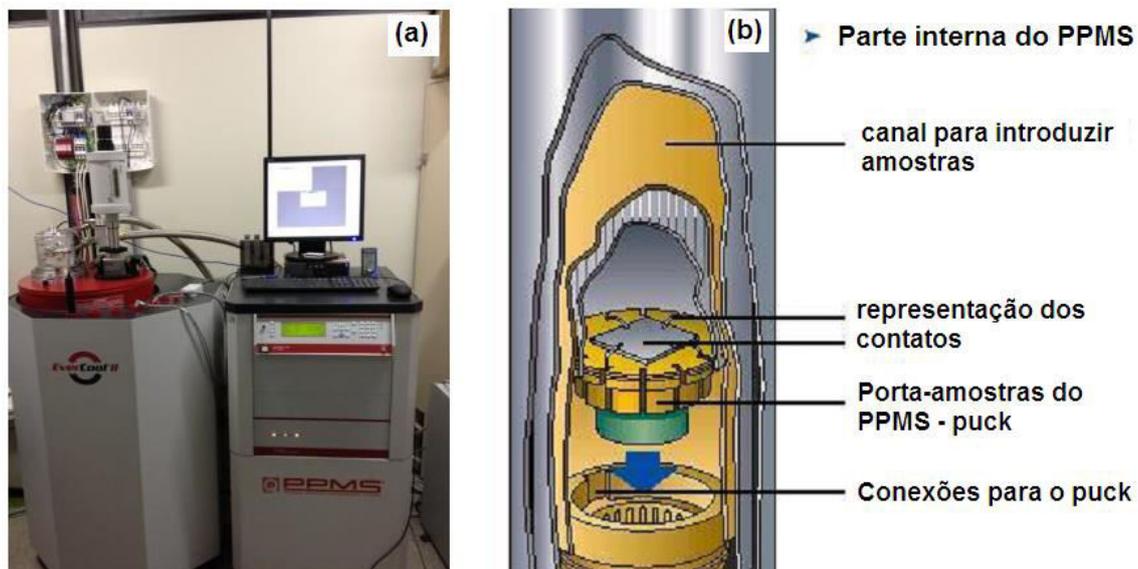
**Figura 4.8:** Porta amostra (a) e suporte tubular (b) onde está instalado o sensor Hall.



**Figura 4.9:** Gaussímetro construído para a execução deste trabalho.

Algumas medidas em baixa temperatura foram realizadas e, para isso, foi utilizada uma plataforma para medidas de propriedades físicas PPMS (Physical Property Measurement System) modelo Evercool II produzido pela Quantum Design instalada no LANSEN/UFPR. O equipamento possui uma bobina supercondutora que permite a aplicação de campos magnéticos entre 0 e  $\pm 9$  T na amostra, que é instalada num suporte apropriado (*puck*). O sistema possui criogenia à base de hélio líquido com ciclo fechado,

permitindo medidas em temperaturas entre 1,9 e 400 K. A figura 4.10 exibe o referido sistema bem como alguns detalhes de sua estrutura interna.



**Figura 4.10:** Plataforma de medidas PPMS. (a) Fotografia do sistema utilizado. (b) Esquema da parte interna do equipamento.

### 4.3 – Tratamento Térmico

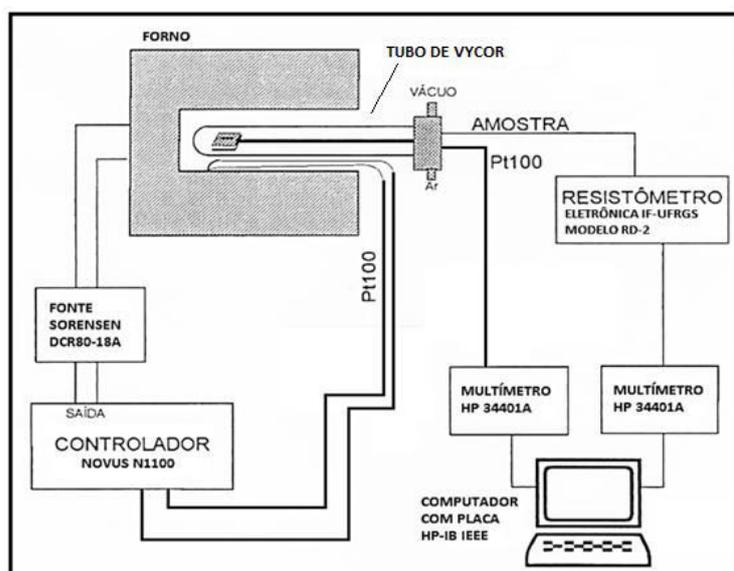
Para a realização dos tratamentos térmicos das amostras (recozimentos), foi utilizado um sistema que consiste, basicamente, de um forno resistivo tubular convencional no qual é inserido um tubo de Vycor<sup>®</sup>, cuja extremidade está conectada a válvulas que permitem bombear o interior do mesmo até pressões da ordem de  $10^{-5}$  Torr, intercalado por lavagens com argônio e, por fim, mantido à pressão de 0,5 atm deste gás.

Dentro deste tubo posiciona-se a amostra sobre uma mesa (moldada em alumina sinterizada, produzida no Laboratório de Altas Pressões do Instituto de Física, UFRGS), sustentada por uma haste em aço inox, através de quatro contatos de pressão feitos também em aço inox que, ao mesmo tempo, fazem o papel dos contatos elétricos.

Para monitorar a temperatura da amostra utilizamos um termômetro de platina (sensor resistivo Pt100), que é fixado na face inferior da mesa. Os fios de contatos, tanto

para a amostra como para o sensor Pt100, são de prata e isolados por capilares de Vycor<sup>®</sup>, que estão inseridos na haste de aço inox e levados até os conectores na outra extremidade, que é vedada.

A resistência do sensor Pt100 é medida diretamente pelo multímetro em configuração de quatro pontas, enquanto que a resistência da amostra é obtida com o auxílio do Resistômetro Diferencial. Durante as medidas foi usada uma corrente alternada (onda quadrada) de 50  $\mu$ A, o que resulta numa densidade de corrente da ordem de  $10^2$  A/cm<sup>2</sup>, suficientemente baixa como para garantir que não haverá auto-aquecimento. A figura 4.11 mostra um esboço da montagem do sistema.



**Figura 4.11:** Diagrama esquemático do sistema para realização do tratamento

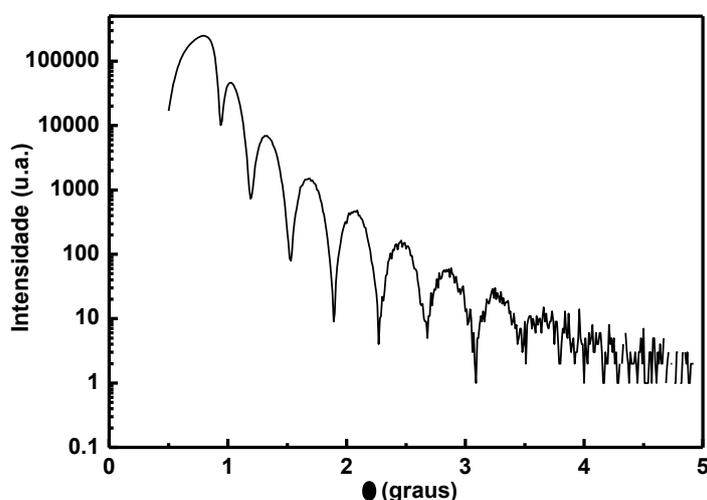
Com isto é possível monitorar a variação da resistência da amostra em função da temperatura e do tempo e, assim, acompanhar *in-situ* as modificações na amostra. Esta mudança na resistividade das amostras deve vir, para além das mudanças naturalmente induzidas pelo aumento da temperatura em metais, principalmente das modificações nas interfaces, que mudam devido ao movimento atômico (difusão) propiciado pela temperatura, como resultado da segregação entre cobalto e cobre.

## 5 – RESULTADOS E DISCUSSÕES - PARTE I

### 5.1 – Reflectometria de raios X

Para estabelecer as espessuras desejadas na composição estrutural da multicamada, utilizamos a técnica de reflectometria de raios X (XRR). Basicamente, antes da deposição da estrutura de interesse, filmes dos materiais que compõe a estrutura da amostra foram depositados e analisados pela técnica, a partir das espessuras estabelecidas e dos tempos de deposição determinam-se as taxas de deposição que foram utilizadas na confecção da multicamada.

Para que se determine a espessura de um filme (em nosso caso, os filmes de calibração) a partir da curva de reflectometria, utiliza-se programas como *WinGixa*[57] e *Suprex*[58] para a execução de um ajuste, que também proporciona a medida da densidade do filme. Entretanto, as curvas de reflectometria obtidas para esta tarefa não abrangiam, infelizmente, a faixa angular de mais baixos ângulos, onde se encontra o chamado ângulo crítico (comparar figura 4.5 com a figura 5.1). Por conta disto, não é recomendável que se proceda com o ajuste utilizando a equação 4.1, costumeiramente empregada para o cálculo da espessura.



**Figura 5.1:** Curva de reflectometria de raios X de um filme cobalto utilizado para calibração de taxa de deposição.

Embora tal cálculo, baseado apenas na separação entre os picos de Kiessig, seja interessante por conta de sua simplicidade, a espessura obtida é apenas uma aproximação da real. Para casos em que um valor mais preciso da espessura não é um ponto primordial, tal aproximação é suficiente, mas não é nosso caso.

Uma vez que a GMR alterna-se entre valores grandes e quase nulos em uma pequena variação da espessura da camada de cobre, como podemos ver na figura 2.5, a acurácia da medida é essencial.

Em nossas primeiras tentativas de construção das amostras, as multicamadas depositadas não apresentaram GMR apreciável, fato este que associamos ao possível erro na determinação da taxa de deposição do filme de cobre, repercutindo em uma espessura real menor do que a pré-estabelecida (baseada na taxa de deposição determinada usando a eq. 4.1).

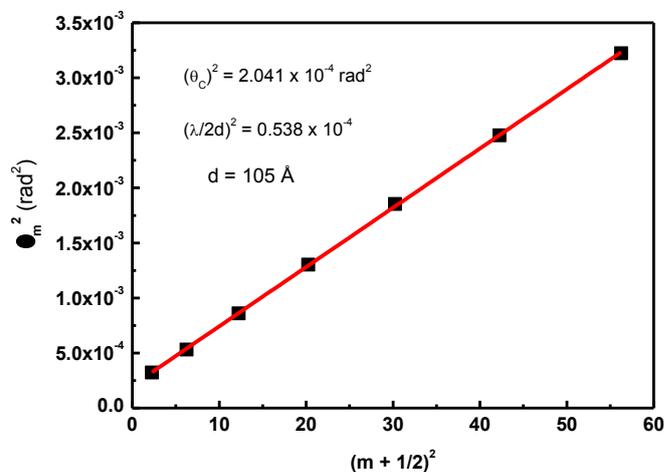
Apresentamos aqui a metodologia aplicada para obtenção de uma melhor estimativa da espessura do filme onde, ao invés da equação 5.1, utilizamos uma forma mais exata dada por [53]:

$$\theta_m^2 = \theta_c^2 + (m + 1/2)^2 \left( \frac{\lambda}{2d} \right)^2 \quad (5.1)$$

onde  $\theta_m$  é o ângulo correspondente ao pico da reflexão de ordem  $m$ ,  $\theta_c$  é o ângulo crítico,  $\lambda$  é o comprimento de onda do raio X incidente e  $d$  é a espessura do filme. O termo  $1/2$  presente na equação é devido à mudança de fase da onda, uma vez que o substrato é opticamente menos denso que o filme.

Assim, para determinar a espessura do filme, plotamos um gráfico das posições dos picos em função de seus índices. É necessário certo cuidado na indexação dos picos, entretanto o desvio do caráter linear do gráfico indica que esta deve ser refeita.

Podemos perceber que o coeficiente linear do ajuste representa o quadrado do ângulo crítico, enquanto que através do coeficiente angular podemos calcular a espessura do filme. No caso específico das figuras 5.1 e 5.2, obtivemos uma espessura de 105 Å, sendo este valor menor (cerca de 9%) que o estimado pela equação 4.1 levando a uma taxa de deposição mais confiável.

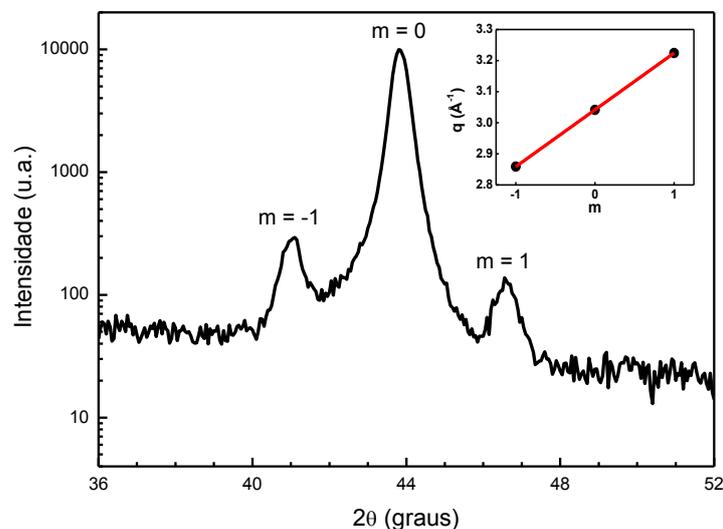


**Figura 5.2:** Ajuste dos pontos de máxima intensidade da curva de XRR por meio da equação 5.1

## 5.2 – Difração de raios X

A confirmação da existência de uma multicamada, como anteriormente dito, pode ser obtida através da análise por difração de raios X, uma vez que a periodicidade da rede artificial promove o aparecimento de picos satélites ao redor de um pico estrutural (formação de uma superrede). A figura 5.3 apresenta o resultado da medida de XRD para a multicamada em estudo.

