

Universidade de São Paulo
Instituto de Física

**PROCESSAMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE FILMES
FINOS DE LIGAS TERNÁRIAS DE CoCrTa E CoCrPt.**

Jeroen Schoenmaker

Orientadora: Profa. Dra. Ivette Frida Cymbaum Oppenheim



DISSERTAÇÃO apresentada ao Instituto de Física da Universidade de São Paulo como parte dos pré-requisitos para obtenção do título de Mestre em Ciências.

Comissão Examinadora:

Profa. Dra. Ivette Frida Cymbaum Oppenheim (IFUSP)

Prof. Dr. Frank Patrick Missell (IFUSP)

Prof. Dr. Carlos Alberto Achete (UFRJ)

São Paulo

Prof. Armando Corbani Ferraz
Presidente da Comissão de Pós Graduação

2001

SBI-IFUSP



305M810T3505

data da defesa 25/03/01

530.417
5364p
M
ex.1

FICHA CATALOGRÁFICA

Preparada pelo Serviço de Biblioteca e Informação
do Instituto de Física da Universidade de São Paulo

Schoenmaker, Jeroen

Processamento e Caracterização de Filmes Finos de
Ligas Ternárias de CoCrTa e CoCrPt.
São Paulo, 2001.

Dissertação (Mestrado) - Universidade de São Paulo.
Instituto de Física – Departamento de Física dos Materiais
e Mecânica

Orientador: Profa. Dra. Ivette Frida C. Oppenheim
Área de Concentração: Física do Estado Sólido

Unitermos: 1. Filmes Finos;
2. Gravação Magnética Digital;
3. Sputtering; 4. CoCrTa e CoCrPt.

USP/IF/SBI-017/2001

Aos meus pais

e

à Nathalie

"Hold it now...
wait a minute...
come on... whew..."

Just let me catch my breath...
I've heard the promises
I've seen the mistakes
I've had my fair share of tough breaks
I need a new voice, a new law, a new way
Take the time, reevaluate
It's time to pick up the pieces,
Go back to square one
I think it's time for a change

There is something that I feel
To be something that is real
I feel the heat within my mind
And craft new changes with my eyes
Giving freely wandering promises
A place with decisions I'll fashion
I won't waste another breath

**You can feel the waves coming on
(It's time to take the time)
Let them destroy you or carry you on
(It's time to take the time)
You're fighting the weight of the world
But no one can save you this time
Close your eyes
You can find all you need in your mind**

The unbroken spirit
Obscured and disquiet
Finds clearness this trial demands
And at the end of this day sighs an anxious
relief
For the fortune lies still in his hands

If there's a pensive fear, a wasted year
A man must learn to cope
If his obsession's real,
Suppression that he feels must turn to hope

**Life is no more assuring than love
(It's time to take the time)
There are no answers from voices above
(It's time to take the time)
You're fighting the weight of the world
And no one can save you this time
Close your eyes
You can find all that you need in your
mind**

I close my eyes
And feel the water rise around me
Drown in the beat of time
Let my senses fall away
I can see much clearer now, I'm blind

"Adesso che ho perso la vista
ci vedo meglio e di piu."

**You can feel the waves coming on
(It's time to take the time)
Let them destroy you or carry you on
(It's time to take the time)
You're fighting the weight of the world
But no one can save you this time
Close your eyes
You can find all you need in your mind**

Find all you need in your mind
If you take the time
Find all you need in your mind
If you take the time

"Take The Time"
- Dream Theater -

Agradecimentos

À FAPESP pelo suporte financeiro.

Aos meus pais e amigos, pelo apoio e companheirismo, mesmo nos momentos mais difíceis.

Ao Toninho, pelo imenso apoio à mim a ao meu trabalho.

Ao Frank, Hercílio, Toninho, Carmem e Valquíria, pelo apoio e receptividade no Laboratório de Materiais Magnéticos.

À Márcia Fantini, Fernando, Sérgio, Marcelo, Renato, Daniel Cornejo, pelas discussões que ajudaram a enriquecer este trabalho.

Ao Iran, Enza, pela competência para resolver problemas burocráticos.

À Profa. Dra Ivette Oppenheim, pela oportunidade.

Ao pessoal do LAMFI, onde foram realizadas as medidas de RBS dos filmes deste trabalho.

Ao pessoal do LCT-EPUSP, onde foram realizadas as medidas de XRD das amostras.

Ao pessoal do CTI, onde foram cortados os substratos utilizados neste trabalho.

Aos membros da Comissão de Pós-Graduação, em especial o Prof. Armando Corbani Ferraz e o Prof. Luís A. Sartorelli, ao Frank, ao Toninho e ao Hercílio, que me ajudaram na conclusão deste trabalho.

Resumo

Estudamos filmes finos de CoCr, CoCrTa e CoCrPt depositados por *sputtering*. Obtivemos a anisotropia magnética longitudinal destes filmes por meio da deposição de uma subcamada de Cr com textura Cr{200}. No início do projeto, estudamos filmes de Cr e obtivemos os parâmetros de deposição que maximizam a textura Cr{200}. Em seguida, estudamos as propriedades magnéticas e estruturais dos filmes a base de CoCr. A espessura e a composição dos filmes foram determinadas por Espectrometria de Retroespalhamento de Rutherford (RBS), a análise estrutural foi obtida por difração de raio-X (XRD), e as propriedades magnéticas foram determinadas a partir de curvas de histerese e de remanência, obtidas por Magnetometria de Amostra Vibrante (VSM) e Magnetometria por SQUID.

Em geral, os filmes de CoCrTa não apresentaram picos de difração de raio-X, enquanto que os filmes de CoCr e CoCrPt apresentaram apenas o pico referente a textura Co{11 $\bar{2}$ 0}, que determina a anisotropia longitudinal. A largura dos picos de difração indicaram que a fase cristalina destes filmes é composta por cristalitos pequenos (~ nm) sugerindo uma alta incidência de defeitos cristalográficos. Nas amostras da série de CoCrPt onde variamos sistematicamente a quantidade de Pt na composição da liga magnética, observamos, além da textura Co{11 $\bar{2}$ 0}, as texturas Co{0002} e Co{10 $\bar{1}$ 0}. Analisamos as posições dos picos de difração referentes a estas texturas e verificamos que os parâmetros de rede *a* e *c* da estrutura *hcp* da camada magnética aumentam com o acréscimo de Pt na composição da liga. As incertezas experimentais não permitiram obter uma conclusão sobre um aumento da razão *c/a*, mencionada na literatura como sendo a razão do aumento da coercividade dos filmes de CoCrPt em relação aos filmes de CoCr.

Dos resultados magnéticos, verificamos que as amostras de CoCrPt apresentaram os maiores valores de campo coercivo H_c , quadratura *S*, magnetização remanente de saturação M_r , magnetização de saturação M_s e quadratura coerciva S^* . Porém, os resultados estruturais indicaram que, no nosso caso, a melhora das propriedades magnéticas com a adição da Pt na liga de CoCr não se deve ao aumento da anisotropia magnetocristalina, como sugere a literatura. As amostras de CoCrPt se mostraram mais fortemente dependentes dos parâmetros de deposição. Verificamos que a composição da camada magnética é o parâmetro de deposição que mais influencia nas propriedades magnéticas nas amostras. Notamos que o acréscimo de Pt na liga aumenta os valores de M_s e M_r das amostras, enquanto que o acréscimo de Ta na liga diminui os valores de M_s e M_r .

Dentre as amostras submetidas a medidas de curvas de remanência, as derivadas dI/dH e dIr/dH indicaram a presença da fase *fcc* na camada magnética, sendo esta hipótese reforçada pela alta incidência de defeitos cristalográficos sugerida pelos difratogramas de raio-X. As curvas de ΔM obtidas para as amostras se mostraram semelhantes e indicaram fracas interações dipolares entre os grãos do filme magnético. As curvas de ΔM e as curvas dI/dH e dIr/dH apresentaram uma estrutura de duplo pico, provavelmente relacionada com a fase *fcc* presente na camada magnética das amostras.

Abstract

We studied CoCr, CoCrTa and CoCrPt thin films deposited by *sputtering*. The longitudinal magnetic anisotropy was obtained with a Cr{200} induced underlayer. At the beginning of the project, we studied Cr thin films and we obtained the deposition parameters that maximize the Cr{200} texture. Afterwards, we studied the magnetic and structural properties of CoCr based thin films. The composition and thickness of the films were determined with Rutherford Backscattering Spectrometry (RBS), the structural analysis was performed with X-ray diffraction (XRD) and the magnetic properties were determined from the hysteresis and remanence curves, obtained with Vibrating Sample Magnetometer (VSM) and Superconducting QUantum Interference Device (SQUID).

In general, CoCrTa thin films did not show X-ray diffraction peaks, while CoCr and CoCrPt thin films showed only Co{11 $\bar{2}$ 0} texture, which determines the longitudinal magnetic anisotropy. The width of the diffraction peaks indicated that the crystalline phase of those films is composed of small crystallites (\sim nm) suggesting a high incidence of crystallographic defects. In the CoCrPt samples where we varied systematically the amount of Pt in the magnetic film composition, we observed, in addition to the Co{11 $\bar{2}$ 0} texture, the Co{0002} and Co{10 $\bar{1}$ 0} textures. We analyzed the X-ray diffraction peak positions of those textures and we verified that the *hcp* lattice parameters *a* and *c* of the magnetic layer increase with the inclusion of Pt in the magnetic alloy composition. The experimental uncertainties make difficult any conclusion about the *c/a* ratio enhancement, mentioned in the literature as the reason for the CoCrPt magnetic properties improvement

From the magnetic results, we verified that the CoCrPt samples showed the highest values of coercive field H_c , squareness *S*, saturation remanent magnetization M_r , saturation magnetization M_s , and coercive squareness S^* . However, the structural results indicated that, in our case, the enhancement of magnetic properties with the addition of Pt to the CoCr alloy is not due to the magnetocrystalline anisotropy increase, as suggested in the literature. The magnetic properties of the CoCrPt samples showed stronger dependence on the deposition parameters. We verified that the composition of the magnetic layer is the deposition parameter that most influences the magnetic properties of the samples. We noted that the increase in the amount of Pt in the composition of the magnetic layer improves the M_r and M_s values of the samples. The opposite occurs when the amount of Ta is increased in the magnetic alloy.

For the samples used for remanence curve measurements, the derivatives dId/dH and dIr/dH , indicated the presence of the *fcc* phase in the magnetic layer, that assumption being reinforced by the high incidence of crystallographic defects, suggested by the X-ray diffraction results. The ΔM curves showed almost the same behavior and indicated small dipolar interactions between the magnetic film grains. The ΔM curves and the dId/dH and dIr/dH curves showed a double peak structure, probably related with the *fcc* phase of the sample's magnetic layer.

ÍNDICE

	Página
1- INTRODUÇÃO	1
1.1 – Tipos de Magnetismo	2
1.1a - Diamagnetismo	3
1.1b - Paramagnetismo	4
1.1c - Ferromagnetismo	5
1.2 – Curvas de Histerese	7
1.3 – Anisotropias Magnéticas	9
1.3a – Anisotropia de Forma	9
1.3b – Anisotropia Magnetocristalina	10
2 – GRAVAÇÃO MAGNÉTICA DIGITAL COM ANISOTROPIA LONGITUDINAL	12
2.1 – A Subcamada de Cr	12
2.2 – Evolução Histórica da Gravação Magnética Digital	16
2.3 – Princípios Básicos da Gravação Magnética Digital	18
2.4 – Ruído na Gravação Magnética Digital com Anisotropia Longitudinal	25
3 – MÉTODOS DE PRODUÇÃO E ANÁLISE DE FILMES FINOS	34
3.1 – Deposição por <i>Sputtering</i>	34
3.2 – Espectometria de Retroespalhamento de Rutherford	38
3.3 – Difração de Raio-X	42
3.4 – Magnetometria por Amostra Vibrante	46
3.5 – Magnetometria por SQUID	48
4- RESULTADOS EXPERIMENTAIS	50
4.1 – Descrição das Amostras Produzidas	52
4.2 – Análise da Subcamada de Cr	56
4.3 – Propriedades Cristalográficas	61
4.4 – Estudo dos Filmes Magnéticos	70
4.4a – Descrição das Medidas de Histerese e de Remanência	71

	<i>Índice</i>
4.4b – Análise das Propriedades Magnéticas	78
4.4c – Resultados do SQUID	92
5 - CONCLUSÕES	103
6 - REFERÊNCIAS	107
APÊNDICE 1	116

Lista de Tabelas

		Página
Tabela 2.1:	Parâmetros típicos das mídias atuais	24
Tabela 4.1:	Composição e espessura das camadas que compõem as amostras de CoCr.	53
Tabela 4.2:	Composição e espessura das amostras dos filmes de CoCrPt. Nas séries 2A e 2B temos, respectivamente, a variação da fração de Co e de Pt na liga.	53
Tabela 4.3:	Composição e espessura das amostras dos filmes de CoCrTa. Nas séries 3A e 3B temos, respectivamente, a variação da fração de Co e de Ta na liga.	54
Tabela 4.4:	Regras composicionais das séries 1A, 2A, 3A, 2B e 3B. A regra composicional das séries 2A e 3A foram produzidas de forma a manter constante as proporções atômicas entre o Cr e o Ta e entre o Cr e a Pt presentes no filme magnético, respectivamente.	54
Tabela 4.5:	Reflexões apresentadas pelos filmes estudados e seus respectivos ângulos de difração.	61
Tabela 4.6:	Possíveis reflexões da fase <i>fcc</i> da camada magnética apresentada pelas amostras.	64
Tabela 4.7:	Comparação entre os parâmetros de rede <i>a</i> e <i>c</i> da estrutura <i>hcp</i> do Co puro e da liga $\text{Co}_{70.5}\text{Cr}_{13.7}\text{Pt}_{15.8}$.	68
Tabela 4.8:	Composição H_c , M_s , M_r e S de filmes de CoCr. Nesta série, variamos a composição.	74
Tabela 4.9:	Composição H_c , M_s , M_r e S das séries de filmes de CoCrPt. Nas séries 2A e 2B temos, respectivamente, a variação da fração de Co e de Pt na liga.	74
Tabela 4.10:	Composição, H_c , M_s , M_r e S das séries de filmes de CoCrTa. Nas séries 3A e 3B temos, respectivamente, a variação da fração de Co e de Ta na liga.	75
Tabela 4.11:	Valores de S^* , H_r e H'_r obtidos a partir das curvas de remanência I_d e I_r .	76
Tabela A.1:	Composição e espessura das amostras dos filmes de CoCrPt das séries 2C e 2D, onde temos, respectivamente, a variação dos parâmetros de deposição T_s e P_a da liga magnética.	116
Tabela A.2:	Composição, H_c , M_s , M_r e S das séries 2C e 2D (CoCrPt).	116
Tabela A.3:	Composição e espessura das amostras dos filmes de CoCrTa das séries 3C e 3D, onde temos, respectivamente, a variação dos parâmetros de deposição T_s e P_a da liga magnética.	117
Tabela A.4:	Composição, H_c , M_s , M_r e S das séries 3C e 3D (CoCrTa).	117

Lista de Figuras

	Página
Figura 1.1: Efeito de um campo magnético H sobre um momento magnético orbital μ . [Cul72]	4
Figura 1.2: Curva de histerese de uma amostra ferromagnética. Os valores de M_s , M_r e H_c estão indicados na curva externa.	8
Figura 1.3: Representação de uma amostra no formato de um esferóide prolato com eixos de simetria a e c .	9
Figura 2.1: Estruturas do Cr e da liga CoCrX ($X = \text{Ta}$ ou Pt), com as possíveis epitaxias [O'Han00].	13
Figura 2.2: Diagrama mostrando o avanço na densidade de gravação magnética ao longo dos anos [O'Han00].	17
Figura 2.3: Representação esquemática do processo de gravação (e leitura) magnética digital com anisotropia longitudinal [O'Han00].	18
Figura 2.4: Esquema comparativo entre as interações magnetostáticas entre bits gravados em mídia com anisotropia longitudinal e perpendicular.	19
Figura 2.5: Estrutura das mídias atuais utilizadas para gravação magnética longitudinal.	23
Figura 2.6: Distribuição de volume de ativação para duas amostras com diferentes porções da fase fcc da camada magnética. A porção da fase fcc é de $8 \pm 1\%$ para a amostra C2 e $17 \pm 2\%$ para a amostra C1 que possui uma dupla distribuição de volumes de ativação [Dov99].	24
Figura 2.7: Seção transversal de uma distribuição de grãos numa mídia magnética em duas situações: a) próxima do real e b) próximo do ideal. Os vetores indicam o sentido da magnetização. Na situação a) temos a presença de grãos grandes demais e pequenos demais, além das interações intergranulares. Estes fatores prejudicam a definição da transição entre duas regiões magnetizadas em sentidos opostos. Na situação b) estes fatores não estão presentes, e a transição formada é mais abrupta e definida.	26
Figura 2.8: Distribuições de tamanho de grão (energia de reversão magnética). As linhas cheias representam duas distribuições com médias diferentes de tamanho de grão. A linha pontilhada representa a distribuição ideal [O'Gra99].	28
Figura 2.9: Curvas de remanência I_d e I_r da amostra 1A-5. No gráfico inserido estão as derivadas dI_d/dH e dI_r/dH .	31
Figura 2.10: As Curvas de remanência I_d e I_r com seus respectivos valores de H_r e H'_r indicados.	32
Figura 3.1: Representação esquemática do sistema de <i>sputtering</i> utilizado no LMM.	34

	Página
Figura 3.2: Esquema do canhão ("gun") utilizado no sistema <i>Magnetron Sputtering</i> .	36
Figura 3.3: Diagrama de um aparato experimental típico para medidas de Retroespalhamento Rutherford.	38
Figura 3.4: Espectro experimental e simulado da amostra 2A-4.	41
Figura 3.5: Diagrama esquemático da configuração experimental para medidas de XRD pelo método da difratometria de pó com varredura θ - 2θ . Esta configuração é muito comum para a análise de filmes finos, onde a fonte de raios-X e o detetor se mantêm sempre num ângulo θ em relação ao plano do filme.	43
Figura 3.6: Diagrama esquemático da cela unitária da estrutura <i>bcc</i> . Os dois átomos em preto constituem a estrutura que se repete com parâmetro a , formando a rede cristalina <i>bcc</i> . Os átomos cinza pertencem a rede <i>sc</i> do átomo da base que se encontra na origem.	44
Figura 3.7: Esquema do Magnetômetro de Amostra Vibrante.	47
Figura 3.8: Diagrama esquemático do equipamento SQUID utilizado neste trabalho.	49
Figura 4.1: Estrutura das amostras produzidas.	52
Figura 4.2: Difratoograma do substrato e da amostra 352, que foi produzida com os parâmetros de processamento ($T_s = 350^\circ\text{C}$, $P_a = 1.1$ mTorr, $t_x = 0.20$ nm/s e $E = 100$ nm) que determinam a textura Cr{200} maximizada.	57
Figura 4.3: Difratoogramas de filmes de Cr produzidos com diferentes valores de T_s e P_a . A textura Cr{200} aparece maximizada para $T_s = 350^\circ\text{C}$ e $P_a = 1.1$ mTorr. Todas as amostras dessa série foram produzidas com $t_x = 0.20$ nm/s e $E = 100$ nm.	58
Figura 4.4: Filmes de Cr produzidos com espessuras de 60, 75, 100 e 130 nm. Observe que o filme com 100 nm apresenta a textura Cr{200} maximizada. Os demais parâmetros de deposição utilizados nesta série são: $T_s = 350^\circ\text{C}$, $P_a = 1.1$ mTorr e $t_x = 0.20$ nm/s.	59
Figura 4.5: Filmes de Cr produzidos com taxas de deposição de 0.10, 0.20 e 0.30 nm/s. Observe que o filme com $t_x = 0.20$ nm/s apresenta a textura Cr{200} maximizada. Os demais parâmetros de deposição utilizados nesta série são: $T_s = 350^\circ\text{C}$, $P_a = 1.1$ mTorr e $E = 100$ nm.	60
Figura 4.6: Difratoogramas de raio-X das amostras amostras 1A-5, 2A-1, 3A-2 e do substrato.	62
Figura 4.7: Difratoograma das amostras 3A-1 e 3B-3 onde o difratograma do substrato foi subtraído.	63
Figura 4.8: Evolução das diferentes texturas das amostras da série 2B.	65
Figura 4.9: Difratoogramas das amostras 2B-2 e 2B-7 com o sinal do substrato subtraído.	66

