

UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPIRITO SANTO
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS
DEPARTAMENTO DE FÍSICA

Perfil Magnético da Multicamada MgO(001)/Fe/Ta

MURILLO CECCO MIRANDA

VITÓRIA-ES
2018

UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPIRITO SANTO
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS
DEPARTAMENTO DE FÍSICA

Perfil Magnético da Multicamada MgO(001)/Fe/Ta

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Física do Centro de Ciências Exatas da Universidade Federal do Espírito Santo, como requisito parcial para obtenção do título em Mestre em Física, na área de Física da Matéria Condensada.

Orientador: Prof. Dr. Valberto Pedruzzi
Nascimento

VITÓRIA-ES
2018

Agradecimentos

Primeiramente agradeço a minha mãe Maria Aparecida, meu irmão Marcus Vinicius e ao meu pai Marco Antônio pela motivação, presença e grande apoio emocional em todas as etapas da minha vida, sem os quais não chegaria aonde estou hoje.

Aos demais familiares, tios, tias e primos, pelo suporte e por sempre me acolherem de braços abertos, mesmo nos períodos em que não me mostrei tão presente quanto gostaria.

Agradeço ao meu orientador, Prof. Dr. Valberto Pedruzzi Nascimento, pela orientação, apoio e especialmente sua paciência durante todo o processo de pesquisa e elaboração desta dissertação.

Agradeço ao Prof. Dr. Edson Passamani Caetano por me introduzir ao grupo de pesquisa do Lemag, assim como sua colaboração e discussões relacionadas a minha pesquisa.

Agradeço a equipe do LNLS pelo apoio técnico durante a realização das medidas de refletividade e dicróismo.

Agradeço aos meus colegas de laboratório do Lemag pelo companheirismo, diversão e pela disposição de todos a me ensinar quando precisei.

Agradeço ao Programa de Pós-Graduação em Física da UFES pela oportunidade de aprendizado e qualificação acadêmica.

Agradeço a CAPES pelo suporte financeiro por meio de bolsa.

Resumo

Nesta dissertação o perfil magnético em profundidade da multicamada Fe(50nm)/Ta(2nm), depositada por magnetron sputtering sobre um substrato de MgO(001) monocristalino, foi desvendado pela refletividade magnética ressonante de raios X moles, que combina a refletividade ressonante de raios-X e o dicroísmo circular magnético. Medidas de refletividade magnética ressonante de raios X moles em função do ângulo (fixando a energia próxima àquelas da borda de absorção L_2 e L_3) e da energia (fixando o ângulo em aproximadamente 10°) foram realizadas na Câmara de Refletividade e Dicroísmo acoplada à linha SGM do Laboratório nacional de Luz Síncrotron. Os resultados indicaram que as espessuras das camadas e suas densidades, estão próximas da nominal. O momento do Fe sofreu um decréscimo de aproximadamente 70% numa faixa de 8 Å próximo à interface Fe/Ta, provavelmente devido a uma difusão do Ta no Fe. Houve um aumento do momento magnético do Fe de 30%, próximo à região da interface Fe/MgO, provavelmente devido a uma hibridização das bandas na interface, apesar da espessura da região afetada ser muito grande, comparada à aquela que geralmente é afetada pela hibridização. Presumiu-se que esta discrepância pode ser devida a uma imprecisão na determinação da densidade dessa camada, ou houve uma considerável difusão de átomos de Fe no MgO que aumentou o montante de Fe afetado pela hibridização.

Palavras Chave: Refletividade de Raios X, XMCD, SXRMR.

Abstract

In this dissertation, we build a depth magnetic profiling of the multilayer Fe(50nm)/Ta(2nm), deposited by magnetron sputtering onto the MgO(001) monocrystal substrate, by means of soft X-ray resonant magnetic reflectivity, which combines x-ray resonant reflectometry and x-ray magnetic circular dichroism. Soft X-ray resonant magnetic reflectivity measurements were performed as a function of angle (setting the energy in the $L_{2/3}$ absorption edge spectrum of Fe) and energy (setting the angle at approximately 10°) at the SGM line of the Laboratório nacional de Luz Síncrotron. Results indicate that the thicknesses and densities of the layers are close to nominal values. A 70% approximate decrease was observed in the Fe magnetic moment at an 8 Å range near the Fe/Ta interface, likely due to atomic diffusion of the Ta into the Fe layer. On the other hand, a 30% increase in magnetic moment was observed near the Fe/MgO interface, possibly due to hybridization between orbital bands at the interface, though the region affected by hybridization has a relatively higher thickness than what was expected, compared to usually observed values. This discrepancy is most likely caused due to an inaccuracy of the density value determined for this sublayer, or possibly a sizable diffusion of Fe atoms into the MgO substrate might have increased the amount of Fe affected.

Key Words: X-Ray Reflectivity, XMCD, SXRMR.

Lista de Figuras

Figura 1 - Elétron excitado por uma onda plana a uma distância $ r $ da fonte de excitação.	3
Figura 2 - Espectro da energia de absorção das camadas L_2 e L_3 para o Fe, Co, Ni e Cu. [25].	8
Figura 3 - Modelo de dispersão f' e absorção f'' baseado nos limites de absorção $L_{2,3}$ do Fe.	8
Figura 4 - Representação dos estados de energia do Fe metálico, mostrando a sobreposição dos estados de energia dos elétrons 3d e 4s [26].	9
Figura 5 - Deslocamento nas densidades de estados das bandas após a magnetização do gás de elétrons [26].	11
Figura 6 - Diferenças de ocupação das sub-bandas para metais (a) ferro-magneto fracos e (b) ferro-magneto fortes [26].	12
Figura 7 - Representação dos eixos fácil, médio e difícil na configuração cubica do Fe [26].	13
Figura 8 - Modelo para uma curva de histerese de um material magnético em função de um campo H aplicado.	15
Figura 9 - (a) ocupação do orbital d considerando um número de estados vazios n_h , (b) considerando somente a contribuição do m_s , e (c) considerando somente a contribuição do m_l em metais de transição ferromagnéticos [33].	17
Figura 10 - Dicroísmo circular magnético de raios X para o modelo de um elétron contendo somente m_s (esquerda) e somente m_l (direita) [33].	17
Figura 11 - Modelo dos coeficientes magnéticos de dispersão m' e absorção m'' baseado nos limites de absorção $L_{2,3}$ do Fe, obtidos através das medidas de XMCD.	18
Figura 12 - Feixe monocromático com ângulo de incidência θ em planos cristalinos paralelos [34].	19
Figura 13 - Refração e reflexão de uma onda incidente em um material com índice de refração n crescendo sobre um substrato.	20
Figura 14 – Simulação das franjas de Kiessig do IrMn, medidas através da difração de raios X variando-se o ângulo de incidência 2θ do feixe.	21

Figura 15 - Luz incidente com (a) polarização circular, sensível a momentos magnéticos no plano de dispersão, (b) polarização π , sensível a magnetização perpendicular ao plano de espelhamento, e (c) polarização σ , sensível a momentos magnéticos tanto perpendiculares quanto paralelos ao plano de espalhamento.	23
Figura 16 - Simulação de curva da razão de assimetria, juntamente com o efeito espelho entre polarizações opostas, para o Co com espessura 5 nm, rugosidade 0 nm e feixe incidente com energia 777eV, sobre um substrato de Si.....	25
Figura 17 - Modelo das linhas de campo magnético e formação das plumas de plasma no interior da câmara do magnetron sputtering, que resultam na deposição dos átomos ejetados sobre o substrato [46].	30
Figura 18 - Magnetron sputtering modelo ATC ORION da empresa AJA International utilizado no Lemag.	31
Figura 19 - Mapa esquemático da câmara do magnetron sputtering utilizado no Lemag [46].	31
Figura 20 - Equipamento PPMS modelo Evercool II.	34
Figura 21 - Posicionamento da amostra em relação ao porta-amostra do VSM, de modo a alinhar o eixo fácil do ferro com o campo magnético aplicado.	35
Figura 22 - Curva MxH da camada de Fe(50nm) da amostra.	39
Figura 23 - Trajetória do feixe de luz síncrotron, desde a fonte até a incidência na amostra, na linha SGM [49].....	35
Figura 24 - Câmara utilizada para medidas de refletividade e XMCD no Laboratório Nacional de Luz Síncrotron.	36
Figura 25 - Estrutura interna da câmara de refletividade e dicroísmo contendo um conjunto de fendas e detectores móveis [23].	37
Figura 26 - Ajustes estruturais das medidas de refletividade para energias fixas em 680 eV, 703 eV, 706,2 eV 718,1 eV, 719,1 eV e 720,2 eV.	40
Figura 27 - Medidas de refletividade em função da energia para ângulos fixos em 10 °, 12,5 ° e 10 ° respectivamente, destacando o shift de energia das medidas experimentais em relação aos picos de absorção da banda $L_{3/2}$	41
Figura 28 – Curvas de refletividade ressonante com amostra submetida a campos positivo e negativo, com respectivo ajuste da razão de assimetria R_A da multicamada Fe(50nm)/Ta(2nm), energia fixa em 718,1 eV.....	43

Figura 29 - Curvas de refletividade ressonante com amostra submetida a campos positivo e negativo, com respectivo ajuste da razão de assimetria R_A da multicamada Fe(50nm)/Ta(2nm), energia fixa em 719,1 eV.....	44
Figura 30 - Curvas de refletividade ressonante com amostra submetida a campos positivo e negativo, com respectivo ajuste da razão de assimetria R_A da multicamada Fe(50nm)/Ta(2nm), energia fixa em 720,2 eV.....	45

Lista de Tabelas

Tabela I – Taxas de deposição dos filmes de Fe e Ta no substrato de MgO.....	29
Tabela II – Valores estruturais médios obtidos nos ajustes realizados através do código DYNA.	43
Tabela III – Valores médios obtidos nos ajustes do código DYNA para energias fixa em 718,1 eV, 719,1 eV e 720,2 eV.....	48

Sumário

1. Introdução	1
2. Revisão Teórica	3
2.1 Espalhamento de Raios X	3
2.2 Absorção de Raios X	6
2.3 Magnetismo na Matéria	9
2.4 Dicroísmo Circular Magnético e Fator de Espalhamento Ressonante Magnético	16
2.5 Técnica de Refletividade de Raios X	18
2.5 Refletividade Magnética Ressonante	23
3. Métodos de Preparação e Caracterização	28
3.1 Preparação das Amostras	28
3.2 Magnetron Sputtering	29
3.3 Medidas do PPMS	34
3.4 Medidas do LNLS	35
4. Resultados Experimentais e Discussões	39
4.1 Medidas de Magnetometria	39
4.2 Resultados de SXRMR	40
4.2.1 Definição da estrutura e calibração da energia.....	40
4.2.2 Razão de assimetria e perfil magnético em profundidade	42
5. Conclusão	47
Referencias Bibliográficas	48

1. Introdução

Junções túnel magnéticas Fe/MgO/Fe são vastamente utilizadas em cabeças leitoras de discos rígidos de alta densidade e memórias de acesso randômico magnéticas devido a seu alto valor de magnetorresistência túnel [1]. Evidências experimentais indiretas apontam para um aumento no valor do momento magnético do Fe próximo às interfaces Fe/MgO [2 - 4]. Trabalhos teóricos previram que a hibridização entre o Fe e o Mn é a responsável por este aumento no valor do momento do Fe próximo às interfaces [5, 6]. Recentemente, a determinação direta dos valores dos momentos magnéticos aumentados do Fe próximos às interfaces do sistema MgO(001)/Fe(12 nm)/MgO, preparados por *e - beam* (feixe de elétrons), foi obtida através da utilização da técnica de refletividade magnética ressonante de raios-X moles (SXRMR) [7].

Apesar de sistemas deste tipo serem simples do ponto de vista estrutural, a complexidade do magnetismo que surge em suas interfaces só pode ser desvendada por técnicas experimentais avançadas tais como a SXRMR [8]. A SXRMR é uma técnica elemento seletiva que combina, simultaneamente, as técnicas de refletividade ressonante de raios X (XRR) e dicroísmo circular magnético de raios X (XMCD). Para realiza-la, é feita a varredura angular do ângulo de incidência de um feixe circularmente polarizado com energia próxima à da borda de absorção do elemento a ser investigado e mede-se a intensidade da onda especular refletida. Perfis estruturais são obtidos através do espalhamento e transferência de momento, enquanto a combinação destes com medidas XMCD revelam a configuração magnética tridimensional de heteroestruturas complexas e multicamadas [9], desvendando inclusive o magnetismo da interface resolução espacial sub-nanométrica (na faixa de 4 Å para o Fe) [10 - 15]. Tais fatores tornam a técnica de SXRMR extremamente importante para o estudo e aplicação de heteroestruturas sensíveis a fenômenos de interface como o Exchange Bias, caracterizado por um deslocamento da curva de histerese ao longo do eixo do campo magnético [16], assim como a influência de pares de Cooper no magnetismo de interface entre supercondutores e materiais ferromagnéticos, onde elétrons podem se mover através da interface ou serem

refletidos, dependendo de fatores como estrutura de banda, transferência de carga, entre outros [17 - 20].

Neste trabalho, utiliza-se a técnica SXRMR para determinar o perfil magnético em profundidade de filmes finos de Fe/Ta depositados por Magnetron Sputtering sobre um substrato de MgO(001). Espera-se que amostras produzidas por sputtering possuam um maior grau de difusão atômica na interface, o que pode alterar o mecanismo de hibridização na interface MgO/Fe. Além disso, a possível hibridização na interface Fe/Ta pode apresentar também um mecanismo diferente.

2. Revisão Teórica

2.1 Espalhamento de Raios X

No espalhamento elástico (espalhamento Thomson) o feixe eletromagnético de raios X incidente interage em um material com a matéria através de partículas carregadas, principalmente os elétrons. O campo elétrico oscilante do feixe incidente com frequência ω faz os elétrons oscilarem com a mesma frequência, que ligados aos núcleos atômicos estacionários com cargas positivas, podem ser comparados a dipolos oscilantes. Pelo fato destas cargas terem sido aceleradas pela radiação incidente, é emitido, como resultado, um feixe espalhado.

Por uma questão didática e construtiva, é considerado, inicialmente, o espalhamento por um elétron livre excitado por uma onda plana a uma distância $|r|$, ilustrado na figura 1.

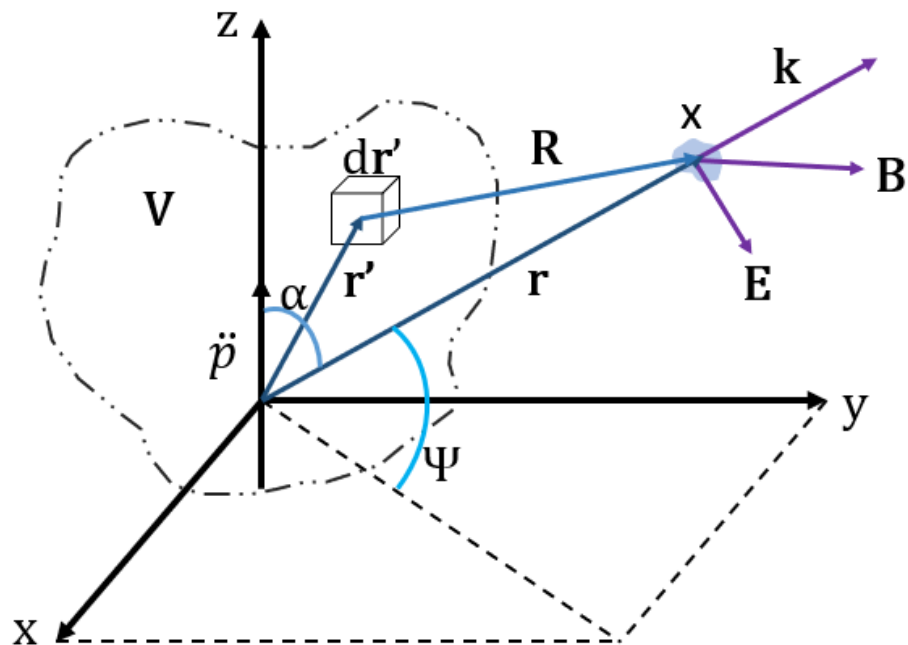


Figura 1 - Elétron excitado por uma onda plana a uma distância $|r|$ da fonte de excitação.

Sabe-se que o campo elétrico (**E**) e o campo magnético (**B**) podem ser definidos em função do potencial escalar ϕ e do potencial vetor **A** através das relações [21]:

$$\mathbf{E} = -\nabla\Phi - \frac{\partial\mathbf{A}}{\partial t} \quad (2.1)$$

$$\mathbf{B} = \nabla \times \mathbf{A} \quad (2.2)$$

$$|\mathbf{E}| = c|\mathbf{B}| \quad (2.3)$$

onde c é a velocidade da luz no vácuo. Como não há íons, a onda espalhada pode ser determinada somente pelo vetor potencial

$$\mathbf{A}(\mathbf{r}, t) = \frac{1}{4\pi\epsilon_0 c^2 r} \dot{\mathbf{p}}(t) \quad (2.4)$$

onde ϵ_0 é a constante dielétrica do vácuo e \mathbf{p} é o momento de dipolo associado à carga do elétron oscilante. O campo magnético \mathbf{B} gerado por este dipolo é [22, 23]:

$$\mathbf{B}(r, t) = \nabla \times \mathbf{A} = \left(\frac{1}{4\pi\epsilon_0 c^2} \right) \frac{1}{cr} \dot{\mathbf{p}} \times \hat{\mathbf{r}} \quad (2.9)$$

$$B_{esp}(r, t) = \left(\frac{1}{4\pi\epsilon_0 c^2} \right) \frac{1}{cr} \ddot{\mathbf{p}} \cdot \text{sen}(\alpha) \quad (2.10)$$

onde α é o ângulo entre a direção de espalhamento $\hat{\mathbf{r}}$ e a direção de aceleração do elétron oscilante.