Cabe observar que as amplitudes dos picos satélites são muito menores que a do pico central (correspondendo a menos de 3%). Um fato que poderia ser associado a tal resultado seria uma possível interdifusão entre as diferentes camadas, o que resultaria em interfaces rugosas, causando uma degradação na modulação química que, por fim, tenderia a suprimir os picos satélites. Esta interdifusão poderia ocorrer durante o processo de deposição, já que os átomos que chegam sobre a superfície das amostras possuem energia suficiente para penetrá-la por alguns poucos angstroms, entretanto, esta condição não deve evoluir após esta etapa, uma vez que em temperatura ambiente os elementos Cu e Co são imiscíveis.



**Figura 5.3:** Difratograma da multicamada com composição nominal Si/SiO<sub>2</sub>/[Cu (20 Å)/Co(14 Å)/Cu (50 Å)]. Acima de cada pico tem-se a indexação do pico central e dois satélites. No *inset* é apresentado o ajuste dos vetores de espalhamento em função das respectivas ordens harmônicas.

A explicação para esses picos pouco intensos também está associada ao pequeno contraste óptico (para comprimentos de onda na faixa de raios X) entre os elementos em consideração, o que resulta numa reflexão mais fraca nas interfaces. Além disso, como as camadas existentes são muito finas, existem poucos planos cristalinos em cada camada, o que leva a uma pequena intensidade dos picos satélites.

Não obstante à utilização da escala logarítmica, é possível notar claramente a presença dos dois primeiros picos satélites e, conseqüentemente, confirma-se que a amostra possui uma estrutura de multicamada bem definida. Os índices  $m$  associados aos picos representam a ordem harmônica com relação ao pico central.

No detalhe (*inset*) da figura 5.3, é possível verificar a dependência linear dos valores dos vetores de espalhamento,  $q = 4\pi \sin(\theta)/\lambda$ , com relação ao índice  $m$ . Dado o ajuste da curva, a intersecção em  $m = 0$  resulta na medida do vetor de espalhamento médio. Este valor, em nosso caso, é  $q_M \approx 3,04 \text{ \AA}^{-1}$ , o que corresponde a uma distância interplanar média  $d_M = 2\pi/q_M \approx 2,07 \text{ \AA}$ . Podemos considerar então que o pico central que estamos tratando está associado às contribuições dos espalhamentos nos planos (111) do cobre *cfc* e cobalto *cfc*.

O coeficiente linear da reta da figura 5.3 trata-se do vetor de espalhamento ( $Q_{Mult}$ ) da superrede que corresponde à multicamada. Obtemos então que o período da multicamada de Co/Cu é  $D_{Mult} = 2\pi/Q_{Mult} \approx 34,4 \text{ \AA}$ . Este valor tem ótima concordância com o período nominal (34 Å), excedendo pouco mais de 1% deste. Assim, embora não tenha sido possível determinar os valores individuais das espessuras das camadas de cobalto e de cobre (apenas a soma das espessuras de ambas) constatamos que a amostra apresenta estrutura em multicamada, com período bem definido e muito próximo do valor nominal.

### 5.3 – Magnetorresistência e Magnetização

Os gráficos de magnetorresistência são mostrados após realizarmos a conversão dos valores absolutos de resistência para a medida de sua variação percentual, segundo a equação:

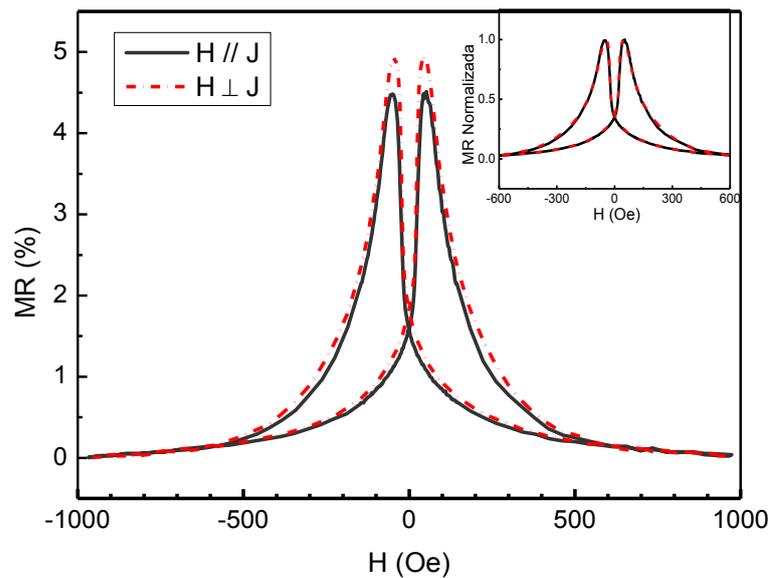
$$MR(H) = 100 \frac{R(H) - R_S}{R_S} \quad (5.2)$$

onde  $R(H)$  é a resistência para um dado campo  $H$  e  $R_S$  é a resistência de saturação, obtida no campo de saturação. Na prática, nem sempre alcançamos a saturação magnética da amostra mas, ainda assim, utilizamos a equação 5.2 substituindo  $R_S$  pela mínima resistência medida.

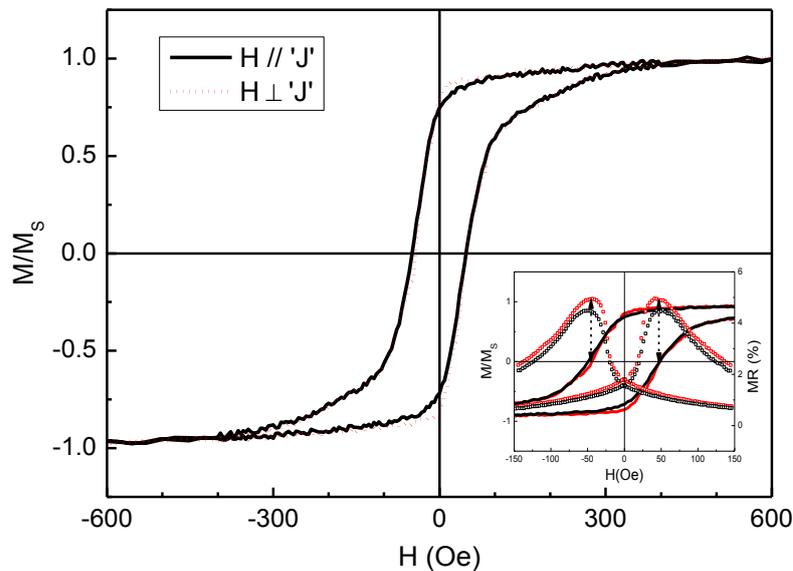
Na figura 5.4 são apresentadas as curvas de magnetorresistência da multicamada. As medidas foram realizadas em temperatura ambiente, sendo o campo magnético aplicado nas direções paralela (linha preta) e perpendicular (linha vermelha) com relação à direção do fluxo da corrente, sempre no plano da amostra. Estas curvas correspondem à amostra como depositada e com grande largura (3 mm).

Percebemos um típico resultado para uma multicamada de Co/Cu no segundo pico de acoplamento AF, ou seja, existem dois picos de igual formato e tamanho que se posicionam de forma equidistante com relação ao campo nulo. Além disso, o valor da magnetorresistência é maior para medida feita com  $H \perp J$  (4,99 %) do que para  $H // J$  (4,50 %). Entretanto, como podemos observar no *inset* da figura 5.3, em que ambas as curvas são

normalizadas, percebe-se uma ótima sobreposição, o que indica não existir anisotropia magnética significativa, que propiciaria sensíveis alterações na resposta magnética a depender da direção em que o campo é aplicado. A diferença no valor de MR pode estar associada à presença da magnetorresistência anisotrópica (AMR) somada à magnetorresistência gigante (GMR).



**Figura 5.4:** Curvas de magnetorresistência da multicamada Si/SiO<sub>2</sub>/[Cu (20 Å)/Co(14 Å)/Cu (50 Å)] obtidas em temperatura ambiente, com o campo aplicado no plano da amostra e paralelo (linha preta) ou perpendicular (linha vermelha) à corrente. No *inset* é apresentada a medida normalizada.



**Figura 5.5:** Curva de magnetização da multicamada Si/SiO<sub>2</sub>/[Cu (20 Å)/Co(14 Å)/Cu (50 Å)] obtida em temperatura ambiente, com o campo aplicado no plano da amostra e paralelo (linha preta) ou perpendicular (linha vermelha) a um eixo arbitrário (orientação em que a corrente fluía na medida de MR). No *inset* é mostrada a curva de histerese em campos mais baixos juntamente com a de MR.

A curva de magnetização obtida no AGFM, também em temperatura ambiente, é apresentada na figura 5.5. Novamente, não são perceptíveis grandes alterações entre medidas realizadas com o campo magnético aplicado em diferentes eixos arbitrários da amostra (por convenção, foram escolhidas as mesmas direções da corrente na medida de MR). O valor da magnetização é dado em fração da magnetização de saturação (normalizado).

Os ramos ascendentes e descendentes das curvas de magnetização coincidem a partir de aproximadamente 460 Oe, o que, embora seja menor, está próximo do correspondente na curva de magnetorresistência (~ 530 Oe). Por outro lado, podemos constatar a partir do *inset* da figura 5.5 uma ótima correspondência entre a posição da mais alta resistência com o cruzamento da curva de magnetização com o eixo *x*, ou seja, a máxima resistência dá-se no campo coercivo.

Este resultado não surpreende, uma vez que no campo coercivo é esperado que as magnetizações das camadas de cobalto adjacentes estejam, em média, antiparalelas entre si, resultando numa magnetização nula e, também, numa resistência elétrica mais elevada.

Assim, costuma-se identificar a posição do pico da magnetorresistência como o valor do campo coercivo.

## 5.4 – Efeitos do Recozimento

Haja vista que durante o processo de redução da largura por litografia, as amostras são inevitavelmente submetidas a processos que promovem seu aquecimento, seja para a cura e evaporação do filme de “resiste” ou mesmo por aquecimento da superfície por conta da incidência do laser, é importante conhecermos que tipo de modificação nas curvas de magnetorresistência é induzido por um processo de recozimento.

Os resultados obtidos na literatura mostram-se contraditórios quanto à mudança do valor da GMR. Ou seja, existem trabalhos que obtêm um decréscimo no valor da GMR em amostras no segundo acoplamento AFM quando recozida em 523 K [28], mas também é possível a verificação de resultados onde não é observada alteração significativa ou mesmo um aumento da GMR [59]. Mudanças também são percebidas no perfil da curva de MR (e histerese), onde se podem alterar os valores do campo coercivo e de saturação.

Sabe-se que é preciso considerar que os resultados do recozimento dependem da rotina utilizada no estudo, onde se pode variar, por exemplo, as temperaturas e tempos de tratamento.

Outro fator importante remete-se à composição da multicamada (que depende dos elementos em questão, espessuras, presença de *buffer* etc.) e também de sua microestrutura, no qual estão agregados parâmetros como a interdifusão inicial entre as camadas, fases cristalográficas presentes, tamanho de grão etc.

Assim, é interessante conhecer as possíveis influências do efeito de recozimento (*annealing*) nas medidas de magnetorresistência em nossas estruturas em específico a fim de não interpretarmos mudanças que poderiam ser induzidas durante o processo de redução da dimensão da amostra com efeitos realmente relativos ao tamanho.

Na coluna “T” da figura 5.6 estão apresentadas as evoluções das resistências das amostras (todas com a mesma composição e depositadas simultaneamente) em função da temperatura. A saber, o processo utilizado consiste numa elevação da temperatura numa taxa constante (tratamento isocrônico) até determinado valor e posteriormente esfriada até

retornar à temperatura ambiente (as setas em vermelho indicam os sentidos de aquecimento e resfriamento da curva). Durante este processo a resistência é monitorada *in situ*.