	Página
Figura 4.10: Evolução do ângulo de difração das texturas da camada magnética das amostras da série 2B em função da quantidade de Pt em sua composição.	67
Figura 4.11: Distância entre os átomos nos planos (200) do Cr, $(11\bar{2}0)$ do Co e $(11\bar{2}0)$ da liga de $\text{Co}_{70.5}\text{Cr}_{13.7}\text{Pt}_{15.8}$	68
Figura 4.12: Curva de histerese da amostra 2D-3 sem a subtração do sinal do sistema substrato + porta amostra.	72
Figura 4.13: Sinal magnético medido para o sistema substrato + porta-amostra (curva preta). A curva experimental foi ajustada por um polinômio de terceiro grau (curva vermelha).	72
Figura 4.14: Curva de histerese correspondente ao filme magnético da amostra 2D-3. Ela foi obtida da subtração do polinômio ajustado ao sinal do sistema substrato + porta amostra (Fig. 4.13) da curva de histerese original (Fig. 4.12).	73
Figura 4.15: (a) Posicionamento da pinça que segura o substrato em relação à direção de chegada dos átomos. (b) Representação da área depositada sobre o substrato.	73
Figura 4.16: Comportamento de H_c das amostras das séries 2B (em preto, onde X se refere a Pt) e 3B (em verde onde X se refere ao Ta) em função da composição da camada magnética.	79
Figura 4.17: Valores de H_c , H_r e H'_r em função da porcentagem de Co na liga magnética para as amostras das séries 1A (CoCr), 2A (CoCrPt) e 3A (CoCrTa). Os pontos verdes representam as amostras de CoCrTa, os pontos pretos representam as amostras de CoCrPt e os pontos vermelhos representam as amostras de CoCr. Os valores de H'_r estão representados por triângulos, de H_r por quadrados e de H_c por círculos.	79
Figura 4.18: Comportamento de M_s (quadrado) e M_r (círculo) das séries 2B (preto) e 3B (verde) em função da composição da camada magnética.	81
Figura 4.19: M_s (quadrados abertos) e M_r (quadrados fechados) das amostras das séries 1A (vermelho), 2A (preto) e 3A (verde).	82
Figura 4.20: Comportamento de S das séries 2B (quadrado preto) e 3B (círculo verde) em função da composição da camada magnética.	82
Figura 4.21: Valores de S em função da quantidade de Co da liga magnética das amostras das séries 1A (vermelho), 2A (preto) e 3A (verde).	83
Figura 4.22: Valores de S^* em função da quantidade de Co da liga magnética das amostras das séries 1A (vermelho), 2A (preto) e 3A (verde).	84
Figura 4.23: Curvas de ΔM para amostras das série 1A.	85
Figura 4.24: Curvas de ΔM para amostras das série 2A.	85

	Página
Figura 4.25: Curvas de ΔM para amostras das série 3A.	86
Figura 4.26: Representação dos valores de ΔM como sendo a subtração das curvas normalizadas I_d e $I - 2I_r$. Neste caso, temos valores negativos de ΔM	87
Figura 4.27: Curvas dI_d/dH e dI_r/dH das amostras 1A-5, 2A-4 e 3A-4.	89
Figura 4.28: Relação entre o valor máximo de dI_d/dH e M_r para as amostras das séries 1A, 2A e 3A.	90
Figura 4.29: Relação entre o valor da largura de distribuição gaussiana de coercividades w e M_r para as amostras das séries 1A, 2A e 3A.	91
Figura 4.30: Curvas de remanência I_d das amostras 2A-1 e 2A-5. Observe que o aumento da quantidade de Co na liga magnética provoca tanto o aumento do valor de M_r quanto a diminuição da largura de distribuição de coercividades dos grãos magnéticos que fazem parte do filme.	91
Figura 4.31: Curvas de remanência I_r (círculos vermelhos), I_d (círculos azuis), dI_d/dH e dI_r/dH (gráfico inserido, círculos azuis e vermelhos respectivamente) da amostra 3B-4 obtidas com SQUID.	92
Figura 4.32: Curvas I_r (círculos vermelhos), I_d (círculos azuis), e no gráfico inserido, dI_d/dH e dI_r/dH (círculos azuis e vermelhos respectivamente) da amostra 3B-4 obtidas com o VSM.	94
Figura 4.33: (a) Curva dI_r/dH obtida para a amostra 3B-4 com o VSM (preto) e com o SQUID (vermelho). (b) Curva dI_d/dH obtida para a amostra 3B-4 com o VSM (preto) e com o SQUID (vermelho).	95
Figura 4.34: Curvas de ΔM da amostra 3B-4 determinadas com VSM (pontos pretos e ajuste em vermelho), e com SQUID (curva azul).	96
Figura 4.35: Curvas de remanência I_r (círculos vermelhos), I_d (círculos azuis), dI_d/dH e dI_r/dH (gráfico inserido, círculos azuis e vermelhos respectivamente) da amostra 2A-2 obtidas com SQUID.	97
Figura 4.36: (a) Curva dI_r/dH obtida para a amostra 2A-2 com o VSM (preto) e com o SQUID (vermelho). (b) Curva dI_d/dH obtida para a amostra 2A-2 com o VSM (preto) e com o SQUID (vermelho).	98
Figura 4.37: Curvas de ΔM da amostra 2A-2 determinadas com o VSM (pontos pretos e ajuste em vermelho) e com o SQUID (curva azul).	99
Figura 4.38: Curvas de remanência I_r (círculos vermelhos), I_d (círculos azuis), dI_d/dH e dI_r/dH (gráfico inserido, círculos azuis e vermelhos respectivamente) da amostra 3A-1 obtidas com SQUID.	100

- | | Página |
|--|---------------|
| Figura 4.39: (a) Curva dI_r/dH obtida para a amostra 3A-1 com o VSM (preto) e com o SQUID (vermelho). (b) Curva dI_d/dH obtida para a amostra 3A-1 com o VSM (preto) e com o SQUID (vermelho). | 100 |
| Figura 4.40: Curvas de ΔM da amostra 3A-1 determinadas com o VSM (pontos pretos e ajuste em vermelho) e com o SQUID (curva azul). | 101 |
| Figura 4.41: Derivadas das curvas de remanência de amostras de CoCrPt com diferentes porções da fase <i>fcc</i> da camada magnética. A porção da fase <i>fcc</i> é de 17% para a amostra C1 e 8% para a amostra C2 [Dov99]. | 102 |

Símbolos

E	Espessura do filme
H_c	Campo coercivo
H_r	Coercividade remanente
H'_r	Ponto de meia saturação de $I_r(H)$
I_d	Curva de desmagnetização dc
I_r	Curva de magnetização isotérmica
m_s	Momento de saturação
m_r	Momento remanente de saturação
M_s	Magnetização de saturação
M_r	Magnetização remanente de saturação
S	Quadratura (M_r/M_s)
S*	Quadratura Coerciva
P_a	Pressão de Argônio na câmara de deposição
T_s	Temperatura do substrato
t_x	Taxa de deposição

1 – Introdução

A indústria de dispositivos de armazenamento de dados tem investido maciçamente no desenvolvimento de filmes finos a base de CoCr para a obtenção de maiores densidades de informação em sistemas de gravação magnética digital. Sabe-se que atualmente são utilizadas ligas quaternárias CoCrXY (X, Y = Pt, Ta, B) depositadas por *sputtering* [Wel00]. Tratam-se de filmes policristalinos cujas propriedades estruturais são fortemente dependentes dos parâmetros de deposição. As propriedades magnéticas relevantes para a tecnologia de gravação magnética são, por sua vez, fortemente dependentes das propriedades estruturais dos filmes finos.

Neste projeto, estudamos propriedades magnéticas e estruturais de filmes finos de CoCrTa e CoCrPt com anisotropia longitudinal. As propriedades magnéticas foram obtidas a partir das curvas de histerese e de remanência. Das curvas de histerese obtivemos os parâmetros campo coercivo, magnetização de saturação, magnetização remanente de saturação e quadratura. Das curvas de remanência, obtivemos a quadratura coerciva e os parâmetros relacionados com as interações entre os grãos que compõem o filme magnético. O objetivo deste trabalho foi relacionar propriedades magnéticas com as propriedades estruturais obtidas por difração de raio-X. Verificamos também a influência de diferentes parâmetros de deposição nas propriedades dos filmes magnéticos e a influência da adição dos elementos Ta e Pt à liga de CoCr nas propriedades magnéticas e estruturais.

Neste capítulo introdutório, apresentamos (Seção 1.1) uma definição qualitativa sobre os tipos de magnetismo (diamagnetismo, paramagnetismo e ferromagnetismo) presentes nos estudos deste projeto. Na Seção 1.2 tratamos sobre as curvas de histerese e os parâmetros que podem ser obtidos a partir dela. Na Seção 1.3, tratamos brevemente sobre as anisotropias magnetocristalina e de forma.

No Capítulo 2 temos uma revisão bibliográfica a respeito da tecnologia de gravação magnética digital com anisotropia longitudinal. O objetivo do Capítulo 2 foi descrever a evolução dessa tecnologia, chegando ao panorama atual. Descrevemos as técnicas utilizadas na produção e as características estruturais e magnéticas das mídias fabricadas pela indústria recentemente. Descrevemos também os processos de leitura e

gravação das informações na mídia, e os aspectos físicos que determinam os principais obstáculos para a obtenção de maiores densidades de informações gravadas.

No capítulo 3, temos uma breve descrição das técnicas utilizadas para a fabricação das amostras (*sputtering*), determinação da espessuras dos filmes e suas composições (RBS), determinação de suas propriedades estruturais (XRD) e determinação de suas propriedades magnéticas (VSM e SQUID).

No Capítulo 4 temos a descrição de todo o procedimento experimental. Iniciamos o capítulo com a descrição das amostras produzidas. Em seguida descrevemos brevemente os estudos feitos em filmes de Cr para a obtenção da textura Cr{200}. Estes foram os estudos iniciais do projeto, pois a deposição de uma subcamada de Cr é o principal mecanismo para a obtenção da anisotropia longitudinal dos filmes finos a base de CoCr. Prosseguimos com a análise das propriedades cristalográficas das amostras. Verificamos qualitativamente a texturização e o tamanho dos cristalitos apresentado pelas amostras, além de avaliarmos as alterações nos parâmetros de rede causados pela introdução de Pt e Ta na estrutura *hcp* do filme de CoCr. A apresentação dos resultados magnéticos começou com uma descrição dos métodos utilizados para a obtenção das curvas de histerese e de remanência. Em seguida, discutimos os resultados magnéticos sempre buscando a relação destes com as propriedades estruturais e com os resultados reportados na literatura.

As conclusões e sugestões para futuros trabalhos estão descritos no Capítulo 5.

1.1 – Tipos de Magnetismo¹

Quando submetidos a um campo magnético, diferentes materiais podem reagir de diferentes formas. O comportamento dos materiais com a aplicação de um campo magnético depende principalmente do momento magnético dos átomos que constituem o material e da maneira com que os momentos interagem entre si. Todas as propriedades magnéticas dos átomos provém do movimento dos elétrons. O núcleo dos átomos possui momento magnético, mas é desprezível diante do momento magnético gerado pelos

¹ Maiores detalhes sobre os tipos de magnetismo tratados aqui podem ser obtidos nas referências [Cul72, O' Han00]

elétrons. Estes últimos, executam dois tipos de movimento ao redor do núcleo: orbital e spin. Pode ser provado que tanto o movimento orbital (órbita fundamental de Bohr) quanto o de spin do elétron geram um valor fixo de momento magnético denominado magneton de Bohr, que é dado por

$$\mu_B = \frac{eh}{4\pi mc} = 0.927 \times 10^{-20} \text{ erg / Oe} \quad (1.1)$$

onde e e m são a carga e a massa do elétron, h é a constante de Planck e c é a velocidade da luz. O momento magnético de um átomo será determinado pela soma das contribuições de todos os elétrons que constituem a eletrosfera desse átomo. Se todas as contribuições se cancelam, o átomo não possui momento magnético e as substâncias compostas por átomos desse tipo possuem característica diamagnética. Por outro lado, se as contribuições não se cancelam totalmente, o átomo possui um momento magnético resultante e as substâncias formadas por átomos desse tipo podem ser paramagnéticas, ferromagnéticas, antiferromagnéticas ou ferrimagnéticas (as duas últimas não serão tratadas aqui).

1.1a – Diamagnetismo

Uma boa maneira para se caracterizar os materiais é analisando a maneira com que a magnetização M destes materiais se comportam em relação a um campo magnético aplicado H . A susceptibilidade χ dos materiais é definida como $\chi = M/H$.

Podemos dizer que as substâncias diamagnéticas susceptibilidade negativa, pois a magnetização gerada nessas substâncias aponta na direção contrária ao campo magnético H aplicado. A teoria que explica esse efeito foi desenvolvida por Paul Langevin em 1905. Langevin considerou que os elétrons em movimento em suas órbitas podem ser considerados como um conjunto de espiras de corrente. Quando um campo magnético H é aplicado, a variação de fluxo magnético gera uma força eletromotriz nas órbitas eletrônicas (de acordo com a lei de Lenz). Esta força eletromotriz altera o movimento dos elétrons de forma que o momento magnético de cada orbital sofra uma variação no

sentido oposto ao campo magnético aplicado. A Fig. 1.1 ilustra a variação do momento orbital de um elétron quando um campo H é aplicado.

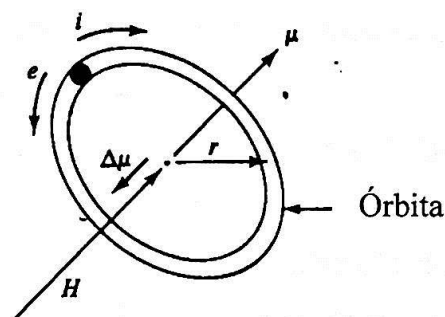


Figura 1.1: Efeito de um campo magnético H sobre um momento magnético orbital μ . [Cul72]

1.1b – Paramagnetismo

Ao contrário do que acontece com as substâncias diamagnéticas, as substâncias paramagnéticas possuem susceptibilidade positiva e dependente da temperatura. Nos materiais paramagnéticos, o comportamento da susceptibilidade em função da temperatura é dada pela Lei de Curie-Weiss

$$\chi = \frac{C}{T - \Theta} \quad (1.2)$$

onde $\chi = \kappa/\rho$ é a susceptibilidade normalizada pela densidade do material, T é a temperatura, C é a constante de Curie por grama e Θ é uma constante com dimensão de temperatura (em algumas substâncias, Θ é zero, e dizemos que a susceptibilidade dessa substância segue a lei de Curie).

A teoria mais aceita para a origem do fator Θ foi desenvolvida pelo físico francês Pierre Weiss. Ele sugeriu que os átomos de uma determinada amostra paramagnética podem interagir entre si, e que esta interação pode ser expressa por meio de um campo magnético fictício denominado campo molecular (H_m). A intensidade do campo molecular é proporcional à magnetização da amostra:

$$H_m = \gamma M \quad (1.3)$$

O conceito de campo molecular é útil não somente para explicar a origem da constante Θ , mas também para explicar a magnetização espontânea nos materiais ferromagnéticos (mais detalhes na subseção 1.1c).

Observe que nada indica que os átomos de uma substância magnética não sofram os efeitos diamagnéticos. Estes átomos também possuem elétrons circulando em órbitas e podem sofrer uma variação de momento com a aplicação de um campo H . Devemos ressaltar que o paramagnetismo é gerado por átomos que possuem momentos magnéticos resultantes que se alinham ao campo aplicado H . Normalmente, o momento magnético resultante destes átomos é ordens de grandeza superior à variação de momento gerado pelo diamagnetismo. Nesses casos, o efeito diamagnético é desprezível perto do efeito paramagnético.

1.1c – Ferromagnetismo

Dentre os diferentes tipos de magnetismo, o ferromagnetismo (juntamente com o ferrimagnetismo) são os mais interessantes do ponto de vista de aplicação tecnológica. A magnetização apresentada pelas substâncias ferromagnéticas é muito intensa, e permanece mesmo após a retirada do campo aplicado. Estas substâncias se caracterizam por apresentarem magnetização “espontânea” até uma determinada temperatura (a temperatura de Curie – T_c) a partir da qual elas se tornam paramagnéticas.

Weiss foi quem deu o grande passo para a compreensão do ferromagnetismo ao propor uma explicação baseada no campo molecular. Segundo ele, as substâncias ferromagnéticas possuem em campo molecular intenso o suficiente para magnetizarem-se somente com a ação deste campo. Acima da temperatura de Curie, o alinhamento dos momentos atômicos ao campo molecular é prejudicado pela energia térmica adquirida por estes átomos. Mas, se as substâncias ferromagnéticas são auto magnetizantes, como podemos explicar a existência destas substâncias em estado desmagnetizado? A explicação dada por Weiss para esta pergunta foi confirmada experimentalmente ao

longo deste século. Ele assumiu que as substâncias em estado desmagnetizado são divididas em pequenas regiões onde ocorre o alinhamento dos momentos magnéticos resultantes dos átomos. Estas regiões são denominadas “domínios” e se diferenciam pela orientação da magnetização que possuem. Se a orientação destes domínios é aleatória, o resultado é uma magnetização total nula. Os domínios são separados entre si por “paredes de domínio” que são regiões onde os átomos apresentam orientações magnéticas que se alteram gradativamente, formando uma transição entre um domínio e outro. Em geral, o movimento destas paredes de domínio é o principal mecanismo do processo de magnetização de uma amostra ferromagnética.

Uma substância ferromagnética pode ser interpretada como uma substância paramagnética com campo molecular muito intenso. Por isso, a magnetização destas substâncias é tipicamente muito maior do que a alcançada pelas substâncias paramagnéticas. Num campo magnético de 50 Oe, por exemplo, uma amostra de Fe pode ter uma magnetização de até 1700 emu/cm^3 enquanto que uma amostra paramagnética típica possui uma magnetização da ordem de 10^{-3} emu/cm^3 sob o mesmo campo aplicado. As substâncias ferromagnéticas mais conhecidas são o Fe, o Co e o Ni.

As mídias de gravação magnética digital são filmes finos policristalinos a base de CoCr. Estes filmes possuem uma estrutura granular, onde os grãos são ferromagnéticos devido a alta concentração de Co (tipicamente acima de 85%). Nos contornos de grão, a concentração de Cr aumenta (~25%). Devido a alta concentração de Cr, os contornos de grão possuem propriedades paramagnéticas e promovem o isolamento magnético dos grãos. O isolamento magnético não é total, e a magnetização e os mecanismos de reversão magnética dos grãos são influenciados por interações que podem ser do tipo dipolar ou de troca. Como descrito no Capítulo 2, os aspectos relacionados com o armazenamento de dados (como a densidade de gravação e estabilidade das informações gravadas) estão intimamente ligados com as propriedades morfológicas e magnéticas dos grãos (forma, tamanho, cristalinidade, coercividade, etc) e com o tipo de interação que existe entre eles.

1.2 – Curvas de Histerese

A curva de magnetização, ou curva de histerese é uma poderosa ferramenta para a caracterização de materiais magnéticos. Trata-se de uma curva fechada que relaciona a magnetização M ou a indução magnética B com o campo aplicado H .

Suponhamos que uma amostra ferromagnética se encontre inicialmente desmagnetizada. Se aplicarmos sobre ela um campo magnético H (inicialmente nulo) crescente no sentido “positivo”, por assim dizer, o comportamento qualitativo de M será dado pela curva inicial i indicada na Fig. 1.2. A derivada desta curva em relação a H nos dá o comportamento da chamada susceptibilidade irreversível (κ_{irr}). A partir de um dado valor de H , os valores de M permanecem constantes. Nessas condições, dizemos que a amostra está saturada, e o valor de M é denominado “magnetização de saturação” (M_s). Se a partir da saturação o campo H passa a decrescer, os valores de M obtidos na curva de “volta” são maiores do que os valores da curva inicial. Isso ocorre devido à propriedade ferromagnética da amostra, que mantém seu estado magnetizado mesmo após a retirada do campo aplicado. Quando o valor de H volta a 0, temos que o valor correspondente de M é positivo. Este valor é denominado “magnetização remanente de saturação” (M_r). A razão M_r/M_s é denominada quadratura. Na medida em que os valores de H passam a ser negativos, o valor da magnetização continua a decrescer até que se anula. Nesse ponto, o valor de H é denominado “campo coercivo” (H_c), em outras palavras, o campo coercivo é o campo necessário para tornar a magnetização nula, após a saturação da amostra. A partir daí, para valores cada vez menores de H , os valores correspondentes de M passam a ser negativos até atingirem a saturação no sentido negativo. Se a partir da saturação no sentido negativo, H volta a subir, o comportamento de M é semelhante ao comportamento obtido durante o decréscimo de H . Se o campo H variar ciclicamente, numa taxa constante nos sentidos positivo e negativo até a saturação, obtemos uma curva fechada que se repete a cada ciclo de H .