Considerando uma onda plana $E_{in} = E_0 e^{-i\omega(t-r/c)}$ de polarização linear na direção z :

$$\ddot{\mathbf{p}} = e\ddot{\mathbf{z}} = e \frac{-eE_{in}}{m} = -\frac{e^2}{m} E_0 e^{-i\omega(t-r/c)} \quad (2.11)$$

e que $\omega/c = k = 2\pi/\lambda$, separando a parte temporal, tem-se:

$$E_{in}(t) = E_0 e^{-i\omega t} \quad (2.12)$$

e como $|\mathbf{E}| = c|\mathbf{B}|$, os campos magnético e elétrico da onda espalhada por um elétron livre podem ser escritos para polarização incidente z ($\alpha = \pi/2 - \Psi$):

$$B_{esp}(t) = -\left(\frac{e^2}{4\pi\epsilon_0 mc^2} \right) \left(\frac{e^{ikr}}{cr} \right) E_{in}(t) \cos(\Psi) \quad (2.13)$$

$$E_{esp}(t) = -\left(\frac{e^2}{4\pi\epsilon_0 mc^2} \right) \left(\frac{e^{ikr}}{r} \right) E_{in}(t) \cos(\Psi) \quad (2.14)$$

o sinal invertido indica uma mudança de fase na onda espalhada (defasagem $\pi/2$ para o elétron). O termo $(e^2/4\pi\epsilon_0 mc^2)$ é conhecido como comprimento de espalhamento de Thompson ($r_0 = 2,82 \times 10^{-5}$ Å). Se a onda incidente fosse não polarizada, teríamos o termo $1/2(1 + \cos^2(\Psi))$ ao invés de apenas $\cos(\Psi)$.

O espalhamento pode também conter uma componente ressonante, se a radiação incidente coincidir com as bordas de absorção do átomo. Neste caso, correções de dispersão devem ser aplicadas ao fator de espalhamento atômico f . Consideraremos para este desenvolvimento a interação deste único elétron com o núcleo pode ser descrita por um oscilador harmônico forçado pelo campo oscilante, que a onda incidente possui frequência ω e que a frequência natural do oscilador é ω_0 , temos a seguinte equação de movimento [23]:

$$m\ddot{z} = -m\omega_0^2 z - eE_0 e^{-i\omega t} - m\gamma \dot{z} \quad (2.15)$$

onde γ é o amortecimento devido à perda de energia. Esta equação tem solução

$$z(t) = -\frac{eE_0}{m} \left(\frac{e^{-i\omega t}}{\omega_0^2 - \omega^2 - i\gamma\omega} \right) \quad (2.16)$$

Assim, o campo elétrico espalhado em uma posição \mathbf{r} do espaço dependente do tempo $t' = t - |\mathbf{r} - \mathbf{r}'|/c$ é:

$$E_{esp}(\mathbf{r}, t) = -\left(\frac{e^2}{4\pi\epsilon_0 mc^2} \right) \left(\frac{e^{-i\mathbf{k}\mathbf{r}}}{r} \right) E_{in} \frac{-\omega^2}{\omega_0^2 - \omega^2 - i\gamma\omega} \quad (2.17)$$

$$\frac{E_{esp}(\mathbf{r}, t)}{E_{in}} = -r_0 \frac{-\omega^2}{\omega_0^2 - \omega^2 - i\gamma\omega} \left(\frac{e^{-i\mathbf{k}\mathbf{r}}}{r} \right) \quad (2.18)$$

O fator de espalhamento atômico de carga f_C é definido como:

$$f_C = -\frac{1}{r_0} \frac{E_{esp}}{E_{in}} \left(\frac{e^{-i\mathbf{k}\mathbf{r}}}{r} \right)^{-1} \quad (2.19)$$

Assim, temos:

$$f(\omega) = \frac{-\omega^2}{\omega_0^2 - \omega^2 - i\gamma\omega} = \left[1 + \frac{\omega_0^2 - i\gamma\omega}{\omega^2 - \omega_0^2 + i\gamma\omega} \right] \quad (2.20)$$

como $\gamma \ll \omega_0$, é possível aproximar

$$f(\omega) \approx \left[1 + \frac{\omega_0^2}{\omega^2 - \omega_0^2 + i\gamma\omega} \right] \quad (2.21)$$

pode-se então, separar $f(\omega)$ em partes real e imaginária:

$$f'(\omega) = \text{Re}f = \frac{\omega_0^2(\omega^2 - \omega_0^2)}{(\omega^2 - \omega_0^2)^2 - (\gamma\omega)^2} \quad (2.22)$$

$$f''(\omega) = \text{Im}f = -\frac{\omega_0^2(\gamma\omega)}{(\omega^2 - \omega_0^2)^2 - (\gamma\omega)^2} \quad (2.23)$$

Temos então que $f'(w)$ e $f''(w)$ são as correções de dispersão para o espalhamento de um átomo monoelétrônico [23]. Para átomos multieletrônicos, as correções são dadas pelos somatórios:

$$f'(w) = \sum_j f_j \frac{w_{0j}^2(w^2 - w_{0j}^2)}{(w^2 - w_{0j}^2)^2 - (\gamma_j w)^2} \quad (2.24)$$

$$f''(w) = -\sum_j f_j \frac{w_{0j}^2(\gamma_j w)}{(w^2 - w_{0j}^2)^2 - (\gamma_j w)^2} \quad (2.25)$$

onde f_j é a força de oscilador para cada elétron, de modo que

$$\sum_j f_j = Z \quad (2.26)$$

O fator de espalhamento total de carga de um átomo será dado pelo fator de forma atômico $f_0(\mathbf{q})$, que independe da energia, e de $f'(w)$ e $f''(w)$:

$$f(\mathbf{q}, w) = f_0(\mathbf{q}) + f'(w) + if''(w) \quad (2.27)$$

onde \mathbf{q} é o vetor de onda do feixe espalhado pelo átomo. Para $\mathbf{q} = 0$, $f_0(\mathbf{q}) = Z$.

$f(\mathbf{q}, w)$ está associado à constante dielétrica $\epsilon(w)$ através do índice de refração do material:

$$\frac{\epsilon(w)}{\epsilon_0} = n^2(w) = 1 - 2\delta + i2\beta \quad (2.28)$$

onde δ , denominado decremento do índice de refração, e β , relacionado ao coeficiente de absorção linear μ , podem ser escritos:

$$\delta = r_0 \left(\frac{\lambda^2}{2\pi} \right) N (f_0(\mathbf{q} = 0) + f'(w)) \quad (2.29)$$

$$\beta = \frac{\mu\lambda}{4\pi} = r_0 \left(\frac{\lambda^2}{2\pi} \right) N f''(w) \quad (2.30)$$

onde N é a densidade de átomos ou moléculas do meio.

2.2 Absorção de Raios X

Além da reflexão e transmissão, outro fenômeno que ocorre na interação dos raios X com a matéria é a absorção. A intensidade I de um feixe de raios X incidente

sofre um decréscimo proporcional à distância x penetrada em qualquer substância homogênea.

Esta relação empírica é, na forma diferencial

$$-\frac{dI}{I} = \mu \cdot dx \quad (2.31)$$

onde μ é a constante de proporcionalidade denominada coeficiente de absorção linear, e é dependente da substância, sua densidade e do comprimento de onda do feixe incidente. A forma integral desta equação é

$$I = I_0 e^{-\mu x} \quad (2.32)$$

Sendo μ proporcional a densidade ρ do material, temos que μ/ρ é uma propriedade constante do material que independe de seu estado físico, denominada coeficiente de absorção de massa. Com isso podemos escrever a equação de absorção em sua forma mais útil

$$I = I_0 e^{-(\mu/\rho)\rho x} \quad (2.33)$$

Ocasionalmente é necessário conhecer o coeficiente de absorção de massa de um material que contenha mais de um elemento, seja por mistura mecânica, solução ou composto químico em qualquer estado físico. Nestes casos o coeficiente é obtido pela simples média ponderada, com os pesos C_1, C_2, C_3 , etc., definidos pela fração de peso dos elementos 1, 2, 3, etc., com seus respectivos μ/ρ

$$\frac{\mu}{\rho} = C_1 \left(\frac{\mu}{\rho}\right)_1 + C_2 \left(\frac{\mu}{\rho}\right)_2 + \dots \quad (2.34)$$

a forma como este coeficiente varia com o comprimento de onda é uma indicação da interação entre raios X e átomos, sendo notável que quando menor o comprimento de onda λ (indicando maior frequência e energia), maior será a transparência do material aos raios X [24]. Para energias próximas à borda de absorção do átomo, ocorre a absorção ressonante do elemento. Cada elemento possui a borda de absorção em uma energia característica. A figura 2 apresenta as bordas de absorção para os elementos Fe, Co, Ni e Cu.

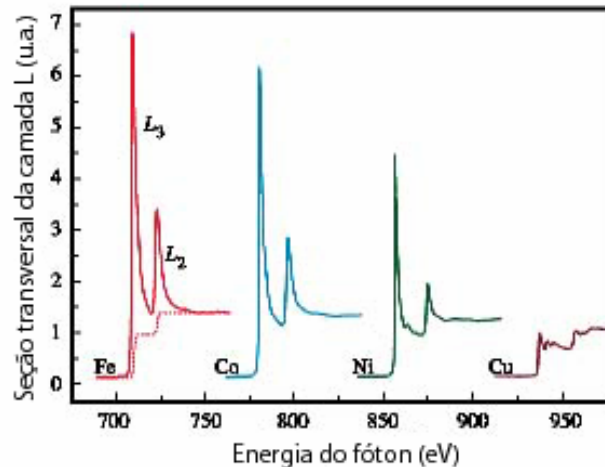


Figura 2 - Espectro da energia de absorção das camadas L_2 e L_3 para o Fe, Co, Ni e Cu. [25]

Cada elemento apresenta um limite de absorção para diferentes energias, de forma que medidas envolvendo o espalhamento ressonante de raios X permite uma notável seletividade química.

Na energia da borda de absorção de um elemento ocorre o chamado espalhamento ressonante de carga (ou anômalo), e o fator de espalhamento ressonante depende principalmente de \mathbf{q} e da energia do fóton-X ($E = \hbar\omega$), entretanto, a dependência em \mathbf{q} de f' e f'' pode ser desconsiderada para o caso de elementos leves e na faixa de raios X moles, neste caso, de forma geral, $f' = f'(w)$ e $f'' = f''(w)$.

Na prática, próximo às bordas de absorção, f'' é tirado diretamente de medidas de absorção convertidas para unidades eletrônicas (r_0), e o termo de dispersão f' é derivado de f'' pelas relações de Kramers-Kronig (figura 3).

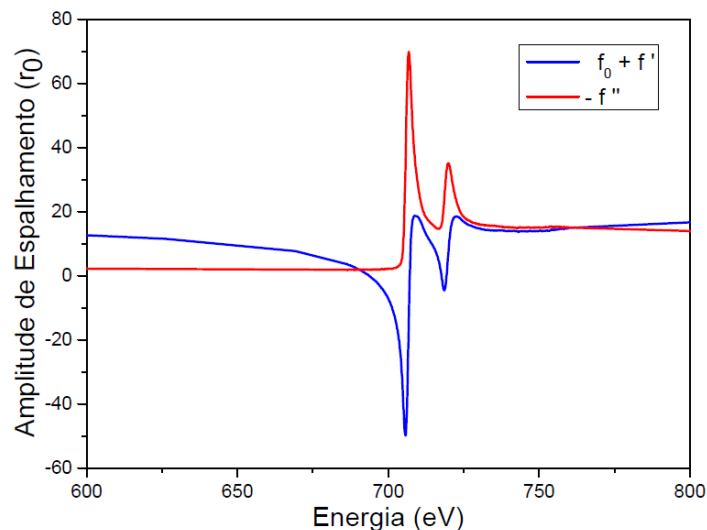


Figura 3 - Modelo de dispersão f' e absorção f'' baseado nos limites de absorção $L_{2,3}$ do Fe.

2.3 Magnetismo na Matéria

Para melhor descrever o efeito da radiação e feixes eletromagnéticos em materiais magnéticos, é ideal compreender como o próprio magnetismo na matéria. Para que haja ordem magnética em um material, faz-se necessário a presença de momentos magnéticos \mathbf{m} e interação coletiva entre estes momentos. Talvez uma das interações mais significativas seja a interação direta entre spins de elétrons vizinhos, chamada interação de troca e definida pela hamiltoniana de Heisenberg [26]

$$H_H = -\sum_{i,j} J_{i,j} \mathbf{S}_i \cdot \mathbf{S}_j \quad (2.35)$$

onde \mathbf{S}_i e \mathbf{S}_j são spins vizinhos e $J_{i,j}$ é a integral de troca, que tende a alinhar paralelamente os momentos magnéticos para $J > 0$ e antiparalelamente para $J < 0$. Esta interação a curta distância é responsável pela ordem dos momentos magnéticos em grande escala. A hamiltoniana de Heisenberg, porém, é baseada na suposição de que momentos magnéticos são localizados, uma vez que define um número de momentos magnéticos de spin em cada átomo. Quando se quer considerar o caráter itinerante dos elétrons recorre-se à teoria de bandas, tratando os elétrons como não confinados a um dado átomo, mas sim movendo-se como um gás de elétrons através de toda a matriz de íons. Os elétrons itinerantes ocupam estados com uma distribuição de energia contínua, pois a medida que átomos se aproximam, os estados atômicos, originalmente estreitos, se alargam, e em uma separação atômica de equilíbrio passa a existir uma sobreposição das faixas de energia dos elétrons 3d e 4s (figura 4), dando origem a bandas de energia.

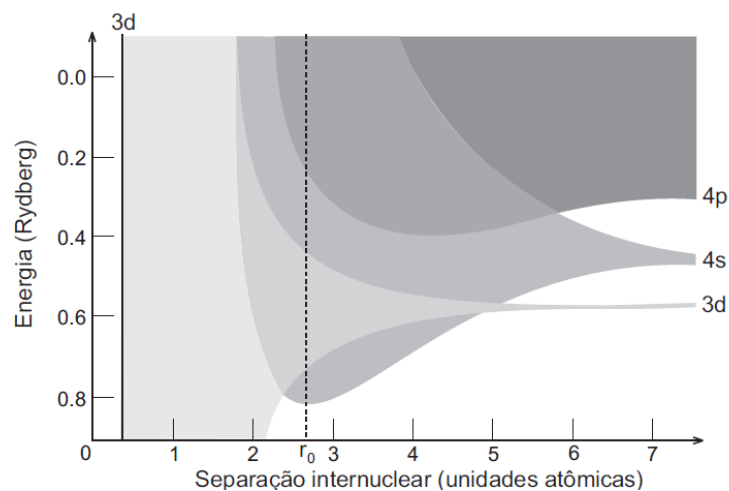


Figura 4 - Representação dos estados de energia do Fe metálico, mostrando a sobreposição dos estados de energia dos elétrons 3d e 4s [26].

Os elétrons das bandas não são localizados e são compartilhados por todos os átomos do material. A base do modelo de elétrons itinerantes considera um gás de elétrons que não interagem com o núcleo dos átomos, nem entre si, sendo que a densidade de estados deste gás, contido em um volume V , é dada por [26]

$$N(E) = 4\pi V \left(\frac{2m_e}{h^2} \right)^{\frac{3}{2}} E^{\frac{1}{2}} \quad (2.36)$$

onde m_e é a massa do elétron e E é a energia. Cada estado é ocupado por dois elétrons, um com spin up ($m_s = +1/2$) e outro com spin down ($m_s = -1/2$), e em temperatura $T = 0$ K, todos os estados até a energia de Fermi (E_F) são ocupados por dois elétrons cada, e o número de elétrons no volume V é então dado por:

$$N = \int_0^{E_F} N(E) dE = \frac{8\pi V}{3} \left(\frac{2m_e}{h^2} \right)^{\frac{3}{2}} E_F^{\frac{3}{2}} \quad (2.37)$$

Podemos então escrever a densidade de estados em função do número total de elétrons N :

$$N(E) = \frac{3}{2} \left(\frac{N}{E_F^{\frac{3}{2}}} \right) E^{\frac{1}{2}} \quad (2.38)$$

que descreve a densidade de estados eletrônicos para um sistema tridimensional. Também temos que a probabilidade que um elétron ocupe um estado de energia E a uma temperatura T é dado pela função de Fermi-Dirac [26]

$$f(E) = \frac{1}{\exp\left[\frac{E-\mu(T)}{kT}\right] + 1} \quad (2.39)$$

onde $\mu(T)$ é o potencial químico, que a uma temperatura $T = 0$ K, se iguala a energia de Fermi. Nos interessa descrever o ferromagnetismo dos metais de transição, e para isso, utiliza-se o modelo de Stoner e acrescenta-se um campo magnético molecular a magnetização dos elétrons itinerantes. Considerando o número total de elétrons $n = n_{\uparrow} + n_{\downarrow}$, a interação de uma banda desdobrada com um campo magnético molecular \mathbf{B}_m é dada por:

$$\mathcal{H}_m = -\frac{1}{2} \lambda_m \mu_B^2 (n_{\uparrow} - n_{\downarrow})^2 = -\frac{1}{2} \lambda_m \mu_B^2 (n^2 - 4n_{\uparrow}n_{\downarrow}) \quad (2.40)$$

Repara-se que \mathcal{H}_m tem um termo constante n^2 , e outro termo $n_{\uparrow}n_{\downarrow}$. Considerando apenas este último termo, temos

$$\mathcal{H}_m = 2U n_{\uparrow}n_{\downarrow} \quad (2.41)$$

onde $U = \lambda_m \mu_B^2$ é o chamado parâmetro de Stoner (ou parâmetro de Stoner-Hubbard). Para uma banda desmagnetizada, temos que $n_\uparrow = n_\downarrow = n/2$, e a medida que ocorre a magnetização, temos uma variação na energia E_m na forma

$$\Delta E_m = 2Un_\uparrow n_\downarrow - 2U \frac{n^2}{4} = -U \frac{n^2}{2} \left(\frac{n_\uparrow - n_\downarrow}{n} \right)^2 \quad (2.42)$$

Ao magnetizar-se o gás de elétrons, as bandas spin up e spin down sofrem um deslocamento de $2\delta E$ entre si, como visto na figura 5:

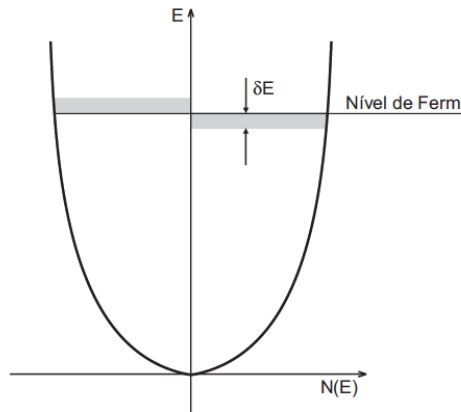


Figura 5 - Deslocamento nas densidades de estados das bandas após a magnetização do gás de elétrons [26].