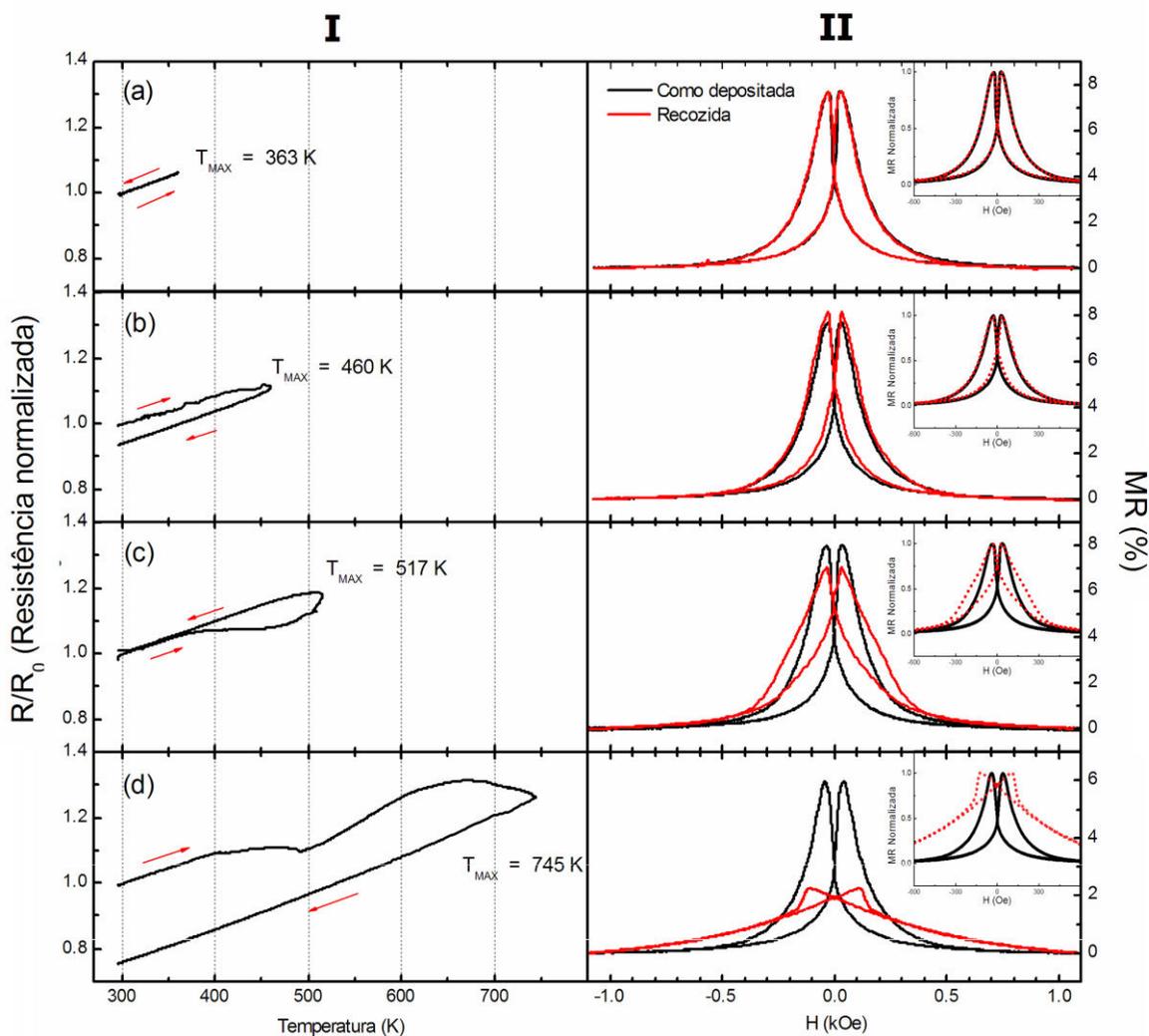
Inicialmente a resistência cresce linearmente com a temperatura (comportamento clássico de metais), entretanto, a depender da temperatura alcançada, tal comportamento é perdido, indicando que algum tipo de transformação está ocorrendo. As escalas das figuras são as mesmas para todos os tratamentos para uma melhor comparação.

Também são apresentadas na figura 5.6, coluna “II”, as medidas de magnetorresistência para as amostras antes do recozimento (como depositada, CD) sobrepostas com as medidas das multicamadas recozidas segundo a rotina representada graficamente à esquerda. No *inset* tem-se a mesma curva normalizada.

Na figura 5.6-I(a) temos o recozimento realizado até a mais baixa temperatura (363 K) dentre todos. Percebe-se que a curva  $R \times T$  na subida e descida são praticamente indistinguíveis, o que indica que ocorreu apenas aquecimento na amostra sem qualquer tipo de alteração decorrente disso. Isto é corroborado pelas curvas de magnetorresistência [figura 5.6-II(a)] que não apresentam qualquer modificação.

No segundo recozimento [figura 5.6-I(b)], onde aumentamos a temperatura final em cerca de 100 K com relação à anterior, já verificamos alguma mudança. Quando próximo de 420 K, a inclinação da curva  $R \times T$  tende a diminuir, sinalizando a ocorrência de alguma evolução na estrutura da multicamada. A linha de resfriamento fica abaixo da de aquecimento e a resistência final em temperatura ambiente fica em torno de 92% da inicial.

A este fato deve estar associado o pequeno aumento no valor da magnetorresistência, ou seja, a variação na GMR deu-se pela pequena queda na resistência global da amostra. No entanto a resposta com o campo sofreu uma pequena alteração, como pode ser visto no *inset* da figura 5.6-II(b), onde as curvas não são totalmente coincidentes.



**Figura 5.6:** (I) Variação da resistência em campo nulo durante o recozimento das multicamadas, normalizada pela resistência inicial; (II) Curvas de magnetorresistência das multicamadas como depositada (CD) em preto e recozida em vermelho. No *inset* tem-se a curva de MR normalizada.

No terceiro tratamento [figura 5.6-I(c)], a temperatura elevou-se além da região em que  $dR/dT$  recomeça a aumentar, indo até 517 K. A curva de retorno à temperatura ambiente passa a ocorrer em valores acima da curva de subida. Observando as curvas de magnetorresistência correspondentes, vemos que a esta diminuiu, o que pode ser reflexo do valor da resistência final, que é levemente superior ao da amostra como depositada. O perfil da curva sofreu uma alteração maior que no caso anterior, e constatamos que o cruzamento entre as curvas em campo nulo está mais próximo ao valor de máxima resistência.

Avançando no valor da temperatura máxima, obtemos mais uma inflexão na dependência da resistência com a temperatura. Desta vez, existe uma forte tendência de diminuição no valor da resistência, e a curva de resfriamento está bem abaixo da curva de aquecimento, levando a uma drástica redução da resistência pós-recozimento, ficando em torno de 72% da resistência inicial.

A curva de magnetorresistência apresenta-se muito diferente da inicial, onde vemos que aumentou um pouco mais o valor relativo do cruzamento em campo nulo dos ramos da curva de GMR. Além disso, as curvas coincidem (em  $H \neq 0$ ) em valores de campo menores que nos casos anteriores e, além disso, a curva não parece totalmente saturada até o campo máximo aplicado.

Em suma, a multicamada parece não evoluir até temperaturas próximas de 413 – 423 K e, a partir daí, existe uma primeira inflexão na curva  $R \times T$ , proporcionando uma redução na resistência da amostra e, também, pequeno aumento da GMR. Quando a temperatura chega próxima de 453 – 473 K o comportamento muda e aumenta o valor da resistência, induzindo a diminuição da GMR. Também, constata-se mais facilmente a modificação no perfil da resposta magnética da multicamada.

Elevando a temperatura acima de 670 K ocorre uma diminuição da resistência de modo mais intenso mas, desta vez, ao invés de aumentar a magnetorresistência, ocorre o contrário, e aparece um perfil diferente para a GMR.

O aspecto mais importante a ser retirado dessa análise é que as multicamadas em estudo são relativamente estáveis em relação a processos térmicos em temperaturas moderadas. De acordo com o que foi dito, a amostra não é modificada significativamente se submetida a temperaturas menores que 450 K (~ 180 °C), desde que em intervalos de tempo não muito longos. Ademais, se observa que, exceto para o caso em que a temperatura chegou acima de 670 K, não houve modificação significativa no valor do campo coercivo (obtido a partir da curva de MR), parâmetro muito importante em nossas análises.

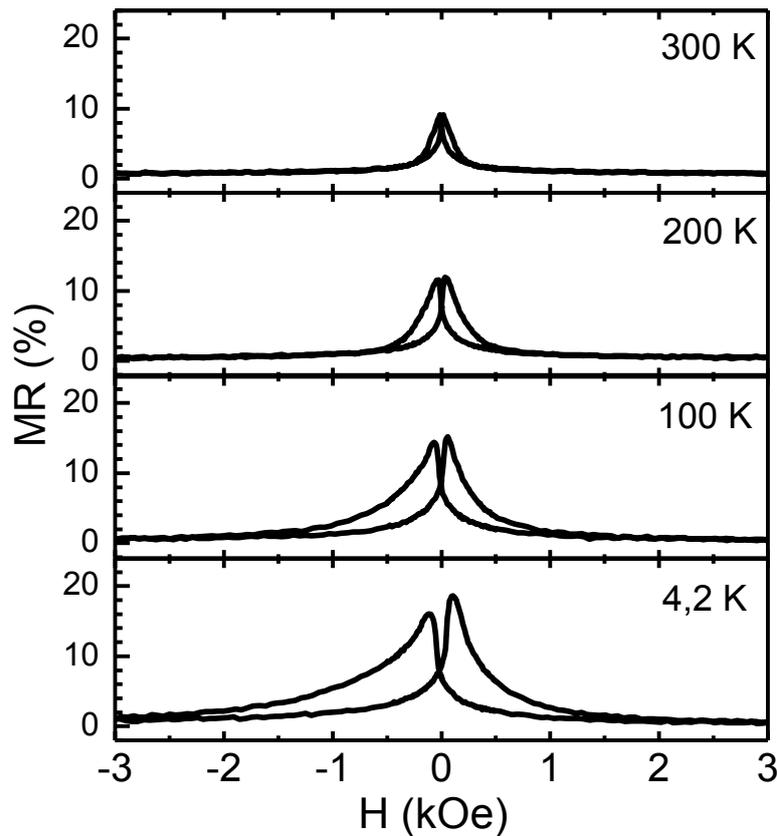
Diversos tipos de mudanças estruturais nas multicamadas podem estar associados às alterações descritas nas curvas de GMR, tais como mudança no *stress* e texturização dos filmes, segregação ou interdifusão dos átomos nas interfaces Co/Cu, alteração no tamanho de grão, mudança de fase estrutural, fragmentação das camadas etc [54, 60]. Para distinguir quais mecanismos estão presentes nas diversas etapas do recozimento seria necessário um estudo mais minucioso, onde o emprego de técnicas como microscopia de transmissão e medidas de XRD e XRR de melhor estatística e precisão, dentre outras, seriam vitais.

Constatamos, por fim, que nossas amostras são estáveis em temperaturas não muito elevadas, o que nos informa que o processo de litografia ( $T \sim 380$  K) muito provavelmente não promoveu artefatos que poderiam comprometer nossos estudos.

## **5.5 – Medidas em Baixas Temperaturas**

O plano inicial do nosso trabalho considerava a utilização de medidas em baixas temperaturas como modo de minimizar os efeitos térmicos nas respostas magnéticas e de transporte, assim promovendo um melhor entendimento dos efeitos inerentes à mudança na largura das amostras. Infelizmente, não foi possível realizar um estudo sistemático neste sentido pois durante todo o período de desenvolvimento deste trabalho, nosso laboratório não contou com suprimento regular de hélio líquido para utilização do PPMS, SQUID ou outros criostatos. Houve tentativa de utilizar um refrigerador criogênico para este fim, entretanto o valor de campo máximo possível não era grande o suficiente para saturar as amostras.

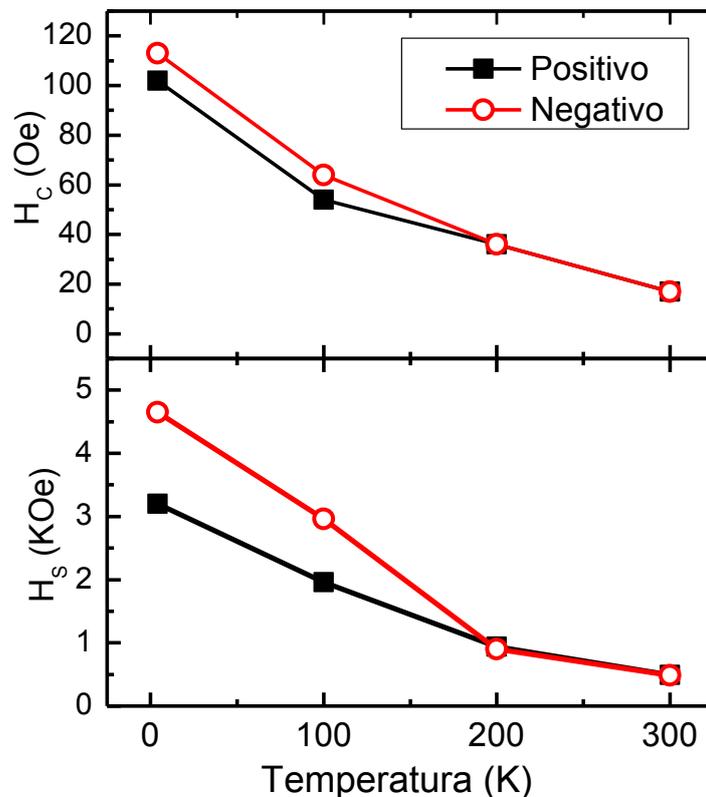
Na tentativa contornar este problema, foram realizadas medidas em laboratório externo (LANSEN - UFPR) mas, ainda assim, não foi o suficiente para proceder com análises mais detalhadas. Na figura 5.7 apresentamos resultados para medidas de magnetorresistência de uma amostra de  $30 \mu\text{m}$  de largura para quatro temperaturas diferentes.



**Figura 5.7:** Medidas de magnetorresistência da amostra de composição Si/SiO<sub>2</sub>/[Cu(20 Å)/Co(14 Å)/Cu (50 Å)] e com largura de 30 μm em diferentes temperaturas.

Claramente se veem as mudanças que decorrem das diferentes temperaturas em questão, seja na amplitude do efeito ou nos valores dos campos coercivos ( $H_C$ ) e de saturação ( $H_S$ ), que crescem progressivamente com a diminuição da temperatura. Na figura 5.8 são mostradas as dependências térmicas de  $H_C$  e  $H_S$ .

Os valores do campo coercivo e de saturação são, dentre diversos outros parâmetros, também determinados pela competição entre a energia de *pinning* e a energia térmica da amostra. Assim, em temperaturas elevadas, os domínios magnéticos podem evoluir com maior facilidade do que em baixas temperaturas, resultando no comportamento medido.



**Figura 5.8:** Variação dos campos coercivos (a) e de saturação (b) com a temperatura. Observa-se que as curvas não são simétricas com relação ao campo nulo.

Um efeito interessante é a perda da simetria entre os picos, como destacado na figura 5.8. Em temperatura mais alta os picos apresentam a mesma magnitude e perfil mas, ao reduzir a temperatura, um dos picos fica mais elevado que o outro, estabelecendo uma discrepância entre os valores positivos e negativos dos campos coercivos e de saturação. A priori não seria esperada tal disparidade, mas este efeito pode estar relacionado à história magnética da amostra.