As mídias magnéticas são frequentemente caracterizadas por meio de curvas de histerese. Como descrevemos com mais detalhes no Capítulo 2, por meio de parâmetros como H_c e M_r , por exemplo, é possível caracterizar as mídias quanto a estabilidade de informações armazenadas e quanto a facilidade de leitura destas informações. A

quadratura, por sua vez, nos dá uma idéia da distribuição de coercividades dos grãos que compõem o filme magnético.

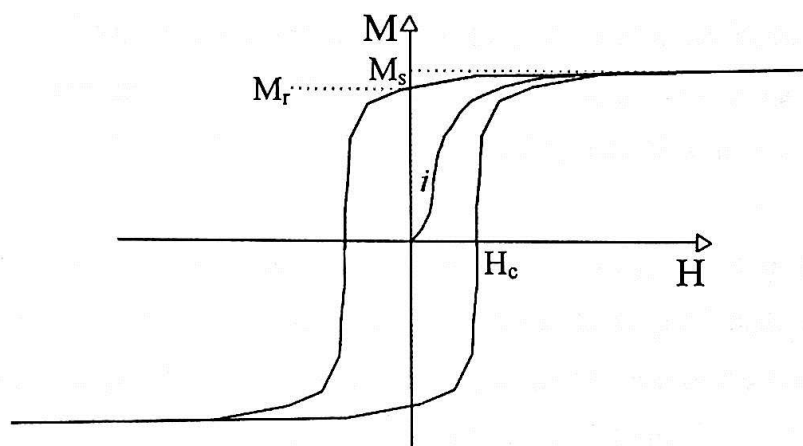


Figura 1.2: Curva de histerese de uma amostra ferromagnética. Os valores de M_s , M_r e H_c estão indicados na curva externa.

1.3 – Anisotropias Magnéticas

Suponhamos que estamos interessados em estudar as curvas de histerese de uma amostra de material magnético onde o campo magnético H é aplicado em diferentes direções em relação à amostra. Dificilmente a forma dessas curvas será a mesma para as diferentes direções de H . A diferença entre as curvas é gerada pela anisotropia magnética da amostra.

Notamos que M_s é uma constante característica do material que compõe uma determinada amostra, mas o comportamento dos valores da magnetização com a variação do campo aplicado depende da direção de aplicação deste campo. As anisotropias mais conhecidas são a de forma, magnetocristalina e magnetostrictiva.

Consideramos aqui apenas as anisotropias magnetocristalina e de forma, pois são estas que predominam nos fenômenos magnéticos presentes nos filmes finos utilizados para gravação magnética.

1.3a – Anisotropia de Forma

Como o próprio nome já diz, a anisotropia de forma faz com que a dureza magnética de uma determinada amostra dependa do seu formato. A origem desta anisotropia está relacionada com o campo desmagnetizante.

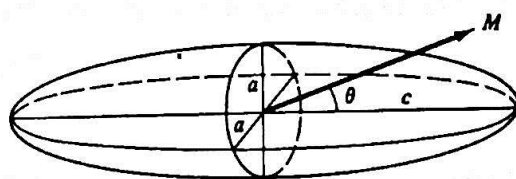


Figura 1.3: Representação de uma amostra no formato de um esferóide prolato com eixos de simetria a e c .

Seja uma amostra, no formato de um esferóide prolato (Fig. 1.3) policristalina cujos grãos não possuem uma orientação preferencial. Se aplicarmos um campo magnético na direção do eixo c , a magnetização resultante na amostra produz pólos magnéticos nas extremidades deste eixo. Neste caso, o campo desmagnetizante H_d produzido será pouco intenso, pois os pólos criados estão distantes. Por isso, a saturação

magnética da amostra pode ser atingida em campos baixos. Se por outro lado, a magnetização fosse obtida ao longo do eixo a da amostra, os pólos criados estariam muito próximos. O H_d gerado é intenso, de forma que o campo aplicado H deva ser maior para que a saturação seja atingida. Vemos então que a própria forma da amostra gera um padrão onde a magnetização depende da direção do campo aplicado. Qualquer tentativa de magnetização fora do eixo c (como mostra a Fig. 1.3) deve superar a energia gerada pela anisotropia de forma da amostra.

1.3b – Anisotropia Magnetocristalina

Seja uma amostra perfeitamente cristalina e esférica (livre da anisotropia de forma) e que não possua qualquer outro tipo de anisotropia exceto a magnetocristalina. Se efetuássemos um estudo da magnetização da amostra em função da direção de aplicação do campo H em relação à amostra, verificaríamos que existem certas direções em que a saturação é obtida em campos mais baixos. Estas direções são denominadas “direções de fácil magnetização” e são determinadas pela estrutura cristalina das amostras. Se essa amostra for composta de Co, por exemplo, verificaríamos que a estrutura hexagonal da rede cristalina permite apenas 1 eixo de fácil magnetização, que corresponde ao eixo c da estrutura hcp . O Co é um elemento ferromagnético, a amostra apresenta uma estrutura de domínios magnéticos. No estado desmagnetizado, os domínios dessa amostra apresentariam apenas dois sentidos de magnetização espontânea que corresponderiam aos dois sentidos da direção de fácil magnetização. Se o campo magnético for aplicado num destes dois sentidos, o processo de magnetização ocorre apenas por movimentos de paredes de domínio e a saturação pode ser atingida em baixos campos. Se o campo for aplicado em qualquer outra direção, a saturação é obtida em campos mais altos pois a magnetização envolve (além do movimento de paredes de domínio) a alteração do alinhamento dos momentos magnéticos dos átomos em relação a rede cristalina.

Se a amostra em questão for composta de Fe (que possui um estrutura cúbica bcc), o problema é mais complicado na medida em que existem, neste caso, 3 direções de fácil magnetização, mas os princípios que controlam são semelhantes aos descritos para o Co.

A origem física da anisotropia magnetocristalina está relacionada com o acoplamento magnético spin-órbita. Ainda não se sabe os detalhes, e as energias envolvidas ainda não foram calculadas por primeiros princípios. O acoplamento spin-órbita é pouco intenso em relação aos acoplamentos spin-spin e órbita-rede também presentes nos materiais que apresentam a anisotropia magnetocristalina. Um campo externo, ao reorientar o spin de um elétron, tenta reorientar o momento orbital também. Como a órbita é fixa em relação a rede, a energia necessária para deslocar a magnetização do eixo fácil de magnetização de uma amostra é dada pela energia necessária para superar o acoplamento spin-órbita.

Como já dito, os filmes finos a base de CoCr estudados neste projeto possuem uma estrutura granular. Os mecanismos de reversão magnética dos grãos dependem basicamente da coercividade apresentada por estes grãos e das interações existentes entre eles. A coercividade de um grão é determinada, basicamente, pelas anisotropias magnetocristalina e de forma deste grão. Dessa forma, a anisotropia magnética apresentada por um filme fino a base de CoCr dependerá da contribuição das anisotropias apresentadas pelos grãos que o constitui.

Na atual tecnologia de gravação magnética digital, os filmes magnéticos possuem espessuras inferiores a 50 nm, e são produzidos em condições nas quais os grãos de Co gerados possuem um perfil alongado em relação ao plano do filme fazendo com que a contribuição da anisotropia de forma apareça naturalmente devido ao próprio processo de deposição do filme magnético. A estrutura cristalina dos filmes de CoCrTa e CoCrPt é ditada pela estrutura apresentada pelo Co. Assim, estes filmes apresentam-se normalmente com uma estrutura *hcp*. Normalmente (como neste projeto), utilizamos uma subcamada de Cr para induzir o crescimento do filme magnético com o eixo *c* cristalográfico no plano do filme. Obtemos assim, uma anisotropia magnetocristalina longitudinal do filme.

2 – Gravação Magnética Digital com Anisotropia Longitudinal

Apresentamos neste capítulo, uma revisão da literatura sobre os principais aspectos relacionados à gravação magnética digital com anisotropia longitudinal. Centralizamos a atenção para as mídias de disco rígido, que são compostas de filmes finos depositados por *sputtering*. Consideramos primeiramente os estudos relacionados a subcamada de Cr, responsável pela anisotropia magnética longitudinal das mídias de gravação magnética digital. As informações contidas na primeira seção deste capítulo serviram de base para a primeira fase do projeto, onde buscamos a obtenção da textura Cr{200} em filmes de Cr. As seções seguintes, tratam dos vários aspectos relacionados ao filme magnético relevantes para a compreensão dos fenômenos envolvidos na gravação magnética digital.

2.1 – A Subcamada de Cr

Em filmes finos a base de CoCr para gravação magnética digital, o Co é o elemento presente em maior percentual atômico nas ligas, sendo ele o responsável pela estrutura *hcp* apresentada por elas. Até mesmo o parâmetro de rede das ligas permanece próximo ao parâmetro do Co “bulk” ($a = 0.2505$ nm e $c = 4.060$ nm).

Geralmente, os materiais cristalinos possuem direções preferenciais de crescimento quando produzidos na forma de filmes finos. Quando depositados sobre substrato amorfo, esta direção é normalmente perpendicular ao plano de maior densidade de átomos da estrutura cristalina [Lau95]. O crescimento de um filme numa direção não preferencial pode ser obtido por alterações nos parâmetros de processamento. A temperatura é um parâmetro muito estudado para estas finalidades, mas podemos citar também outros, como a espessura do filme, a pressão de Ar na câmara de deposição ou a taxa de deposição do filme. Muitas vezes, a textura desejada pode ser obtida pela deposição de uma subcamada.

Um filme fino de CoCrX apresenta preferencialmente uma textura em que o eixo c de sua estrutura *hcp* é perpendicular ao plano do filme, constituindo desta maneira, uma mídia magnética com anisotropia perpendicular. Para obtermos um filme com anisotropia

longitudinal, precisamos induzir o crescimento deste filme de modo que o eixo c se encontre paralelo ao plano do filme.

Em 1967, descobriu-se que o Cr poderia ser utilizado como uma subcamada da camada magnética, com o objetivo de acentuar a anisotropia magnética longitudinal. O Cr possui uma estrutura bcc , onde o parâmetro de rede no plano $Cr(200)$ é muito semelhante ao parâmetro de rede do plano $Co(11\bar{2}0)$ (veja figura 2.1). Assim, ao depositarmos a camada magnética sobre um filme de Cr texturizado em $Cr\{200\}$, a textura $Co\{11\bar{2}0\}$ é favorecida, uma vez que o alinhamento dos átomos entre as duas camadas diminui a energia de superfície na interface. A Fig 2.1 mostra três epitaxias possíveis entre a subcamada de Cr e o filme a base de CoCr.

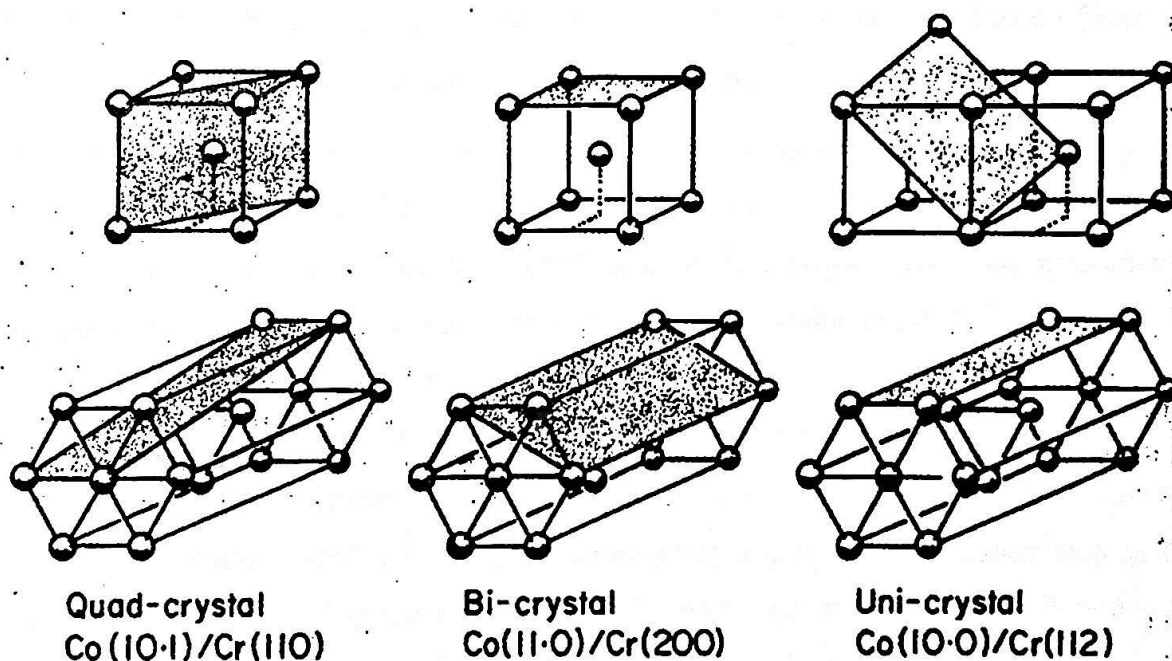


Figura 2.1: Estruturas do Cr e da liga $CoCrX$ ($X = Ta$ ou Pt), com as possíveis epitaxias [O'Han00].

Após a descoberta da possibilidade de utilização de uma subcamada de Cr para obtenção da anisotropia longitudinal em filmes finos de ligas de CoCr, muitos estudos em filmes finos de Cr tem sido feitos com o objetivo de encontrar as condições que maximizam a texturização $Cr\{200\}$. Duan e colaboradores [Dua91] estudaram a texturização em função da espessura do filme e da temperatura do substrato, concluindo que as temperaturas elevadas (no caso a temperatura máxima utilizada para deposição foi de $260^{\circ}C$) favorecem a textura $Cr\{200\}$, enquanto o aumento da espessura do filme (a

espessura máxima obtida foi de 400 nm) favorece a textura $\text{Cr}\{110\}$. Um resultado semelhante em função da espessura foi obtido por Tang e seus colaboradores [Tan93]. Lal e seus colaboradores estudaram as propriedades magnéticas (como coercividade, magnetização remanente de saturação, ruído etc) de filmes de CoCrTa em função da espessura da subcamada de Cr, e obtiveram os melhores resultados para espessuras da ordem de 30 nm [Lal94].

Estes estudos ajudam a determinar as condições que levam a obtenção da textura $\text{Cr}\{200\}$ de forma dominante nos filmes de Cr, mas é comum que as texturas $\text{Cr}\{110\}$ e $\text{Cr}\{112\}$ também estejam presentes na subcamada de Cr. A textura $\text{Cr}\{110\}$ induz a textura $\text{Co}\{10\bar{1}1\}$ da camada magnética, que possui uma anisotropia magnetocristalina com o eixo de fácil magnetização num ângulo de 28° em relação ao plano do filme. A textura $\text{Cr}\{112\}$ da subcamada por sua vez, induz a textura $\text{Co}\{10\bar{1}0\}$ que, assim como a textura $\text{Co}\{11\bar{2}0\}$, possui o eixo fácil de magnetização no plano do filme (Fig. 2.1).

Sabe-se, que a morfologia e a estrutura granular da liga magnética é muito influenciada pela subcamada de Cr [Gru98, Nol93]. O tamanho dos grãos apresentado pelo filme magnético é fortemente dependente do tamanho dos grãos da subcamada. Os quatro eixos de simetria do plano cristalográfico $\text{Cr}\{200\}$ permite o crescimento longitudinal da estrutura *hcp* da camada magnética em duas direções perpendiculares (bi-crystal structure) sobre um mesmo grão monocristalino de Cr (Fig. 2.1). Por esse motivo, os grãos da camada magnética são iguais ou menores que os grãos da subcamada de Cr [Lau95]. De maneira análoga, a textura $\text{Cr}\{110\}$ permite quatro orientações diferentes de crescimento da camada magnética com textura $\text{Co}\{10\bar{1}1\}$ sobre um mesmo grão (Quad-crystal), resultando em grãos magnéticos ainda menores. Já a textura $\text{Cr}\{112\}$ permite apenas uma orientação (uni-crystal).

Muitos estudos também foram feitos no sentido de diminuir a diferença entre o parâmetro de rede do Cr e da liga de Co de forma que as distâncias entre os átomos nos planos $\text{Cr}\{200\}$ e $\text{Co}\{11\bar{2}0\}$ usando filmes de ligas de Cr com V [Par93], Ti [Shi93] e Mo [Mut96]. No caso da liga com V, Parker e seus colaboradores descobriram que uma liga composta por partes iguais de Cr e V possui a textura $\text{Cr}\{200\}$ com o substrato mantido a temperatura ambiente durante a deposição. Além disso, comparados aos do Cr, os

parâmetros de rede dessa liga de CrV são mais próximos dos apresentados pela liga magnética. Uma boa concordância entre os parâmetros de rede também foi obtida na liga de CrTi (Ti 16%), mas neste caso com a textura Cr{110}. Lee e colaboradores [Lee98] fizeram um estudo com a liga CrMn, onde o objetivo principal não era a texturização, mas sim a difusão termicamente ativada por meio do aquecimento do substrato, dos átomos de Mn no filme magnético, aumentando a característica diamagnética do contorno de grão, e aumentando assim o isolamento magnético dos grãos e o campo coercivo apresentado pelo filme. Um outro estudo propõe a liga de CoCrTa como uma camada intermediária entre o filme de Cr e o de CoCrPt, pois as camadas adjacentes apresentariam um aumento gradativo do parâmetro de rede [Zou 98]. Uma outra alternativa para a texturização do Cr seria a deposição de um *seed layer* [Lee98, Xio98, Lee96, Lee94]. Um *seed layer* é um filme fino que se deposita entre a subcamada e o substrato com o objetivo de favorecer uma determinada textura da subcamada.

2.2 – Evolução Histórica da Gravação Magnética Digital

Nesta seção, descrevemos de forma sucinta a evolução da tecnologia de gravação magnética digital ao longo dos anos, com o intuito de mostrar o fabuloso desenvolvimento desta tecnologia evidenciado pelo aumento da densidade informações gravadas, paralelamente à diminuição dos custos de produção das mídias. Demonstramos também, a importância econômica dos investimentos realizados nessa área. Dentro deste estudo, deixamos de lado as mídias flexíveis de armazenamento de dados.

O primeiro disco rígido foi desenvolvido pela IBM em 1956. O RAMAC, como foi chamado, armazenava cerca de 5 MB em 50 discos de 24 polegadas de diâmetro, e custava cerca de US \$100.000,00. Atualmente, um disco rígido típico possui dois discos de 2.5, ou 3.5 polegadas de diâmetro, armazena de 3 a 5 Gb e custa menos de US \$300,00 [Grun98, O'Gra99, Spe99]. Esses dois exemplos ilustram o magnífico desenvolvimento dessa tecnologia nas últimas décadas. Além da densidade de informação, houve grandes evoluções na taxa em que os dados são escritos e lidos. Podemos destacar alguns aspectos que viabilizaram o desenvolvimento da tecnologia de gravação magnética digital:

- O desenvolvimento das ligas que compõem a camada magnética das mídias
- A otimização e miniaturização dos cabeçotes de leitura e gravação.
- A produção de mídias com superfície cada vez menos rugosa, permitindo a maior aproximação dos cabeçotes.

Estes fatores viabilizaram a diminuição do tamanho do bit. Com o desenvolvimento de processadores velozes, foi possível aumentar a velocidade de processamento de dados, podendo atualmente chegar a 200 Mbits/s. Sabe-se que a velocidade de rotação de um disco rígido atual supera 7000 rpm, o que representa uma velocidade relativa de mais de 100 Km/h entre a mídia e o cabeçote onde a distância entre eles é da ordem de 30 nm. A Fig. 2.2 mostra a evolução da densidade superficial de informações ao longo das décadas.