A variação da energia cinética será dada pela área de cada região multiplicada pelo deslocamento vertical:

$$\Delta E_k = \frac{1}{2} (n_\uparrow - n_\downarrow) \delta E \quad (2.43)$$

Assim podemos determinar a variação total da energia resultante da magnetização do gás de elétrons

$$\Delta E_T = \Delta E_m + \Delta E_k = -U \frac{n^2}{2} \left(\frac{n_\uparrow - n_\downarrow}{n} \right)^2 + \frac{1}{2} (n_\uparrow - n_\downarrow) \delta E \quad (2.44)$$

Como

$$n(E_F) \delta E = (n_\uparrow - n_\downarrow) \quad (2.45)$$

Temos que

$$\Delta E_T = \frac{(n_\uparrow - n_\downarrow)^2}{2Un(E_F)} [1 - Un(E_F)] \quad (2.46)$$

Considerando que a fração é sempre positiva, temos que para $[1 - Un(E_F)] > 0$, ΔE_T será mínimo para uma magnetização nula ($M = 0$), e para $[1 - Un(E_F)] < 0$, ΔE_T será mínimo para uma magnetização não nula ($M \neq 0$), ou seja, a condição para o surgimento de uma ordem magnética espontânea ($(n_\uparrow - n_\downarrow) \neq 0$) será:

$$[1 - Un(E_F)] < 0 \quad (2.47)$$

Esta relação é o chamado critério de Stoner para o ferromagnetismo, e dele pode-se determinar que o ferromagnetismo é favorecido para relações elétron-elétron fortes e altas densidades de estado no nível de Fermi. Diferentes graus de ocupação das sub-bandas são observados em metais de transição ferromagnéticos (figura 6), onde os ferro-magnetos fortes apresentam apenas uma sub-banda incompleta, enquanto ferro-magnetos fracos apresenta as duas sub-bandas incompletas.

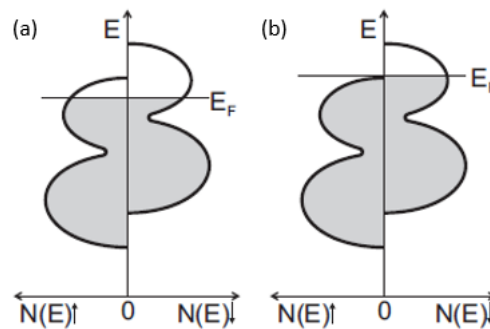


Figura 6 - Diferenças de ocupação das sub-bandas para metais (a) ferro-magneto fracos e (b) ferro-magneto fortes [26].

Em uma visão macroscópica, na ausência de campo magnético externo \mathbf{H} , o magnetismo é resultado da minimização da energia anisotrópica magnética efetiva K_{eff} (incluindo a energia magnetostática E_{ms}).

$$E_{ms} = -\frac{\mu_0}{2} \int \mathbf{M} \cdot \mathbf{H}_{ms} dV \quad (2.48)$$

Onde \mathbf{H}_{ms} é o campo interno magnetostático. Quando um campo \mathbf{H} é aplicado, o magnetismo é governado pela energia Zeeman (E_z) que tende a alinhar os momentos de dipolo magnético \mathbf{m} do sistema na direção desse campo e por K_{eff} , na qual a E_{ms} é substituída pela energia anisotrópica de forma E_d .

$$E_z = -\mu_0 \int \mathbf{M} \cdot \mathbf{H} dV \quad (2.49)$$

A K_{eff} define uma direção preferencial fácil ou difícil onde a energia necessária para magnetizar o material será menor ou maior, respectivamente. Ela também explica as diferenças nas curvas de magnetização feitas para diferentes direções do campo externo aplicado. Abaixo, apresenta-se as principais fontes de anisotropia que compõem a K_{eff} em materiais magnéticos.

A origem da anisotropia magnetocristalina E_K vem do fato de que a distribuição de carga dos íons magnéticos está diretamente ligada a rede cristalina do material. A energia de anisotropia E_K pode ser escrita, através da seguinte relação para um material cúbico:

$$E_K = K_0 + K_1(\alpha_1^2\alpha_2^2 + \alpha_2^2\alpha_3^2 + \alpha_3^2\alpha_1^2) + K_2\alpha_1^2\alpha_2^2\alpha_3^2 + \dots \quad (2.50)$$

onde K_0 , K_1 , K_2 são constantes de anisotropia cúbica e variam com a temperatura e com o material, $\alpha_1 = \text{sen } \varphi \text{ cos } \theta$, $\alpha_2 = \text{sen } \varphi \text{ sen } \theta$, e $\alpha_3 = \text{cos } \theta$, onde θ e φ são os ângulos entre o eixo fácil e a direção do campo aplicado [27].

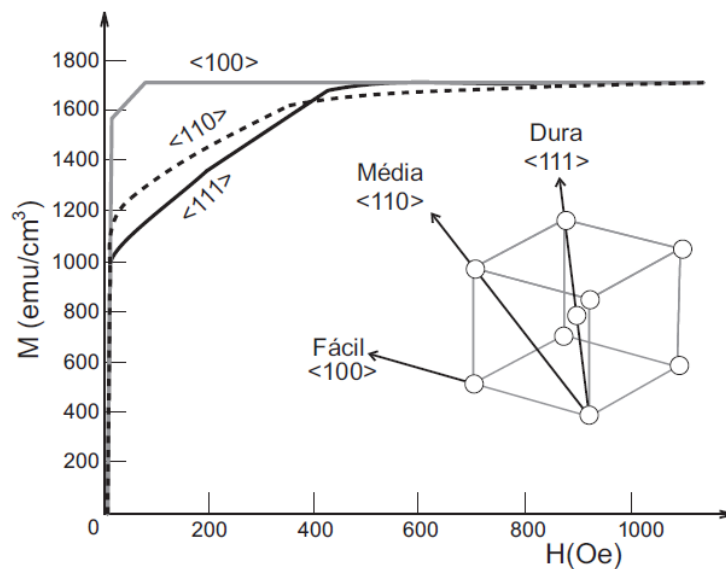


Figura 7 - Representação dos eixos fácil, médio e difícil na configuração cúbica do Fe [26].

A anisotropia de forma E_d é causada pela não compensação de polos magnéticos na superfície do material, causando uma diferença entre os campos magnéticos interno e externo, o que gera um campo de desmagnetização

$$E_d = -\frac{\mu_0}{2} \int \mathbf{M} \cdot \mathbf{H}_d dV \quad (2.51)$$

$$H_d = -N_d M_S \quad (2.52)$$

onde N_d é o coeficiente de desmagnetização na direção da magnetização de saturação (\mathbf{M}_S). O campo H_d é antiparalelo à \mathbf{M}_S e N_d varia com a forma do material, sendo que em filmes, é equivalente a 4π fora do plano e zero no plano.

A anisotropia magnetoelástica, causada por tensão mecânica, ocorre devido a falhas no encaixe entre os parâmetros de rede do filme e do substrato gerando uma deformação η , e por consequência, uma tensão interna

$$\sigma = E\eta \quad (2.53)$$

onde E é o modulo de Young. Ao se depositar um material A sobre um substrato B, a tensão devido ao descasamento dos parâmetros de rede a_A e b_B é dada por [28]

$$\eta = \frac{(a_A - b_B)}{a_B} \quad (2.54)$$

Portanto o descasamento entre as redes pode levar a duas situações na energia mínima: abaixo do regime coerente, definido por um valor limite η_C , uma camada sofre contração e a outra sofre distensão para acomodar os diferentes parâmetros, enquanto para $\eta > \eta_C$, a energia é mínima mesmo com a presença do descasamento.

Outros fatores como deformação plástica, tratamento térmico e irradiação com partículas de alta energia, contribuem para a indução destas anisotropias magnéticas. Existem também a anisotropia unidirecional (*exchange bias*) que surge em filmes contendo bicamadas formadas por materiais de ordens magnéticas diferentes (ferromagnética/antiferromagnética, ferromagnética/ferrimagnética, ferromagnética/vidro de *spin*, etc).

O tipo de magnetismo de um material pode ser revelado através de medidas magnéticas, tais como: ciclos de histerese e medidas de susceptibilidade. Ao aplicar-se um campo magnético externo \mathbf{H} em qualquer material, haverá uma resposta de magnetização \mathbf{M} de acordo com a susceptibilidade magnética χ do material. Diferentes materiais podem ser classificados pela magnetização induzida por um campo magnético externo aplicado, relacionados por

$$\mathbf{M} = \chi\mathbf{H} \quad (2.55)$$

se $\chi < 0$, o material é classificado como diamagnético, ou seja, a qualquer temperatura, domina um efeito de blindagem devido ao movimento dos elétrons atômicos. Se $\chi > 0$, temos que o material é paramagnético, ou seja, a magnetização \mathbf{M} se alinha com o campo externo aplicado, porem a suscetibilidade magnética varia linearmente com o inverso da temperatura, esta dependência é encontrada em qualquer temperatura nesses materiais e ocorre devido ao aumento da razão da energia térmica sobre energia dos momentos magnéticos atômicos em presença do campo magnético externo [26]. Se existe magnetização não-nula na ausência de campo magnético externo, temos um material ferromagnético, neste caso, como \mathbf{M} depende de valores de campo aplicados anteriormente, não há uma relação simples

entre H e M . Uma curva de histerese (figura 8) é obtida ao medir-se a magnetização em função do campo.

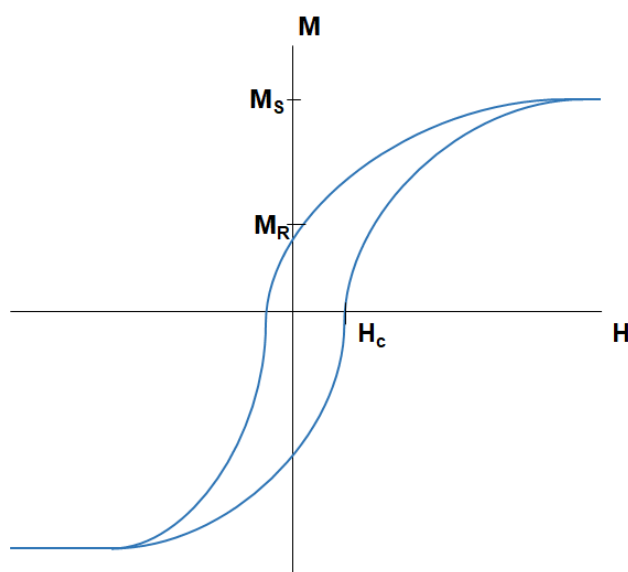


Figura 8 - Modelo para uma curva de histerese de um material magnético em função de um campo H aplicado.

A magnetização de saturação M_s é o valor máximo obtido para aplicação de altos campos, a magnetização de remanência M_R é a magnetização medida em $H = 0$ após a aplicação de um campo externo, e o campo coercivo H_c é o campo aplicado para o qual a magnetização é nula. Materiais magnéticos podem ainda ser classificados em moles ou duros. Os magneto duros, são os materiais que possuem curvas de histerese grossas, ou seja, são difíceis de desmagnetizar, resultando em altos campos coercitivos, enquanto os magneto moles possuem curva de histerese fina, ou seja, são fáceis de magnetizar ou desmagnetizar. Materiais ferromagnéticos moles em particular, possuem momento magnético total nulo, este fato é explicado pela existência dos chamados domínios magnéticos, criados para reduzir a energia magnetostática do sistema, ou seja, estando o material abaixo de uma temperatura crítica T_c (chamada temperatura de Curie), existe uma ordem ferromagnética, mas os momentos magnéticos estão separados em pequenas regiões nas quais os momentos apontam para a mesma direção, estas chamadas domínios. A região de transição entre domínios magnéticos com momentos que apontam em direções diferentes é denominada parede de domínio, e enquanto a energia de troca J do sistema procura aumentar a largura da parede, a energia anisotrópica magnetocristalina E_K do material procura diminuir esta dimensão [27]. Esta relação entre J e E_K define a espessura δ da parede de domínio através da relação

$$\delta \propto \sqrt{\frac{J}{E_K}} \quad (2.56)$$

Neste trabalho, o material estudado é o Fe que é um metal de transição ferromagnético condutor de configuração eletrônica $[\text{Ar}]4s^23d^6$, possuindo um número de ocupação eletrônica da banda 3d $n_e = 6,57$ e momento total, considerando as contribuições s, p e d $m = 2,179 \mu_B/\text{átomo}$ [29, 30], com $T_c = 1043 \text{ K}$, densidade $7,874 \text{ g/cm}^3$, estrutura cristalina cubica de face centrada (FCC) ou cubica de corpo centrado (BCC), e magnetização de saturação $M_s = 4,69 \times 10^{-4} \text{ emu}$.

2.4 Dicroísmo Circular Magnético e Fator de Espalhamento Ressonante Magnético

O magnetismo nos metais 3d é determinado principalmente pelos elétrons de valência da banda d [31], quando a soma de todos os estados dentro da primeira zona de Brillouin resulta em uma densidade de estados (DOS) dependentes da energia onde todos os estados de energia abaixo do nível de Fermi são preenchidos (figura 9). Aqui, o modelo de Stoner para o ferromagnetismo é utilizado para a compreensão da origem do momento magnético de spin (\mathbf{m}_s), em que há um desnivelamento entre os centros de gravidade das sub-bandas do spin-up ($m_s = +1/2$) e spin-down ($m_s = -1/2$) devido à interação de troca. A magnitude do \mathbf{m}_s , em μ_B (magnetons de Bohr) é simplesmente a diferença entre o número de elétrons com spin-up e spin-down. Neste modelo, também pode-se definir os momentos magnéticos através do número de estados vazios (n_h). Neste caso, o módulo de \mathbf{m}_s é dado por $\mathbf{m}_s = (\mathbf{N}_\uparrow - \mathbf{N}_\downarrow) \mu_B$ com sua direção definida pelos spins up. O \mathbf{m}_l , por sua vez, surge da diferença do número de buracos com números quânticos $\mathbf{m}_l = +1, +2$ e $\mathbf{m}_l = -1, -2$, proporcional à interação spin-órbita. Devido ao acoplamento spin-orbita da camada 2p, temos que a excitação de elétrons $2p_{1/2}$ ou $2p_{3/2}$ pelos feixes polarizados circularmente criarão elétrons de spins circularmente polarizados que ocuparão ou não um estado vazio da banda 3d [32, 33]

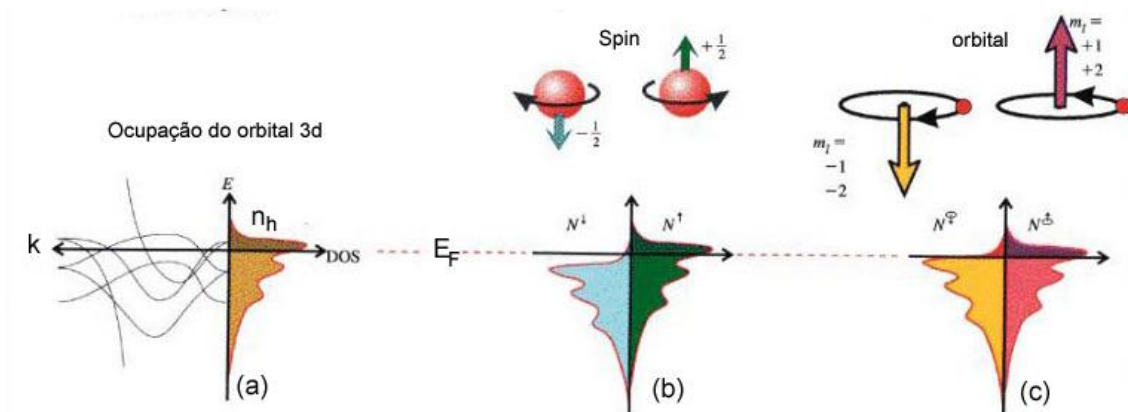


Figura 9 - (a) ocupação do orbital d considerando um número de estados vazios n_h , (b) considerando somente a contribuição do m_s , e (c) considerando somente a contribuição do m_l em metais de transição ferromagnéticos [33].

Supondo que o subnível 3d tem apenas momento de spin e que os spins não podem inverter seus sentidos durante a transição, temos que quando um fóton circularmente polarizado à direita incide sobre a amostra, seu momento angular \hbar é transferido, excitando um fotoelétron proveniente do orbital p , que carrega consigo o momento angular transferido como um momento de spin. Um fotoelétron com origem no subnível $p_{3/2}$ (borda L_3) tem seu momento angular transferido em parte para o spin através do acoplamento spin-órbita. Um fotoelétron, com origem no subnível $p_{1/2}$ (borda L_2) que possui acoplamento spin-órbita oposto, por sua vez, possuirá um spin com polarização oposta ao originado do subnível $p_{3/2}$ (figura 10) [32]. A separação da banda d age como um detector preciso de elétrons polarizados, este é o princípio do dicroísmo magnético circular [33].

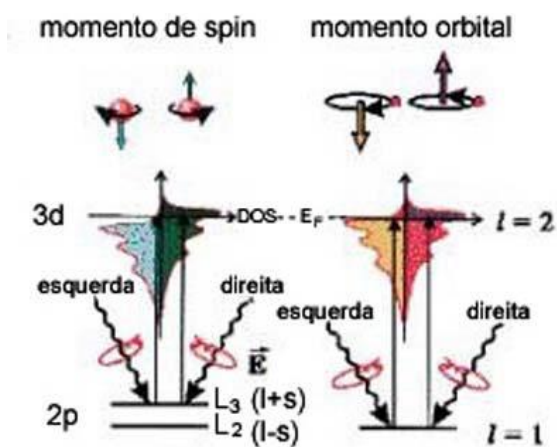


Figura 10 - Dicroísmo circular magnético de raios X para o modelo de um elétron contendo somente m_s (esquerda) e somente m_l (direita) [33].

Devido ao efeito dicróico, a contribuição magnética para o espalhamento total ressonante é:

$$f_{mag}^{res} = m' + im'' \quad (2.57)$$

onde m'' pode ser deduzido experimentalmente através da medida de absorção por diferentes helicidades de polarização ou diferentes campos magnéticos (XMCD) e as relações de Kramers-Kronig são novamente utilizadas para obter m' a partir de m'' (figura 11).