O procedimento de medida das amostras consiste em aplicar inicialmente um campo suficiente para saturar a amostra (campo máximo  $H_M = 6$  kOe em nosso caso), quando então se inicia a aquisição de dados e o campo é variado até que o campo negativo máximo ( $-H_M$ ) seja atingido, voltando a seguir para  $H_M$ . Por fim, retorna-se ao campo nulo e a temperatura é modificada, reiniciando o ciclo e as medidas. O ponto chave da explicação para a diferença entre os picos é que, após o retorno a  $H = 0$ , a amostra retém alguma memória do estado de saturação na direção positiva do campo, que permanece com a redução da temperatura.

Assim, enquanto que para temperaturas elevadas a energia térmica favorece a movimentação dos domínios magnéticos, a memória é “perdida” ou “apagada” quando a amostra é submetida a campos negativos. Por outro lado, em temperaturas mais baixas, os diversos mecanismos que geram os *pinning* mais “energéticos”, presentes principalmente nas camadas mais externas por apresentarem maior rugosidade, não são vencidos pela energia térmica, de modo que, devido ao estado remanente, surge uma anisotropia da resposta magnética quanto ao sentido do campo. Isto implica que, se o campo for aplicado no sentido positivo, os domínios em cada camada (ou a magnetização total) tendam a se alinhar a este mais facilmente do que no sentido contrário. Como resultado, verificam-se as modificações no campo coercivo e de saturação na figura 5.8.

A diferença das alturas dos picos de MR também pode ser explicada nesses termos. Uma vez que cada camada possui uma certa coercividade e que, pelas razões justificadas nos parágrafos anteriores, estas coercividades tendem a ter uma distribuição de valores mais larga para o campo aplicado no sentido negativo, ocorre que, enquanto um dado par de camadas de cobalto encontra-se no seu melhor alinhamento antiparalelo, os pares seguintes poderão estar distantes dessa condição, diminuindo assim o antiparalelismo global entre as camadas da amostra, reduzindo o valor da máxima resistência. No sentido positivo acontece o mesmo mas, como as coercividades das camadas são mais parecidas (por terem sido orientadas na primeira magnetização), o pico de MR é superior ao do sentido negativo.

Neste ponto é interessante traçar alguns comentários. Poderia-se alegar que, devido à forma como a medida foi realizada, o “verdadeiro” perfil da curva de MR é mascarado e que, se fosse aplicado campo intenso o suficiente de modo a saturar “totalmente” a multicamada, as curvas deveriam tender à simetrização. De fato, este resultado poderia ocorrer, entretanto, observaríamos os dois picos semelhantes ao pico da esquerda, e isto esconderia as diferenças na amplitude da GMR provocadas pela presença de *pinning*.

Apesar de se saber a importância da coerência entre as orientações das camadas magnéticas ao longo de toda estrutura no valor da GMR [61, 62], até onde sabemos não existe na literatura trabalho que discuta tal aspecto induzido por *pinning* em baixa temperatura. Um estudo que vise melhor investigar este problema seria pertinente, mas está fora do escopo deste trabalho.

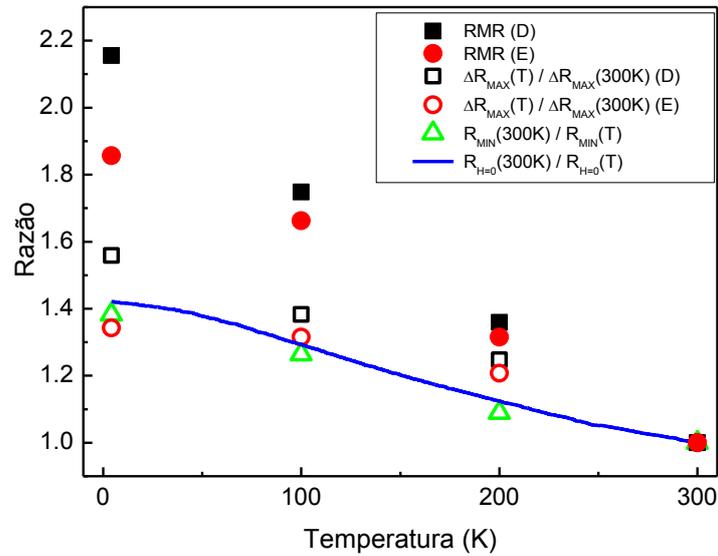
A despeito da divergência das alturas dos picos em mais baixa temperatura, observamos que também há uma grande mudança neste valor, dependendo da temperatura da medida. Levando em conta a equação 5.2, definimos a magnetorresistência como sendo a

razão entre a variação máxima da resistência [ $\Delta R_{MAX} = R(H_C) - R(H_S)$ ] e a resistência mínima obtida no estado de saturação da amostra [ $R_{MIN} = R(H_S)$ ]. Assim, sua variação com a temperatura origina-se da combinação da variação desses dois fatores. Uma maneira conveniente de analisar a dependência térmica é toma-la com referência à medida em temperatura ambiente, definindo um parâmetro de razão de magnetorresistência (*RMR*), expressa pela equação 5.3:

$$RMR = \frac{MR(T)}{MR(300K)} = \left[ \frac{R(H_S, 300K)}{R(H_S, T)} \right] \left[ \frac{\Delta R_{MAX}(T)}{\Delta R_{MAX}(300K)} \right] \quad (5.3)$$

O primeiro termo entre colchetes remete-se à influência da resistência no campo de saturação com a temperatura e está relacionada à contribuições de resistividade que não dependem de spin. No segundo colchete estão as contribuições que dependem do estado magnético, abrangendo mudanças nos valores e assimetria das resistividades dos canais de condução (modelo de duas correntes), alteração no efeito de mistura de spins relacionado a espalhamentos elétron-magnon etc [63]. Além disso, como foi discutido acima, os efeitos de *pinning* também estão associados a este segundo termo. Na figura 5.9 estão plotados os valores obtidos para os termos da equação 5.3 e da razão  $R(300K)/R(T)$  em função da temperatura.

Os pontos em preto e vermelho referem-se, respectivamente, aos picos da direita e esquerda. Embora tenhamos um número limitado de temperaturas, sugere-se que os valores da magnetorresistência dos picos à direita crescem linearmente com a redução da temperatura, enquanto que os picos da esquerda, além de serem menores, não seguem o mesmo comportamento. A resistência na saturação apresenta uma dependência aproximadamente linear, semelhante à medida em campo nulo (curva em azul), e a diferença entre ambas deve estar associada a uma dependência magnética da resistividade no estado de remanência.

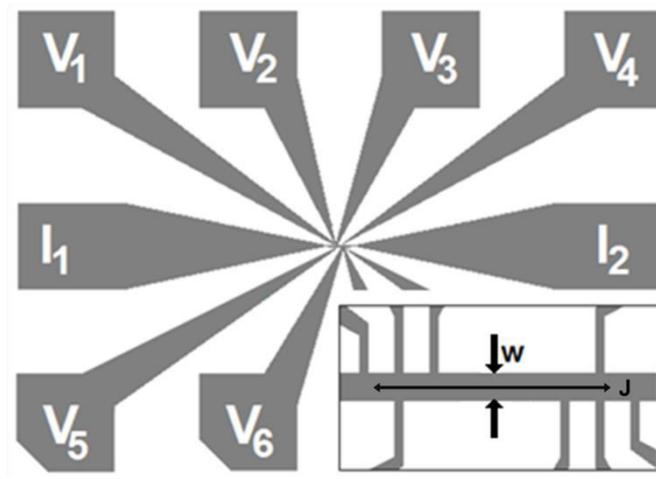


**Figura 5.9:** Variação dos fatores da equação 5.3 (dos quais dependem o valor da magnetorresistência) com a temperatura. Também esta inclusa a variação da razão entre as resistências em campo nulo.

A influência de cada fator no valor final da magnetorresistência, representados pelos símbolos vazados, mostra que a elevação da MR com a diminuição da temperatura é, em geral, principalmente dependente da variação da resposta magnética. Percebe-se, porém, que enquanto no lado direito da curva esta resposta continua crescendo, o mesmo não ocorre para o lado esquerdo, onde esta resposta aparenta tender a ficar constante com a redução da temperatura. Assim, é visto que para o pico da esquerda em 4,2 K há uma inversão na relação de importância entre os fatores, sendo o termo independente de spin superior ao dependente, ou seja, a elevação na MR se dá principalmente por conta da diminuição dos espalhamentos tipo elétron-fônon ao invés de ser resultado do aumento da dependência magnética da resistividade. Novamente, associamos tal comportamento à memória magnética e à presença de *pinning*, como já discutido.

## 6 – RESULTADOS E DISCUSSÃO - PARTE II

Neste capítulo apresentamos os resultados que concernem às amostras com larguras reduzidas. O design das amostras está representado na figura 6.1, e foi obtido via processo de litografia ótica, como explicado no capítulo 4 (Experimental). Foram utilizadas cinco larguras ( $w$ ) distintas, que variam de 30 a 2  $\mu\text{m}$ , onde podemos observar alterações nos gráficos de magnetorresistência. Todas as medidas foram realizadas em temperatura ambiente.

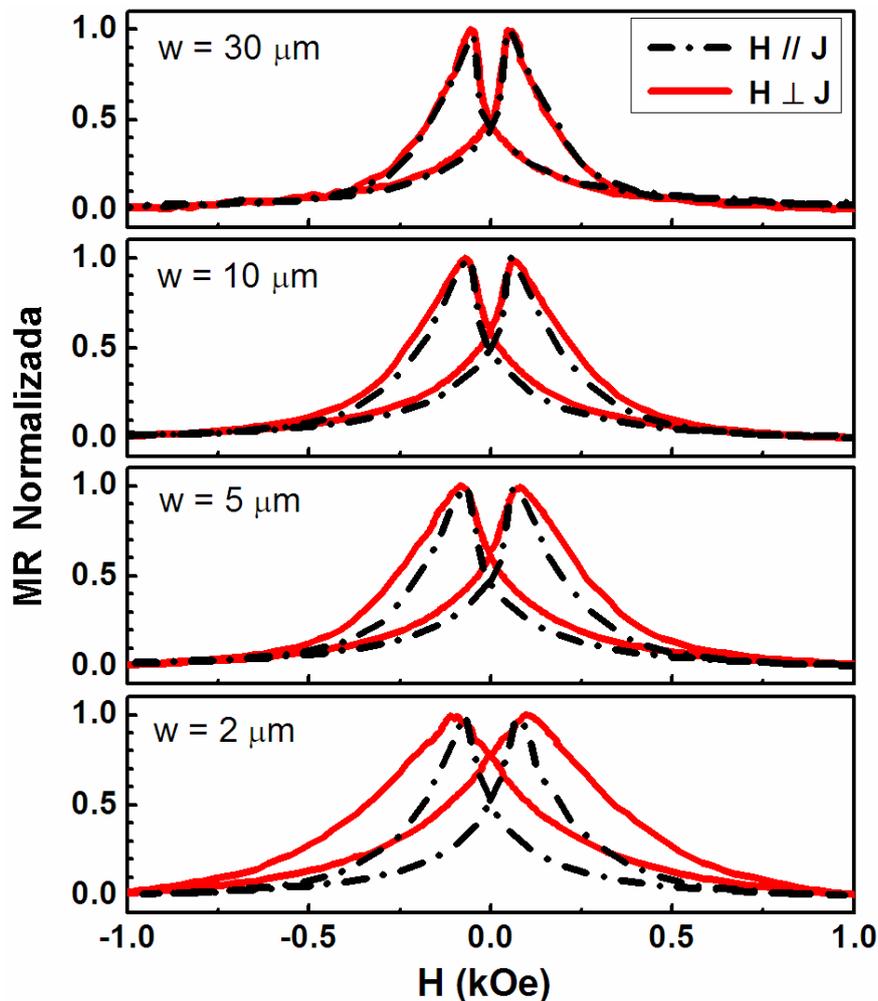


**Figura 6.1:** Design utilizado para a conformação das multicamadas, exibindo as conexões para as medidas de MR e PHE. O *inset* é uma ampliação da região ativa da amostras;  $w$  é a largura da amostra.

Infelizmente, os esforços no sentido de reduzir ainda mais estas larguras foram frustrados. A tentativa de redução direta através da litografia falhou por conta da necessidade de trabalhar o limite de resolução da *LaserWriter* e, devido ao emprego de corrosão úmida (*wet etching*), isto não permitiu uma conformação precisa e controlada abaixo dos 2  $\mu\text{m}$ . Os testes com FIB (*Focused Ions Beam*) tampouco deram bons resultados, pois a dose necessária para “cortar” a multicamada é demasiadamente alta e, assim, mesmo fora da linha de corte estipulada, existe uma fluência considerável sobre a área útil da amostra, o que promove a implantação de Ga (ou reimplantação das espécies desbastadas), formação de defeitos, amorfização etc. [64]. De fato, embora tenhamos conseguido reduzir a

largura, perdemos qualquer sinal da presença de GMR. Existem formas de contornar o problema, mas estas exigem grande investimento em recursos e tempos de preparação, o que nos desencorajou a trilhar esse tipo de solução.

Na figura 6.2 são apresentados os gráficos de magnetorresistência para amostras com diferentes larguras, sendo que a direção do campo magnético é perpendicular ou paralelo ao maior eixo da amostra (que coincide com a direção do fluxo de corrente, como representado na figura 6.1) e está sempre no plano da amostra. Uma vez que na maior parte deste capítulo estaremos concentrados na discussão quanto à mudança na resposta magnética, as curvas foram normalizadas para auxiliar a comparação.



**Figura 6.2:** Magnetorresistência em temperatura ambiente para os campos aplicados perpendiculares ou paralelos ao fluxo de corrente;  $w$  é a largura de cada amostra.