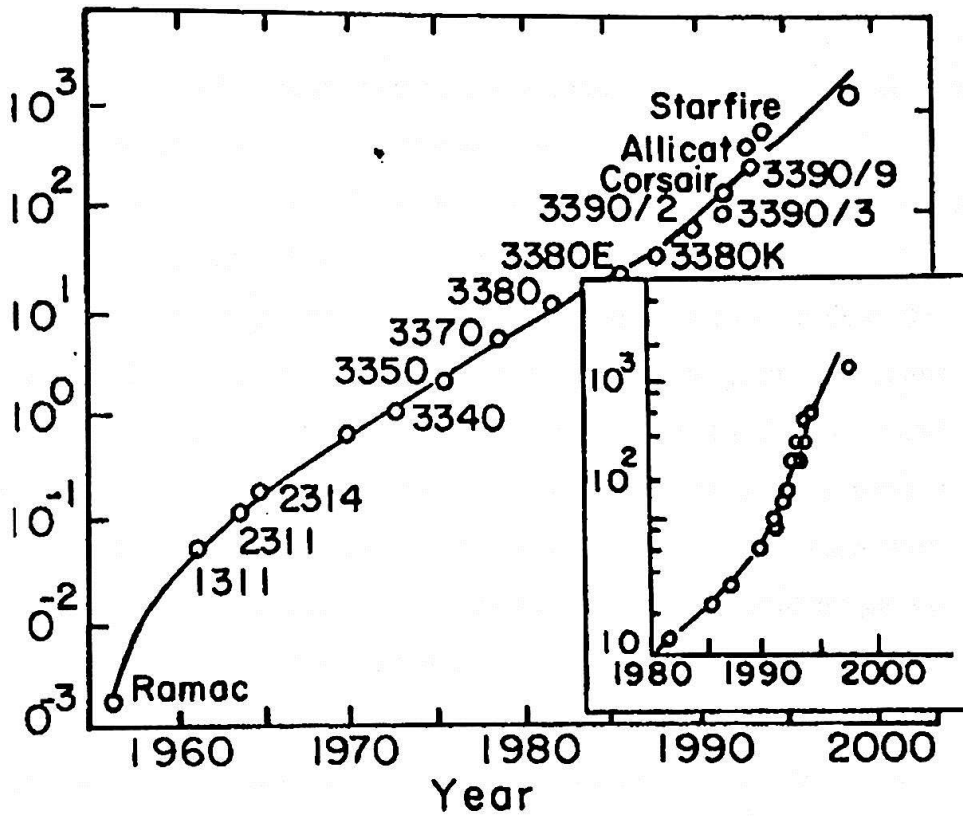


Figura 2.2: Diagrama mostrando o avanço na densidade de gravação magnética ao longo dos anos [O'Han00].

Na Fig. 2.2 podemos notar que, desde a década de sessenta, a densidade de gravação vinha aumentando a uma taxa de 40% ao ano. Essa taxa passou para 60% ao ano a partir de 1992 com a substituição dos cabeçotes de leitura indutivos pelos megnetoresistivos [O'Han00]. Espera-se que essa taxa aumente ainda mais com a implantação de cabeçotes de leitura baseados no fenômeno da Magnetoresistência Gigante (GMR).

2.3 – Princípios Básicos da Gravação Magnética Digital

Nos concentramos agora nos pontos básicos para a compreensão da gravação magnética digital. Na Fig. 2.3, podemos observar o processo de gravação magnética de forma esquemática [O'Han00]. Nela, vemos a mídia se deslocando em relação a um transdutor eletromagnético (cabeçote de gravação). Este transdutor pode ser descrito como um circuito aberto por uma fenda, envolvido por uma espira de corrente. Quando uma corrente elétrica passa pela espira, magnetiza o circuito gerando um campo na fenda que orienta magneticamente uma determinada região da mídia. Antes que uma determinada informação seja gravada da mídia, esta se encontra inicialmente magnetizada num sentido, ao passo que o cabeçote de gravação apenas reverte o sentido de magnetização de regiões selecionadas da mesma. Assim, a informação consiste numa sequência (ou trilha) de pequenas regiões magnetizadas em sentidos antiparalelos. Devido ao movimento relativo entre a mídia e o cabeçote, a informação pode ser descrita em função de uma variável wt ($\exp(-wt)$ por exemplo) onde a variação de valores positivos para negativos (ou vice-versa) dessa função representa uma mudança no sentido da magnetização da mídia.

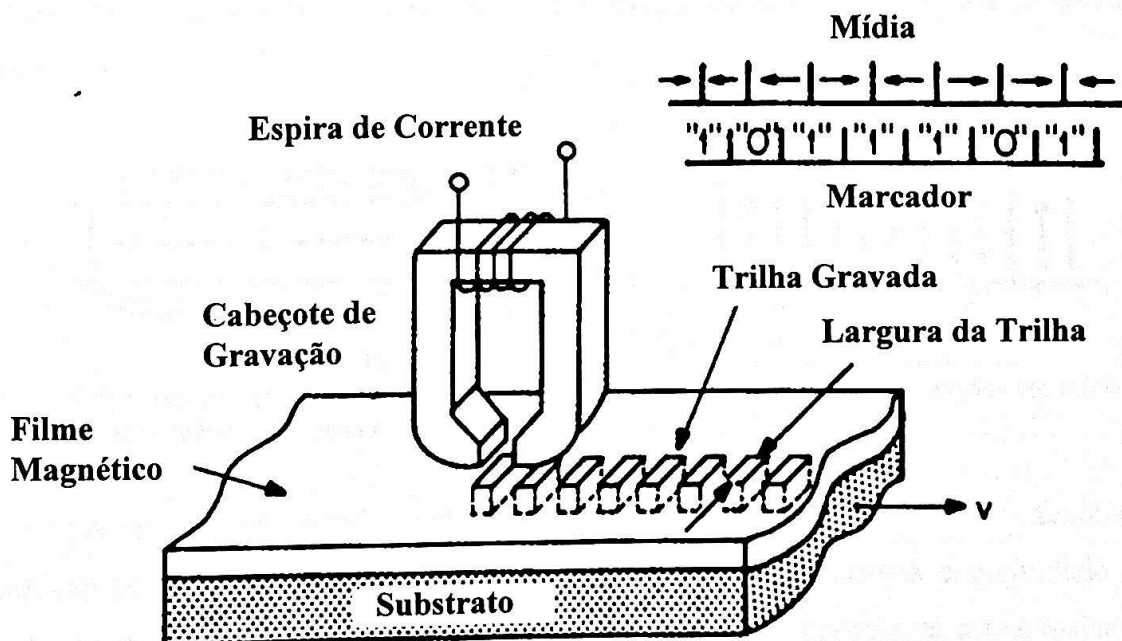


Figura 2.3: Representação esquemática do processo de gravação (e leitura) magnética digital com anisotropia longitudinal [O'Han00].

O processo de leitura pode ser melhor compreendido observando-se a parte superior da Fig. 2.3. Sabendo que a informação gravada pode ser descrita em termos de uma função temporal com frequência fixa, o cabeçote de leitura possui um sistema (Marcador) que verifica se nessa frequência se existe uma transição ou não. A sequência determinada pela presença ou não de uma transição ao longo do tempo determina a sequência binária de informações registradas na mídia. Até recentemente, este sistema de leitura era composto por um circuito passivo, onde a transição entre os estados magnetizados da mídia geravam uma variação de fluxo magnético numa espira de corrente. Esta variação de fluxo gerava uma corrente elétrica que representava eletronicamente a informação gravada na mídia.

Por questão de custos, a tecnologia de gravação magnética digital desenvolveu mídias com anisotropia longitudinal, pois as mídias com anisotropia perpendicular exigem sistemas de gravação e leitura mais sofisticados [O'Han00]. Como consequência, a obtenção de densidades maiores de informações é dificultada atualmente pelas interações entre os bits gravados na mídia (veja Fig. 2.4). No sistema de gravação magnética digital perpendicular, os bits adjacentes possuem uma interação magnetizante dos campos magnetostáticos. Já no caso longitudinal, a interação é desmagnetizante de forma que se a coercividade da mídia for baixa, os bits perderão seu alinhamento magnético.

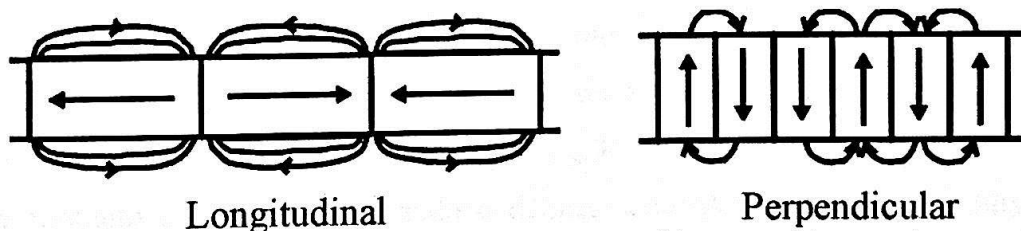


Figura 2.4: Esquema comparativo entre as interações magnetostáticas entre bits gravados em mídia com anisotropia longitudinal e perpendicular.

A perda do estado magnetizado pode ocorrer também por fenômenos termicamente ativados. Por isso, é importante que a mídia possua coercividade alta. Busca-se também um alto valor de M_r , pois este valor é proporcional a intensidade do campo magnético a ser detectado pelo cabeçote de leitura. Na verdade, pode ser mostrado que a intensidade do sinal gerado pela mídia é proporcional ao produto de M_r com a

espessura de sua camada magnética (parâmetro identificado pela sigla M_{δ} na literatura) [O'Han00]. Nos últimos anos, muitas mídias vem sendo caracterizadas por este parâmetro. Devido a limites tecnológicos, a saturação magnética das mídias não deve ocorrer para campos muito altos. Por isso, quanto mais próximo o valor de M_s de uma determinada mídia esteja de M_r , (resultando num valor de S para a mídia muito próximo de 1) mais adequada será esta mídia para os processos de gravação magnética. Portanto, a curva de histerese característica de uma mídia ideal seria uma curva quadrada com a maior área interna possível.

O Co vem sendo utilizado por décadas na fabricação de mídias de gravação magnética digital. O único eixo de fácil magnetização apresentado por sua estrutura *hcp*, é muito importante para a gravação digital, uma vez que a linguagem binária requer apenas dois estados de magnetização. Sabe-se que o Cr foi adicionado ao Co primeiramente com o objetivo de aumentar a sua resistência à oxidação [Yam85], mas logo percebeu-se que essa liga, tratada ou confeccionada de forma apropriada, apresentava uma estrutura granular onde os grãos apresentavam alta concentração de Co, e os contornos de grão eram ricos em Cr. Este fenômeno foi denominado "Separação Composicional" (Compositional Separation ou abreviadamente CS), e é observado por muitos autores [Nol93, Kuw94, Ima98, Ran94, Mae91, Wit98]. O resultado dessa segregação é o isolamento dos grãos magneticamente, permitindo o maior controle no delineamento das fronteiras entre diferentes sentidos da magnetização da mídia.

Normalmente, as interações intergranulares presentes nas mídias são magnetizantes (pois a concentração de Cr é de aproximadamente 10 at% e não é suficiente para promover o isolamento total dos grãos) e forçam o alinhamento magnético de um conjunto de grãos, dificultando o delineamento dos contornos dos bits. Se as interações diminuem de intensidade, é possível obter bits de tamanho reduzido. As interações magnetizantes também são prejudiciais nos processos de inversão magnética presentes no processo de gravação, pois os acoplamentos forçam vários grãos a reverterem simultaneamente suas orientações magnéticas. Numa mídia ideal, os bits de informação devem ser gerados por regiões magnetizadas em sentidos opostos de maneira que as fronteiras entre estas regiões sejam bem definidas, pois a informação é gerada pela detecção (ou não) de uma transição. Se as fronteiras entre essas regiões não são bem

determinadas, detecção da transição pode ser prejudicada pelo ruído. Sabe-se que o ruído representa hoje um dos principais obstáculos para o aumento da densidade de informação das mídias atuais [O'Gra99].

A adição do Ta ao CoCr reforça a CS, isto é, a difusão dos átomos de Cr para os contornos de grão durante o processo de deposição, são acentuados na presença de Ta na liga. Alguns autores [Fut99] mediram as concentrações de Cr em diferentes regiões de um filme de $\text{Co}_{81}\text{Cr}_{15}\text{Ta}_4$, e observaram em regiões ricas em Cr (contornos de grão) uma concentração de 23 – 26at%, enquanto que no interior dos grãos, a concentração varia entre 6 – 12at%. Outros mediram a concentração de Co no interior dos grãos de filmes de $\text{Co}_{82.8}\text{Cr}_{14.6}\text{Ta}_{2.6}$ e obtiveram valores entre 88 e 94at% [Rog94]. Outros autores reportaram uma estrutura de subgrãos existentes dentro dos grãos de Co em várias composições de ligas ternárias e binárias [Rog95]. Estas estruturas, denominadas “chrysanthemum pattern”, são também formadas por regiões ricas em Cr que determinariam os contornos dos subgrãos. Os subgrãos por sua vez, apresentam concentrações de Co podem superar 96at%.

Até hoje, em materiais massivos, não se observa CS, isto é, os átomos de Cr se encontram uniformemente distribuídos na matriz de Co. Sabe-se que na temperatura de 0 K, bastam apenas 25at% de Cr na matriz de Co para que este perca as propriedades ferromagnéticas [Chi97A]. Assim, é natural associarmos o efeito do isolamento magnético dos grãos à perda da propriedade ferromagnética da liga nos contornos de grão, onde as concentrações de Cr giram em torno de 25 at%.

Apesar das adições de Cr, Ta e Pt, (e até mesmo outros elementos encontrados menos frequentemente na composição das mídias, como B, Ni, Nb, P) na composição da liga magnética, a estrutura destes filmes permanece sempre ditada pelo Co. Os elementos adicionados ao Co entram substitucionalmente na estrutura *hcp* podendo por vezes mudar os parâmetros de rede. A adição da Pt (que é um átomo maior que o Co), resulta num aumento dos parâmetros de rede *a* e *c*, e numa alteração da razão *c/a*, fazendo com que a anisotropia magnetocristalina de cada grão aumente, resultando, dentre outras coisas, no aumento da coercividade do filme [O'Gra99]. Devido ao aumento dos parâmetros de rede da estrutura do Co, a adição da Pt a liga de CoCr também prejudica a epitaxia entre os

planos $\text{Cr}\{200\}$ da subcamada e $\text{Co}\{11\bar{2}0\}$ da camada magnética, reduzindo a texturização da mesma [Gli95A].

Outro ponto interessante em relação ao filme magnético é a sua estrutura de grãos. Vimos na seção 2.1 que os tamanhos de grão da camada magnética é fortemente dependente dos tamanhos de grão do filme de Cr. Além disso, os contornos de grão da subcamada de Cr, em geral, determinam os contornos de grão da camada magnética. O fato da textura $\text{Cr}\{200\}$ da subcamada permitir 2 orientações perpendiculares de crescimento da camada magnética (bi-crystal) não é interessante sob o ponto de vista de aplicação tecnológica, pois a formação de grãos magnéticos com eixos de anisotropia no plano da mídia perpendiculares entre si não é desejado. Isto porque a tecnologia baseada em informações binárias requer uma mídia com apenas uma direção de fácil magnetização.

A evolução das mídias magnéticas levou além do desenvolvimento das ligas ternárias (CoCrX , $X = \text{Ta}$ ou Pt) já mencionadas. Existem estudos com ligas quaternárias (CoCrTaPt ou CoCrPtB) [Gru98, Kub98, Uts93, Cha98, Mal99, Lu99, Che94], e até quindenárias (CoCrPtXY , X e $Y = \text{Ta}$, Si , Nb , B) [Gru98]. Outras ligas ternárias menos conhecidas como CoNiCr e CoNiP também já foram estudadas [Gru98]. Em dispositivos comerciais atuais, normalmente são utilizadas ligas quaternárias do tipo CoCrXY ($X = \text{Pt}$, Ta , B) [Wel00].

A Fig. 2.5 mostra um diagrama esquemático das mídias produzidas atualmente. Estas mídias possuem uma sobrecamada protetora de C (Diamond – like Carbon) que protege a mídia de eventuais choques com os cabeçotes de gravação e leitura. Sobre o filme de C existe uma camada lubrificante que ocupa o espaço entre o filme de C e os cabeçotes. O filme magnético possui uma espessura de aproximadamente 30 nm e é depositado sobre uma subcamada de Cr de aproximadamente 50 nm. Para que a rugosidade da mídia seja diminuída, é depositado sobre o substrato um *Seed Layer* de NiP. O substrato mais utilizado é composto por uma liga de Mg com 4% de Al. As mídias são fabricadas por sistemas comerciais de *sputtering* a uma pressão de base da ordem de 10^{-7} Torr.

Existem estudos sobre os efeitos da deposição em atmosfera ultra-limpa em propriedades estruturais (tamanho de grão, separação composicional) e magnéticas

(coercividade, quadratura, etc) de filmes utilizados para gravação magnética [Ima98, Tak99]. Existem também estudos sobre filmes a base de Co depositados sobre substrato de Carbono amorfo [Kuw93, Kuw94].

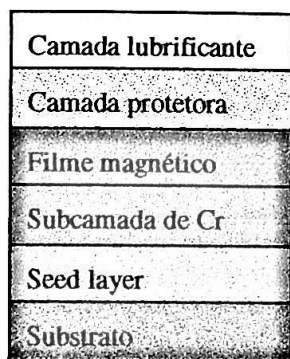


Figura 2.5: Estrutura das mídias atuais utilizadas para gravação magnética longitudinal.

Muitas propriedades magnéticas das mídias, como coercividade e interações intergranulares, são influenciadas pelos defeitos presentes na estrutura cristalográfica da camada magnética (“stacking faults” ou falhas de empilhamento, “twins” ou contornos de macla e “streaks” são os mais comuns). Estes defeitos podem ser causados por impurezas que aderem ao filme magnético durante o processo de deposição, mas a maioria surge mais tarde, durante o processo de resfriamento do filme [Gli95B]. Por exemplo, falhas de empilhamento possuem baixa energia na estrutura do Co, por isso são muito comuns em filmes a base desse elemento [Gli95B]. Estas falhas de empilhamento podem gerar, dentre outras coisas, o aparecimento da fase *fcc*, que não é interessante para a gravação magnética digital porque possui três eixos de fácil magnetização e uma anisotropia magnetocristalina uma ordem de grandeza mais baixa que a fase *hcp* [Hol00]. A Fig. 2.6 mostra dados experimentais da variação do volume de ativação (volume mínimo do material magnético que reverte a magnetização coerentemente) para duas amostras com diferentes porções de fase *fcc* no filme magnético [Dov99]. Observe o aparecimento de duas distribuições de volumes de ativação para a amostra com maior porção da fase *fcc*.

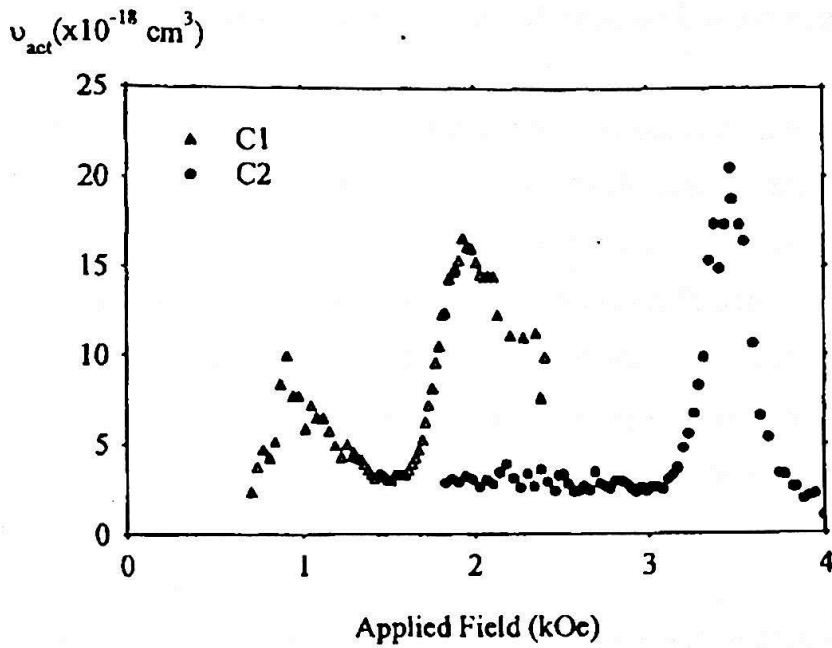


Figura 2.6: Distribuição de volume de ativação para duas amostras com diferentes porções da fase *fcc* da camada magnética. A porção da fase *fcc* é de $8 \pm 1\%$ para a amostra C2 e $17 \pm 2\%$ para a amostra C1 que possui uma dupla distribuição de volumes de ativação [Dov99].