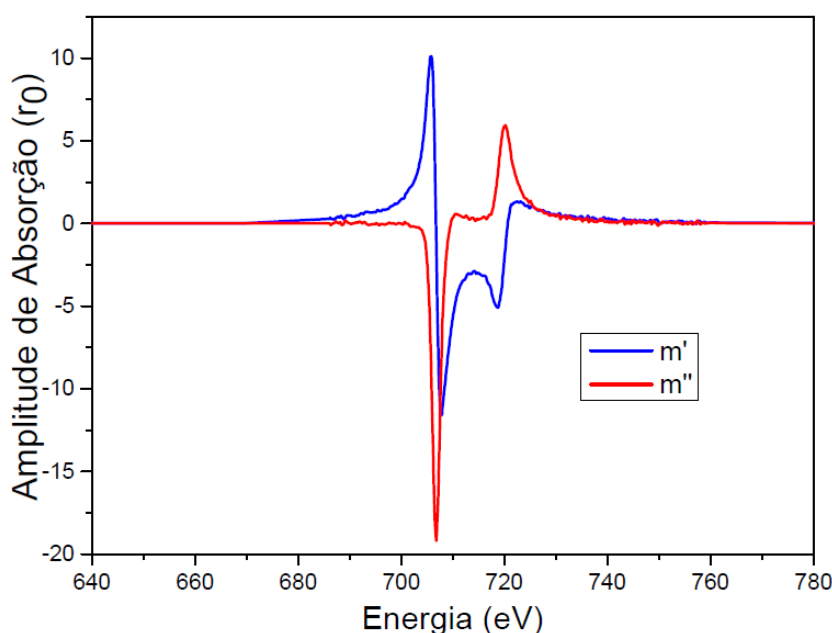


Figura 11 - Modelo dos coeficientes magnéticos de dispersão m' e absorção m'' baseado nos limites de absorção $L_{2,3}$ do Fe, obtidos através das medidas de XMCD.

2.5 Técnica de Refletividade de Raios X

A difração de Raios X é um fenômeno físico bem conhecido e utilizado para medidas estruturais e magnéticas de materiais, e sua ocorrência pode ser explicada pela combinação da difração e espalhamento de ondas eletromagnéticas na matéria, nas quais um feixe incidente pode ser entendido como um grande número de raios que são espalhados em todas as direções ao interagir com a matéria, algumas das quais tendo raios completamente em fase, resultando no feixe difratado [34]. Vários estudos se basearam na caracterização dos raios X através desse fenômeno, como o método proposto por Sir William Bragg e seu filho Lawrence Bragg para determinar o

comprimento de onda dos raios X através da difração de um feixe monocromático incidente em planos cristalinos paralelos (figura 12).

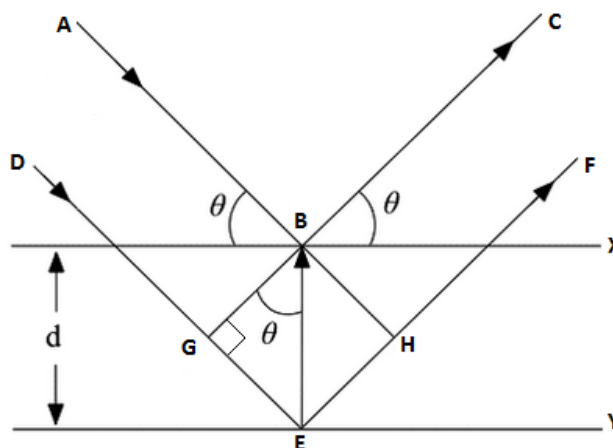


Figura 12 - Feixe monocromático com ângulo de incidência θ em planos cristalinos paralelos [34].

Considerando os raios ABC e DEF de comprimento de onda λ , incidentes nos planos X e Y respectivamente, com ângulo de incidência θ , como visto na figura 1, a diferença de caminho entre os raios ABC e DEF é igual a $GE + EH$. Dos triângulos BGE e BHE, temos

$$EH = GE = d \cdot \text{sen}\theta \quad (2.58)$$

onde d = distância interplanar, portanto

$$GE + EH = 2d \cdot \text{sen}\theta \quad (2.59)$$

Sabe-se que para intensidade máxima, a diferença de caminho terá valor igual a $n\lambda$, resultando em

$$n\lambda = 2d \cdot \text{sen}\theta \quad (2.60)$$

Esta relação é denominada Lei de Bragg [35], ela prevê a posição angular das linhas de difração relativas a cada plano cristalino, quando raios-X incidem sobre a amostra. Como $\text{sen } \theta$ não excede a unidade, da lei de Bragg segue que:

$$\frac{n\lambda}{2d} = \text{sen}\theta < 1 \quad (2.61)$$

Assim, $2d$ deve ser menor que $n\lambda$. Na difração de raios X, onde o valor mínimo de n é 1, temos a condição de difração para qualquer ângulo observável 2θ :

$$\lambda < 2d \quad (2.62)$$

Para o caso da difração de raios-X com incidência rasante ou apenas Refletividade de Raios-X de um filme depositado sobre um substrato, deve ser considerado também efeitos de refração que ocorrem entre os diferentes meios, de modo que o ângulo formado com o substrato será um ângulo θ' , este ângulo corrigido pode ser obtido através da Lei de Snell

$$n \cdot \cos\theta' = \cos\theta \quad (2.63)$$

onde n é o índice de refração do meio, definido na equação 2.25. Se θ estiver abaixo de um ângulo crítico θ_c ($\cos \theta_c = n$), ocorre a reflexão total externa [36]. Através destas definições, podemos reescrever a lei de Bragg para difrações de raios X em materiais considerando a refração dentro da camada

$$k\lambda = 2t \cdot \text{sen}\theta \quad (2.64)$$

onde k é a ordem de reflexão e t é a espessura do material. Considerando o índice de refração n do material, temos:

$$\text{sen}^2\theta = \left(\frac{\lambda k}{2t}\right)^2 - (2\delta + 2i\beta) \quad (2.65)$$

chamada Lei de Bragg Modificada [37]. A refletividade e a transmissão de uma onda incidente não são fenômenos mutuamente exclusivos, uma única onda E_i incidente no material é parcialmente refratada e refletida pela superfície (figura 13),

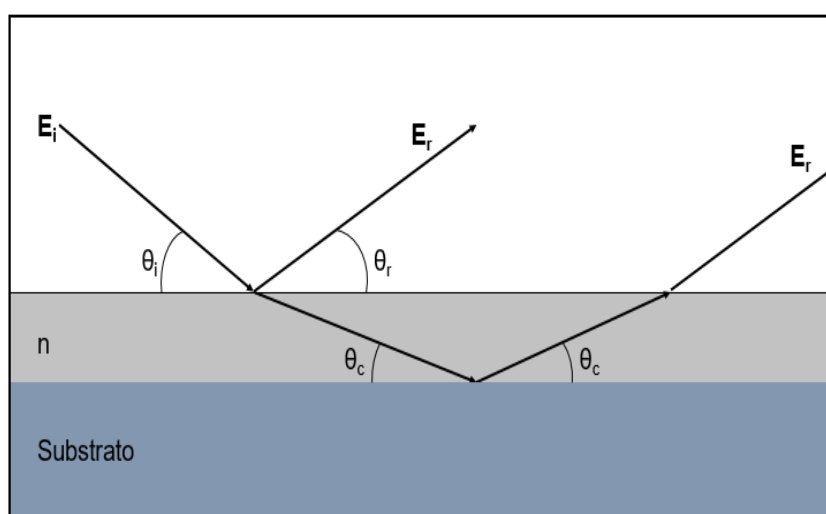


Figura 13 - Refração e reflexão de uma onda incidente em um material com índice de refração n crescendo sobre um substrato.

enquanto as relações entre as ondas transmitidas e refletidas são dadas pelas equações de Fresnel para amplitude de reflexão

$$r(q_z) = \frac{E_r}{E_i} = \frac{q_z - \sqrt{q_z^2 - q_c^2}}{q_z + \sqrt{q_z^2 - q_c^2}} \quad (2.66)$$

e transmissão

$$t(q_z) = \frac{E_t}{E_i} = \frac{2q_z}{q_z + \sqrt{q_z^2 - q_c^2}} \quad (2.67)$$

onde o vetor q_z é definido por

$$q_z = \frac{2\pi}{\lambda} (\text{sen}\theta_i + \text{sen}\theta_f) \quad (2.68)$$

em que θ_f é o ângulo final da reflexão ou transmissão, e q_c é a transferência de vetor de onda para o ângulo crítico θ_c [38]. Para reflexões especulares onde $\theta_i = \theta_f = \theta$, pode-se escrever:

$$q_z = \frac{4\pi}{\lambda} (\text{sen}\theta) \quad (2.69)$$

Quando um material é depositado sobre um substrato de forma a se configurar um filme de densidade uniforme, a refletividade normal de Fresnel fica modulada por oscilações, devido as interferências causadas pelos raios refletidos nas interfaces [39]. Estas oscilações, visíveis através de medidas de difração de raios x, são denominadas franjas de Kiessig (figura 14).

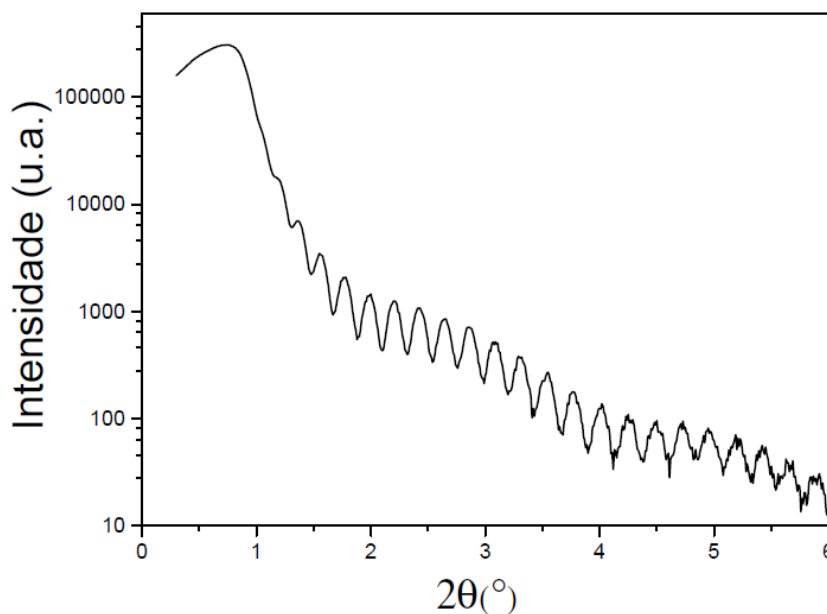


Figura 14 – Simulação das franjas de Kiessig do $\text{Ir}_{80}\text{Mn}_{20}$, medidas através da difração de raios X variando-se o ângulo de incidência 2θ do feixe.

Considerando um filme único uniforme depositado sobre um substrato, a espessura total do filme pode ser calculada pela lei de Bragg modificada (Equação 2.65), onde para cada franja de Kiessig de índice k existe uma posição angular associada que satisfaz a equação. Dessa forma, traçando-se um gráfico de $\text{sen}^2\theta \times k$, obtém-se a espessura através da relação:

$$t = \frac{\lambda}{2\sqrt{\alpha}} \quad (2.70)$$

onde α é o coeficiente angular do gráfico.

Para uma multicamada formada pelo empilhamento de filmes finos com densidades diferentes, aplica-se a equação recursiva de Fresnel [40]:

$$R_{j+1} = \frac{r_{j+1} + R_j}{1 + r_{j+1}R_j} e^{(-ik_j d_j)} \quad (2.81)$$

onde $R_j = E_j^R/E_j$ é a razão entre ondas eletromagnéticas refletidas e transmitidas, d_j é a espessura da camada j , k_j é o momento de transferência normal a superfície da amostra e:

$$r_{j+1} = \frac{k_{j+1} - k_j}{k_{j+1} + k_j} \quad (2.82)$$

é a refletividade de Fresnel em uma única interface. Deste modo podemos reescrever a lei de Bragg modificada na forma:

$$\frac{\lambda k_j}{2\pi} = [\text{sen}^2\theta - 2(\delta_j - i\beta_j)]^{1/2} \quad (2.83)$$

onde $n_j = 1 - \delta_j + i\beta_j$ é o índice de refração da camada j . Incluindo-se a rugosidade interfacial σ_j (média quadrática), no limite $\sigma_j k_j \ll 1$, a refletividade de fresnel que inclui a rugosidade é escrita na forma [41]:

$$r_{j+1,j}^G = r_{j+1,j} e^{-2\sigma_j^2 k_{j+1} k_j} \quad (2.84)$$

Através desta relação, pode-se constatar que se a rugosidade de uma interface j é muito grande, a intensidade difratada diminui rapidamente e por consequência, as franjas de Kiessig da interface desaparecem.

2.5 Refletividade Magnética Ressonante

Em uma aproximação dipolar, o espalhamento magnético ressonante total atômico combina o espalhamento ressonante de carga f_c^{res} e magnético f_{mag}^{res} e é descrito pela fórmula de Hannon e colaboradores [33, 42]

$$f^{res} = f_c^{res} \hat{e}'^* \cdot \hat{e} - i f_{mag}^{res} \mathbf{u} \cdot (\hat{e}'^* \times \hat{e}) \quad (2.85)$$

$$f^{res} = -[f_o(\mathbf{q}) + f'(\omega) + i f''(\omega)] \hat{e}'^* \cdot \hat{e} - i(m' + im'') \mathbf{u} \cdot (\hat{e}'^* \times \hat{e}) \quad (2.86)$$

onde \mathbf{u} é um vetor unitário com a mesma direção do momento magnético \mathbf{m} e os vetores \hat{e} e \hat{e}' são os vetores de polarização π , σ , ou circular (figura 15) das ondas incidente e refletida, respectivamente.

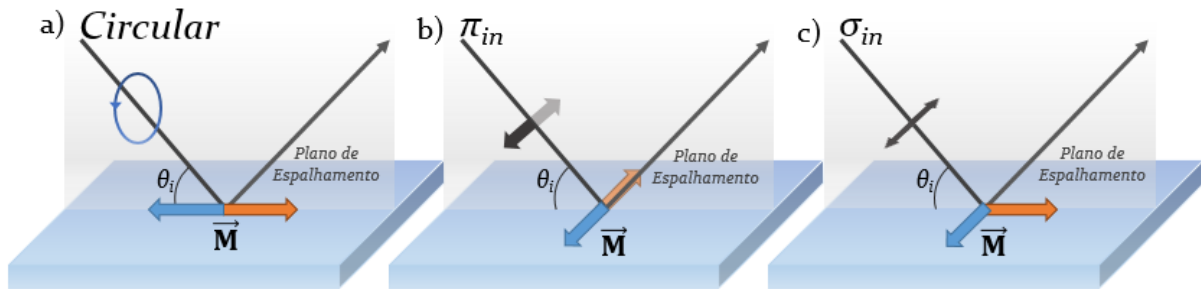


Figura 15 - Luz incidente com (a) polarização circular, sensível a momentos magnéticos no plano de dispersão, (b) polarização π , sensível a magnetização perpendicular ao plano de espelhamento, e (c) polarização σ , sensível a momentos magnéticos tanto perpendiculares quanto paralelos ao plano de espalhamento.

Nesta configuração, escrevendo os vetores de polarização (\hat{e}_σ , $\hat{e}_{\sigma'}$, \hat{e}_π , $\hat{e}_{\pi'}$) e magnetização $\mathbf{u} = \mathbf{m} = (m_{tran} \ m_{lon} \ m_{pol})$ na base (x, y, z), pode-se representar o fator de difração ressonante magnética na forma matricial [50]

$$f_{mag}^{res} = \begin{pmatrix} f_{\sigma,\sigma'} & f_{\sigma,\pi'} \\ f_{\pi,\sigma'} & f_{\pi,\pi'} \end{pmatrix} \quad (2.87)$$

Utilizando então a equação 2.85, teremos

$$f_{mag}^{res} = f_c^{res} \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & \cos(2\theta) \end{pmatrix} - i\epsilon f_m^{res} \begin{pmatrix} 0 & m_{lon}\cos\theta + m_{pol}\sin\theta \\ -m_{lon}\cos\theta + m_{pol}\sin\theta & -m_{tran}\sin(2\theta) \end{pmatrix} \quad (2.88)$$

onde $\epsilon = \pm 1$ representa o sinal do vetor unitário \mathbf{m} . A partir desta equação do fator de espalhamento ressonante magnético, pode-se determinar a intensidade I de reflexão

em função da polarização do feixe incidente, pois esta será igual a soma das intensidades medidas para polarização π e σ :

$$I = I_{\sigma'} + I_{\pi'} \propto |f_{\sigma'}^{res}|^2 + |f_{\pi'}^{res}|^2 \quad (2.89)$$

definindo um vetor de polarização incidente $e = \delta e_{\sigma} - i e_{\pi}$, onde $\delta = \pm 1$ define a fase positiva ou negativa da polarização, obtemos a expressão [50]:

$$I \propto [e_{\sigma}^2 + e_{\pi}^2 \cos^2(2\theta)] |f_c^{res}|^2 + \epsilon \{ e_{\pi}^2 m_{tran} \text{sen}(4\theta) [f''m' - f'm''] + 4\delta e_{\sigma} e_{\pi} (m_{lon} \cos^3\theta - m_{pol} \text{sen}^3\theta) (f'm' + f''m'') \} \quad (2.90)$$

Para obter-se a intensidade de reflexão circular, basta escrever os módulos dos vetores de polarização circular em função dos vetores lineares tal que para um feixe incidente de polarização circular positiva temos $e_{\sigma} = e_{\pi} = 1$ e $\delta = -1$, enquanto para polarização negativa, temos $e_{\sigma} = e_{\pi} = \delta = 1$. Considerando que neste trabalho tanto os campos magnéticos aplicados quanto o feixe incidente estão saturados na direção do plano de espalhamento, só haverá contribuição da magnetização longitudinal m_{lon} , assim teremos a expressão [50]:

$$I \propto [1 + \cos^2(2\theta)] |F|^2 + \epsilon 4\delta \cos^2\theta |M| \cos^3\theta (f'm' + f''m'') \quad (2.91)$$

Neste caso, tanto a inversão de direção dos campos magnéticos ($\epsilon = \pm 1$) quanto a inversão de helicidade da polarização circular incidente ($\delta = \pm 1$) resultarão na mesma intensidade I . A razão de assimetria R_A é utilizada para obter o sinal puramente magnético e separar a contribuição de carga dos espectros

$$R_A = \frac{H^+ - H^-}{H^+ + H^-} = \frac{I^+ - I^-}{I^+ + I^-} \quad (2.92)$$

onde H^+ e H^- são denominadas refletividades especulares, obtidas ao se aplicar o campo magnético paralelo ao plano de ambos o plano da amostra e o plano de difração, medido para dois sentidos opostos, e as intensidades I^+ e I^- são obtidas ao incidir a onda com polarização circular para helicidades opostas (figura 16). O efeito espelho (mirror effect), que garante a confiabilidade da razão de assimetria é também apresentado na figura 16.