Nas amostras com 30 µm de largura constata-se um perfil que é semelhante ao da amostra com largura milimétrica (como exibido no detalhe da figura 4.4), isto é, as curvas se sobrepõem quase que perfeitamente em quase todos os valores de campo, inclusive no campo coercivo, indicando que até este estágio não há efeito apreciável. No entanto, quando  $w$  é mais reduzido ainda, veem-se alterações na dependência em campo da MR, elevando-se os valores dos campos coercivo e de saturação. Isto é mais notável nas medidas em que  $H$  é perpendicular ao eixo fácil, sendo que as curvas nas duas orientações também ficam cada vez mais diferentes entre si. Os tópicos seguintes trataram, separadamente, das mudanças relacionadas ao efeito da largura.

## 6.1 – Dependência da Resistência

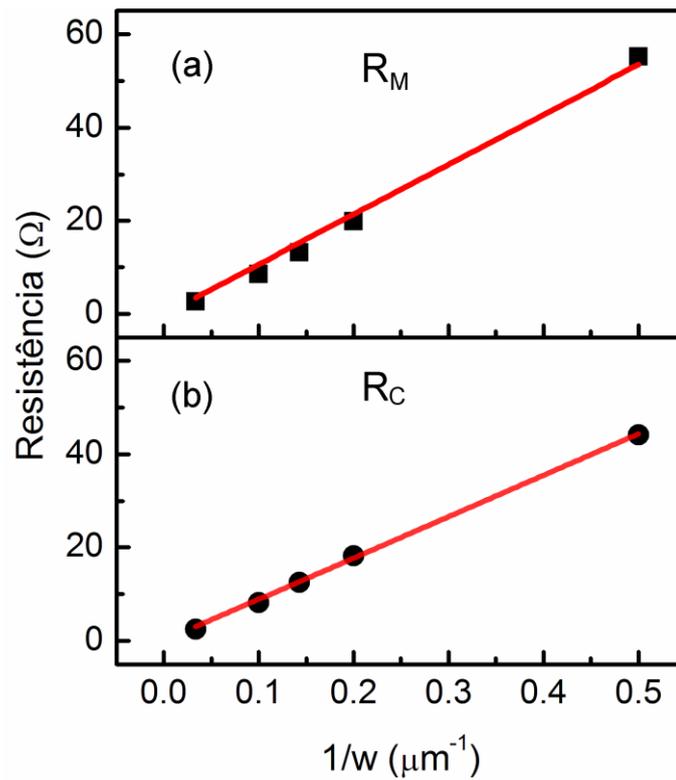
Num primeiro momento, foquemos a atenção no valor da resistência das amostras em campo nulo. Na figura 6.3 são apresentados os valores das resistências das amostras em  $H = 0$ , onde observamos que os pontos experimentais não seguem uma dependência linear com o inverso da largura da amostra o que indicaria uma mudança na resistividade.

Entretanto, é inerente ao processo de litografia a formação de estruturas com bordas irregulares, que pode ser oriunda da imperfeição da cobertura da camada de resiste, corrosão não homogênea etc. Assim, se consideramos que existe uma borda “morta”, ou seja, uma fatia muito defeituosa junto à borda, poderíamos desconsiderar a condução elétrica por esta (resistência infinita) diminuindo a largura efetiva da amostra. Dizemos então que, se estas regiões irregulares não contribuíssem em nada para a condução, a resistência da amostra seria equivalente a:

$$R_C(w) = R_M(w) \frac{(w - 2\delta)}{w} \quad (6.1)$$

onde  $R_M$  e  $R_C$  seriam as resistências medida e calculada,  $w$  é a largura da amostra e  $\delta$  é a largura “morta” de cada borda. O gráfico 6.3(b) mostra uma melhor dependência com  $1/w$  para resistência corrigida segundo a equação 6.1. Neste caso, foi constatado que o melhor ajuste é feito considerando  $\delta = 198$  nm.

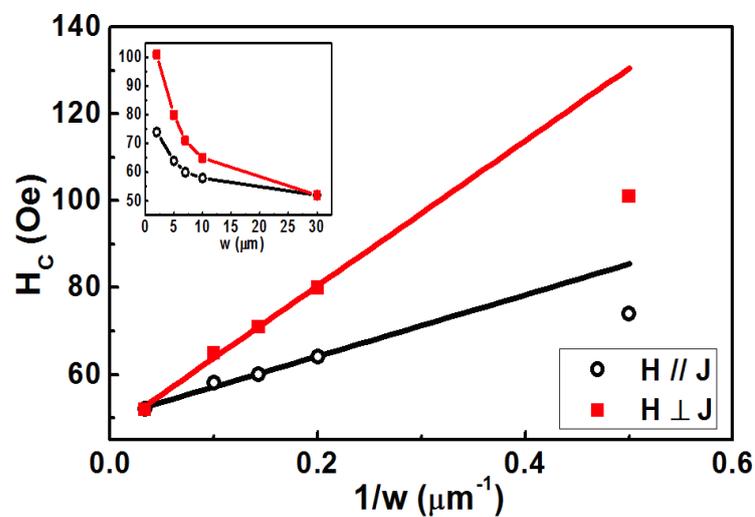
Considerando que a espessura total da amostra é de 44 nm e que temos uma corrosão uniforme durante o procedimento de litografia, o valor de  $\delta$  aparenta ser exagerado (cerca de cinco vezes maior), porém, é provável que o tempo de corrosão empregado tenha sido maior que o necessário. Também é possível que a corrosão tenha se dado de maneira mais efetiva lateralmente do que em profundidade, criando regiões caracterizadas por cavitação e oxidação preferencial nas cavidades formadas.



**Figura 6.3:** Dependência da resistência da amostra com  $1/w$ . (a) Valores medidos; (b) Valores corrigidos considerando fatias “mortas” junto à borda da amostra.

## 6.2 – Dependência do Campo Coercivo

A figura 6.4 mostra o gráfico do campo coercitivo em função da largura da amostra, com o campo magnético aplicado paralelo ou perpendicular ao eixo fácil. Mais uma vez, as diferenças observadas para cada orientação são mais pronunciadas quando as amostras se tornam mais estreitas.



**Figura 6.4:** Campo coercivo ( $H_C$ ) em função do inverso da largura  $w$  (as linhas consistem em uma regressão linear sobre os quatro primeiros pontos). O *inset* exibe a dependência direta de  $H_C$  vs.  $w$ .

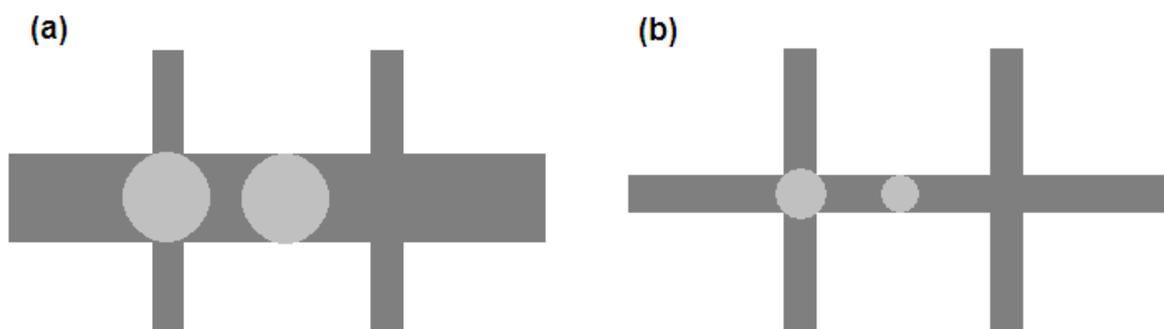
O ciclo de histerese magnética para filmes ferromagnéticos depende de vários fatores, tais como a rugosidade, o stress, a espessura, anisotropias etc [13]. Para as amostras de largura reduzida, são esperadas mudanças em sua resposta magnética, não apenas porque o campo desmagnetizante ( $H_D$ ) tende a ser muito mais significativo, mas também devido a outros fatores, tais como a proximidade entre o tamanho da largura com parâmetros magnéticos, como tamanhos de domínio ou o comprimento das paredes de domínios [65].

Como pode ser visto na figura 6.4, as amostras mais largas seguem uma tendência linear entre o campo coercivo e  $1/w$ , similar ao que é visto em outros trabalhos em que tal comportamento está associado à influência do campo desmagnetizante [66, 67]. No entanto, este não parece um fator significativo aqui uma vez que a largura das amostras é muito maior

que a espessura, de modo que a fator desmagnetizante no plano da amostra é muito pequeno (menor que  $10^{-4}$ ). Além disso, para  $w = 2 \mu\text{m}$  ( $1/w = 0,5 \mu\text{m}^{-1}$ ) esta dependência não é observada de modo que se observa um campo coercivo significativamente abaixo da linha extrapolada do ajuste. Mais do que isso, o mesmo comportamento é visto nos nossos resultados tanto para o campo aplicado perpendicularmente como também paralelo ao eixo fácil.

Também é de se esperar que o efeito de *pinning* nas bordas da amostra (devido principalmente às irregulares inerentes ao processo de fabricação, como já discutido no tópico anterior) contribua fortemente para o aumento do campo coercivo [68, 69]. Ambos os efeitos mencionados tendem a aumentar o campo coercivo, mas estes não parecem ser os únicos que aqui operam: mais uma vez, o campo coercivo medido é significativamente menor do que a extrapolação para larguras menores.

A área superficial das terminações de contato em nossas amostras pode ser um dos culpados desta discrepância: nas estruturas mais largas a nucleação dos domínios pode ocorrer com a mesma facilidade (ou dificuldade) na região que agrega os terminais de tensão e na região entre estes, tornando a presença destes terminais negligenciáveis para a evolução magnética. No entanto, o papel das terminações passa a ser vital nas estruturas mais estreitas como pode ser observado na figura 6.5.



**Figura 6.5:** Comparativo entre as áreas disponíveis para nucleação de paredes de domínio magnético na região em que existem contatos e na região entre os contatos. (a) Configuração relativa à situação em que o canal de corrente é muito mais largo que as terminações dos contatos de tensão. (b) Configuração em que as larguras são próximas.

Quando isso acontece, a formação de paredes de domínio nas intersecções entre as terminações e o canal de corrente se dá mais facilmente do que na região entre os terminais,

promovendo a propagação das paredes de domínio desta área maior para a região em que a MR é medida [67], produzindo resultados bastante diferentes.

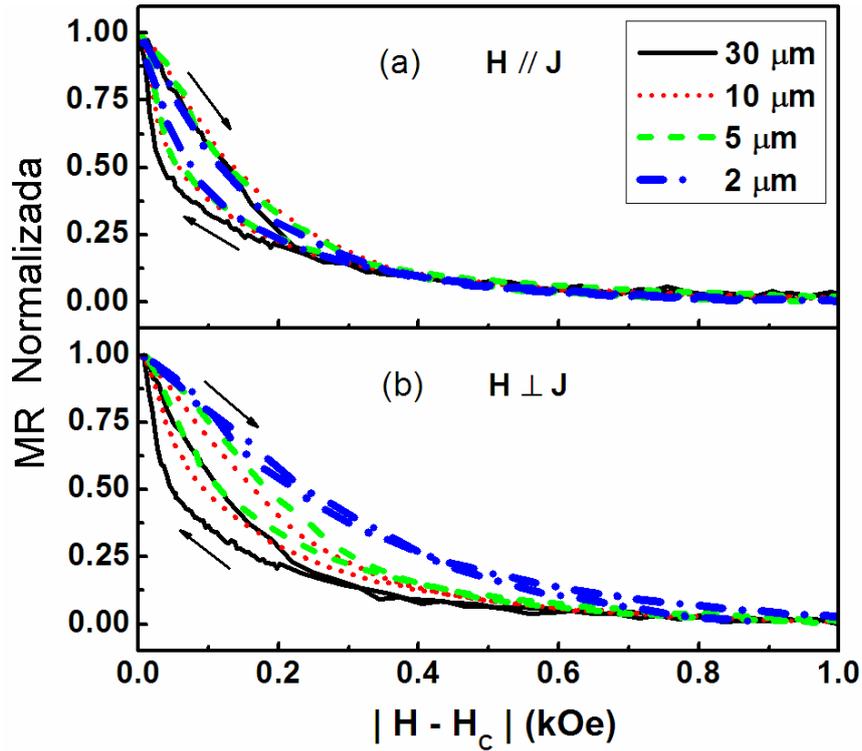
Além dos fatores acima citados, qualquer tipo de alteração no acoplamento entre camadas também pode contribuir para este comportamento.

### 6.3 – Formato das Curvas de MR

Um aspecto mais interessante para explorar nestas amostras é a mudança do perfil dos gráficos de MR com a largura das amostras. Se tomarmos um sentido de varredura de campo como, por exemplo, partindo do campo de saturação negativo para o positivo, uma clara assimetria do pico de MR em torno do campo coercivo é visto para as amostras mais largas, ou seja, a resistência varia mais rápido antes de chegar a  $H_C$  do que após a passagem por este.

Esta observação pode ser constatada observando a figura 6.5, em que um ramo ascendente do gráfico de MR é apresentado com o lado à esquerda de  $H_C$  refletido para a direita, de modo a evidenciar a diferença entre os dois lados do ponto de resistência máxima.

Com a redução da largura da amostra, uma tendência para simetrização é observada, isto é, a resistência tende a ser mesma se tomarmos dois campos equidistantes (em lados diferentes) do campo coercivo. Isto é visto pelo espaçamento decrescente entre os ramos crescentes e decrescentes da variação da resistência com  $H$ . Para a amostra mais estreita e com o campo aplicado perpendicularmente ao eixo fácil isso se torna mais claro: o perfil está mais perto de uma curva em forma de sino (centrada no campo coercivo) e sugere que as camadas estão melhor acopladas [70].



**Figura 6.6:** Comparação dos lados positivo e negativo, com relação ao campo coercivo, dos ramos ascendentes e descendentes da MR na direção paralela (a) e perpendicular (b) do campo magnético com relação ao fluxo de corrente (ou eixo fácil).