Os defeitos estruturais podem influenciar a anisotropia magnetocristalina sem necessariamente provocar o aparecimento de outra fase cristalina do filme. Eventuais alterações na anisotropia podem ser interessantes, e proporcionar, por exemplo, o aumento da coercividade [Gli95B].

A Tab. 2.1 mostra alguns parâmetros típicos das mídias atuais de gravação magnética digital [Gru98]. Os parâmetros apresentados por essa tabela serão úteis para comparação com os resultados obtidos das amostras produzidas em nosso trabalho.

Tabela 2.1: Parâmetros típicos das mídias atuais.

Parâmetro	Valor
H_c	2 – 3 kOe
S	0.85
S^*	0.88
$M_r \delta$	2.25 memu/cm ²
Tamanho de Grão	10 – 50 nm

2.4 – Ruído na Gravação Magnética Digital com Anisotropia Longitudinal

Como vimos na seção 2.3, a determinação das sequências de informação digital (binária), depende na detecção ou não de uma transição de estados magnetizados em direções opostas. Se a transição for detectada, o bit 1 é atribuído, caso contrário, o bit 0 é atribuído. Assim, o grau de confiabilidade da informação gravada depende da facilidade com que a transição é detectada. Por isso, a transição entre os estados magnetizados deve ser a mais abrupta e bem definida possível. Qualquer fator que desconfigure a transição, ou diminua a amplitude do sinal a ser lido, contribui para o ruído intrínseco da mídia. Sabe-se que o ruído intrínseco é maior que o ruído gerado pela eletrônica do sistema de armazenamento de dados [O'Gra99].

Dentre os fatores que contribuem para o ruído intrínseco da mídia, podemos citar as interações entre os grãos magnéticos, perdas de magnetização por relaxamento térmico e existência de grãos grandes na mídia [Gru98, O'Gra99]. Na Fig 2.7a podemos notar a influência desses três fatores na determinação da transição entre duas regiões de um filme magnetizadas em sentidos opostos. Nela, podemos observar, esquematicamente, uma seção transversal de uma distribuição de grãos de um filme magnético. Podemos observar também a orientação da magnetização dos grãos representada pelas setas. As interações entre os grãos podem ser de troca (magnetizantes) ou dipolares (desmagnetizantes). As interações de troca contribuem mais significativamente para o ruído, pois forçam o alinhamento de um conjunto de grãos. Na Fig 2.7a exemplificamos este conjunto com os grãos mais escuros. Sob o ponto de vista magnético, este conjunto de grãos se comporta como um único grão cujo volume é determinado pela soma dos volumes dos grãos que constituem, pois a magnetização reverte coerentemente¹. Se uma mídia é caracterizada pela presença de interações de troca entre os grãos que a constitui, o delineamento entre as regiões magnetizadas em sentidos opostos é dificultado pelas extensas regiões onde o orientação da magnetização é definida unicamente, resultando numa transição “zig-zag” entre os bits. A presença de grandes grãos no filme magnético contribui para o ruído da mesma forma que a interação de troca, pois o grão por si só constitui uma extensa área

¹ Porém, ao contrário de um grão grande, que possui em geral uma coercividade mais alta que os grãos menores, a coercividade do conjunto de grãos é da ordem da coercividade apresentada pelos grãos que compõem o conjunto.

monodomínio. As interações dipolares (da mesma forma que as perdas por relaxamento térmico) contribuem para o ruído de uma maneira mais indireta, uma vez que promovem a perda de estado magnetizado dos grãos mais moles magnéticamente. Na Fig. 2.7a, os grãos brancos representam os pequenos grãos (e mais moles) que reverteram sua magnetização por efeitos térmicos ou influenciados pelas interações dipolares. Com a perda da contribuição magnética dos grãos mais moles, o sinal a ser lido pelo cabeçote de leitura se torna mais fraco. A Fig 2.7b representa uma situação mais próxima do ideal. Vemos que a distribuição dos tamanhos de grão é mais uniforme, evitando a perda do estado magnetizado dos grãos pequenos e diminuindo a influência dos grãos maiores na determinação da transição entre as regiões magnetizadas. Na situação da Fig 2.7b temos a ausência de interações intergranulares, evitando a formação de conjuntos de grãos que revertem a magnetização coerentemente (devido as interações de troca), e evitando a perda da orientação magnética dos grãos mais moles por influência das interações dipolares.

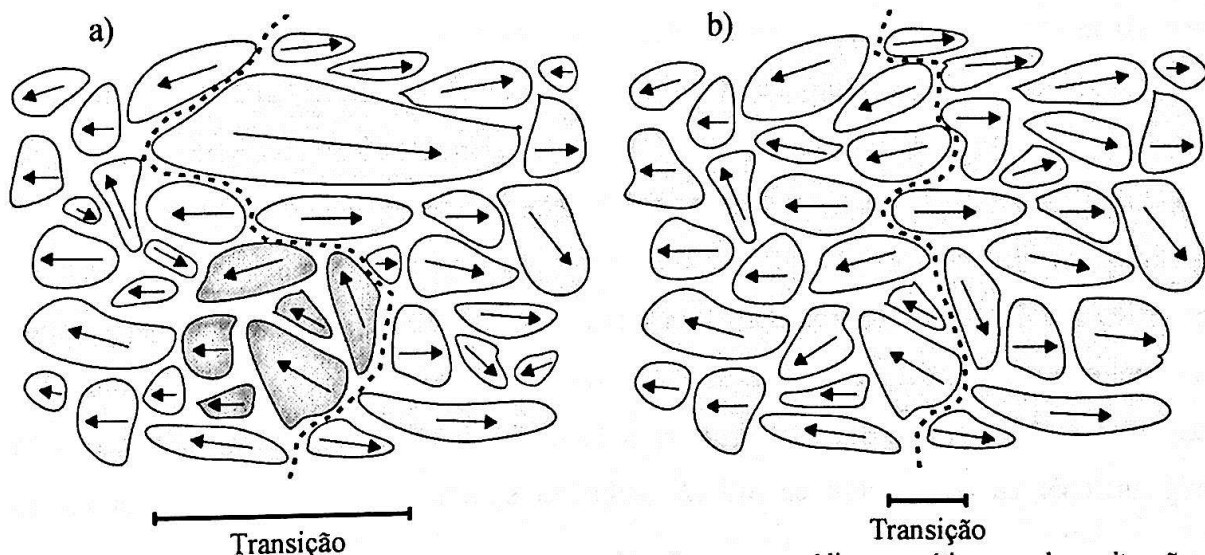


Figura 2.7: Seção transversal de uma distribuição de grãos numa mídia magnética em duas situações: a) próxima do real e b) próximo do ideal. Os vetores indicam o sentido da magnetização. Na situação a) temos a presença de grãos grandes demais e pequenos demais, além das interações intergranulares. Estes fatores prejudicam a definição da transição entre duas regiões magnetizadas em sentidos opostos. Na situação b) estes fatores não estão presentes, e a transição formada é mais abrupta e definida.

Na corrida por densidades maiores de gravação, os bits foram diminuindo de tamanho. Os bits são retangulares, onde a proporção entre a largura e o comprimento é 20:1. Esta proporção existe devido às limitações na miniaturização dos cabeçotes de

gravação, e acentua ainda mais os problemas relacionados com a detecção da transição [Whi00]. Quando as densidades de gravação eram da ordem de dezenas de megabits por polegada quadrada, o número de grãos por bit era da ordem de 10^5 , por isso, o tamanho dos grãos não era um fator significativo. Para uma densidade de gravação de 1Gb/in^2 , aproximadamente 1000 grãos participam da formação do bit. Nestas condições, são necessários estudos para o controle dos tamanhos de grão [Whi00]. Existem diversas maneiras de diminuir o tamanho médio dos grãos presentes na mídia. A maneira mais simples é diminuir a espessura do filme magnético. Por isso, nos últimos anos, o filme magnético dos discos rígidos vem sendo produzido com espessura menor, chegando a uma faixa limite entre 20 e 30 nm, onde o sinal a ser detectado pelo cabeçote de leitura passa a ser pequeno. Essa limitação vem sendo compensada pela fabricação de mídias cada vez menos rugosas, e com camadas protetoras mais finas, onde a aproximação do cabeçote ao filme magnético é maior. Existem outras maneiras de obtenção de grãos menores da liga magnética, como a adição de B na liga [Gli95A], ou simplesmente a diminuição da espessura subcamada de Cr. Nessa última técnica, os grãos da subcamada são menores, induzindo grãos menores da camada depositada sobre ela. Outra técnica utilizada consiste na deposição de um *seed layer* de NiAl, que reduz em 50% o tamanho de grão na subcamada de Cr [Lau95].

As técnicas descritas acima, apenas reduzem o tamanho médio dos grãos que constituem a mídia. Na realidade, os grãos formam uma distribuição de tamanhos e formas que determinam, dentre outros fatores, uma distribuição de coercividades. Se o tamanho médio dos grãos diminui, a coercividade média também diminui, aumentando o número de grãos com coercividade baixa a ponto de serem susceptíveis à reversão magnética por efeitos termicamente ativados. Assim, se aplicarmos as técnicas que diminuem o tamanho médio dos grãos, o número destes que perdem seu alinhamento magnético aumenta. Este é o chamado “limite superparamagnético” para o aumento da densidade de gravação. Existem estudos que constataram um alargamento da distribuição de tamanhos de grão com a diminuição do tamanho médio destes [Tak00], agravando ainda mais o problema.

A Fig. 2.8 ilustra os problemas gerados pela distribuição de coercividades apresentada pelos grãos de uma determinada mídia. Na Fig. 2.8, a coercividade é

representada pela energia de reversão magnética. As linhas cheias representam duas distribuições com larguras idênticas, diferenciadas pela coercividade média apresentada pelos grãos. A distribuição com coercividade média maior apresenta um grande número de grãos duros demais. Estes grãos não revertem o sentido da magnetização conforme desejado nos processos de gravação, pois os dispositivos utilizados nestes processos não fornecem energia suficiente. Por outro lado, a distribuição que possui coercividade média menor apresenta um grande número de grãos com coercividade baixa e susceptíveis aos efeitos térmicos. A solução ideal é representada pela linha tracejada, onde a largura da distribuição é menor, não havendo perda por efeitos térmicos ou dificuldades de gravação devido a dureza magnética de grãos maiores. Devido ao limite superparamagnético, existem muitos estudos direcionados no sentido de diminuir a largura de distribuição dos tamanhos de grão, permitindo a diminuição do tamanho médio destes sem que a perda por fatores térmicos seja significativa [O'Gra99]. Atualmente, existem publicações na área de gravação magnética digital tem abordado bastante a estabilidade térmica de informações gravadas [Arn00, Aba00, Doe00, Tar00B], e a distribuição de tamanhos de grão [Ina00, Zho00, Lau00].

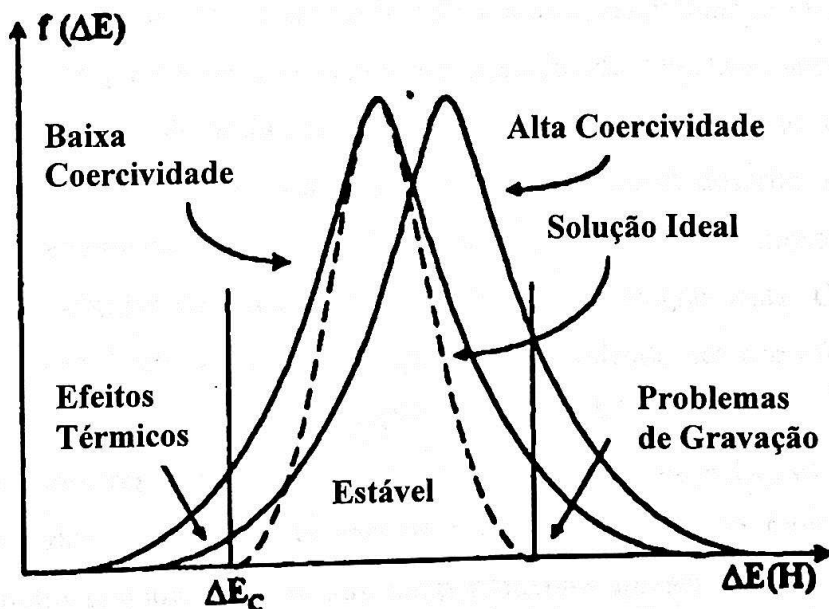


Figura 2.8: Distribuições de tamanho de grão (energia de reversão magnética). As linhas cheias representam duas distribuições com médias diferentes de tamanho de grão. A linha pontilhada representa a distribuição ideal [O'Gra99].

Para obtenção de baixos níveis de ruído, talvez mais importante do que diminuir o tamanho médio dos grãos, seja diminuir a interação magnética que existe entre eles. Apesar da observação da Separação Composicional (mesmo ela sendo acentuada devido a adição de Ta na liga), as interações intergranulares ainda representam um dos principais obstáculos para o aumento da densidade de gravação magnética.

A maneira mais utilizada para quantificação das interações magnéticas é a determinação da curva de ΔM [Spe91, Bea91], que fornece um perfil das interações em função da intensidade do campo magnético aplicado para reverter o sentido de magnetização dos grãos presentes na mídia [Kel89].

As curvas de ΔM são obtidas a partir das curvas de remanência I_d e I_r . A curva de remanência I_d é obtida da seguinte forma: a amostra é inicialmente saturada, aplicando-se sobre ela um campo magnético (com intensidade suficiente para que esta sature) “no sentido positivo”, por assim dizer. Este campo é então retirado, e a remanência da amostra é medida. Em seguida, um pequeno campo magnético no sentido negativo é aplicado por um intervalo de tempo, e a remanência é medida em campo zero. Um novo campo, ligeiramente mais intenso que o anterior é aplicado, e a remanência novamente medida. O processo segue com a aplicação de campos sucessivamente mais intensos no sentido negativo até que a saturação da amostra seja atingida. Obtém-se assim, uma curva da magnetização remanente I_d da amostra em função do campo aplicado. O processo de aquisição da curva de remanência I_r é semelhante ao processo descrito acima para I_d . Entretanto, diferentemente do caso de I_d , onde a amostra é inicialmente saturada, as remanências são obtidas com a amostra inicialmente desmagnetizada. O processo de desmagnetização utilizado varia de autor para autor, podendo ser por efeitos térmicos [Rom00], ou por desmagnetização *ac* [Kel89, May91A]. A Fig. 2.9 mostra as curvas I_d e I_r de uma das amostras deste trabalho (amostra 1A-5, ver Tab. 4.1). No nosso caso, o eixo das ordenadas representam valores de momento, o que não representa alguma mudança qualitativa na interpretação dos comportamentos apresentados pelas curvas I_d e I_r , e é irrelevante para obtenção das curvas de ΔM . No gráfico inserido podemos observar as derivadas destas curvas em relação ao campo magnético. Estas derivadas, quando normalizadas de forma que a área abaixo da curva seja unitária, fornecem as SFDs (*Switching Field Distributions*). Uma SFD pode ser interpretada como uma distribuição

de coercividades dos grãos presentes na amostra em função do campo magnético aplicado. Note que os valores de momento são obtidos com campo zero (momento remanente). Logo, a distribuição de coercividades apresentada pela SFD se refere a processos irreversíveis da magnetização dos grãos da amostra.

A comparação entre as curvas de remanência para examinar as interações entre os grãos magnéticos se origina da relação de Wohlfarth para sistemas de partículas monodomínios uniaxiais não interagentes [Woh58]:

$$\frac{Id(H)}{Ir(\infty)} = 1 - 2 \frac{Ir(H)}{Ir(\infty)} \quad (2.1)$$

Keller e colaboradores propuseram evidenciar qualquer desvio do comportamento não interativo dos grãos por meio da expressão [Kel89]:

$$\Delta M(H) = \frac{Id(H)}{Ir(\infty)} - \left[1 - 2 \frac{Ir(H)}{Ir(\infty)} \right]. \quad (2.2)$$

Valores positivos de ΔM indicam interações de troca (também chamadas de "exchange"), e valores negativos indicam interações dipolares.

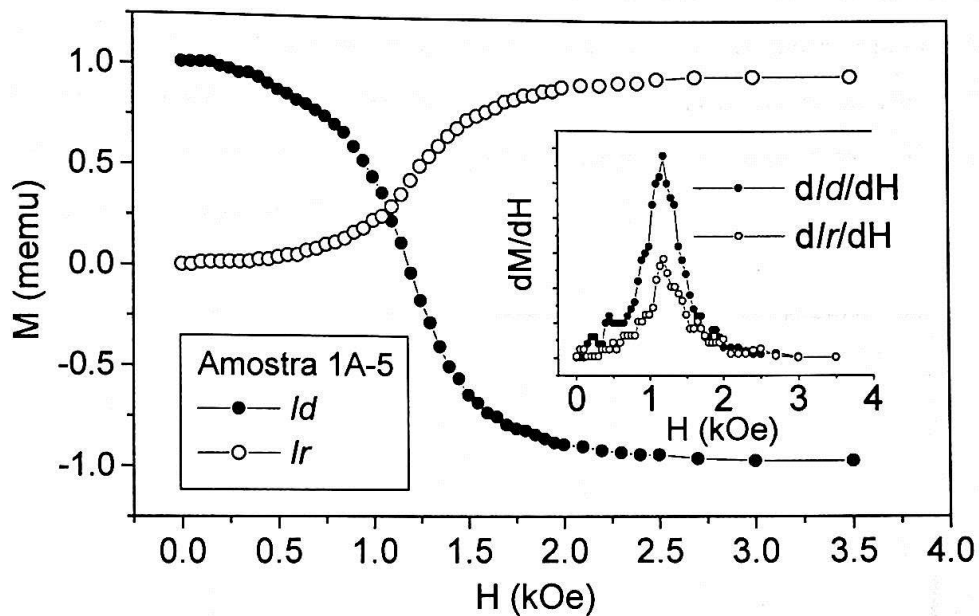


Figura 2.9: Curvas de remanência I_d e I_r da amostra 1A-5. No gráfico inserido estão as derivadas dI_d/dH e dI_r/dH .

As derivadas dI_d/dH e dI_r/dH também nos dão informações sobre a natureza das interações. O comportamento esperado para mídias não interagentes é de que ambas possuam pontos de máximo para o mesmo campo aplicado, sendo o valor do ponto máximo de dI_d/dH o dobro do valor do ponto máximo de dI_r/dH [May91A]. Observe que isso ocorre para amostra 1A-5, como mostra a Fig. 2.9.

A partir das curvas de remanência podemos obter também dois outros parâmetros importantes para a caracterização das mídias magnéticas. Na Fig. 2.10 temos uma representação esquemática das curvas I_d e I_r onde estão indicadas a coercividade remanente H_r e o ponto de meia saturação (H'_r) da curva I_r são definidos por:

$$I_d(H_r) = 0 \quad (2.3)$$

$$I_r(H'_r) = \frac{1}{2} I_r(\infty) \quad (2.4)$$

ou seja, H'_r é o valor do campo aplicado no qual a curva de remanência I_r atinge a metade do valor de saturação e H_r é o valor do campo aplicado no qual a curva de

remanência I_d possui valor nulo. Note que esta situação corresponde ao estado do filme magnético onde 50% dos grãos magnéticos invertem sua magnetização depois da saturação. Assim, para mídias não interagentes², $H_r = H'_r$. Estes novos parâmetros permitem que a interação entre os grãos seja avaliada por um método mais direto do que a interpretação das curvas de ΔM .

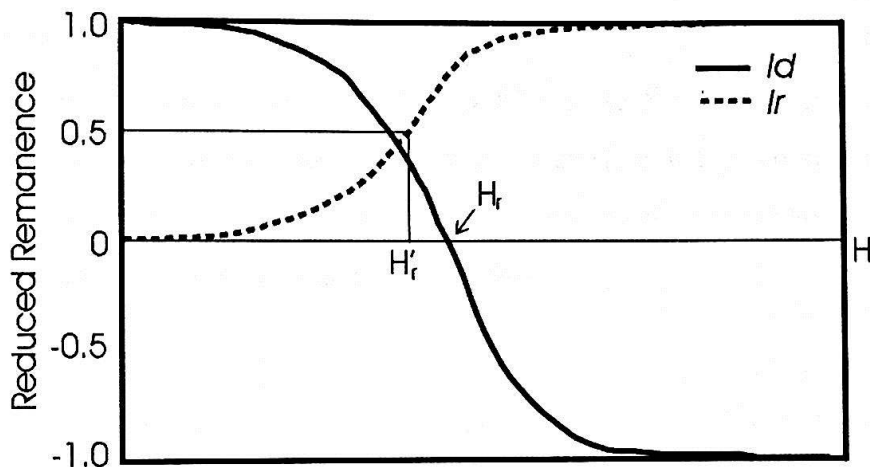


Figura 2.10: As Curvas de remanência I_d e I_r com seus respectivos valores de H_r e H'_r indicados.