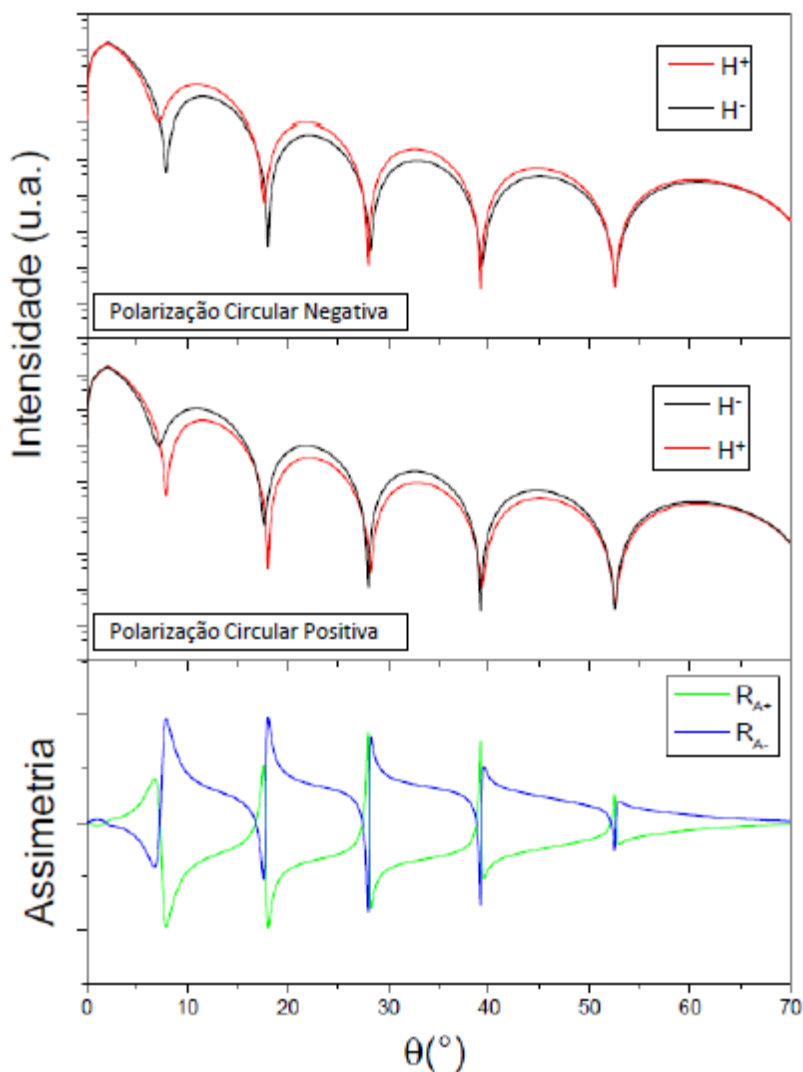


Figura 16 - Simulação de curvas de refletividade do Si/Co (5 nm) (rugosidade 0 nm e feixe incidente com energia 777eV), obtidas com campos magnéticos de saturação de direção opostas (H^+ e H^-), e a respectiva razão de assimetria, para duas direções da polarização circular, C^+ e C^- . O efeito espelho (*mirror effect*) entre assimetrias obtidas com polarizações opostas está apresentado na figura inferior.

A razão R_A independe de constantes multiplicativas de normalização, e é proporcional ao momento magnético de certos elementos de amostras estudadas. Para um feixe de polarização circular incidente em uma configuração de difração num plano vertical, temos que [43]:

$$R_A = \frac{-4\cos^3(\theta)\tau^{1/2}(f'm'+f''m'')}{[1+\tau\cos^2(2\theta)]|f_C^{res}|^2 + \cos^2(\theta)(1+\tau)|f_{mag}^{res}|^2} \quad (2.93)$$

onde θ é o ângulo de Bragg, τ é a razão das intensidades de polarização vertical e horizontal (para polarização circular $\tau = 1$). O espalhamento magnético ressonante tem a grande vantagem de permitir o estudo dos momentos magnéticos dos metais de transição 3d se a energia estiver particularmente próxima das bordas L_2 e L_3 , e

neste caso, existe uma transição entre uma camada carregada 2p e uma camada livre na banda 3d onde os spins do elétron não serão preenchidos da mesma maneira.

A utilização da refletividade magnética ressonante pode ser tratada como um experimento de efeito Kerr magneto ótico (MOKE), pois este envolve a mudança de polarização da luz refletida, efeito detectado pela difração ressonante de raios X. Para descrever este aspecto dinâmico da refletividade, se utiliza de um formalismo matricial dependente de duas matrizes principais: a matriz de condições de contorno do meio, e a matriz de propagação. Uma das respostas de um material a um campo eletromagnético incidente é o deslocamento dielétrico \mathbf{D} proporcional a [44]:

$$D^{\pm} \propto \frac{1}{\sqrt{2}} \begin{pmatrix} \mp 1 \\ 0 \\ -i \end{pmatrix} \quad (2.94)$$

na base vetorial (x', y', z') da onda incidente, e associado a polarização circular positiva ou negativa. Com as condições de contorno originadas das equações de Maxwell, e considerando a onda no meio m , temos a relação:

$$\hat{A}_m \mathcal{D}_m = \hat{A}_{m+1} \mathcal{D}_{m+1} \quad (2.95)$$

onde \mathcal{D}_m é um pseudo vetor que representa as diferentes direções de incidência e reflexão de D^{\pm} que nos permite calcular a mudança de polarização da onda entre os meios m e $m+1$:

$$\mathcal{D}_{m+1} = \hat{A}_{m+1}^{-1} \hat{A}_m \mathcal{D}_m \quad (2.96)$$

ou seja, a cada interface entre camadas do material, a polarização de onda muda. Para considerar a rugosidade entre camadas, que afeta a refletividade consideravelmente, multiplica-se todos os termos da matriz $\hat{A}_{m+1}^{-1} \hat{A}_m$ por:

$$r^{\pm} = e^{-(k_m \pm k_{m+1})^2 \sigma^2 / 2} \quad (2.97)$$

onde k_m é a norma do vetor de onda do meio m projetado fora do plano no eixo z . Devemos ter em mente que devido a propagação da onda no material, haverá uma modificação de sua fase Φ , além de uma atenuação dependente do índice de refração do meio, definido por:

$$n^{\pm} \approx 1 + \frac{r_0 \lambda^2 \rho}{2\pi} (F_{c,r} \mp (\cos\theta m_{lon} + \sin\theta m_{pol}) F_{m,r}) \quad (2.98)$$

Multiplica-se então, o vetor \mathcal{D}_m pela matriz de propagação:

$$\hat{P}_m(z) = \begin{pmatrix} e^{\frac{2\pi}{\lambda}n^+ \text{sen}\theta_i z} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & e^{\frac{2\pi}{\lambda}n^- \text{sen}\theta_i z} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & e^{\frac{2\pi}{\lambda}n^+ \text{sen}\theta_f z} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & e^{\frac{2\pi}{\lambda}n^- \text{sen}\theta_f z} \end{pmatrix} \quad (2.99)$$

Temos então que a polarização final \mathcal{D}_f do campo eletromagnético em função das diferentes matrizes de passagem e condições de contorno das interfaces poderá ser obtido por [45]:

$$\mathcal{D}_f = \hat{A}_f^{-1}(\prod_m \hat{A}_m \hat{P}_m \hat{A}_m^{-1}) \hat{A}_0 \mathcal{D}_0 = \hat{M} \mathcal{D}_0 \quad (2.100)$$

3. Métodos de Preparação e Caracterização

3.1 Preparação das Amostras

Duas multicamadas: MgO(001)/Fe(2nm)/Ta(3nm) (amostra) e MgO(001)/Fe(50nm)/ Ta(2nm) (padrão) foram depositadas, à temperatura ambiente, por *Magnetron Sputtering*.

A limpeza do substrato de MgO foi realizada para reduzir ao máximo a presença de contaminantes, o que provocaria uma baixa adesão da camada depositada, difusão de impurezas pelo interior e superfície da amostra entre outros problemas que afetariam a qualidade dos filmes. Os pesquisadores do Lemag utilizam um processo que consiste na limpeza com solventes orgânicos, seguido de pré-aquecimento do substrato em vácuo, que é detalhado a seguir:

- Corte dos substratos em dimensões de aproximadamente 10 x 10 mm² para realizar medidas de caracterização;
- Os pedaços de substratos são colocados em um becker preenchido com água destilada e um detergente neutro, sendo então submetidos ao ultrassom por 10 minutos com o intuito de retirar óleos superficiais e gorduras do substrato de MgO. Este então é enxaguado com água destilada até a retirada completa do detergente;
- Em seguida, os pedaços de substratos são submersos em acetona P.A. e submetidos ao ultrassom por 10 minutos adicionais. A acetona é, então, totalmente retirada do becker. Na sequência, o processo é repetido com álcool isopropílico P.A.;
- Por fim, troca-se o álcool isopropílico dos beckers, onde os pedaços de substrato ficam imersos;
- Antes de colocar dentro da câmara de Sputtering, os substratos são retirados do álcool isopropílico e secos com um bico de nitrogênio ionizado da marca *Ion Tech* com a tecnologia *shockless* (sem choque), com quatro agulhas de ionização para limpeza de cargas e neutralização simultâneas (utilizando-se uma pressão de trabalho de 100 psi). Este procedimento evita a contaminação do substrato por partículas suspensas na atmosfera do laboratório.

- Os substratos foram então pré-aquecidos a 600°C por 1 h e, depois, resfriados em vácuo até a temperatura ambiente para eliminar possíveis gases adsorvidos na superfície.

Os filmes de Fe e Ta foram depositados por *Magnetron Sputtering* sobre o substrato de MgO, à temperatura ambiente, com o porta substrato girando com uma frequência de 40 rpm e com as taxas de deposição (Tabela 1) determinadas, in-situ, por um cristal de quartzo existente na câmara principal.

Tabela I – Taxas de deposição dos filmes de Fe e Ta no substrato de MgO.

	Taxa de Deposição (Å/s)	Potência (w)	Tensão (V)	Corrente (mA)
Fe	0,34	71	473	153
Ta	0,39	99	274	361

3.2 Magnetron Sputtering

Quando um campo elétrico é aplicado entre dois eletrodos, ocorre a aceleração de íons produzidos pela ignição de um “gás”. Isto ocasiona a colisão entre estes elétrons e os átomos neutros de gás, gerando também elétrons livres e formando conseqüentemente uma descarga luminosa denominada plasma. Este fenômeno é utilizado no processo chamado sputtering, no qual partículas de um material sólido (alvo) são ejetadas devido ao bombardeamento por íons de gases inertes (no equipamento do laboratório Lemag, é utilizado o Ar⁺). Se um substrato, tal como uma lâmina de MgO, for colocado no caminho das partículas ejetadas, haverá uma deposição de um filme fino composto dos átomos ejetados (figura 9). Existem vários processos de sputtering, entre eles, convencional (planar), magnetron e o ion sputtering. Nesta pesquisa utilizamos o processo magnetron sputtering, pois neste é possível trabalhar com menores pressões e maior controle da taxa de deposição, ao mesmo tempo, produzindo camadas mais homogêneas e menos rugosas. Este sistema consiste na presença de uma região de campos elétricos e magnéticos próximo a superfície do alvo que será atingida. Fontes DC ou RF produzem o campo elétrico na direção perpendicular ao plano do alvo, enquanto imãs permanentes produzem o campo magnético. Os magnetos se distribuem em uma circunferência no sistema do tipo cilíndrico transversal, com um magneto adicional no centro da circunferência formada pelos outros imãs. Este magneto central possui polarização

inversa de modo que as trajetórias das linhas de campo se curvam das bordas para o centro (figura 17).

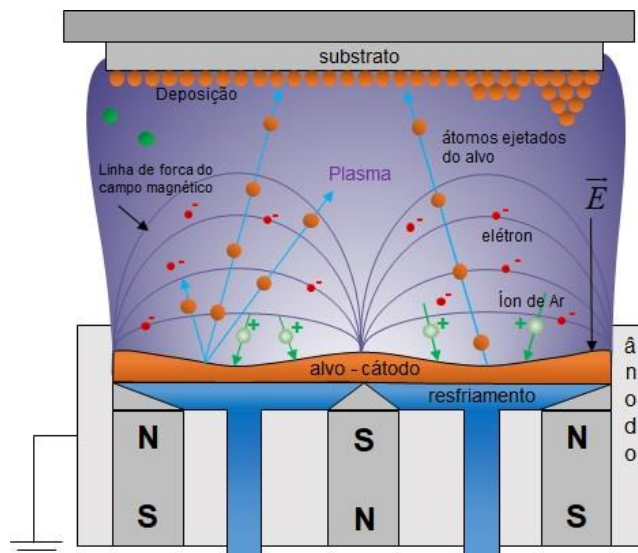


Figura 17 - Modelo das linhas de campo magnético e formação das plumas de plasma no interior da câmara do magnetron sputtering, que resultam na deposição dos átomos ejetados sobre o substrato [46].

Esta configuração produz uma região próxima ao alvo onde os campos elétrico e magnético são transversais. A técnica de crescimento de amostras por sputtering possui grandes vantagens como a deposição uniforme sobre grandes áreas, o controle da espessura da amostra, a deposição de multicamadas e a ausência da produção de raios X entre outras. A grande desvantagem deste processo é a perda de material do alvo devido a concentração do plasma em uma área limitada da superfície do alvo. A fonte DC é utilizada para a deposição de filmes metálicos e de boa condutividade, enquanto a fonte RF é utilizada para a deposição de materiais isolantes e de baixa condutividade.

No laboratório Lemag, é utilizado o sistema magnetron sputtering modelo ATC ORION 8 da empresa AJA International (figura 18), capaz de depositar camadas homogêneas e menos rugosas, devido ao controle preciso da pressão de trabalho do argônio em baixos valores (2 mTorr).



Figura 18 - Magnetron sputtering modelo ATC ORION da empresa AJA International utilizado no Lemag.

O modelo ATC ORION é completamente automatizado, possuindo rapidez na preparação dos filmes e excelente reprodutibilidade. Estão dispostos em sua câmara principal sete magnetrons (canhões de deposição) envoltos por uma casca cilíndrica de aço inox (shield) que concentra o plasma em regiões específicas do alvo (figura 19).

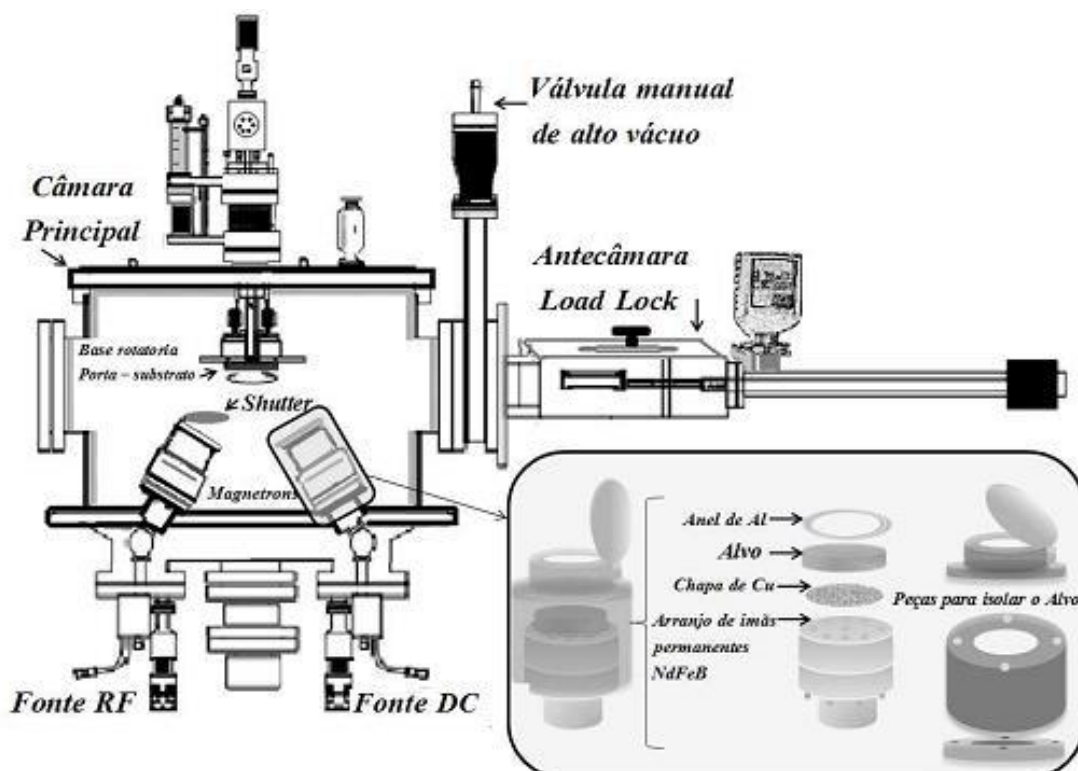


Figura 19 - Mapa esquemático da câmara do magnetron sputtering utilizado no Lemag [46].