De acordo com uma descrição semiclássica, a curva de GMR está diretamente relacionada ao processo de magnetização das camadas [71] e, em alguns casos, pode ser fenomenologicamente descrita por uma equação tal que  $\Delta R/R = a - bm^2 - cm^4$ , onde  $m = M/M_S$ , “ $b$ ” representa uma medida do fator de acoplamento bilinear-AF e “ $c$ ” é uma medida do acoplamento biquadrático [72]. Deste modo, é aceitável que as alterações nas curvas de GMR estejam ligadas a uma mudança no mecanismo de reversão da magnetização quando a largura da amostra é reduzida.

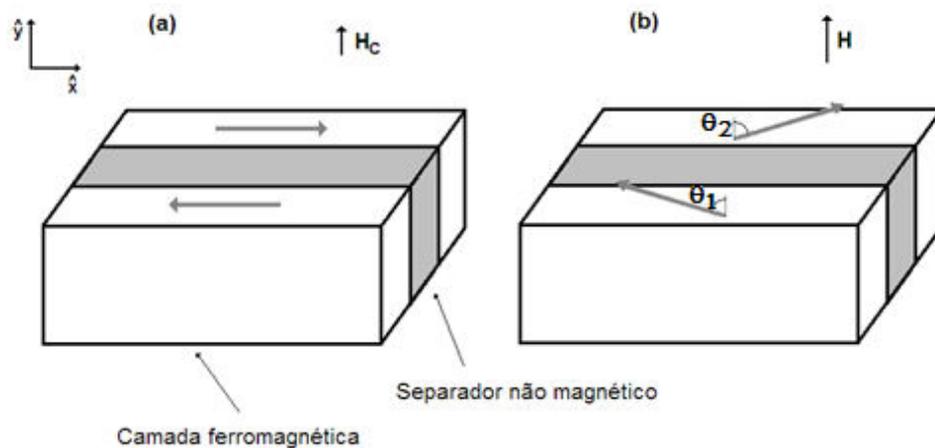
Apesar disto, não é possível inferir, a partir da curva de GMR, a orientação das magnetizações das camadas com respeito a alguma direção arbitrária como, por exemplo, a do fluxo de corrente, já que a GMR depende da direção relativa entre as camadas magnéticas vizinhas.

O efeito Hall Planar (PHE), no entanto, se estabelece como uma ferramenta muito útil neste caso, uma vez que ele responde muito bem à mudança de orientação da

magnetização da amostra com relação a uma direção conhecida, que é exatamente a do fluxo de corrente [73, 74].

Para ilustrar a potencialidade do PHE na determinação da orientação da magnetização, faremos um “experimento mental”: inicialmente, consideremos duas camadas magnéticas de mesmo material e espessura, muito bem acopladas antiferromagneticamente de modo que a magnetização líquida do conjunto seja nula na ausência de campo. Ao aplicarmos um campo magnético no intuito de saturar o sistema na direção do campo, os vetores de magnetização saem da orientação antiparalela e começam a apontar progressivamente para o sentido do campo.

Entretanto, esta rotação das magnetizações não se dá de qualquer maneira, mas deve ser na forma que mantenha a energia magnética do sistema (geralmente escrita a partir da equação de Stoner-Wohlfarth [74]) minimizada para todos os valores de  $H$ . Neste caso, a solução é tal que os ângulos de cada vetor magnetização de camada individual são simétricos entre si com relação à direção de saturação [61, 75]. Como resultado, temos o que chamamos de “movimento de tesoura” (MT) das magnetizações, como de fato é relatado na literatura [75, 76]. Esta situação é esboçada na figura 6.6.



**Figura 6.7:** Representação do “movimento de tesoura” entre as magnetizações das camadas magnéticas com acoplamento AF exibindo as configurações onde (a)  $H_{\text{externo}} = 0$  e (b) para um  $H$  diferente deste.

Levando em consideração a equação 2.9, o valor do efeito Hall Planar pode ser descrito pela equação 6.2, onde consideramos a contribuição das duas camadas ferromagnéticas e  $\varphi = \alpha - \theta$ .

$$PHE(H, \alpha) \propto M_S^2 \text{sen}\{2[\alpha - \theta_1(H)]\} + M_S^2 \text{sen}\{2[\alpha - \theta_2(H)]\} \quad (6.2)$$

Na equação 6.2,  $M_S$  é a magnetização de saturação,  $\alpha$  é o ângulo entre o campo aplicado e a direção da corrente,  $\theta_1$  e  $\theta_2$  são os ângulos entre o vetor de magnetização de cada camada e a direção da magnetização de saturação e são funções de  $H$  que atendem ao critério de minimização de energia.

De modo semelhante, a partir da equação 2.4, a magnetorresistência anisotrópica (AMR) é dada por:

$$AMR(H, \alpha) \propto M_S^2 \cos^2[\alpha - \theta_1(H)] + M_S^2 \cos^2[\alpha - \theta_2(H)] \quad (6.3)$$

Por outro lado, uma vez que a GMR depende da orientação relativa entre os vetores de magnetização das camadas, fenomenologicamente ela pode ser escrita na forma da equação 6.4 (maneira alternativa à equação 2.7), onde  $R_S$  representa a resistência de saturação e  $R_M$  o termo dependente de spin.

$$GMR(H) = R_S + \frac{R_M}{2} \{1 - \cos[\theta_1(H) - \theta_2(H)]\} \quad (6.4)$$

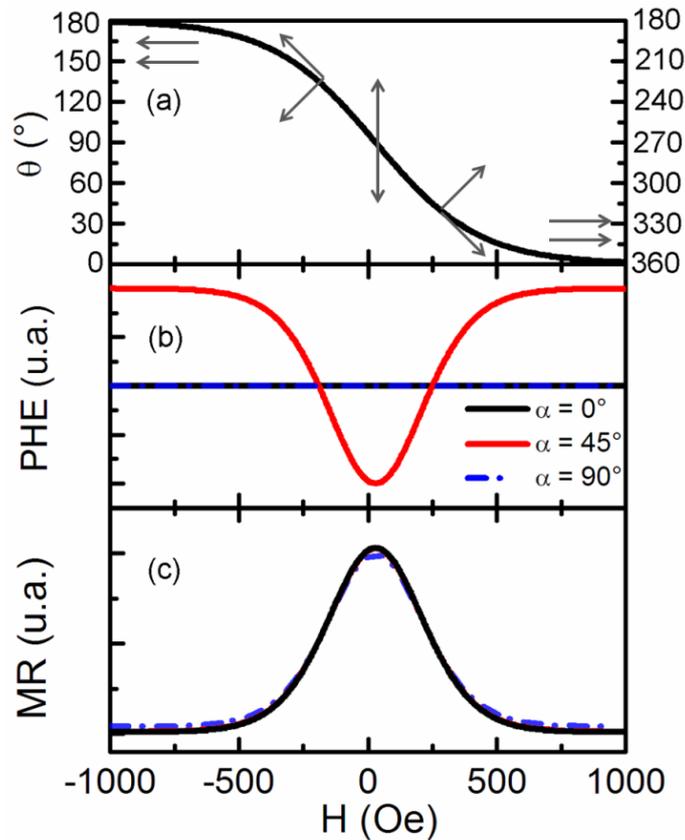
No caso em que estamos tratando, ou seja, em um movimento de tesoura, tem-se que  $\theta_1(H) = -\theta_2(H) = \theta(H)$ , o que transforma as equações 6.2, 6.3 e 6.4, respectivamente, em:

$$PHE(H, \alpha) \propto 2M_S^2 \text{sen}[2\alpha] \cos[2\theta(H)] \quad (6.5)$$

$$AMR(H, \alpha) \propto M_S^2 \cos^2[\alpha - \theta(H)] + M_S^2 \cos^2[\alpha + \theta(H)] \quad (6.6)$$

$$GMR(H) = R_S + \frac{R_M}{2} \{1 - \cos[2\theta(H)]\} \quad (6.7)$$

Podemos então comparar as respostas do efeito Hall Planar com a MR, sendo esta última uma sobreposição dos dois efeitos, porém dominada pela GMR. Na figura 6.7(a) representamos uma função arbitrária  $\theta(H)$  de modo que a orientação dos vetores de magnetização variassem  $180^\circ$ , ou seja, o sistema sai de uma condição de saturação para a outra. Já em 6.7(a) e (b), expressamos as respostas dos efeitos PHE e MR. Enquanto que a partir da medida de MR não se podem distinguir as orientações das magnetizações, o PHE passa a ser muito sensível à direção em que o campo é aplicado. Além disto, um desvio do MT seria percebido na medida de PHE por conta do aparecimento de um sinal não nulo em  $\alpha = 0$  ou  $90^\circ$ , diferentemente da medida de MR.



**Figura 6.8:** (a) Variação da orientação das magnetizações a partir de uma dependência hipotética  $\theta(H)$ . As setas esboçam o “movimento de tesoura”. (b) Resposta da PHE a uma evolução do tipo MT para ângulos diferentes entre a corrente e o campo magnético aplicado. (c) Resposta da MR.

Um outro fator a ser citado é a relação entre a derivada da equação 6.3 com relação ao campo magnético, pois obtemos uma expressão que mantém uma relação com a equação

$$\frac{dAMR}{dH} \propto \frac{\partial \theta_1}{\partial H} M_s^2 \text{sen}[2(\alpha - \theta_1(H))] + \frac{\partial \theta_2}{\partial H} M_s^2 \text{sen}[2(\alpha - \theta_2(H))] \quad (6.8)$$

$$\frac{dAMR}{dH} \propto \frac{\partial \theta_1}{\partial H} PHE_1 + \frac{\partial \theta_2}{\partial H} PHE_2$$

Isto dá a ideia de que os gráficos do PHE e  $d(AMR)/dH$  devem guardar alguma semelhança entre si.

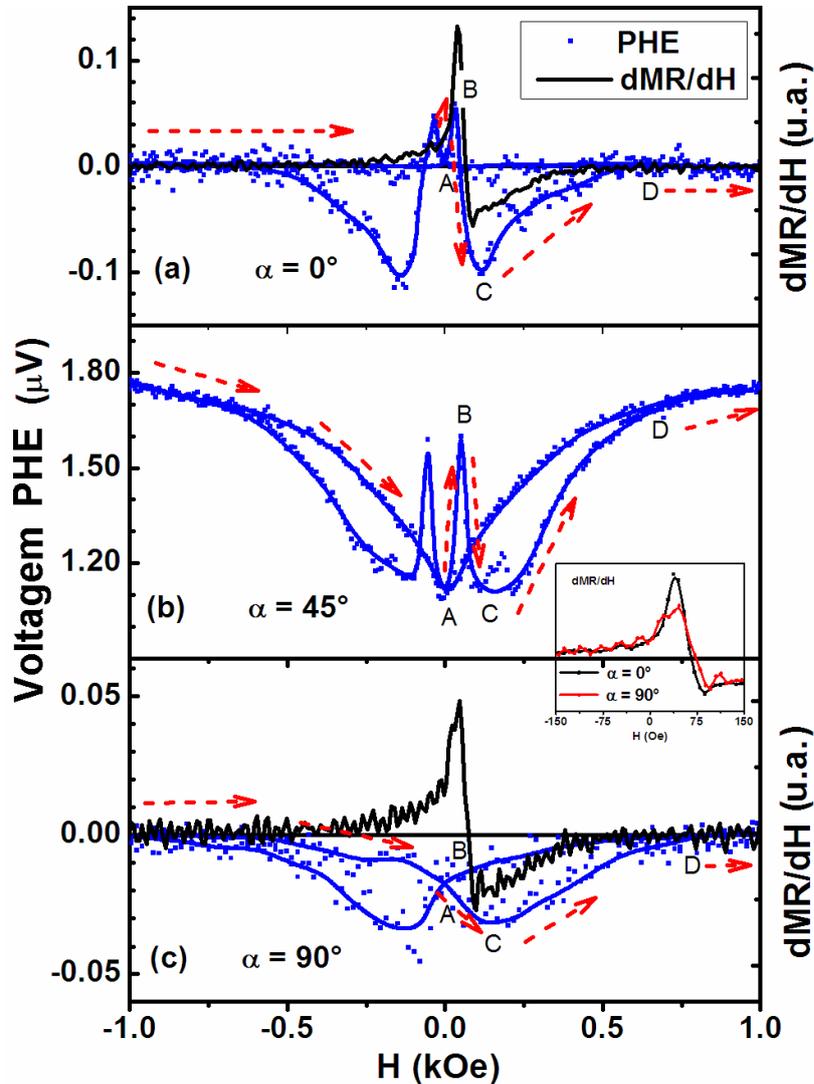
Na figura 6.8 mostramos os ramos ascendentes do PHE e da derivada da magnetorresistência  $dMR/dH$  para a amostra com largura de 5  $\mu\text{m}$ . Utilizamos diferentes ângulos ( $\alpha$ ) entre o campo magnético e a corrente.

Como pode ser visto na figura 6.8(a), para  $H // J$ , a tensão associada ao PHE permanece próxima de zero desde o campo de saturação negativo até o ponto 'A'. Isto é compatível com um processo em que os vetores de magnetização de camadas adjacentes giram em sentidos opostos, com mudança angular equivalente em relação à direção do campo, no que já chamamos de movimento de tesoura. Como discutido acima, isto pode ser decorrente de que as multicamadas estão bem acopladas antiferromagneticamente, como é de se esperar para a amostra com espaçador de 20  $\text{\AA}$  de cobre e camadas magnéticas "idênticas", o que seria uma aproximação razoável à nossa amostra uma vez que temos um número par de camadas ferromagnéticas de mesmo material e espessura. Esta condição, de fato, satisfaz uma condição de PHE nula quando  $\alpha = 0^\circ$  (ou  $90^\circ$ ).