Outro parâmetro muito utilizado para caracterizar as mídias magnéticas e a quadratura coerciva S^* . Ela é definida analiticamente pela expressão:

$$\frac{dM(H_c)}{dH} = \frac{M_r(\infty)}{H_c(1-S^*)}, \quad (2.5)$$

onde o termo a direita da igualdade representa o valor da susceptibilidade magnética dM/dH para $H = H_c$ (campo coercivo) e $M(\infty)$ é a magnetização remanente de saturação. A obtenção do valor de S^* por meio desta expressão é trabalhosa. Porém, ela pode ser obtida de forma aproximada a partir da curva de remanência I_d por meio da expressão:

$$S^* = 1 - \frac{H_{75} - H_{25}}{H_r}, \quad (2.6)$$

² Observe que se $H_r = H'_r$, os pontos máximos das derivadas dI_d/dH e dI_r/dH ocorrem para o mesmo valor de campo aplicado.

onde H_{25} , H_{75} e H_r são os campos nos quais 25%, 75% e 50% dos grãos magnéticos invertem sua magnetização depois da saturação, respectivamente.

Após a publicação de Keller e colaboradores [Kel89], muitos autores publicaram estudos de interações entre grãos magnéticos utilizando as curvas de ΔM . Mayo e colaboradores estudaram as interações em filmes de CoNiCr e CoCrPt [May91A, May91B]. Bottoni estudou as interações entre partículas de $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ [Bot91]. Romero e colaboradores estudaram as curvas de ΔM para filmes de SmCo [Rom00]. Existem também trabalhos deste tipo em multicamadas [O'Gra93], e inclusive um estudo do comportamento das curvas de ΔM em função da temperatura de deposição de filmes de CoCrPt/Cr depositados sobre substratos de C [Kuw94].

3 - Métodos de Produção e Análise de Filmes Finos

Neste capítulo, estudaremos de forma objetiva os métodos utilizados para produzir e caracterizar as amostras deste trabalho. Na seção 3.1 descrevemos o método de deposição por *sputtering*. As demais seções se dedicam aos métodos utilizados para determinação da espessura e composição dos filmes (RBS), propriedades estruturais (XRD) e propriedades magnéticas (VSM e SQUID).

3.1 – Deposição por *Sputtering*

Ao longo de décadas, o processo de deposição por *sputtering* [Hil76, Mat88] vem sendo amplamente utilizado na fabricação de filmes finos. Na confecção de mídias indicadas para gravação magnética digital, esta técnica é indiscutivelmente a mais bem sucedida no momento.

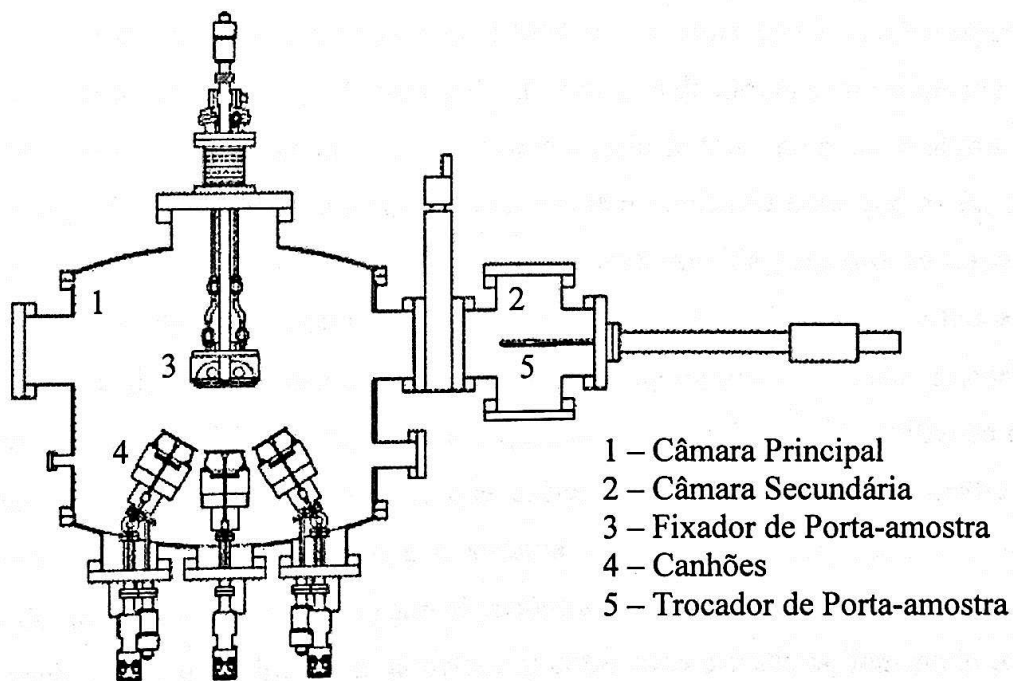


Figura 3.1: Representação esquemática do sistema de *sputtering* utilizado no LMM.

A Fig. 3.1 apresenta de forma esquemática o sistema de *sputtering* utilizado no LMM. Trata-se de sistema comercial ATC2000, da AJA. Este sistema possui uma câmara principal onde ocorrem os processos de deposição. Com exceção dos momentos em que

os processos de deposição estão ocorrendo, a câmara principal é mantida a uma pressão da ordem de 10^{-7} Torr (denominada "pressão de base") por meio de uma bomba mecânica associada a uma bomba turbomolecular. Uma câmara secundária permite que amostras produzidas sejam trocadas por substratos (sempre acoplados a um porta-amostra) sem que a pressão de base da câmara principal seja afetada. Por meio de um trocador de porta-amostra é possível posicionar o substrato na parte superior da câmara principal, onde se encontra o fixador de porta-amostra. Na parte inferior da câmara principal se encontram 4 canhões. Dentro destes canhões se encontram os alvos, que são discos de duas polegadas compostos de elementos (ex: Co, Cr, Ta, Pt, etc) ou de ligas (ex: SmCo_5 , $\text{Fe}_{85}\text{Co}_{15}$) de alta pureza. Os alvos fornecem a "matéria prima" para a formação dos filmes depositados sobre o substrato. No momento da deposição, um gás de trabalho é introduzido (no nosso caso utilizamos Ar) e por meio de uma diferença de potencial (da ordem de centenas de V), obtêm-se um plasma que proporciona choques entre os íons do gás e o alvo. As colisões podem por vezes arrancar átomos do alvo, estando estes livres para reagirem com as paredes da câmara e inclusive com o substrato.

O sistema de *sputtering* utilizado no LMM possui uma configuração especial denominada *magnetron sputtering*. A principal característica do *magnetron sputtering* é o canhão que utiliza de ímãs para concentrar o plasma do gás de trabalho sobre o alvo a ser utilizado na deposição. Isto aumenta significativamente a eficiência com que os átomos do alvo são arrancados. Esta variação da técnica foi desenvolvida para que se tornasse possível a deposição de filmes magnéticos, e atualmente ela é usada em quase todos os casos, pois trata-se de uma técnica que permite um grau de reprodutibilidade maior do que o *sputtering* usual. A Fig. 3.2 representa esquematicamente um canhão utilizado nos sistemas *magnetron sputtering*. Notamos que existem duas estruturas: uma estrutura interna composta pelo alvo, os ímãs e o sistema de refrigeração, e outra estrutura constituída de um invólucro metálico (que se encontra aterrado) que envolve a primeira. O *power supply* aplica uma diferença de potencial entre estas estruturas, ionizando o Ar que é introduzido entre o invólucro e o sistema de refrigeração.

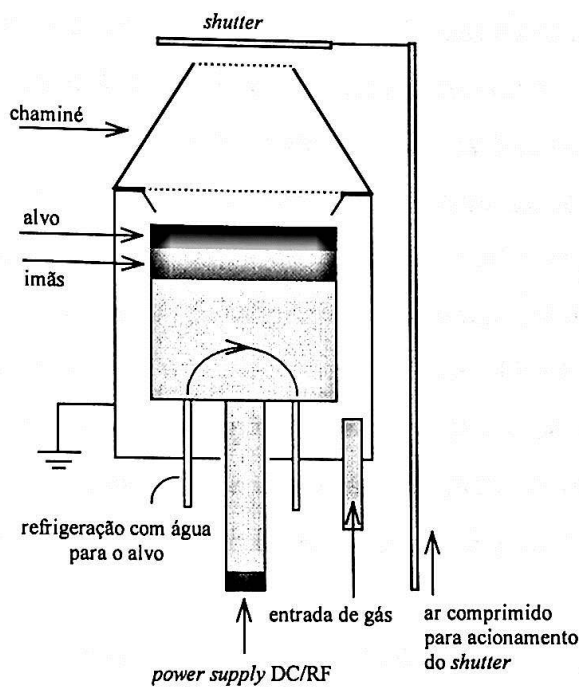


Figura 3.2: Esquema do canhão ("gun") utilizado no sistema *Magnetron Sputtering*.

A eficiência com que os átomos do alvo são arrancados pelos íons, depende do "sputtering yield" de cada material. Este parâmetro depende, por sua vez, da energia de ligação entre os átomos que compõe o alvo, da densidade do alvo, da seção de choque destes átomos, etc.

A pressão de Ar dentro da câmara (P_a) é controlada por meio do equilíbrio entre o fluxo de gás que entra na câmara e o fluxo de gás que é eliminado pela bomba turbomolecular.

Existem vários fatores que influenciam na formação e estruturação dos filmes finos depositados por *sputtering*, dos quais podemos destacar a temperatura do substrato durante a deposição (T_s), taxa de deposição (t_x), a pressão de Ar na câmara de deposição (P_a) e a geometria da câmara de deposição. Estes fatores interferem, por exemplo, na energia com que o átomo arrancado do alvo possui ao chegar ao substrato. Uma vez atingido o substrato, estes fatores interferem na mobilidade que este átomo possui até se estabelecer num sítio de menor energia. Estes fatores também são determinantes para quantidade de impurezas (o exigênio é uma impureza muito comum em amostras depositadas por *sputtering*) agregadas ao filme depositado [Car92]. Devido a natureza complexa e fenomenológica do processo de deposição por *sputtering*, é difícil estabelecer

modelamentos ou regras gerais que relacionam características estruturais dos filmes com os vários fatores que interferem de forma relevante para o processo.

Algumas desvantagens do método *sputtering*, são as baixas taxas de deposição atingidas em relação aos processos de evaporação, a contaminação por átomos do gás inerte na estrutura do filme, e os efeitos e sombreamento (*shadowing*), onde a incidência não normal dos átomos depositados dá origem a estruturas colunares inclinadas em relação normal, além de aumentar a rugosidade do filme. O efeito de sombreamento também provoca inomogeneidades na região onde o substrato se mantém preso, pois normalmente este último é fixo por meio de uma pinça ou qualquer outra forma mecânica de imobilização, que por vezes pode servir de anteparo à trajetória do átomo até o substrato.

As vantagens que podemos destacar do método de deposição por *sputtering* são:

- A espessura do filme pode ser facilmente controlada e reproduzida.
- O controle das taxas de deposição de diferentes elementos em deposição simultânea permitem a obtenção de ligas com diferentes composições.
- Alvos com grande área podem ser utilizados para o *sputtering*, permitindo a fabricação de filmes com áreas maiores.

3.2 – Espectrometria de Retroespalhamento de Rutherford

Esta técnica é mais conhecida pela sigla RBS (Rutherford Backscattering Spectrometry) [Chu78] e foi inicialmente desenvolvida para testar a teoria atômica de Rutherford. Trata-se de uma técnica de fácil compreensão, pois a teoria utilizada para explicar o processo é a mecânica clássica das colisões. As propriedades dos filmes são determinadas por meio de uma análise das partículas retroespalhadas de um feixe monoenergético e colimado que atinge a amostra. Este método permite a determinação da espessura de um filme fino, quantifica sua composição, e especifica a estrutura de camadas da amostra.

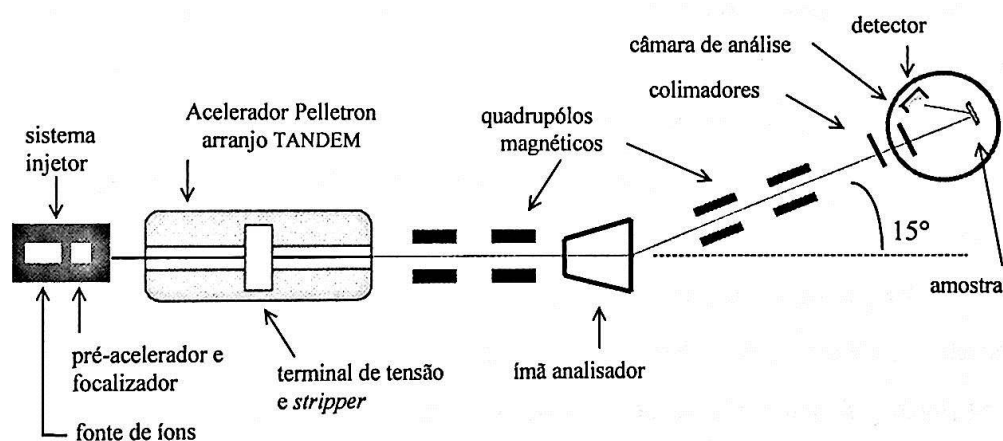


Figura 3.3: Diagrama de um aparato experimental típico para medidas de Retroespalhamento Rutherford.

A Fig. 3.3 mostra um diagrama do sistema utilizado pelo Laboratório de Análises de Materiais por Feixes Iônicos (LAMFI) para medidas de retroespalhamento. Partículas carregadas são produzidas numa fonte de íons e injetadas em um pré-acelerador. Em seguida, adquirem uma energia cinética da ordem de alguns megaeletrons-Volts por meio de um acelerador linear do tipo Pelletron. As partículas do feixe são então selecionadas em energia, carga e massa por um sistema de eletroímãs (quadropolos e um ímã analisador) e fendas que desviam o feixe de modo que somente as partículas com a energia e a trajetória desejada chegam até a amostra. O feixe então penetra na câmara de espalhamento e atinge a amostra num ângulo conhecido. As partículas do feixe

retroespalham e parte delas atinge o detetor que se encontra em um ângulo fixo em relação ao feixe incidente. O detetor, por sua vez, converte a energia das partículas retroespalhadas em um sinal elétrico que é interpretado por um computador, gerando um espectro característico da amostra. O espectro, consiste em um histograma que relaciona o número de contagens (número de partículas que chega até o detetor) em função da energia da partícula. Todo o sistema é mantido em vácuo (10^{-7} Torr) para que as partículas na câmara de espalhamento não sofram colisões com os átomos que compõem o ar.

A determinação da composição das camadas de uma amostra e suas respectivas espessuras são obtidas com a simulação do espectro obtido para esta amostra. O programa utilizado para a simulação (Rump [Doo85]) leva em conta um modelo clássico para a interação entre as partículas do feixe e os átomos da amostra, considerando o retroespalhamento como sendo resultado de uma colisão elástica. Trata-se de uma boa aproximação do evento de colisão realmente presente no sistema de medidas. Em outro aspecto da situação real, observamos que enquanto a partícula de prova penetra na amostra e o retroespalhamento não ocorre, existe uma interação entre a partícula de prova e o campo coulombiano gerado pelos elementos que compõem a amostra. Esta interação é inversamente proporcional ao quadrado da velocidade da partícula de prova, resultando na redução gradativa da energia da partícula que atinge o detetor, conforme o espalhamento que a origina ocorre em camadas mais profundas da amostra. Dentro do modelo utilizado pelo programa de simulação Rump, o decréscimo de energia do feixe em função da espessura de penetração é linear. O modelo considera ainda outras aproximações, desprezando espalhamentos de segunda ordem. Apesar disso, seus resultados oferecem boa aproximação para amostras não muito espessas ($\sim 10^2$ nm).

Para que este modelo possa ser utilizado de maneira mais aproximada da situação real, é importante que a energia das partículas incidentes supere em pelo menos duas ordens de grandeza a energia de ligação entre os átomos que constituem a amostra (\sim eV), garantindo a aproximação de colisão elástica entre os núcleos. Ao mesmo tempo, a energia das partículas incidentes deve ser inferior a 3 Mev, pois acima deste valor, efeitos de ordem nuclear podem ocorrer.

Por se tratar de um fenômeno de retroespalhamento, é fisicamente impossível detectar elementos com massa menor que a da partícula de prova, e por este motivo, He e H ionizados normalmente constituem o feixe que incide sobre a amostra.

Este método de análise possui também outras limitações, como a quantificação de elementos leves. Por terem tamanho reduzido, estes elementos possuem uma seção de choque pequena fazendo com que as partículas retroespalhadas por eles chegam ao detetor em pequeno número, prejudicando a estatística da análise. A discriminação de elementos pesados com massas parecidas também é prejudicada. Como a partícula de prova possui massa pequena, sua energia de retroespalhamento quase não muda para elementos pesados dispostos lado a lado na tabela periódica.

De maneira geral, o RBS é uma poderosa ferramenta para caracterização de materiais, sendo totalmente adequada ao nosso propósito de determinar a espessura e composição das amostras produzidas neste trabalho, e além de tudo, trata-se de um método não destrutivo de análise.

Neste trabalho, a composição e a espessura das amostras foram determinadas com um equipamento da NEC, modelo 5SDH, com feixe de $^4\text{He}^+$, energia de 2.4 MeV, carga integrada de 30 μC , e uma corrente iônica de 15 nA. Na Fig. 3.4 temos o espectro experimental e o espectro simulado de uma amostra constituída de um sobrecamada de Si, depositada sobre uma camada de CoCrPt e uma subcamada de Cr. O substrato utilizado foi de C amorfo (amostra 2A-4 – ver Tab. 4.2 no Cap. 4).

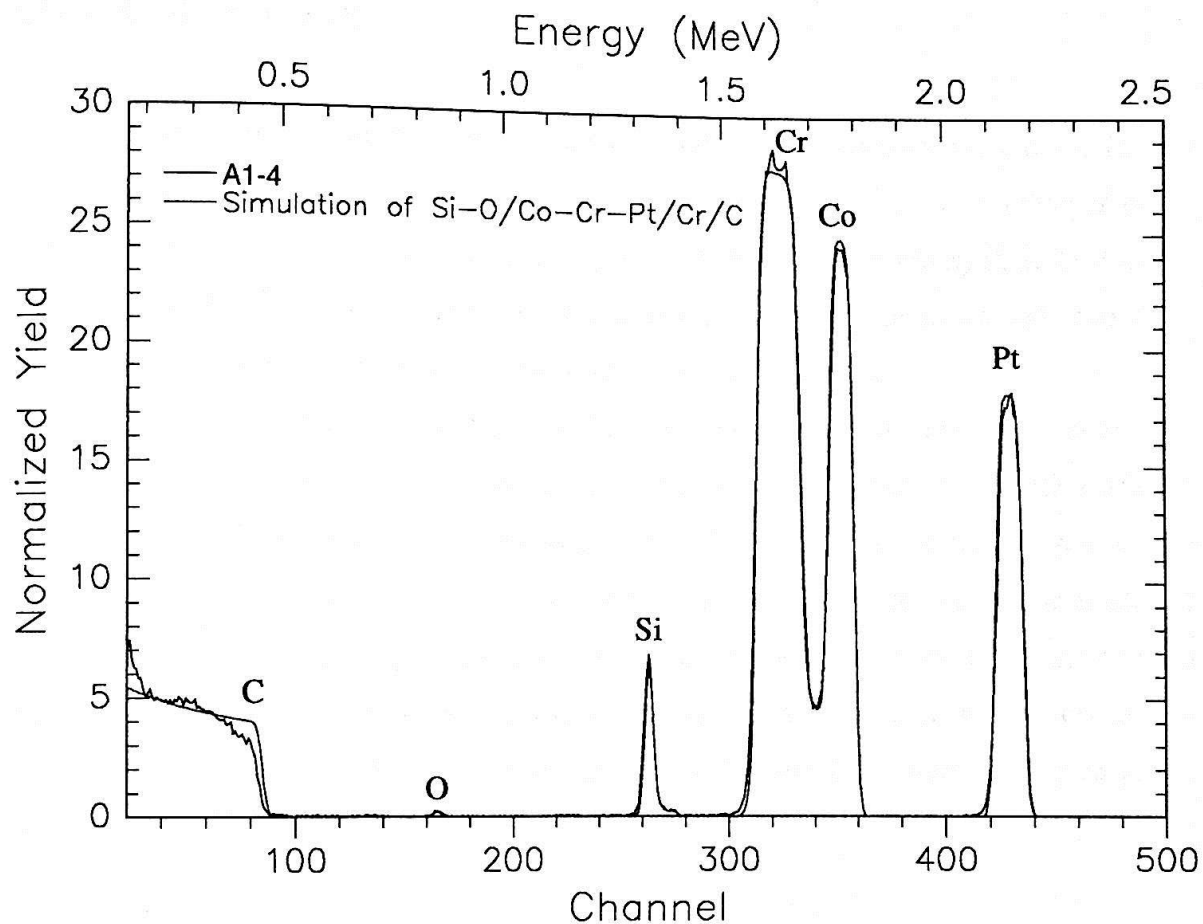


Figura 3.4: Espectro experimental e simulado da amostra 2A-4.