Sobre os magnetrons são fixados os materiais/alvo com dimensões e espessuras fornecidas pelos fabricantes (diâmetro e espessura de 2" x 0,25", ou 0,125"). É necessário utilizar um anel (alumínio) de suporte para fixar o alvo no magnetron, devido a espessura do alvo ser menor do que 0,25 polegadas (dimensão padrão para esse equipamento). No magnetron sputtering do LEMAG, as sete fontes magnetron instaladas possibilitam a deposição de 7 materiais diferentes e seis deposições simultâneas. Em particular, o sistema Orion 8 do Lemag tem três fontes de alimentação de corrente contínua (DC) e outras três fontes de alimentação de rádio frequência (RF). As fontes DC são da Série DCXS-750-4 Multiple Sputter Source DC Power Supply da AJA International e, possuem quatro saídas não simultâneas cada uma delas. A voltagem no alvo determina a energia com que os íons de Ar⁺ chegam ao alvo, de modo que esta voltagem está intimamente ligada a taxa de deposição [47]. Duas das três fontes RF instaladas no sputtering/Lemag são da Série MC2-Automatic Matching Network Controller da AJA International, enquanto a terceira fonte só opera manualmente e é da Série MM3X. Esta última fonte RF é usada tanto para a deposição de filmes como para gerar uma tensão de bias (polarização) no substrato, por exemplo, para a limpeza de camadas de óxidos, ou melhora do crescimento cristalino. O sistema instalado no Lemag, mantém os magnetrons montados na configuração co-focal, apontado ao centro de um porta-substrato giratório que se encontra na parte superior da câmara principal. O porta-substrato está conectado a um motor de passo que gira com uma velocidade constante de 0 a 40 rpm durante o processo de deposição. Esta rotação é necessária para manter a homogeneidade lateral na espessura no filme. A câmara de deposição tem uma bomba turbo-molecular de ultra alto vácuo (UHV, do inglês, Ultra-high vacuum) da marca Pfeiffer Vacuum TMU521P, que está conectada a uma bomba mecânica (Adixen Série ACP15) que, por sua vez, é responsável pelo pré-vácuo. O vácuo da câmara principal atinge uma pressão de base da ordem de $2 \cdot 10^{-8}$ Torr, mas a deposição só é realizada quando o vácuo atinge o valor de $4 \cdot 10^{-8}$ Torr (ou melhor). O conhecimento e a qualidade da pressão de base, que é a pressão interna da câmara antes da deposição, são de grande importância para a obtenção de filmes de boa qualidade. Substâncias da atmosfera residual tais como: N₂, H₂O, CO₂, entre outras podem estar presentes, dependendo das características de bombeamento da linha de vácuo, influenciando diretamente nas propriedades dos filmes. Sua presença na atmosfera residual do equipamento de magnetron sputtering pode ser analisada pelo RGA (Residual Gas Analyzer), da

marca Horibastec, instalado na câmara principal. O problema da qualidade e conhecimento no gás residual pode ser minimizado através de uma linha de vácuo controlada, e com o aquecimento das paredes da câmara durante a obtenção do vácuo. Para isto o sistema conta com uma cinta resistiva (Heating Tape & Percentage Control) da marca Omegalux, que ajuda a melhorar o vácuo durante o processo inicial de bombeamento (baking). Esta fita resistiva, em geral, fica energizada durante a abertura rápida da câmara de deposição. Além disso, existe uma linha de gás que ajuda a manter a mesma atmosfera quando há necessidade da quebra de vácuo da câmara de evaporação. O magnetron sputtering possui 3 controladores de fluxo de gás (2 de Argônio e 1 de Oxigênio) na faixa de 0 a 100 sccm (standard cubic centimeters per minute). Devido a um aquecimento considerável durante o processo de sputtering no porta-substrato e nos magnetrons causado pelo choque contínuo de elétrons e íons energéticos, o sistema possui um sistema de refrigeração a água controlado por um chiller com temperatura média de 19 °C.

A antecâmara, também chamada câmara de pré-vácuo (Load Lock Chamber - LLC, em inglês), está acoplada à câmara principal por uma válvula manual de UHV, que permite colocar e retirar o porta-substrato com o substrato de MgO devidamente preparado, da câmara principal sem quebrar o vácuo. A antecâmara tem bombeamento independente da câmara principal, e o seu vácuo atinge até $2 \cdot 10^{-7}$ Torr em poucas horas. A deposição dos materiais é controlada por um computador através do sistema Phase II-J, que permite ao usuário operar manualmente ou no modo de processo automático. Neste último, o usuário consegue detalhar os parâmetros a serem utilizados durante a deposição, permitindo variar o tempo da deposição de cada camada, o acionamento da abertura e fechamento dos obturadores (shutters), o controle da pressão de trabalho através da inserção constante do gás (Ar), o controle do motor de passo, a temperatura do substrato e acionamento do plasma por meio dos magnetrons, que estão ligados por meio das fontes DC e/ou RF. Este processo de operação do sistema é feito com a montagem de um arquivo denominado de sequência de operação, que é executada via o notebook de controle do equipamento sputtering. As sequências podem ser modificadas de acordo com as espessuras (estimadas pela taxa de deposição previamente determinada por difração de raios-X) e, o número de repetições das multicamadas, entre outras características que se deseja durante a preparação dos

filmes. O controle de posicionamento do porta-substrato é feito manualmente, e o processo é abortado se o plasma não é detectado.

3.3 Medidas do PPMS

Foram realizadas medidas de magnetização ($M \times H$) das multicamadas no equipamento chamado PPMS (do inglês, Sistema de Medidas de Propriedades Físicas) fabricado pela empresa Quantum Design (figura 20), onde as amostras foram presas a uma haste não magnética e não condutora, colocadas sob a influência de um campo magnético constante e que ao vibrar a uma certa frequência (40-80 Hz), produz um sinal elétrico proporcional a magnetização em bobinas sensoras em torno das amostras [48]. Este processo, baseado na lei de indução de Faraday foi utilizado para extrair os ciclos de Histerese em função do campo, à temperatura ambiente, com o intuito de definir o eixo fácil e o campo de saturação da amostra. A aquisição de dados é realizada através de um software *MultiVu* via interface GPIB.

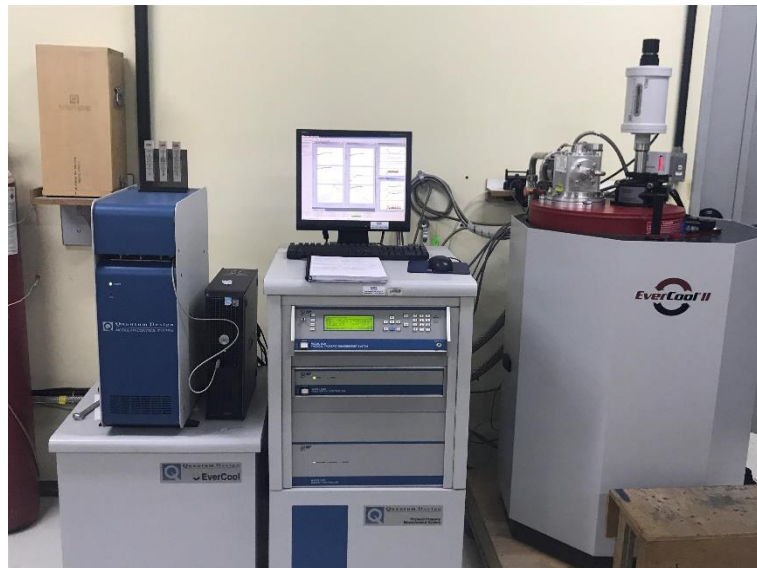


Figura 20 - Equipamento PPMS modelo Evercool II.

Ao ser colocada no porta-amostra do modo VSM, a multicamada forma um ângulo $\theta = 45^\circ$ entre a orientação (001) do substrato de MgO e a direção do campo magnético aplicado no plano do filme, deste modo, o eixo fácil do filme de Fe alinha-se com o campo magnético aplicado (figura 21).

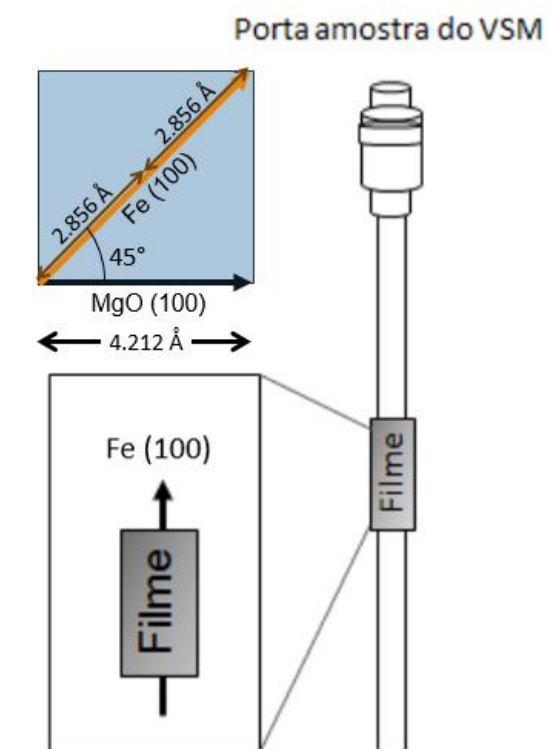


Figura 21 - Posicionamento da amostra em relação ao porta-amostra do VSM, de modo a alinhar o eixo fácil do ferro com o campo magnético aplicado.

3.4 Medidas do LNLS

As medidas de refletividade através da técnica SXRMR foram realizadas no Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS) na linha SGM [49], que se dedica a espectroscopia na faixa de 250 a 1200 eV, ou seja, na faixa de raios X moles. Esta linha é baseada em um dipolo de 1.7 T, que fornece um feixe de fótons monocromático com energia sintonizável na faixa desejada e poder de resolução mediano e tamanho de feixe sub-milimétrico (figura 23).

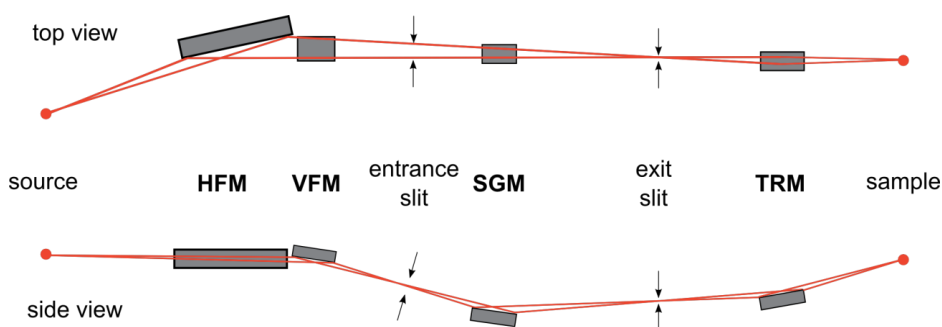


Figura 22 - Trajetória do feixe de luz síncrotron, desde a fonte até a incidência na amostra, na linha SGM [49].

Nesta linha foi montada uma câmara com goniômetro para medidas de espalhamento magnético e dicroísmo (figura 24), construída visando medidas na faixa entre 100eV e 3000eV, ou seja, na faixa do ultravioleta no vácuo até os raios X moles. Os comprimentos de onda são de dezenas de Angstroms, que apesar de improprio para definir distancias interatômicas, é compatível com espessuras de filmes finos de multicamadas e até estruturas da ordem de nanômetros.

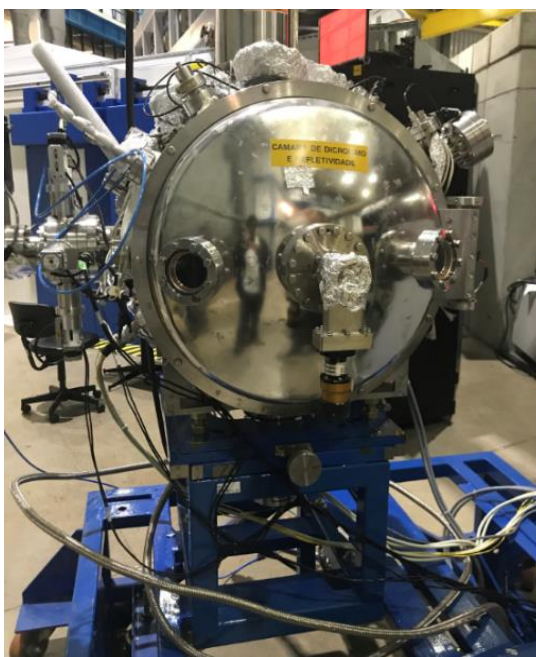


Figura 23 - Câmara utilizada para medidas de refletividade e XMCD no Laboratório Nacional de Luz Síncrotron.

A câmara possui uma bomba turbo-molecular Pfeiffer TMU521YP de 520L/s, capaz de atingir pressões de 5.0×10^{-7} mbarr em 1-2 horas. O sensor de pressão é um Pfeiffer PKR261 Compact Full Range, capaz de medir desde 1mbarr até 1.0×10^{-8} mbarr. O sensor utilizado nesta faixa de energia é o AXUV, um fotodiodo de silício produzido pela IRD^s (International Radiation Detectors, Inc.) e a leitura da corrente fornecida pelo fotodiodo é feita através de um PicoAmperímetro Keithley 6385. Há também um channeltron, deslocado verticalmente em relação ao diodo, que é um detector de fótons, elétrons e íons, sendo que este sensor é mais sensível e tem resposta mais rápida que o diodo. Na frente de cada sensor há um conjunto de fendas verticais e horizontais com lábios acoplados (figura 25).

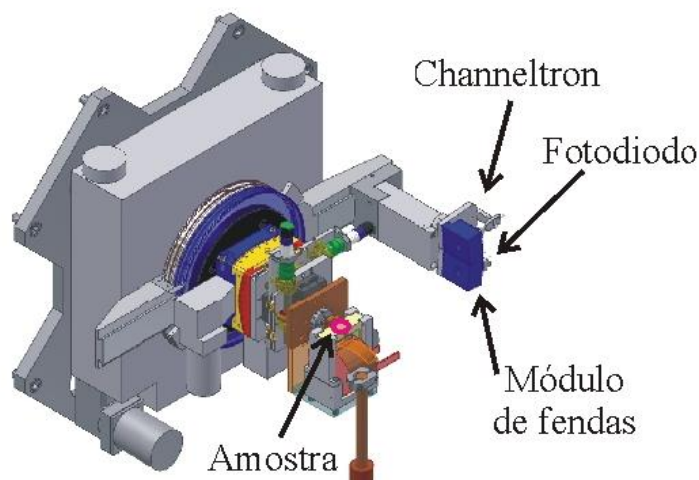


Figura 24 - Estrutura interna da câmara de refletividade e dicróismo contendo um conjunto de fendas e detectores móveis [23].

Uma malha de cobre conectada a um dedo frio modelo DE202AB, da empresa Advanced Research Systems Inc., resfriado por um compressor de Hélio modelo ARS-2HW resfriado a água, se encontra sob o porta-amostra. O sensor de temperatura é um diodo de silício (DT-670-SD-13), localizado em uma abertura na base de cobre do porta-amostra. O contato térmico do sensor com o corpo de cobre é feito com pasta térmica. Há também um sensor de temperatura na base do dedo frio. O controle de temperatura é feito por duas resistências de potência colocadas sob a base de cobre do porta-amostra. Todo o sistema está ligado a um controlador de temperatura LakeShore 331, com precisão de ~ 1 mK e estabilidade de ~ 10 mK. Com este sistema é possível também aquecer a amostra acima da temperatura ambiente, até 400K (127°C). Sob a base de cobre que suporta a amostra está um eletroímã com núcleo de ferro que permite aplicar campo magnético no plano da amostra. O campo resultante máximo fornecido pela fonte é de +500 Oe, este bastante homogêneo em uma faixa de 8 mm, que é aproximadamente o espaço entre os polos do ímã. Além de medidas de refletividade é possível fazer medidas de dicróismo circular magnético por rendimento total de elétrons (TEY – Total Electron Yield). Numa medida de dicróismo por TEY mede-se a corrente de elétrons emitida pela amostra em função da energia para duas configurações magnéticas diferentes (ou helicidades opostas de polarização da luz). A corrente emitida é medida através da corrente de aterramento que passa por um detector de corrente antes de chegar até a amostra [23].

Na linha SGM, primeiramente, fixou-se a energia em 680 eV (fora da borda de absorção do Fe), e realizou-se uma medida de refletividade sem campo magnético aplicado e com feixe não polarizado para estimar os parâmetros estruturais da amostra: densidade, espessura e rugosidade. Em seguida, medidas de refletividade ressonante em função do ângulo (θ variando de 0° a 30°) com passo $0,01^\circ/5$ s, foram realizadas na câmara de refletividade e dicroísmo, fixando a energia em valores próximos às bordas L_3 (703 eV e 706,2 eV) e L_2 (718,1 eV, 719,1 eV e 720,2 eV) de absorção do Fe. O grau de polarização do feixe incidente estava em torno de 70% de polarização circular a esquerda (C^-).

Para verificação do efeito dicroico, medidas sucessivas de refletividade foram obtidas com campos H de + 500 Oe (H^+) e - 500 Oe (H^-), respectivamente, aplicados no plano da amostra, cuja direção variava em relação ao feixe incidente, porém estando confinado ao plano de reflexão. Razões de assimetria foram, então, extraídas para cada energia. Por consequência de limitações técnicas da linha SGM, não foi possível uma inversão completa de polarização circular da onda incidente, e, portanto, não foi possível a verificação do efeito espelho nas razões de assimetria. A curva obtida em 680 eV, e as curvas médias $(H^+ + H^-)/2$ obtidas em outras energias foram ajustadas através do código DYNA desenvolvido no instituto Néel, em Grenoble, França [51], com o mesmo modelo estrutural, indicando a unicidade e confiabilidade nos resultados.

Curvas de refletividade em função da energia (E variando de 680 eV a 740 eV) foram obtidas em ângulos θ próximos a 10° para calibrar a energia da linha. De posse dos parâmetros estruturais de cada camada (densidade, espessura e rugosidade), as varreduras em energia foram simuladas com o código DYNA e pode-se obter o valor do desvio em energia. Para um refinamento, volta-se às medidas de refletividade em função do ângulo e realiza-se um novo ajuste com o valor de energia corrigido.

Finalmente, as razões de assimetria são ajustadas, mantendo-se fixos os valores estruturais, deixando-se livre apenas os parâmetros magnéticos.

4. Resultados Experimentais e Discussões

4.1 Medidas de Magnetometria

Ciclos de histerese da amostra e do padrão, foram extraídos, à temperatura ambiente para verificar se os momentos magnéticos do Fe serão completamente saturados pelo magneto da câmara de refletividade e dicroísmo, durante as medidas de SXRMR, que possui um campo máximo de +/- 500 Oe.

Devido ao fato na amostra MgO(001)/Fe(2nm)/Ta(3nm) não ter saturado magneticamente com um campo $H = \pm 500$ Oe e as medidas na Linha SGM trabalharem com apenas um grau de 60%-80% de polarização circular e não ter possibilidade de inverter a polarização circular (com o mesmo grau de polarização) para verificar o efeito espelho (*mirror effect*), concentramos nossa análise na amostra padrão.

Abaixo, está apresentado o ciclo de histerese do padrão, extraído à temperatura ambiente, comprovando a saturação completa do Fe em +/- 500 Oe.