Porém, após o ponto 'A', a tensão cresce repentinamente (pico no ponto 'B'), e depois volta para 'C'. Deste ponto em diante, a tensão volta gradualmente ao valor de saturação, juntando-se ao outro ramo em 'D', completando a curva de PHE. Isto significa que, para valores de campo entre 'A' e 'D', a magnetização líquida não segue a mesma direção do campo aplicado (que é mesma direção da corrente). Isto significa que o "movimento de tesoura" não está mais presente, indicando que algumas camadas têm suas magnetizações variando mais rápido que outras.

Para a medida com  $\alpha = 45^\circ$  (Fig. 6.8(b)), quando a amostra é saturada, as camadas magnéticas estão alinhadas ao campo aplicado, satisfazendo a condição de máximo PHE. Em seguida, com a diminuição do campo, o "movimento de tesoura" (abrindo) começa, reduzindo a magnetização total sem mudança de direção (como para  $H // J$ ) e, conseqüentemente, uma diminuição monotônica da voltagem PHE até ao ponto 'A' é

observada. Após o ponto ‘A’, a curva mostra as características inerentes à descontinuação do “movimento de tesoura”, ocorrendo na mesma faixa de campo em que sucedeu para  $\alpha = 0^\circ$ , isto é, o aparecimento de um pico abrupto entre o ponto ‘A’ e os pontos ‘B’, além de outro mais largo que inclui os pontos ‘C’ e ‘D’.



**Figura 6.9:** Medida de PHE para a amostra com largura de 5  $\mu\text{m}$  com diferentes ângulos entre campo magnético aplicado e fluxo de corrente. O gráfico de  $\text{dMR}/\text{dH}$  também é traçado para mostrar a correlação entre as duas quantidades. As linhas azuis são apenas guias para os olhos.

A despeito da diferença das curvas de PHE inerente à orientação em que o campo magnético é aplicado com relação à corrente, representada (no experimento hipotético) pela figura 6.8(b), inferimos que o modo em que as magnetizações evoluem é semelhante em

ambos os casos, ou seja, as curvas de PHE para esses ângulos apresentam picos em regiões equivalentes da medida.

Associado a este desequilíbrio entre as direções de magnetização para diferentes camadas, responsável pelo valor de PHE (principalmente o pico agudo), é de esperar uma mudança correspondente em  $dMR/dH$ . Isto pode ter origem na GMR (a partir que uma mudança rápida no alinhamento relativo entre magnetizações de camadas adjacentes), ou na AMR (devido a uma mudança brusca da orientação da magnetização em relação ao fluxo de corrente, como suposto na equação 6.8).

No entanto as frações relativas de cada uma das contribuições da GMR e AMR não podem ser, a priori, determinadas. A curva  $dMR/dH$  mostra dois picos (um positivo, um negativo), cuja diferença está diretamente associada à assimetria da curva de MR (apresentada na figura 6.5). Estes picos estão ligados ao gráfico do PHE, especialmente o pico agudo visto no intervalo entre o ponto ‘A’ e a região próxima a ‘B’.

Para  $H \perp J$  [ $\alpha = 90^\circ$ ; figura 6.8(c)], a condição de voltagem PHE nula é novamente constatada próximo do campo de saturação. Além disto, o valor da voltagem PHE é baixo (comparado aos valores das outras orientações) para todos os valores de campo e sem mudanças bruscas, como mencionado anteriormente para a faixa de ‘A’ até ‘B’.

Como resultado, também não são vistas alterações bruscas na inclinação da MR (como visto no *inset* da figura 6.8: o gráfico  $dMR/dH$  mostra um pico menor para  $\alpha = 90^\circ$  do que para  $\alpha = 0^\circ$ ). Neste caso, uma evolução mais simples da magnetização pode estar presente, sem variação súbita do estado magnético. O comportamento do PHE de ‘C’ para ‘D’ sugere um pequeno desequilíbrio entre a direção e/ou magnitude das magnetizações de camadas alternadas, entretanto este efeito é fraco em comparação com outras orientações.

Em resumo, a mudança na (anti)simetria de  $dMR/dH$  com relação a  $H_C$  está, por óbvio, relacionada à mudança mencionada no perfil da curva de MR. Além disso, picos abruptos no gráfico  $dMR/dH$  está associado também a picos equivalentes na curva de PHE nos mesmos valores de campo (como é observado para a medida realizadas com campo paralelo ao eixo fácil da amostra). Porém, quando medimos na condição em que o campo está sendo aplicado na direção perpendicular à corrente, surge uma curva menos abrupta na derivada e o pico no gráfico do PHE desaparece, tendo um comportamento mais suave e de menor amplitude. Nota-se que ao reduzir a largura da amostra, existe uma tendência de que as curvas de MR tenham perfis mais simétricos, principalmente para  $H \perp J$ , levando, segundo nossas observações, a um efeito PHE praticamente nulo.

Para explicar esses resultados, devemos considerar que há uma mudança no processo de reversão da magnetização. Estes resultados podem ser relacionados com os obtidos por Aitchison et al.[77] onde, por meio de microscopia eletrônica (magnética) de Lorentz observaram uma mudança brusca na direção de magnetização em certas regiões de multicamadas de Co/Cu que apresentavam grande assimetria na curva de MR, enquanto que não foram observadas tais mudanças abruptas da magnetização em amostras que têm o gráfico de MR simétrico em torno de  $H_C$ . A assimetria foi atribuída à presença de diferente distribuição das orientações dos domínios magnéticos nas diferentes camadas da amostra, ou seja, não haveria uma boa correlação entre os domínios correspondentes em camadas de cobalto vizinhas.

A partir das considerações relatadas acima, as curvas de MR mais simétricas devem referir-se às situações em que a magnetização em cada domínio de uma camada está correlacionada com um domínio de suas camadas vizinhas, evoluindo por rotação coerente entre magnetizações e sem perceptível “*depinning*” individual de domínios específicos. Esta correlação pode ser melhorada com o aumento da energia de interação AF.

De fato, verificamos a elevação do cruzamento entre os trechos ascendentes e descendentes em  $H = 0$  das curvas de MR quando a largura  $w$  é reduzida (ver figura 6.2), e isto é um indicativo de que as camadas magnéticas (ou os seus domínios) tornaram-se mais acopladas/correlacionadas [78]. Isto pode ser compreendido considerando que, se o cruzamento ocorresse no valor de resistência mínima, isto significaria que as camadas estariam desacopladas e, por consequência, seria reproduzido o efeito tipo pseudo-válvula de spin. Por outro lado, se o cruzamento ocorresse no valor máximo de resistência, isto seria característico de camadas muito bem acopladas AF e, por consequência, teríamos um único pico (os dois trechos coincidiriam para todos os valores de campo).

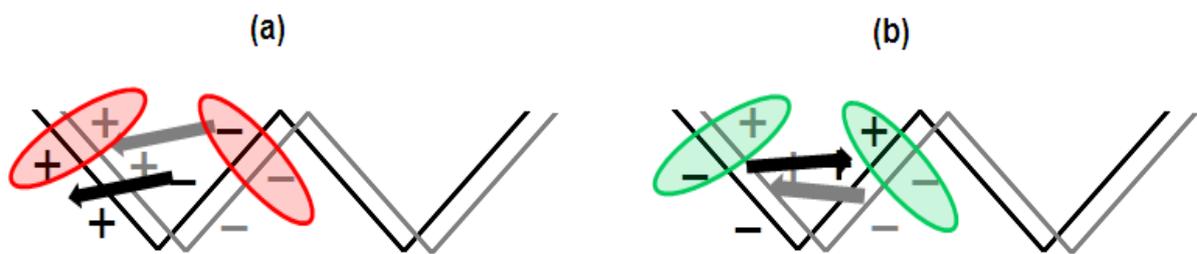
Uma condição de boa correlação entre as camadas (ou domínios) poderia ser alcançada, por exemplo, através da intensificação do acoplamento tipo RKKY, como geralmente visto em amostras com camadas de Cu com espessura correspondente ao primeiro (e mais intenso) pico de acoplamento ( $t \sim 10 \text{ \AA}$ ). Nestes casos aparecem curvas em forma de sino ao redor  $H = 0$ . Além disso, o aumento do número de bicamadas (até no máximo 20 - 30) pode aumentar a fração da área total da multicamada de Co/Cu acoplada antiferromagneticamente [79].

No entanto nossos resultados mostram que o acoplamento parece ser afetado com a redução da largura das multicamadas. Este efeito parece estar relacionado com a semelhança

entre a largura das amostras e os tamanhos de domínio magnético nas camadas de cobalto (geralmente entre 0,5 e 1,5  $\mu\text{m}$  em filmes de Co/Cu com larguras macroscópicas [80.81]).

Quando a largura da amostra é reduzida, o crescimento e a orientação dos domínios magnéticos são limitados pelas bordas. Isto implica, necessariamente, em mudanças na evolução magnética pela aproximação a um estado de monodomínio, aumentando consequentemente a correlação intercamadas.

Outro aspecto importante a ser considerado é o aumento relativo da contribuição magnetostática. Os “pólos magnéticos não balanceados” associados aos domínios magnéticos junto das bordas da amostra interagem com os pólos das bordas das camadas vizinhas. A condição que minimiza a energia dessa interação tende a promover o acoplamento AF entre esses domínios mais externos (próximos das bordas). Ver figura 6.10.



**Figura 6.10:** Esquema da ampliação da região da borda evidenciando a rugosidade. (a) Condição que resultaria em um acoplamento FM é desfavorável por conta da interação magnetostática. (b) O acoplamento AF é a configuração energeticamente mais favorável.

Em amostras estreitas, o tamanho das bordas torna-se significante de modo que a fração de domínios próximos destas torna-se maior (frente ao número total) e mais importante para a configuração magnética global. Isto leva a um aumento do acoplamento AF total da amostra que, por sua vez, promove os efeitos observados na MR e no PHE.

## 7 – CONCLUSÕES E PERSPECTIVAS

Neste trabalho, buscamos compreender modificações na resposta magnética e elétrica de multicamada magnética de Co/Cu com acoplamento antiferromagnético ao ter sua largura reduzida.

Para isso, as amostras foram depositadas utilizando a técnica de *magnetron sputtering* e posteriormente estas foram conformadas quanto à largura empregando-se o processo de litografia ótica com corrosão úmida. Seguem alguns pontos que, no âmbito desta tese merecem destaque:

- As multicamadas de Co/Cu foram produzidas com sucesso;
- A caracterização estrutural foi obtida por medida de XRD, que demonstrou a presença de uma super-rede associada à multicamada.
- Os tratamentos térmicos indicaram que as multicamadas produzidas eram estáveis até em temperaturas acima das utilizadas no processo de litografia. Assim, pudemos inferir que as alterações vistas em amostras de larguras diferentes não carregam artefatos oriundos de aquecimento;
- Produzimos, a partir de litografia ótica com corrosão úmida, amostras de diversas larguras;
- Constatamos que as curvas de MR dependem claramente da largura da amostra e que a presença das terminações que fazem os contatos elétricos se faz importante nas amostras mais estreitas;
- Sugerimos que as curvas de MR que apresentam melhor simetria em torno do campo coercivo estão associadas a rotações coerentes entre camadas adjacentes (ou domínios nas mesmas), o que indica que estas devem ter um acoplamento AF mais intenso;
- Ao diminuir a largura da multicamada, as camadas adjacentes de cobalto são forçadas a ficar mais bem correlacionadas entre si, suprimindo eventuais desalinhamentos entre magnetização (total) da amostra e o campo aplicado. Essa correlação pode ser resultado não apenas da limitação das possibilidades

de orientações a que os domínios estão sujeitos por conta da redução da largura da amostra, mas também devido ao aumento da relevância das interações magnetostáticas nas bordas. Infelizmente, não é possível determinar qual desses fatores é o dominante.

Alguns outros aspectos poderiam ser investigados. Além de realizar as medidas em baixa temperatura, e em amostras com largura submicrométricas (neste caso, o procedimento de preparação da amostra deve ser outro), medidas em função da frequência a fim de estudar a dinâmica de paredes de domínio. Seria útil também o emprego de técnicas mais sofisticadas para imageamento dos domínios, tais como métodos magneto-ópticos.

Algumas modificações na estrutura da amostra poderiam ser interessantes para ampliar o conhecimento em torno do tema, tais como:

- Utilizar outras espessuras da camada de cobre para que se inicie o estudo de uma condição acoplamento diferente;
- Utilizar um número ímpar de multicamadas, ou intercalar camadas de cobalto de espessuras diferentes, de modo que não fosse satisfeita a condição de voltagem nula no PHE;
- Empregar válvulas ou pseudo-válvulas de spin etc.

## REFERÊNCIAS

- [1] M. N. Baibich et al., “Giant Magnetoresistance in Fe(001)/Cr(001) Superlattices” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 61, p. 2472, 1988.
- [2] J. M. Daughto, “GMR application”, *J. Magn. Magn. Mater.* vol. 192, p. 334, 1999.
- [3] C. L. Dennis , R. P. Borges, L. D. Buda et al. “The defining length scales of mesomagnetism: a review”, *J. Phys.: Condens. Matter*, vol. 14, p. R1175, 2002.
- [4] A. Chizhik, J. Gonzalez, “Magnetic Microwires: A Magneto-Optical Study”, *Pan Stanford Publishing*, p. 415, 2013.
- [5] S. C. Sanders, R. W. Cross, S. E. Russek, A. Roshko, e J. O. Oti. “Size effects and giant magnetoresistance in unannealed NiFe/Ag multilayer stripes”, *J. Appl. Phys.* vol. 79, p. 6240, 1996.
- [6] F. J. Castaño, S. Haratani, Y. Hao, C. A. Ross, e Henry I. “Giant magnetoresistance in 60–150-nm-wide pseudo-spin-valve nanowires”, *Smith, Appl. Phys. Lett.* vol. 81, p. 2809, 2002.
- [7] D. Morecroft, B. B. Van Aken, J. L. Prieto, D.-J. Kang, G. Burnell, e M. G. Blamire. “*In situ* magnetoresistance measurements during nanopatterning of pseudo-spin-valve structures”, *J. Appl. Phys.* vol. 97, p. 054302, 2005.
- [8] T. Ono, H. Miyajima, K. Shigeto e T. Shinjo, “Magnetization reversal in submicron magnetic wire studied by using giant magnetoresistance effect”, *Appl. Phys. Lett.* vol. 72, p. 1116, 1998.
- [9] S. S.-L. Zhang e S. Zhang. “Angular dependence of anisotropic magnetoresistance in magnetic systems”, *J. Appl. Phys.*, vol. 115, p. 17C703, 2014.
- [10] Z. Q. Lu, G. Pan, J. Li e W. Y. Lai, “Planar Hall effect and magnetoresistance in spin valve multilayers”, *J. Appl. Phys.*, vol. 89, p. 7215, 2001.
- [11] C. Kittel, “Quantum Theory of Solids”, 2ed. p. 360–366, Wiley, 1987.