3.3 – Difração de Raio-X

Existem vários fenômenos de interação de Raios-X com a matéria. Uma delas é a difração. A difração de raios-X é uma técnica muito utilizada para caracterização estrutural de materiais e é conhecida pela sigla XRD (*X-Ray Diffraction*) [Cul78, Fan98]. O fenômeno de difração só ocorre quando o comprimento de onda da radiação é da mesma ordem que o espaçamento interatômico do material analisado.

Se uma onda eletromagnética incide sobre um átomo, ela será espalhada isotropicamente pelos elétrons deste átomo sem alterar o comprimento de onda da radiação original. Se um feixe de raios-X é espalhado por uma estrutura regular de átomos, temos padrões de interferência construtiva ou destrutiva, que caracterizam o processo de difração. Assim, uma estrutura cristalina pode ter padrões de difração muito precisos devido à disposição ordenada dos átomos. Cada família de planos cristalinos com índices de Míller h , k e l terá a sua condição de difração determinada pela lei de Bragg:

$$n\lambda = 2d_{hkl}\text{sen}\theta_{hkl} \quad (3.4)$$

onde n é um número natural inteiro que indica a ordem da difração, λ é o comprimento de onda do raio-X incidente, d_{hkl} é a distância entre os planos da família hkl , θ_{hkl} é o ângulo de incidência do feixe em relação ao plano cristalino. Os valores de d_{hkl} , para os principais compostos estão tabelados nas fichas JCPDS (*Joint Committee on Powder Diffraction Standards*) da *International Union of Crystallography*.

No método da difratometria de pó com varredura θ - 2θ , o feixe e o detector transladam em torno da amostra, sempre mantendo-se em ângulos opostos em relação a normal a amostra, que permanece fixa (ou rotacionando num eixo paralelo ao plano de translação do feixe), como mostra a Fig. 3.5.

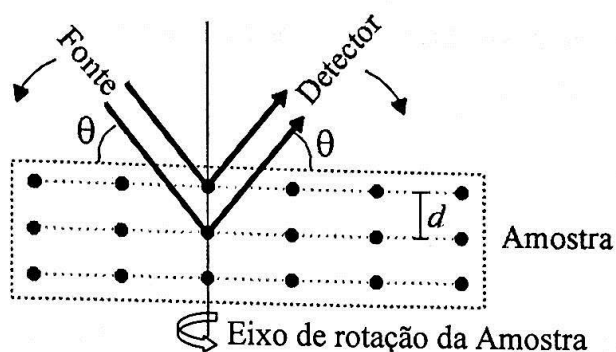


Figura 3.5: Diagrama esquemático da configuração experimental para medidas de XRD pelo método da difratometria de pó com varredura θ - 2θ . Esta configuração é muito comum para a análise de filmes finos, onde a fonte de raios-X e o detector se mantêm sempre num ângulo θ em relação ao plano do filme.

Com esse método, obtemos um difratograma que relaciona a intensidade do feixe difratado com o dobro do ângulo de incidência do feixe (2θ).

Somente um pequeno número de substâncias cristalinas são compostas por um único elemento ocupando os sítios de uma das 14 redes de Bravais [Cul78]. Podemos visualizar uma rede cristalina de uma substância como sendo uma estrutura de átomos com um arranjo local que se repete espacialmente. Podemos simplificar o problema considerando todas as condições de difração possíveis da rede de Bravais simples. Mas, cada átomo que compõe a estrutura local pode ser considerado como uma origem de uma rede de Bravais independente, formando um conjunto de redes de Bravais simples que interferem entre si. O “fator de estrutura” determina a influência das interferências entre os feixes difratados pelas redes de Bravais correspondentes aos átomos que compõem a estrutura local nas intensidades dos picos de difração de uma rede simples. Por exemplo: podemos considerar a rede cúbica de corpo centrado (*bcc*) como uma rede cúbica simples (*sc*) com dois átomos na base. O primeiro deles se encontra na origem de um dado sistema de coordenadas e o segundo se encontra na posição ($x = a/2, y = a/2, z = a/2$) onde a é o parâmetro de periodicidade com que a estrutura formada por estes dois átomos se repete ao longo da rede (veja Fig 3.6). Neste caso, primeiramente podemos considerar todas as possibilidades de difração de uma rede *sc* com parâmetro de rede a . Mas na verdade temos duas redes *sc* intercaladas entre si, cada uma correspondente ao seu átomo da base. Portanto, o padrão de difração de uma rede pode interferir com o padrão da outra. O fator de estrutura nos diz quais são os picos de difração que serão acentuados e

quais serão atenuados ou até mesmo anulados devido a esta interferência. A expressão do fator de estrutura é dada por:

$$F(hkl) = \sum_N f_N \exp[2\pi i(hx_N + ky_N + lz_N)] \quad (3.5)$$

onde f_N é o fator de espalhamento atômico, e x_N , y_N , e z_N são as coordenadas do n-ésimo átomo da estrutura que forma a rede na forma de frações da dimensão da célula unitária.

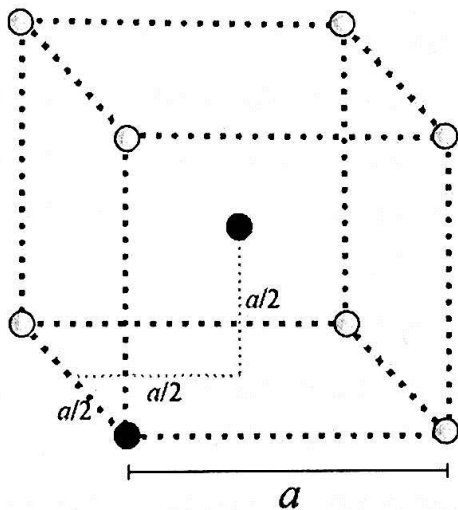


Figura 3.6: Diagrama esquemático da célula unitária da estrutura *bcc*. Os dois átomos em preto constituem a estrutura que se repete com parâmetro a , formando a rede cristalina *bcc*. Os átomos cinza pertencem a rede *sc* do átomo da base que se encontra na origem.

Neste trabalho, determinamos as propriedades estruturais de filmes finos de Cr e CoCrX ($X = \text{Ta}$ ou Pt). Os filmes são policristalinos e os filmes a base de Co apresentam preferencialmente estrutura cristalina *hcp*. Nestes filmes, é comum a presença de falhas de empilhamento, contornos de macla e contornos de grão que comprometem a estrutura cristalina das amostras, dando a elas características amorfas. A parte cristalina existe em forma de grãos que possuem diferentes orientações cristalográficas. Determinar as diferentes orientações cristalográficas apresentada pela fração cristalina do filme significa determinar seu grau de texturização. As fichas JCPDS fornecem as relações entre as intensidades dos picos de difração dos diferentes planos cristalográficos apresentados por um determinado material. Para isso, as medidas de difração são feitas em uma amostra em pó deste material, de forma que não existe orientação preferencial dos vários planos

cristalográficos apresentados pela estrutura cristalina deste material, isto é, uma amostra em pó não apresenta texturização. Se uma amostra é texturizada, as intensidades dos picos de difração apresentadas pelos diferentes planos cristalográficos do material que compõe a amostra não correspondem ao esperado para uma amostra em pó. No processo de análise de varredura θ - 2θ , em filmes finos, o feixe de raio-X e o detector se posicionam de forma que o ângulo da condição de Bragg coincida com o ângulo entre o feixe e a normal à superfície do filme. Assim, os planos que obedecem à condição de Bragg são paralelos à superfície do filme. A intensidade dos picos de difração nos dá uma informação porção cristalina da amostra que se encontra nesta fase, enquanto a largura dos mesmos nos dá uma idéia do tamanho de grão, ou seja, do grau de perfeição da fase cristalina. A característica policristalina, somada a defeitos na estrutura cristalina (como falhas de empilhamento) normalmente presentes em filmes a base de CoCr, promovem o alargamento do pico de difração.

Neste trabalho, as amostras produzidas tiveram seu grau de texturização analisado por difratometria de pó com varredura θ - 2θ , num equipamento PHILIPS PW1710 pertencente ao Laboratório de Caracterização Tecnológica do Departamento de Engenharia de Minas da Escola Politécnica da USP. A radiação utilizada foi a k_{α} do Cu. As condições de medida foram: $25^{\circ} < 2\theta < 90^{\circ}$, passo: 0.05° , tempo de aquisição por passo: 5s.

3.4 – Magnetometria por Amostra Vibrante

O magnetômetro de amostra vibrante (VSM) [Sam98, Chi97B] foi desenvolvido por S. Foner em 1955, e é um instrumento muito utilizado para se medir propriedades magnéticas macroscópicas das amostras, tais como H_c , M_r e M_s . Trata-se de um equipamento de baixo custo, simples e funcional. O VSM se utiliza da lei de indução de Faraday, e transforma o movimento de uma amostra magnetizada num sinal elétrico. Esse sinal elétrico é convertido em valores de momento magnético por meio de uma calibração feita com uma amostra padrão (no caso de nosso laboratório, de Ni), cuja massa e momento magnético no estado saturado são conhecidos.

No Laboratório de Materiais Magnéticos do IFUSP, temos um magnetômetro PAR-EEG modelo 4500. A Fig. 3.7, mostra um diagrama do sistema de medidas utilizado neste trabalho¹. O sistema é composto basicamente pelo magnetômetro, uma bobina de Helmholtz e um microcomputador interfaceado com a bobina e com o magnetômetro. A bobina de Helmholtz é composta por dois conjuntos de espiras de corrente dispostos de maneira que a distância entre os dois conjuntos é igual ao raio das espiras. A corrente elétrica nas espiras (gerada pela Fonte) é responsável pelo campo magnético aplicado sobre a amostra, cuja intensidade é controlada pelo computador por meio do Gaussímetro. Na Fig. 3.7, podemos observar uma haste presa à cabeça do magnetômetro que estabelece um movimento oscilatório vertical de 83 Hz. A amostra, fixa na extremidade inferior da haste (composta de quartzo e PVC), se encontra no centro geométrico da bobina de Helmholtz, onde também se encontram as bobinas *pick up* do magnetômetro responsáveis pela transformação da variação do fluxo magnético gerado pelo movimento da amostra em corrente elétrica. Os valores de momento detectados podem ser registrados pelo computador. Assim, as medidas mais comuns, como as curvas de histerese, podem ser adquiridas automaticamente.

A bobina nos permite aplicar campos de até 20 kOe sobre as amostras, e o magnetômetro possui uma sensibilidade nominal à variações de fluxo de 10^{-4} emu.

¹ Vimos no Capítulo 1, que uma curva de histerese relaciona valores de magnetização (M) com o campo aplicado. Neste equipamento, obtemos uma curva que relaciona valores de momento magnético (m) com o campo H . Para obtermos os valores de M , devemos dividir m pelo volume do filme magnético V ($M = m/V$)

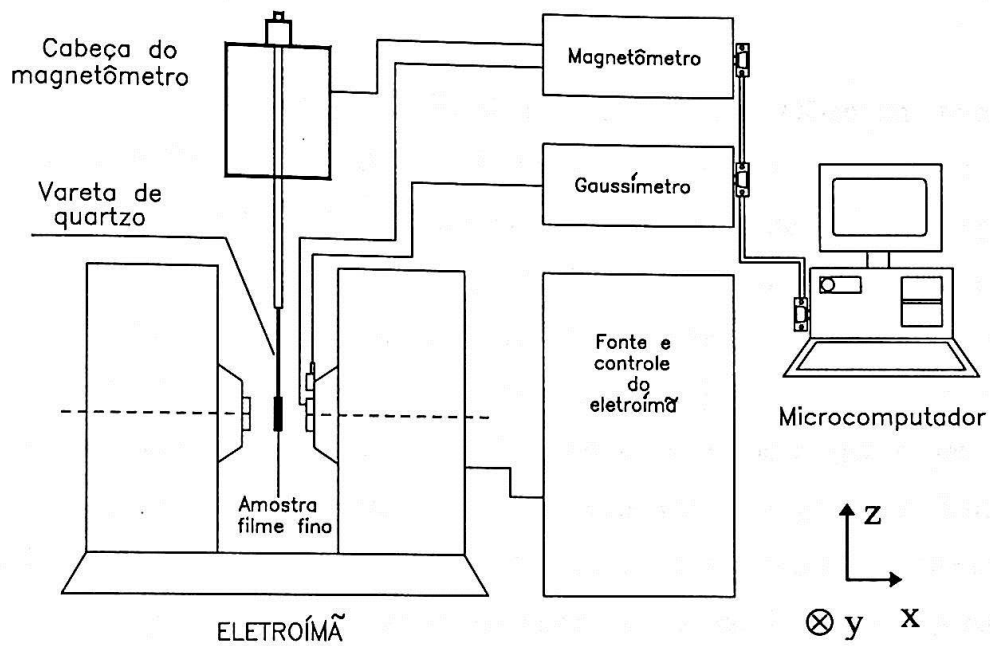


Figura 3.7: Esquema do Magnetômetro de Amostra Vibrante.

3.5 – Magnetometria por SQUID

Usualmente chamado de SQUID (Superconducting QUantum Interference Device), o magnetômetro SQUID [Sam98, Tae00] é muito mais sensível que o VSM, sendo capaz de detectar variações de fluxo magnético da ordem de 10^{-9} emu. O princípio de operação do SQUID é baseado no efeito Josephson e na quantização do fluxo magnético em um circuito supercondutor fechado. Basicamente, um SQUID consiste de um anel supercondutor interrompido por uma ou duas junções Josephson. O efeito Josephson corresponde ao tunelamento dos pares de Cooper (pares de elétrons responsáveis pelo fenômeno coletivo da supercondutividade) por uma barreira de potencial situada entre dois supercondutores. A junção Josephson possui uma corrente crítica acima da qual ela perde a característica supercondutora. No estado supercondutor, o anel apresenta resistência nula, e nenhuma tensão é detectada nos seus terminais. Quando a corrente crítica é atingida, a junção passa para o estado normal, e é possível detectar uma tensão não nula no anel. No SQUID, a corrente crítica é função do fluxo magnético aplicado, e o momento da amostra pode ser determinado a partir da medida da variação da corrente crítica do anel supercondutor. Trata-se do instrumento mais sensível que existe para medidas de variação de fluxo magnético. Normalmente medidas com o SQUID são mais lentas que com o VSM.

O SQUID utilizado neste trabalho foi o modelo MPMS XL da Quantum Design. A Fig. 3.8 apresenta um diagrama deste sistema. Trata-se de um SQUID do tipo RF, onde o anel supercondutor possui apenas uma junção Josephson. O fluxo magnético da amostra é detectado por uma bobina, que é parte de um circuito fechado supercondutor acoplado indutivamente ao SQUID. A voltagem de saída do SQUID, que é proporcional a variação do fluxo nas bobinas de detecção, é digitalizado (digitalizador AC) e gravado no computador. Um fato importante a ser ressaltado é a corrente no circuito supercondutor gerado pelo fluxo magnético da amostra. Essa corrente pode interferir na própria medida do fluxo magnético da amostra. Por isso, existe um sistema de realimentação que filtra o sinal gerado por essa corrente e também auxilia na filtragem de outros tipos de ruído que possam estar presentes. Na Fig. 3.8, este sistema é representado pela Bobina de Referência AC e pela Referência AC.

Neste sistema, o campo magnético é gerado por uma bobina supercondutora que permite a aplicação de campos de até 70 kOe.

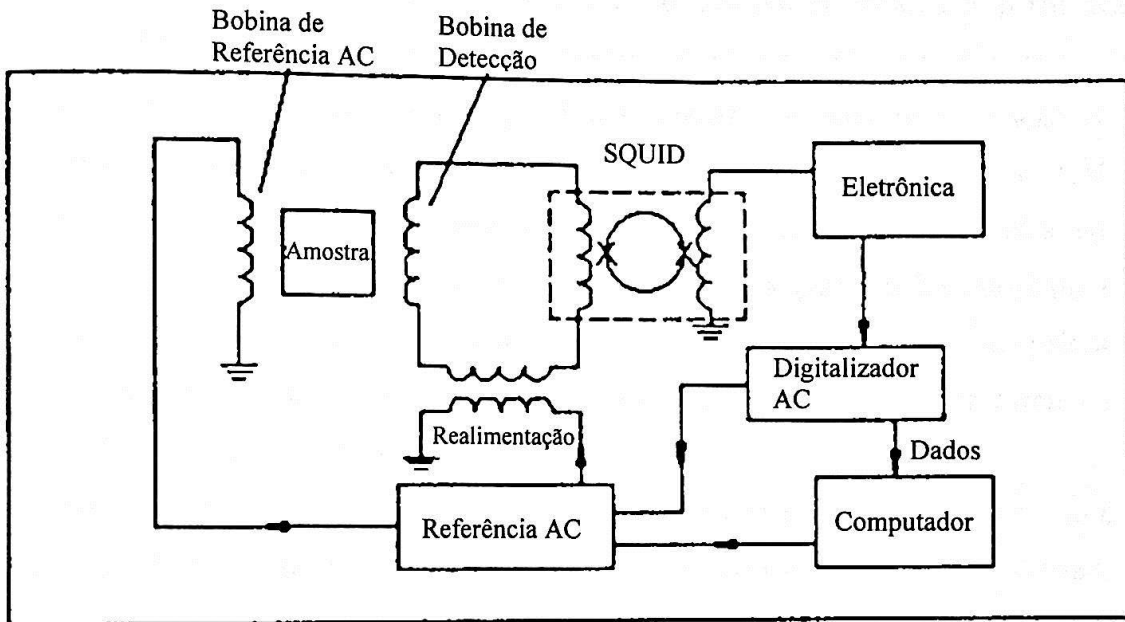


Figura 3.8: Diagrama esquemático do equipamento SQUID utilizado neste trabalho.

4 – Resultados Experimentais

Apresentamos neste capítulo os resultados e discussões obtidos a partir das medidas de RBS, XRD, VSM e SQUID das amostras produzidas. Começamos, na seção 4.1, com uma descrição da estrutura geral das amostras e uma apresentação das espessuras e das composições de suas camadas determinadas por meio de RBS. Assim como no restante do capítulo, apresentamos somente as amostras produzidas com diferentes composições da camada magnética pois foram a partir delas surgiram os resultados mais interessantes. As amostras produzidas com filmes magnéticos depositados em diferentes temperaturas de substrato (T_s) e pressão de Ar na câmara de deposição (P_a) são descritas no apêndice 1.

Na seção 4.2 descrevemos o estudo feito sobre filmes de Cr com o propósito de obter a textura Cr{200} maximizada. Os filmes com texturização Cr{200} são utilizados como subcamada para a obtenção da anisotropia longitudinal do filme magnético. Determinamos os parâmetros de deposição (T_s , P_a , taxa de deposição (t_x) e espessura do filme (E)) que maximizam a textura Cr{200} e verificamos a dependência da texturização dos filmes de Cr em relação à estes parâmetros.

Na seção 4.3 fizemos uma análise das propriedades cristalográficas obtidas por XRD. Verificamos qualitativamente a texturização das amostras e a largura dos picos de difração dos filmes magnéticos e argumentamos sobre uma possível presença da fase *fcc* coexistindo com a fase *hcp* normalmente apresentada pela camada magnética. Avaliamos a variação dos parâmetros de rede *a* e *c* da estrutura *hcp* do filme magnético com o aumento do percentual atômico de Pt na composição do filme. Avaliamos também o comportamento da relação *c/a* com a adição de Pt à estrutura do Co.