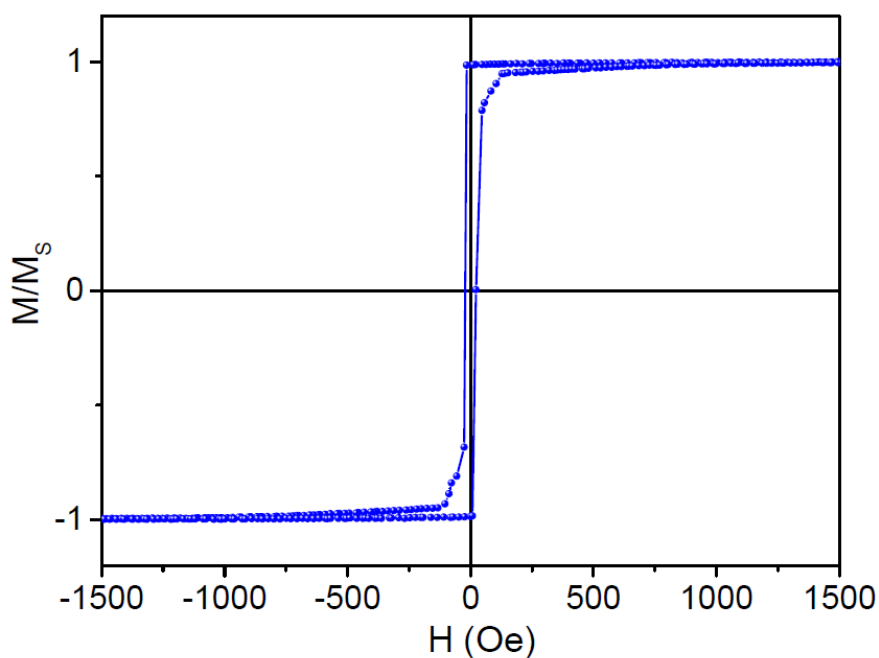


Figura 25 - Curva $M \times H$ da camada de Fe(50nm) da amostra, extraída à temperatura ambiente.

4.2 Resultados de SXRMR

4.2.1 Definição da estrutura e calibração da energia

Na figura 26, apresentam-se os ajustes das curvas de refletividade do padrão, obtidas em diferentes energias, à temperatura ambiente. Ângulos superiores a 20° apresentaram saturação da linha de base (*background*) e por isto, não foram apresentados.

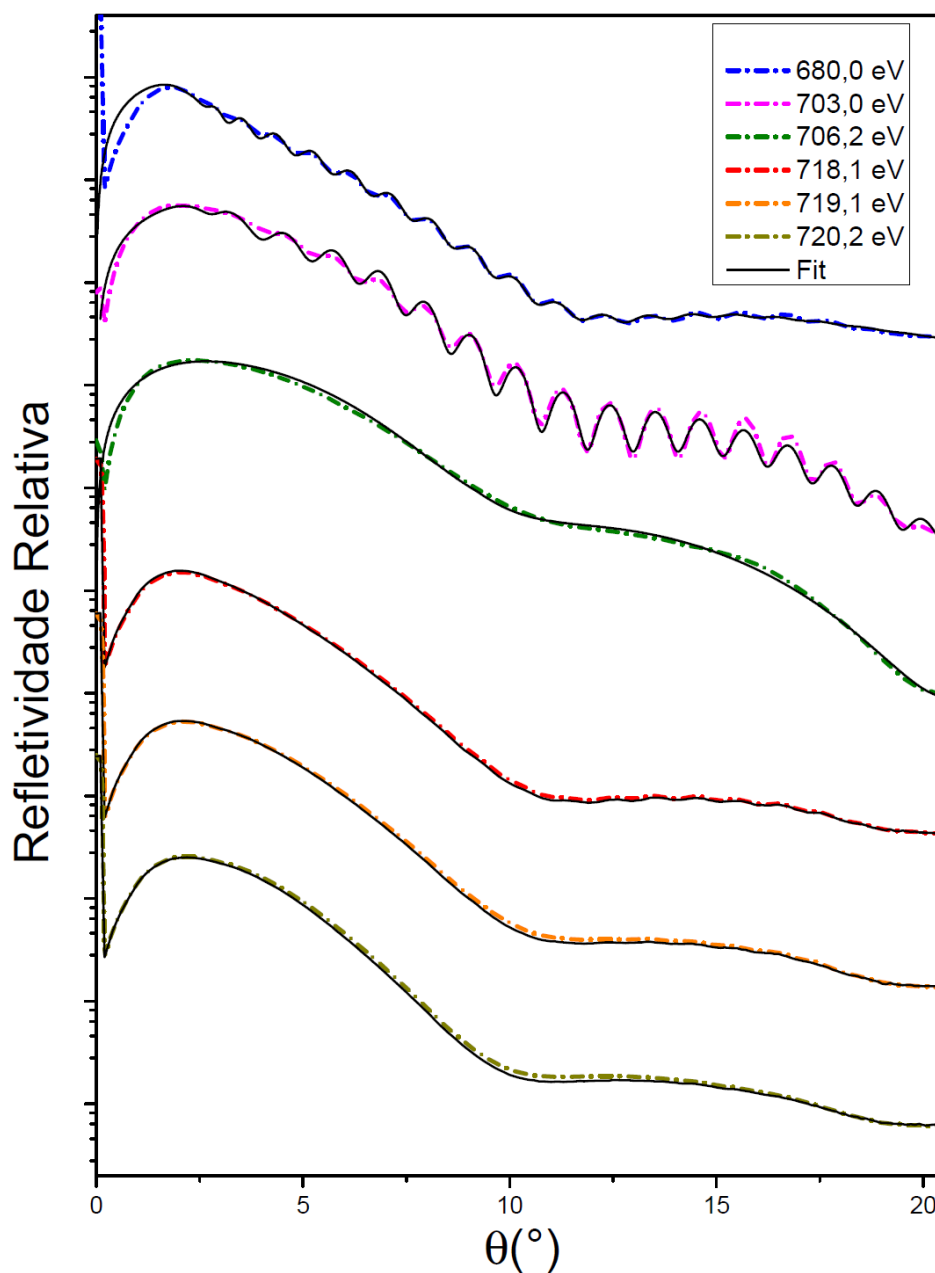


Figura 26 - Ajustes estruturais das medidas de refletividade para energias fixas em 680 eV, 703 eV, 706,2 eV, 718,1 eV, 719,1 eV e 720,2 eV.

Nota-se imediatamente uma ausência de franjas de Kiessig pronunciadas nas diferentes medidas de energia acima de 706 eV. Este efeito é devido à uma forte absorção que ocorre próximo ao máximo da borda L_2 e L_3 .

Os parâmetros médios extraídos, juntamente com sua incerteza, definida pelo desvio das médias foram obtidos dos ajustes das curvas de refletividade utilizando o código DYNA. Confirmou-se a presença de oxidação sobre a multicamada, resultando em uma redução significativa da espessura da camada de Ta, a formação da fase Ta_2O_5 . Como o Ta_2O_5 tem parâmetro de rede superior ao do Ta e devido a uma possível contribuição pela adesão de outras impurezas (“sujeira”) na superfície, a espessura da camada de Ta_2O_5 é 50% maior que a nominal de Ta e sua densidade é menor que a nominal do Ta_2O_5 , provavelmente por adsorção de elementos menos densos à superfície. Os outros valores encontrados estão dentro do esperado.

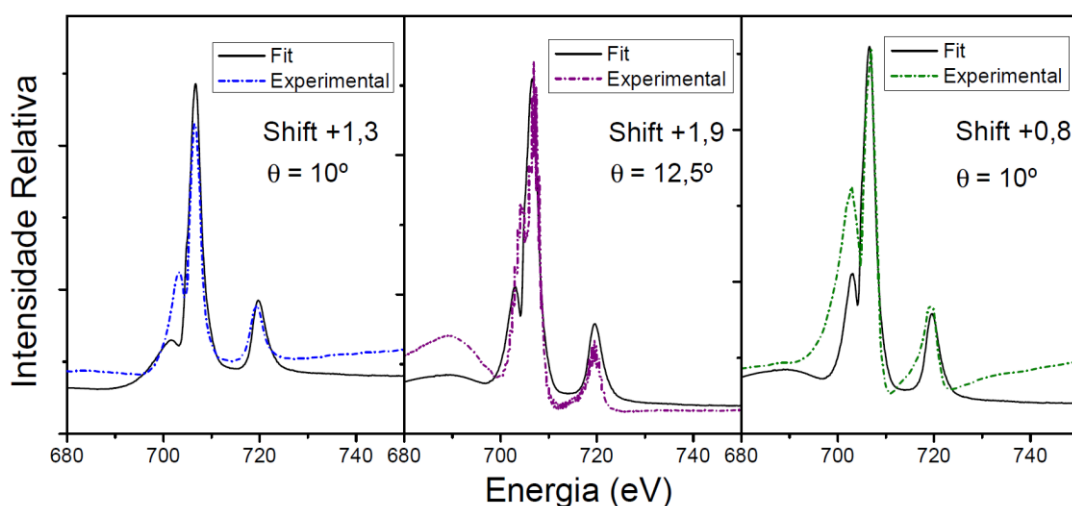


Figura 27 - Medidas de refletividade em função da energia para ângulos fixos em torno de 10° , destacando o desvio em energia das medidas experimentais em relação aos valores das bordas de absorção da banda L_2 e L_3 .

As curvas de refletividade em função da energia (680 eV a 740 eV) com o ângulo de incidência θ dos raios X moles fixo em aproximadamente 10° (figura 27) foram extraídas esporadicamente para calibrar a energia da linha SGM, principalmente antes de realizar medidas após duas quedas de energia que aconteceram no feixe. As varreduras em energia foram simuladas com os dados experimentais obtidos nas medidas em função do ângulo para estimar o desvio em energia. Ficou constatado que a energia variou muito durante as medidas (aprox. 1.1 eV), possivelmente devido ao feixe ter “corrido” relativamente após cada injeção, indicando a instabilidade da linha SGM do LNLS para este tipo de medida. Este fato é muito prejudicial para

medidas de SXRMR pois podem causar desalinhamento do feixe e influenciam muito nas razões de assimetria que são susceptíveis a variações de 0,1 eV.

Utilizou-se para cada varredura em ângulo a correção em energia, definida pela varredura em energia anterior. Com os valores de energia corrigidos, os ajustes das curvas de refletividade em função do ângulo foram refeitos, gerando parâmetros estruturais refinados, que apresentaram pequenas ou nenhuma variação. Os valores estruturais refinados estão dispostos na tabela II.

Tabela II – Valores estruturais médios obtidos nos ajustes realizados através do código DYNA.

	Densidade (mol/cm ³)	Espessura (Å)	Rugosidade (Å)
Ta ₂ O ₅	0,080 ± 0,008	31 ± 2	2 ± 2
Ta	0,097 ± 0,003	6 ± 2	5 ± 2
Fe	0,141 ± 0,002	(49 ± 1) x 10	11 ± 3
MgO	0,089		9 ± 3

4.2.2 Razão de assimetria e perfil magnético em profundidade

Devido à queda de energia, e conseqüentemente, do feixe do anel do LNLS, possíveis variações de energia e desalinhamento do feixe tornaram as medidas de assimetria próximas à borda L₃ inconsistentes, e, portanto, não serão analisadas neste trabalho. Focaremos, então nos ajustes das razões de assimetria próximas à borda L₂.

Ajustes das curvas de razão de assimetria em função do ângulo para as energias 718,1 eV, 719,1 eV e 720,2 eV (figuras 28, 29 e 30 respectivamente) foram feitos de acordo com a equação 2.92, utilizando o código DYNA. [51], fixando os dados estruturais da tabela II, permitindo, pequenas variações dentro da faixa de incerteza e deixando livre os valores dos momentos, mas mantendo fixo a direção dos mesmos na configuração longitudinal. Vale mencionar que os ajustes são longos e a definição de um modelo coerente não é trivial. Para os ajustes da razão de assimetria, a camada de Fe teve que ser dividida em 3 subcamadas para refinar os ajustes e estimar uma aproximação mais fiel aos valores de momento magnético ao longo da camada: (i)

subcamada 1 - interface entre Fe e Ta, (ii) subcamada 2 - centro da camada de Fe e (iii) subcamada 3 - interface entre Fe e o substrato MgO.

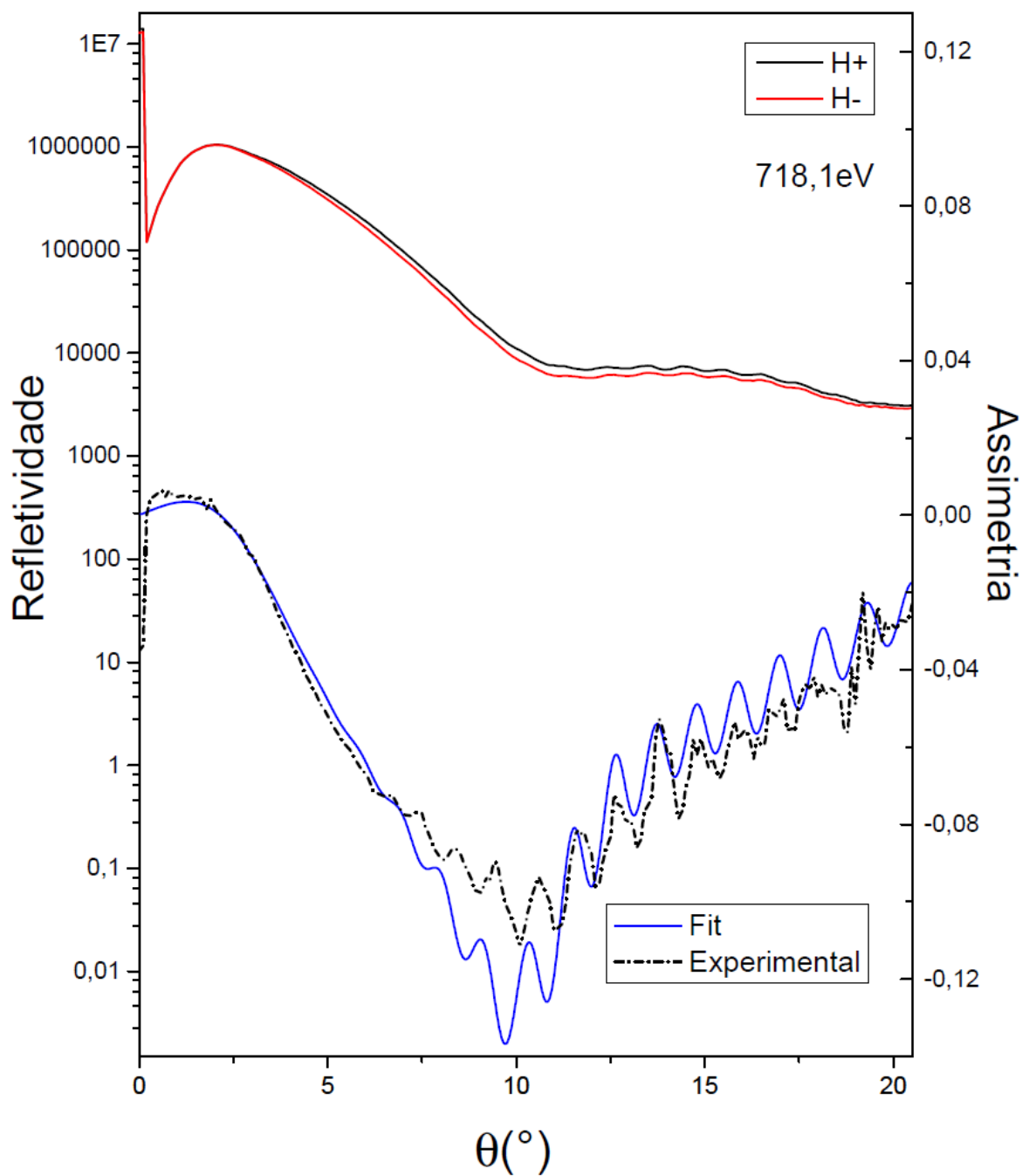


Figura 28 – Curva de SXRMR e a respectiva razão de assimetria R_A da multicamada Fe(50nm)/Ta(2nm) obtidas com polarização C e energia fixa em 718,1 eV.

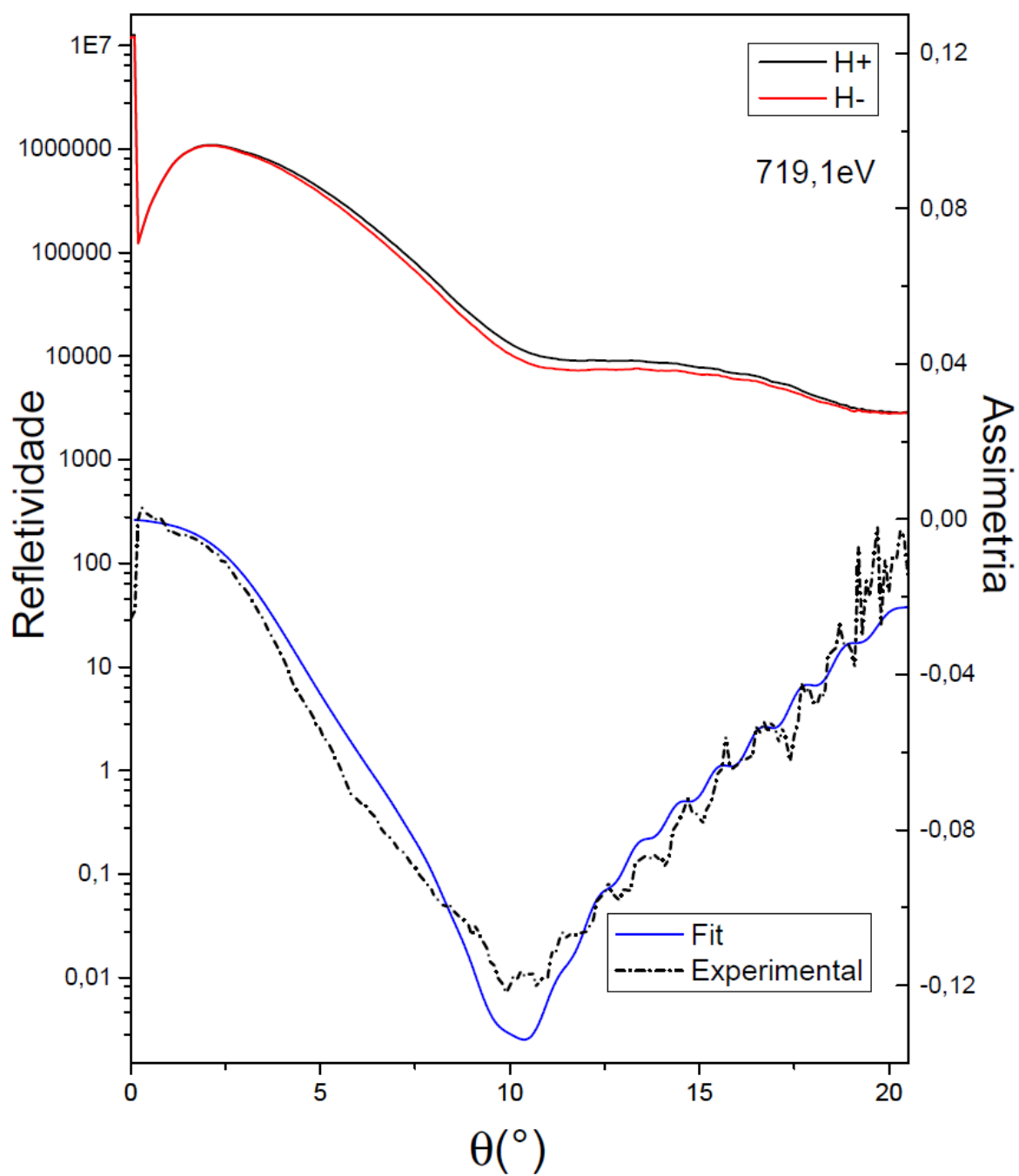


Figura 29 - Curva de SXRMR e a respectiva razão de assimetria R_A da multicamada Fe(50nm)/Ta(2nm) obtidas com polarização C e energia fixa em 719,1 eV.