- [12] J. V. Kunzler, “Estudo experimental da resistividade elétrica em ligas de Heusler”, Tese de Doutorado. IF – Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 1980.
- [13] B. D. Cullity and C. D. Graham, “Introduction to Magnetic Materials”, 2ed., p. 197 – 252, Wiley, 2009.
- [14] A. P. Guimarães, “Principles of Nanomagnetism”, 1ed., p. 4 – 19, Springer, 2009.
- [15] S. S. P. Parkin e D. Mauri, “Spin engineering: Direct determination of the Ruderman-Kittel-Kasuya-Yosida far-field range function in ruthenium”, *Physical Review B*, vol. 44, p. 7131, 1991.
- [16] L. Néel, *Comptes Rendus Acad. Sci.* vol. 255, p. 1676, 1962.
- [17] T. C. Schulthess, and W. H. Butler, “Magnetostatic coupling in spin valves: Revisiting Néel’s formula”, *J. Appl. Phys.*, vol. 87, p. 5759, 2000.
- [18] J. Nickel, “Magnetoresistance Overview”, *Hewlett Packard Company*, HPL-95-60, 1995.
- [19] T. R. Mcguire, M. Porte; R. I. Potter; “Anisotropic magnetoresistance in ferromagnetic 3d alloys”, *IEEE Trans. Magn.*, Woodbury, vol. 11, p. 118, 1975.
- [20] C. Christides, S. Stavroyiannis, D. Niarchos. “Enhanced planar Hall voltage changes measured in Co/Cu multilayers and Co films with square shapes”, *J. Phys: Condens. Matter*, vol. 9, p. 7281, 1997.
- [21] N. F. Mott. “The Electrical Conductivity of Transition Metals”. *Proc. R. Soc. Lond. A*, vol. 153, p. 699, 1936.
- [22] A. Fert; I. A. Campbell ; “Two Current Conduction in Nickel”, *Phys. Rev. Lett.*, vol. 21, p. 1190, 1968.
- [23] S. S. P. Parkin, “Origin of Enhanced Magnetoresistance of Magnetic Multilayers: Spin-Dependent Scattering from Magnetic Interface States”, *Phys. Rev. Lett.* vol. 71, p. 1641, 1993.
- [24] E. Y. Tsymbal; D. G. Pettifor. “Perspectives of Giant Magnetoresistance”, *Solid State Physics*, Academic Press, vol. 56, p. 113, 2001.

- [25] S. M. Thompson “The Discovery, Development and Future of GMR: The Nobel Prize 2007”, *J. Phys. D: Appl. Phys.* vol. 41, p. 093001, 2008.
- [26] R. E. Camley, J. Barnas “Theory of Magnetoresistance Effect in Magnetic Layered Structures with Antiferromagnetic Coupling”, *Phys. Rev. Lett.* vol. 63, p. 664, 1989.
- [27] P. M. Levy et al. “Electrical Conductivity of Magnetic Multilayered Structures”, *Phys. Rev. Lett.*, vol. 65, p. 1643, 1990.
- [28] X. –G. Zhang; W. H. Butler, “Conductivity of metallic films and multilayers”, *Phys. Rev. B*, vol. 51, p. 10085, 1995.
- [29] P. Pureur, Estado Sólido, *Instituto de Física - UFRGS*, p. 158, 2001.
- [30] A. Gerber et al. “Extraordinary Hall effect in magnetic films”, *J. Magn. Magn. Mater.* vol. 242–245, p. 90, 2002.
- [31] C. Golderg e R. E. Davis “New Galvanomagnetic Effect”, *Phys. Rev.*, vol. 95, p. 1121, 1954.
- [32] E. M. Epshtein, A. L. Krikunov, Y. F. Ogrin “Planar Hall effect in thin-film magnetic structures: Cobalt films on silicon substrates”, *J. Magn. Magn. Mater.* vol. 258-259, p. 80, 2003.
- [33] Z. Q. Lu e G. Pan “Spin valves with spin-engineered domain-biasing scheme”, *J. Appl. Phys.*, vol. 82, p. 4107, 2003.
- [34] K. Majumdar et al. “Calculation of giant magnetoresistance in laterally confined multilayers in the current-in-plane geometry”, *Phys. Rev. B*, vol. 57, p. 2950, 1998.
- [35] J. A. Katine et al. “Patterning damage in narrow track width spin-valve sensors”, *Appl. Phys. Lett.* vol. 83, p. 401, 2003.
- [36] M. Kume et al. “Giant magnetoresistance effect in multilayered wire arrays”, *J. Appl. Phys.* vol. 79, p. 6402, 1996.
- [37] S. C. Sanders et al. “Size effects and giant magnetoresistance in unannealed NiFe/Ag multilayer stripes”, *J. Appl. Phys.*, vol. 79, p. 6240, 1996.

- [38] S. S. P. Parkin “Magnetotransport in Transition Metal Multilayered Structures”, *Kongelige Danske Videnskabernes Selskab, Det, Matematisk-Fysiske Meddelelser*, vol. 45, p. 113, 1997.
- [39] D. H. Mosca et al. “Oscillatory interlayer coupling in Co/Cu magnetic multilayers”, *J. Magn. Magn. Mater.* vol. 94, p. L1, 1991.
- [40] Y. Gondó, Y. Suezawa, “Magnetoresistance and magnetic properties of ferromagnetic multilayers”, *Thin Solid Films*, vol. 281-282, p. 496, 1996.
- [41] B. Dieny “Giant magnetoresistance in spin-valve multilayers”, *J. Magn. Magn. Mat.*, vol. 136, p. 335, 1994.
- [42] S. B. Sakrani et al. “Giant magnetoresistance effect in Co/Cu/Co nanostructures”, *J. Alloys Compounds*, vol. 434, p. 598, 2007.
- [43] C. Christides et al. “Microstructural modification in Co/Cu giant-magnetoresistance multilayers”, *J. Appl. Phys.*, vol. **83**, p. 3724, 1998.
- [44] M. Bin; Y. W. Catherine “Giant Magneto-resistance of Co/Cu/Co Sandwich with Buffer Layers and CPP Transport Multilayer”, *Advanced Nanomaterials and Nanodevices: IUMRS-ICEM*, 2002.
- [45] H. Kano et al., “Substrate temperature effect on giant magnetoresistance of sputtered Co/Cu multilayers”, *Appl. Phys. Lett.* vol. 63, p. 2839, 1993.
- [46] A. Paul et al., “Correlation of magnetotransport and structure in sputtered Co/Cu multilayers”, *J. Phys.: Condens. Matter*, vol. 15, p. 2471, 2003.
- [47] W. Kern e D. A. Puotinen. “Cleaning Solutions Based on Hydrogen Peroxide for Use in Silicon Semiconductor Technology. RCA Review”, vol. 31, p. 187, 1970.
- [48] D. M. Mattox “Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing: Film Formation, Adhesion, Surface reparation and Contamination Control”, ed. 2, *Noyes Publications*, 2002.
- [49] <http://marriott.tistory.com/131>, acessado em 11/11/2015.
- [50] <http://www.himt.de/index.php/upg-101.html>, acessado em 11/11/2015.

- [51] <http://www.allresist.com/photoresists-ar-p-3100/>, acessado em 11/11/2015.
- [52] B. D. Cullity “Elements of X-Ray Diffraction”, ed. 2, *Addison-Wesley*, 1978.
- [53] M. Birkholz “Thin Film Analysis by X-Ray Scattering”, *WILEY-VCH*, 2006.
- [54] S. Heitmann “Cobalt/Copper Multilayers: Interplay of Microstructure and GMR and Recrystallization as the Key Towards Temperature Stability”, PhD Thesis, Bielefeld University, 2004.
- [55] Schäfer D. “Modificação de Anisotropia Magnética através de Feixes de Íons”, Dissertação de mestrado, IF-UFRGS, 2010.
- [56] M. Fin, M. N. Baibich “Synchronous Detection of Small Changes in the Resistance of Amorphous Metals”, *Rev. Fis. Aplic. Instrum.*, vol. 4, p. 290, 1989.
- [57] Philips Analytical: WinGixa. Software for the Simulation and Fit of X-Ray Reflectometry Scans. Philips Analytical X-Ray B.V. - Almelo, The Netherlands. Philips Electronics N. V. 1998, Version 1.102b, 03-Nov-1998.
- [58] Programa disponível em: <http://ischuller.ucsd.edu/suprex.php>
- [59] L. Malkinski et al. “Influence of annealing on magnetoresistance of Co/Cu multilayers”, *Thin Solid Films*, vol. 375, p. 59, 2000.
- [60] M. Hecker et al. “X-ray diffraction investigations of structural changes in Co/Cu multilayers at elevated temperatures”, *Thin Solid Films*, vol. 411, p. 234, 2002.
- [61] J. Holloway, J. Kubinski “Magnetoresistance Co/Cu multilayers: Hysteresis, polycrystallinity and irreversible changes on magnetization”, *J. Appl. Phys.* vol. 83, p. 2705, 1998.
- [62] J. A. Borchers, et al. “Observation of Antiparallel Magnetic Order in Weakly Coupled Co/Cu Multilayers”, *Physical Review Letters*, vol. 82, p. 2796, 1999.
- [63] J. L. Duvail, A. Fert, L. G. Pereira, D. K. Lottis, “Calculation of the temperature dependence of the Giant MR and application to Co/Cu Multilayers”, *J. Appl. Phys.*, vol. 75, p. 7070, 1994.
- [64] B. Riedmüller, U. Herr “Nano-Patterning of GMR Spin Valves by FIB Technique”, *IEEE Transactions on Magnetics*, vol. 48, p. 3662, 2012.

- [65] C. L. Dennis et al. “The defining length scales of mesomagnetism: a review”, *J. Phys.: Condens. Matter* vol. 14, p. R1175, 2002.
- [66] E. Y. Chen, et.al. “Submicron spin valve magnetoresistive random access memory cell”, *J. Appl. Phys.* vol. 81, p. 3992, 1997.
- [67] K. Shigeto, et al. “Magnetization switching of a magnetic wire with trilayer structure using giant magnetoresistance effect”, *J. Appl. Phys.* vol. 88, p. 6636, 2000.
- [68] M. Brands, et al. “Reversal processes and domain wall pinning in polycrystalline Co-nanowires”, *Phys. Rev. B*, vol. 74, p. 174411, 2006.
- [69] A. F. Pacheco et al. Magnetization reversal in individual cobalt micro- and nanowires grown by focused-electron-beam induced deposition”, *Nanotechnology*, vol. 20, p. 475704, 2009.
- [70] C. H. Marrows, M. Perez e B. J. Hickey “Finite size scaling effects in giant magnetoresistance multilayers”, *J. Phys. Condens. Matter.* vol. 18, p. 243, 2006.
- [71] W. Folkerts, “Calculated magnetic phase diagrams and magnetoresistance curves for an antiferromagnetically coupled multilayer system”, *J. Magn. Magn. Mater.*, vol. 94, p. 302, 1991.
- [72] C. Christides, et al. “Microstructural modification in Co/Cu giant-magnetoresistance multilayers”, *J. Appl. Phys.*, vol. 83, p. 3724, 1998.
- [73] Z. Q. Lu, G. Pan, J. Li e W. Y. Lai, Planar, “Hall effect and magnetoresistance in spin valve multilayers”, *J. Appl. Phys.* vol. 89, p. 7215, 2001.
- [74] E. C. Stoner, E. P. Wohlfarth, “A mechanism of magnetic hysteresis in heterogeneous alloys”, vol. 7, p. 3475, 1991.
- [75] J. N. Chapman et al. “Magnetization processes in Co/Cu multilayers with low magnetoresistive hysteresis”, *J. Appl. Phys.*, vol. 86, p. 1611, 1999.
- [76] K. Matsuyama, K. Matsuo e Y. Nozaki, “Geometrically induced giant magnetoresistance behavior in quarter-micrometer strip pattern”, *J. Appl. Phys.*, vol. 85, p. 5474, 1999.

- [77] P. R. Aitchison et al. "Correlation of domain processes and magnetoresistance changes as a function of field and number of bilayers in Co/Cu multilayers", *J. Appl. Phys.* vol. 81, p. 3775, 1997.
- [78] G. J. B. Rodriguez et al. "Magnetotransport and coupling in nanostructured Co/Ag thin films", *J. Magn. Magn. Mater.* vol. 214, p. 78, 2000.
- [79] H. A. M. Berg e G. Rupp, "Giant Magnetoresistance and Antiferromagnetically Coupled Co Fraction in Co/Cu Multilayers with Varying Number of Periods", *IEEE Trans. Magn.*, vol. 30, p. 809, 1994.
- [80] J. A. Borchers et al. "Observation of Antiparallel Magnetic Order in Weakly Coupled Co/Cu Multilayers", *Phys. Rev. Lett.*, vol. 82, p. 2796, 1999.
- [81] S. Langridge et al., "A neutron study of magnetic domain correlations in antiferromagnetically coupled multilayers", *J. Appl. Phys.*, vol. 87, p. 5750, 2000.