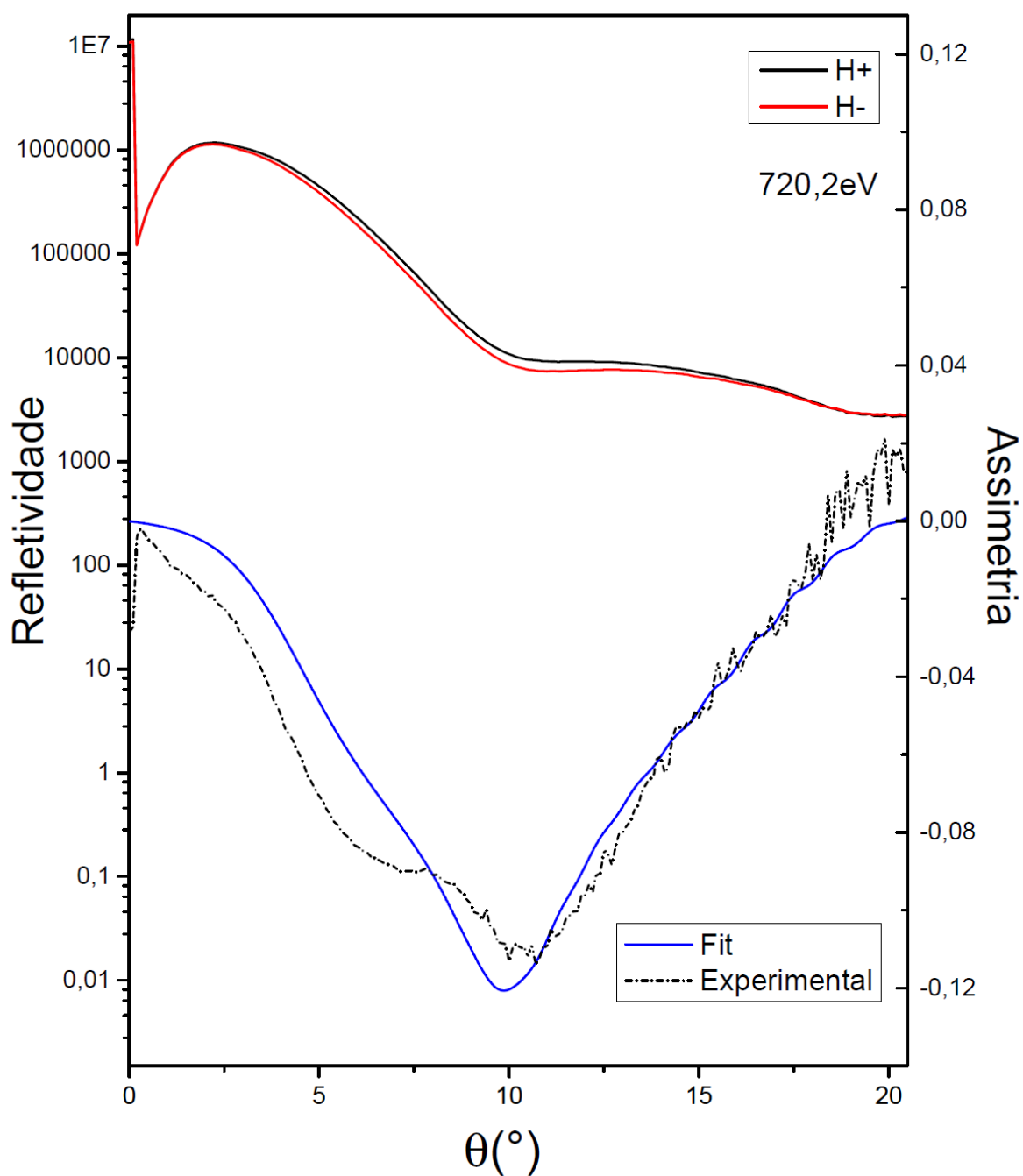


Figura 30 - Curva de SXRMR e a respectiva razão de assimetria R_A da multicamada Fe(50nm)/Ta(2nm) obtidas com polarização C⁻ e energia fixa em 720,2 eV.

Os valores médios obtidos nos ajustes estruturais finais, assim como os momentos magnéticos definidos pelos ajustes da razão de assimetria para as energias 718,1 eV, 719,1 eV e 720,2 eV estão dispostos na tabela III:

Tabela III – Valores médios obtidos nos ajustes do código DYNA para energias fixa em 718,1 eV, 719,1 eV e 720,2 eV.

	Densidade (mol/cm ³)	Espessura (Å)	Rugosidade (Å)	Momento Magnético (μ_B)
Ta ₂ O ₅	0,080 ± 0,008	34 ± 2	6 ± 2	
Ta	0,097 ± 0,003	2 ± 2	2 ± 2	
Fe	0,125 ± 0,002	8 ± 2	7 ± 2	0,6 ± 0,2
Fe	0,138 ± 0,002	408 ± 4		2,2 ± 0,2
Fe	0,134 ± 0,002	58 ± 2		2,8 ± 0,3
MgO	0,089		6 ± 2	

Observa-se uma redução significativa do momento magnético do Fe (em torno de 70%) na região até 8 ± 2 Å distante da interface de Ta (subcamada (i) do Fe), que pode ser atribuída a uma difusão atômica do Ta para dentro do Fe, somado a um processo de momento negativo induzido por hibridização de bandas. Na subcamada (iii), há um aumento de aproximadamente 30% no valor do momento magnético do Fe, que está de acordo com resultados empíricos encontrados anteriormente em multicamadas de Fe/MgO devido a possível hibridização na interface entre camadas [7]. Entretanto, o processo de hibridização de interfaces não influencia geralmente, mais de três camadas atômicas, assim, este aumento para quase 6 nm de Fe, pode estar correlacionado a imprecisão na determinação de densidade, ou houve uma considerável difusão de átomos de Fe no MgO que aumentou o montante de Fe afetado pela hibridização.

É possível inferir que os ajustes das curvas experimentais são aceitáveis (exceto para 720 eV), mas estão um pouco distantes do esperado. Este fato é devido a alguns fatores: (i) não temos como obter o efeito espelho e obter a confiabilidade das razões de assimetria; (ii) a linha SGM não fornece 100% de polarização circular, considerada no código DYNA, o que pode causar flutuações na determinação do momento magnético; (iii) flutuações na faixa de energia do anel síncrotron durante as medidas, comprovadas pela varredura em energia; (iv) desalinhamento do feixe e (v) saturação do background, possivelmente devido ao alinhamento, limitação do difratômetro ou a uma baixa intensidade do feixe que incide na câmara de refletividade e dicroísmo.

5. Conclusão

O tratamento e análise das medidas de refletividade magnética ressonante de raios X moles em função do ângulo (fixando a energia próxima àquelas da borda de absorção L_2 e L_3) e da energia (fixando o ângulo em aproximadamente 10°) realizadas na Câmara de Refletividade e dicroísmo acoplada à linha SGM do Laboratório nacional de Luz Síncrotron possibilitou a determinação dos parâmetros estruturais (densidade, espessura e rugosidade) e do perfil magnético em profundidade da multicamada $MgO(001)/Fe(50nm)/Ta(2nm)$. As espessuras das camadas e suas densidades, estão próximas da nominal, enquanto o momento do Fe sofre um decréscimo de aproximadamente 70% numa faixa de 8 Å próximo à interface Fe/Ta, provavelmente devido a uma difusão do Ta no Fe. Existe também um aumento do momento magnético do Fe de aproximadamente 30%, em 6 nm próximos à região da interface Fe/MgO, provavelmente devido a uma hibridização das bandas na interface. Um aumento de 30% é esperado apenas para 1 nm próximo à interface, a extensão à 6nm não é esperada. Este fato possivelmente é devido a uma imprecisão na determinação da densidade dessa camada, ou houve uma considerável difusão de átomos de Fe no MgO que aumentou o montante de Fe afetado pela hibridização.

Referencias Bibliográficas

- [1] S. S. P. Parkin, C. Kaiser, A. Panchula, P. M. Rice, B. Hughes, M. Samant, and S.-H. Yang, *Nat. Mater.* 3, 862 (2004);
- [2] J. Okabayashi, J. W. Koo, H. Sukegawa, S. Mitani, Y. Takagi, and T. Yokoyama, *Appl. Phys. Lett.* 105, 122408 (2014);
- [3] K. Miyokawa, S. Saito, T. Katayama, T. Saito, T. Kamino, K. Hanashima, Y. Suzuki, K. Mamiya, T. Koide, and S. Yuasa, *Jpn. J. Appl. Phys., Part 2* 44, L9 (2005);
- [4] M. Sicot, S. Andrieu, F. Bertran, and F. Fortuna, *Phys. Rev. B* 72, 144414 (2005)
- [5] C. Li and A. J. Freeman, *Phys. Rev. B* 43, 780 (1991);
- [6] J. I. Beltran, L. Balcells, and C. Martinez-Boubeta, *Phys. Rev. B* 85, 064417 (2012);
- [7] E. Jal, J. B. Kortright, T. Chase, T. Liu, A. X. Gray, P. Shafer, E. Arenholz, P. Xu, J. Jeong, M. G. Samant, S. S. P. Parkin, and H. A. Durr, *Appl. Phys. Lett.* 107, 092404 (2015);
- [8] Y. U. Idzerda, V. Chakarian, and J. W. Freeland, *Phys. Rev. Lett.* **82**, 1562 (1999);
- [9] Macke, S., and E. Goering. "Magnetic Reflectometry of Heterostructures." *Journal of Physics: Condensed Matter*, vol. 26, no. 36, 2014, p. 363201., doi:10.1088/0953-8984/26/36/363201;
- [10] J.-M. Tonnerre, E. Jal, E. Bontempi, N. Jaouen, M. Elzo, S. Grenier, H.L. Meyerheim, and M. Przybylski, *Eur. Phys. J. Special Topics* **208**, 177 (2012);
- [11] Geissler J., Goering E., Justen M., Weigand F., Schütz G, Langer J., Schmitz D., Maletta H. and Mattheis R. 2001 *Phys. Rev. B* 65 020405;
- [12] Seve L. et al 1999 *Phys. Rev. B* 60 9662–74;
- [13] Tonnerre J. M., Seve L., Raoux D., Soullie G., Rodmacq B. and Wolfers P. 1995 *Phys. Rev. Lett.* 75 740–3;
- [14] Lee D. R., Sinha S. K., Haskel D., Choi Y., Lang J. C., Stepanov S. A. and Srajer G. 2003 *Phys. Rev. B* 68 224409;
- [15] Verna A., Davidson B. A., Szeto Y., Petrov A. Y., Mirone A., Giglia A., Mahne N. and Nannarone S 2010 *J. Magn. Mater.* 322 1212–6;
- [16] Meiklejohn W. H. and Bean C. P. 1956 *Phys. Rev.* 102 1413;

- [17] Hwang H. Y., Iwasa Y., Kawasaki M., Keimer B., Nagaosa N. and Tokura Y. 2012 *Nature Mater.* 11 103–13;
- [18] Yamada H., Ogawa Y., Ishii Y., Sato H., Kawasaki M., Akoh H. and Tokura Y. 2004 *Science* 305 646–8;
- [19] Cen C, Thiel S, Mannhart J and Levy J 2009 *Science* 323 1026–30;
- [20] Mannhart J and Schlom D G 2010 *Science* 327 1607–11;
- [21] *Classical Electrodynamics* (3rd ed.), J.D. Jackson, John Wiley & Sons (1999);
- [22] *Elements of modern X-ray Physics*, J. Als-Nielsen, D. McMorrow, Wiley, New York (2001);
- [23] Letícia Gonçalves Nunes Coelho, Tese de Doutorado: Espalhamento Ressonante de Raios X Aplicado ao Estudo de Nano-Estruturas. Universidade Federal de Minas Gerais (2008);
- [24] Cullity, B. (2015). *Elements of X-ray diffraction*. Utgivningsort okänd: Scholar's Choice;
- [25] Hannon J. P., Trammell G. T., Blume M. and Gibbs D. 1988 *Phys. Rev. Lett.* 61 1245–8;
- [26] A. P. Guimaraes, I. S. Oliveira. *Magnetism and Magnetic Resonance in Solids*. Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas (1998);
- [27] B. D. Cullity. *Introduction to Magnetic Materials*. 1a edição. California, Estados Unidos da América: Addison Wesley, 1972;
- [28] O. Eriksson, B. Johansson, R. C. Albers, A. M. Boring, and M. S. S. Brooks, *Phys. Rev. B* 42 (1990) 2707;
- [29] G.Y. Guo, H. Ebert, W. M. Temmmerman and P. J. Durham, *Phys. Rev. B* 50(6) (1994) 3861;
- [30] P. James, O. Erikson, B. Johansson and I. A. Abrikosov, *Phys. Rev. B* 59(1) (1999) 419;
- [31] J. Stohr and Y. Wu, in *New Directions in Research with Third-Generation Soft X-Ray Synchrotron Radiation Sources*, A. S. Schlachter and F. J. Wuilleumier, Eds., Kluwer Academic Publishers, Netherlands, 1994, p. 221;
- [32] J. B. Kortright and Sang-Koog Kim. Resonant Magneto-Optical Properties of Fe near its 2p levels: Measurement and Applications. *Phys. Rev. B*, 62(18) :12216-12228, Nov 2000;

- [33] Valberto Pedruzzi Nascimento, Tese de Doutorado: Estudo das Interfaces Nas Multicamadas NiFe/FeMn/NiFe. Biblioteca do Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas (2005);
- [34] Sciencetopia.net. (2018). Bragg's Law | Sciencetopia. [online] Available at: <https://www.sciencetopia.net/physics/braggs-law> [Accessed 2 Mar. 2018];
- [35] A. Van der Lee, Solid State Sciences 2 (2000) 257;
- [36] Christophe Cowache, These de Docteur: Contribution À L'Étude De La Magnétorésistance Géante Planaire Et Perpendiculaire Dans Les Multicouches Et Alliages Granuleires Magnétiques, CEA – Département de Recherche Fondamentale Sur La Matière Condensée – Université Joseph Fourier Grenoble I – Grenoble – France;
- [37] Psec.uchicago.edu. (n.d.). Introduction of X-ray Reflectivity. [online] Disponível em: http://psec.uchicago.edu/blogs/photocathode_development/wp-content/uploads/2013/03/Introduction-of-X-ray-Reflectivity11.pdf [Acessado em 8 Mar. 2018];
- [38] Alexandre Mello de Paula Silva, Tese de Mestrado: Instrumentação Para Produção e Caracterização de Filmes Finos Nanoestruturados, Biblioteca do Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas (2002);
- [39] L. G. Parrat, Phys. Rev. 95 (1954) 359;
- [40] D. Bahr, W. Press, R. Jevasinski and S. Mantl, Phys. Rev. B 47 (1993) 4385;
- [41] Merino, I.L.C., Fenômenos de Exchange Bias e Exchange Spring em Tricamadas NiFe/IrMn/Co: A Influência da Textura Cristalográfica da camada IrMn, 2013;
- [42] J. M. Tonnerre, L. Sève, D. Raoux, G. Soullié, B. Rodmacq e P. Wolfers. Soft X-Ray Resonant Magnetic Scattering from a Magnetically Coupled Ag/Ni Multilayer. Phys. Rev. Lett., 75, 740-743 (1995);
- [43] Z. Q. Qiu and S. D. Bader. Surface Magneto-Optic Kerr Effect, Review of Scientific Instruments, 71(3) :1243, 2000;
- [44] J. Zak, E. R. Moog, C. Liu, and S. D. Bader. Magneto-Optics of Multilayers with Arbitrary Magnetization Directions. Phys. Rev. B, 43(8) :6423-6429, Mar 1991;
- [45] X. S. Wu, Q. S. Bie, Z. S. Lin, A. Hu, H. R. Zhai and S. S. Jiang, Modern Physics Letters 13 (1999) 325;

- [46] Alisson Carlos Krohling, Dissertação de Mestrado: Anisotropia Unidirecional anômala induzida em bicamadas NiFe/IrMn. Universidade Federal do Espírito Santo (2015);
- [47] A. Y. Takeuchi. Técnicas de Medidas Magnéticas. 1a edição. Rio de Janeiro, Brasil: Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas-CBPF, 2010;
- [48] J. Stöhr, Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena 75 (1995) 253;
- [49] “UVX” LNLS - Laboratório Nacional De Luz Síncroton, www.lnls.cnpem.br/linhas-de-luz/sgm/overview/. [Acessado em 12 Fev. 2018];
- [50] Emmanuelle JAL, These de Docteur: Réflectivité Magnétique Résonante de rayons X mous : une sonde de la distribution d'aimantation complexe au sein de films minces, Institut Néel/Ecole doctorale de physique de Grenoble/Université de Grenoble – Grenoble – França ;
- [51] M. Elzo, et al., J. Magn. Magn. 324(2) (2012) 105.