As propriedades magnéticas obtidas com VSM são discutidas na seção 4.4. Primeiramente, na subseção 4.4a, descrevemos o procedimento para a obtenção das curvas de histerese (das quais obtivemos os parâmetros H_c , M_s , M_r e S) e das curvas de remanência (das quais obtivemos os parâmetros H_r , H'_r e S^*). Na subseção 4.4b, analisamos os comportamentos dos parâmetros H_c , M_s , M_r , S , H_r , H'_r e S em função da composição da camada magnética das amostras. Das curvas de remanência, determinamos as curvas de ΔM e avaliamos o comportamento interativo dos grãos que

compõem o filme magnético. Tentamos relacionar os comportamentos magnéticos com as propriedades estruturais apresentadas na seção 4.3. As curvas de ΔM obtidas com o VSM se mostraram ruidosas. Maiores detalhes dos comportamentos das curvas de ΔM são abordados na seção 4.4c, onde apresentamos os resultados das curvas de remanência obtidas com SQUID para 3 amostras selecionadas. Com curvas de remanência medidas num instrumento mais sensível, foi possível elaborar hipóteses a respeito da relação entre as propriedades magnéticas e estruturais das amostras.

4.1 – Descrição das Amostras Produzidas

As amostras estudadas constituem-se de um sistema de 3 camadas de filmes finos. A estrutura das amostras produzidas pode ser observada no Fig. 4.1.

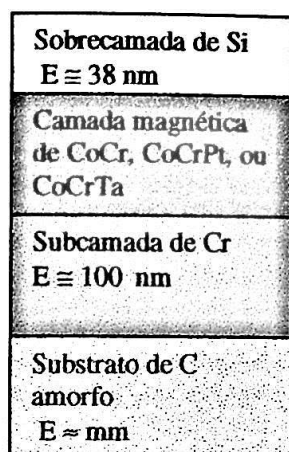


Figura 4.1: Estrutura das amostras produzidas.

Todas as amostras possuem uma subcamada de Cr (produzida com os parâmetros: $T_s = 350^\circ\text{C}$, $P_a = 1.1$ mTorr, $t_x = 0.20$ nm/s e $E = 100$ nm – veja na seção 4.2 o estudo feito para a abtenção destes parâmetros). Em todas as amostras utilizamos substratos de C amorfo (Glass Like Carbon) e depositamos uma sobrecamada de Si com o propósito de proteger os filmes contra oxidação.

Dividimos as amostras em 3 grupos diferentes, de acordo com a composição da camada magnética. O primeiro grupo é composto por uma série de amostras de CoCr (Tab. 4.1, série 1A) onde variamos a composição da camada magnética. O segundo e o terceiro grupo são constituídos por amostras cujos filmes magnéticos são compostos de CoCrPt e CoCrTa, respectivamente. Produzimos uma série de CoCrPt (Tab. 4.2, série 2A) e outra de CoCrTa (Tab. 4.3, série 3A) onde a quantidade de Co na camada magnética foi sistematicamente alterada. Nas séries 2A e 3A nos preocupamos em manter constantes as proporções atômicas entre o Cr e a Pt e entre o Cr e o Ta respectivamente (veja a regra composicional destas séries na Tab. 4.4). As séries 1A, 2A e 3A nos permitem estudar o efeito da adição da Pt e de Ta à liga de CoCr.

As amostras da série 2B (Tab. 4.2) foram produzidas com o propósito de estudar o efeito da variação do percentual atômico de Pt da liga magnética nas propriedades do

filme. De maneira equivalente, na série 3B (Tab. 4.3) estudamos o efeito da variação do conteúdo de Ta.

Tabela 4.1: Composição e espessura das camadas que compõem as amostras de CoCr.

Série	Amostra	Sobrecamada: Composição e Espessura	Camada magnética: Composição e Espessura	Subcamada de Cr Espessura
1A	1A-1	Si ₉₀ O ₁₀ (37 nm)	Co ₆₄ Cr ₃₅ (53 nm)	100 nm
	1A-2	Si ₉₀ O ₁₀ (37 nm)	Co ₆₇ Cr ₃₃ (53 nm)	103 nm
	1A-3	Si ₉₀ O ₁₀ (38 nm)	Co ₇₀ Cr ₃₀ (53 nm)	100 nm
	1A-4	Si ₉₀ O ₁₀ (34 nm)	Co ₇₂ Cr ₂₈ (51 nm)	98 nm
	1A-5	Si ₉₀ O ₁₀ (35 nm)	Co ₇₆ Cr ₂₄ (53 nm)	98 nm

Tabela 4.2: Composição e espessura das amostras dos filmes de CoCrPt. Nas séries 2A e 2B temos, respectivamente, a variação da fração de Co e de Pt na liga.

Série	Amostra	Parâmetro Variante	Sobrecamada: Composição e Espessura	Camada magnética: Composição e Espessura	Subcamada de Cr Espessura
2A	2A-1	Conteúdo de Co no filme magnético	Si ₉₀ O ₁₀ (40 nm)	Co ₆₆ Cr _{24.4} Pt _{9.6} (54 nm)	100 nm
	2A-2		Si ₉₀ O ₁₀ (40 nm)	Co _{69.5} Cr _{21.7} Pt _{8.8} (53 nm)	100 nm
	2A-3		Si ₉₀ O ₁₀ (40 nm)	Co ₇₁ Cr _{21.5} Pt _{7.5} (53 nm)	100 nm
	2A-4		Si ₉₀ O ₁₀ (36 nm)	Co ₇₅ Cr _{18.2} Pt _{6.8} (53 nm)	95 nm
	2A-5		Si ₉₀ O ₁₀ (42 nm)	Co _{76.5} Cr _{17.4} Pt _{6.1} (53 nm)	100 nm
2B	2B-1	Conteúdo de Pt no filme magnético	Si ₉₃ O ₇ (38 nm)	Co _{71.5} Cr _{25.7} Pt _{2.8} (51 nm)	100 nm
	2B-2		Si ₉₃ O ₇ (38 nm)	Co _{71.5} Cr _{23.5} Pt ₅ (51 nm)	100 nm
	2A-3 ^b		Si ₉₀ O ₁₀ (40 nm)	Co ₇₁ Cr _{21.5} Pt _{7.5} (53 nm)	100 nm
	2B-4		Si ₉₀ O ₁₀ (40 nm)	Co ₇₁ Cr _{19.7} Pt _{9.3} (52 nm)	100 nm
	2B-5		Si ₉₃ O ₇ (43 nm)	Co ₇₂ Cr ₁₇ Pt ₁₁ (53 nm)	105 nm
	2B-6		Si ₉₃ O ₇ (42 nm)	Co _{70.5} Cr ₁₆ Pt _{13.5} (52 nm)	105 nm
	2B-7		Si ₉₀ O ₁₀ (40 nm)	Co _{70.5} Cr _{13.7} Pt _{15.8} (53 nm)	100 nm

Tabela 4.3: Composição e espessura das amostras dos filmes de CoCrTa. Nas séries 3A e 3B temos, respectivamente, a variação da fração de Co e de Ta na liga.

Série	Amostra	Parâmetro Variante	Sobrecamada: Composição e Espessura	Camada magnética: Composição e Espessura	Subcamada de Cr Espessura
3A	3A-1	Conteúdo de	Si ₉₅ O ₅ (40 nm)	Co _{71.5} Cr _{25.3} Ta _{3.2} (47 nm)	112 nm
	3A-2 ^b	Co no filme magnético	Si ₉₅ O ₅ (38 nm)	Co ₇₄ Cr _{23.2} Ta _{2.8} (48 nm)	110 nm
	3A-3 ^c		Si ₉₃ O ₇ (38 nm)	Co ₇₆ Cr _{21.5} Ta _{2.5} (48 nm)	112 nm
	3A-4		Si ₉₅ O ₅ (39 nm)	Co _{79.6} Cr _{18.2} Ta _{2.2} (48 nm)	112 nm
3B	3B-1	Conteúdo de	Si ₉₀ O ₁₀ (35 nm)	Co _{78.5} Cr ₂₁ Ta _{0.5} (50 nm)	110 nm
	3B-2	Ta no filme magnético	Si ₉₀ O ₁₀ (38 nm)	Co ₇₈ Cr _{20.3} Ta _{1.7} (50 nm)	110 nm
	3B-3		Si ₉₀ O ₁₀ (40 nm)	Co ₇₉ Cr _{18.5} Ta ₃ (50 nm)	110 nm
	3B-4		Si ₉₀ O ₁₀ (38 nm)	Co ₇₈ Cr _{18.1} Ta _{3.9} (50 nm)	115 nm
	3B-5		Si ₉₀ O ₁₀ (40 nm)	Co ₈₀ Cr _{14.5} Ta _{5.5} (50 nm)	110 nm
	3B-6		Si ₉₃ O ₇ (38 nm)	Co _{79.5} Cr _{13.6} Ta _{6.9} (48 nm)	110 nm
	3B-7		Si ₉₀ O ₁₀ (40 nm)	Co ₈₀ Cr ₁₂ Ta ₈ (50 nm)	110 nm
	3B-8		Si ₉₃ O ₇ (38 nm)	Co ₇₉ Cr ₁₂ Ta ₉ (50 nm)	113 nm
	3B-9		Si ₉₃ O ₇ (40 nm)	Co ₇₈ Cr ₁₂ Ta ₁₀ (48 nm)	110 nm
	3B-10		Si ₉₅ O ₅ (39 nm)	Co ₇₉ Cr ₁₀ Ta ₁₁ (48 nm)	110 nm

Tabela 4.4: Regras composicionais das séries 1A, 2A, 3A, 2B e 3B. A regra composicional das séries 2A e 3A foram produzidas de forma a manter constante as proporções atômicas entre o Cr e o Ta e entre o Cr e a Pt presentes no filme magnético, respectivamente.

Série	Regra Composicional
1A	Co _x Cr _{100-x}
2A	Co _x Cr _{(100-x)0.73} Pt _{(100-x)0.27}
3A	Co _x Cr _{(100-x)0.9} Ta _{(100-x)0.1}
2B	Co ₇₁ Cr _{29-x} Pt _x
3B	Co ₇₉ Cr _{21-x} Ta _x

Produzimos as séries 2C e 3C, onde o filme magnético das amostras foi depositado com diferentes valores de T_s. Nas séries 2D e 3D, P_a foi o parâmetro variante. Neste trabalho, nos concentramos na análise das amostras das séries 1A, 2A, 2B, 3A e 3B, por isso, a descrição e os parâmetros H_c, S, M_s, M_r das amostras das séries 2C, 2D, 3C e 3D se encontram no Apêndice 1.

Para todas as amostras, a taxa de deposição do filme magnético foi de 0.26 nm/s. Com exceção das séries 1C e 2C, o filme magnético de todas as amostras foi depositado com $T_s = 350^\circ\text{C}$. Todos os filmes magnéticos foram depositados com $P_a = 1.0$ mTorr, exceto para as amostras das séries 1D e 2D.

4.2 – Análise da Subcamada de Cr

Como vimos no Capítulo 2, a anisotropia longitudinal dos filmes finos a base de CoCr é geralmente induzida com o auxílio de uma subcamada de Cr texturizada em {200}. Assim, fizemos um estudo dos parâmetros de processamento da subcamada de Cr com o objetivo de maximizar essa textura.

Realizamos estudos sistemáticos da evolução da textura dos filmes de Cr em função da temperatura do substrato durante a deposição (T_s), da pressão de Ar na câmara de deposição (P_a), da taxa de deposição (t_x) e da espessura do filme (E). A textura foi analisada com XRD.

Com a utilização de substratos de C amorfo (Glass Like Carbon), obtivemos as condições de deposição que determinam a formação de filmes de Cr com a textura {200} predominante. Os parâmetros encontrados foram: $T_s = 350^\circ\text{C}$, $P_a = 1.1 \text{ mTorr}$, $t_x = 0.20 \text{ nm/s}$ e $E = 100 \text{ nm}$. A Fig. 4.2 mostra o difratograma do substrato e da amostra 352 produzida com os parâmetros mencionados acima. Podemos observar as duas bandas produzidas pela difração dos raios-X na estrutura amorfa do substrato. A banda mais intensa se localiza em torno de $2\Theta = 44^\circ$ e a outra se encontra em torno de $2\Theta = 80^\circ$. O difratograma da amostra 352 apresenta os picos de difração Cr(110) e Cr(200) localizados em $2\Theta = 44.4^\circ$ e $2\Theta = 64.6^\circ$, respectivamente. No caso da amostra 352, a intensidade do pico (200) é 4.5 vezes a intensidade do pico (110)¹.

As Figs. 4.3, 4.4 e 4.5 mostram parte dos estudos feitos, com base nos quais chegamos a conclusão de que a amostra 352 possui as condições ideais para a texturização (200) de filmes de Cr. A Fig. 4.3 mostra o estudo realizado com amostras produzidas com um conjunto de valores de T_s e P_a , onde observamos uma grade de difratogramas. Nessa grade, as colunas representam diferentes valores de T_s e as linhas representam diferentes valores de P_a . Observe que a única amostra que possui a textura Cr{200} predominante é a amostra produzida com $T_s = 350^\circ\text{C}$ e $P_a = 1.1 \text{ mTorr}$, evidenciando a forte influência da subcamada de Cr a estes parâmetros de deposição.

¹ Numa amostra de pó de Cr, a intensidade do pico (200) possui 0.16 vezes a intensidade do pico (110).

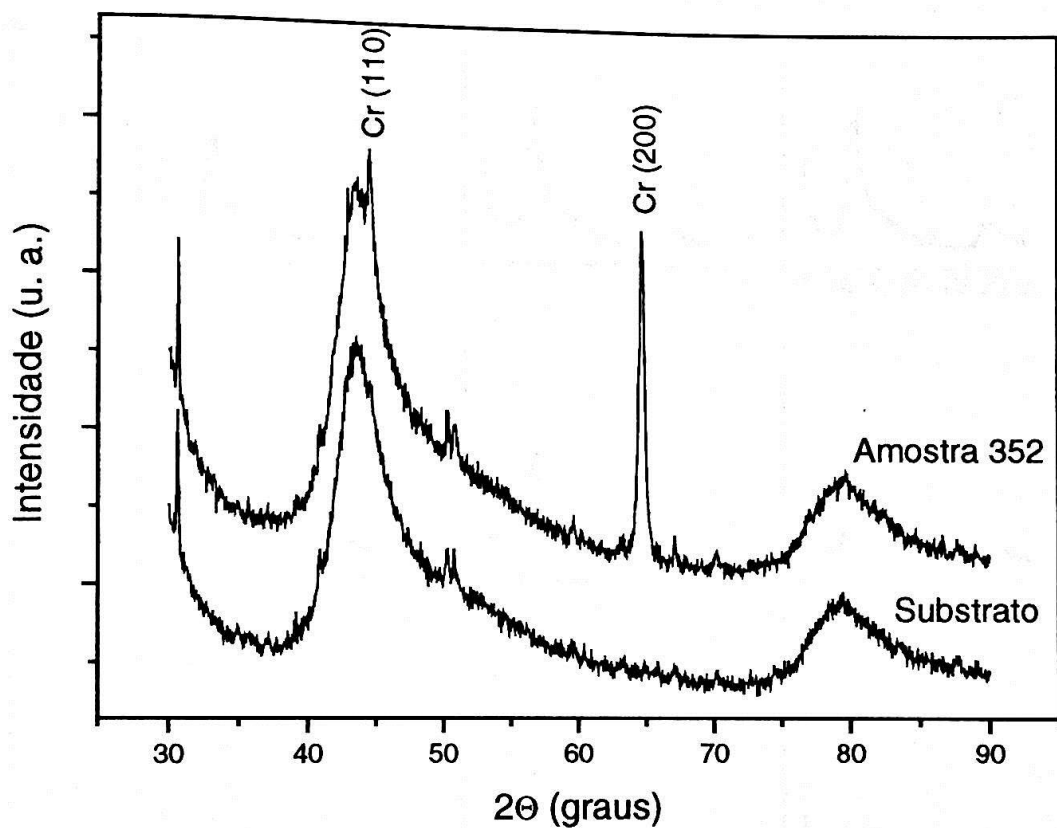


Figura 4.2: Difratoograma do substrato e da amostra 352, que foi produzida com os parâmetros de processamento ($T_s = 350^\circ\text{C}$, $P_a = 1.1 \text{ mTorr}$, $t_x = 0.20 \text{ nm/s}$ e $E = 100 \text{ nm}$) que determinam a textura $\text{Cr}\{200\}$ maximizada.

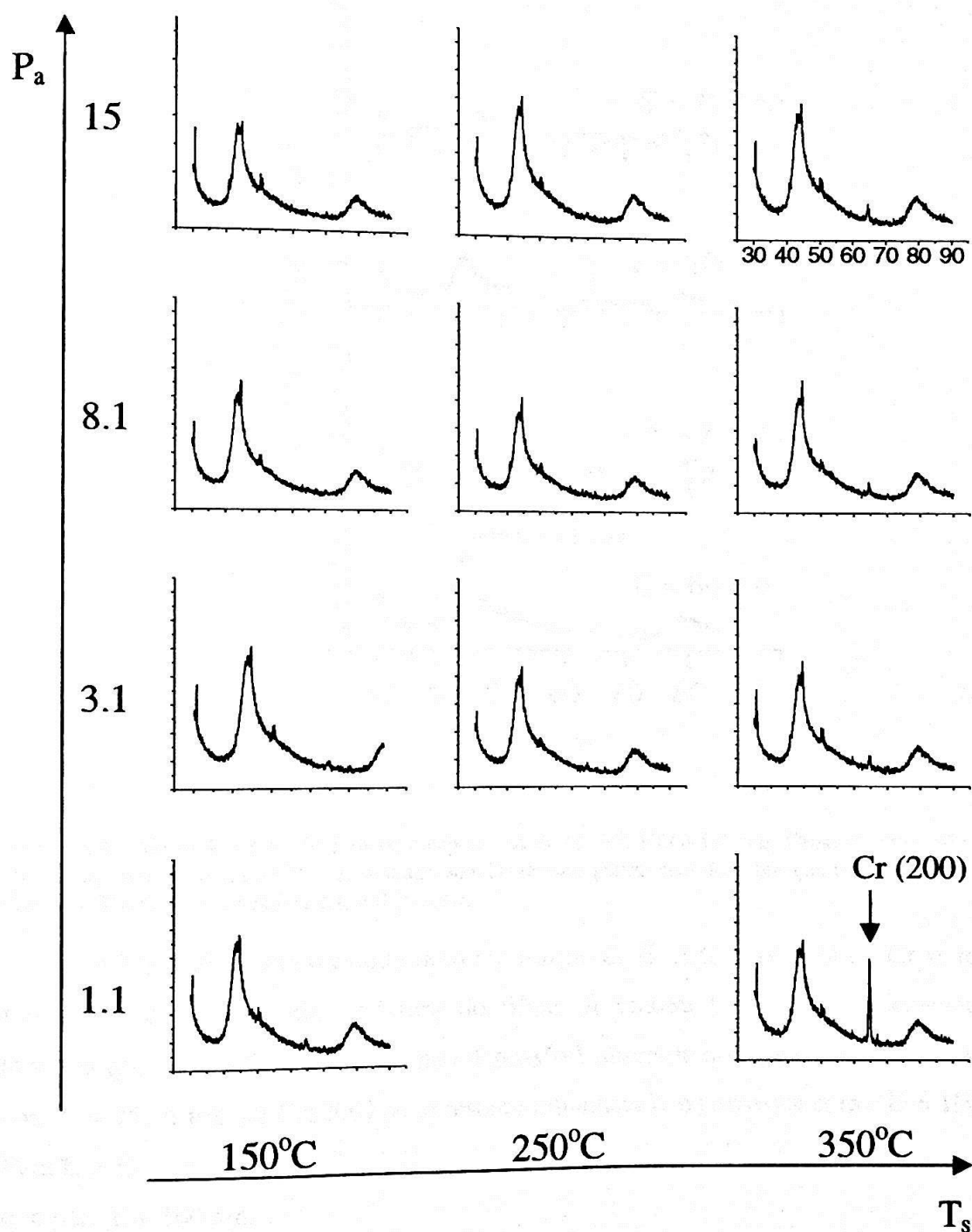


Figura 4.3: Difratoogramas de filmes de Cr produzidos com diferentes valores de T_s e P_a . A textura Cr{200} aparece maximizada para $T_s = 350^{\circ}\text{C}$ e $P_a = 1.1$ mTorr. Todas as amostras dessa série foram produzidas com $t_x = 0.20$ nm/s e $E = 100$ nm.

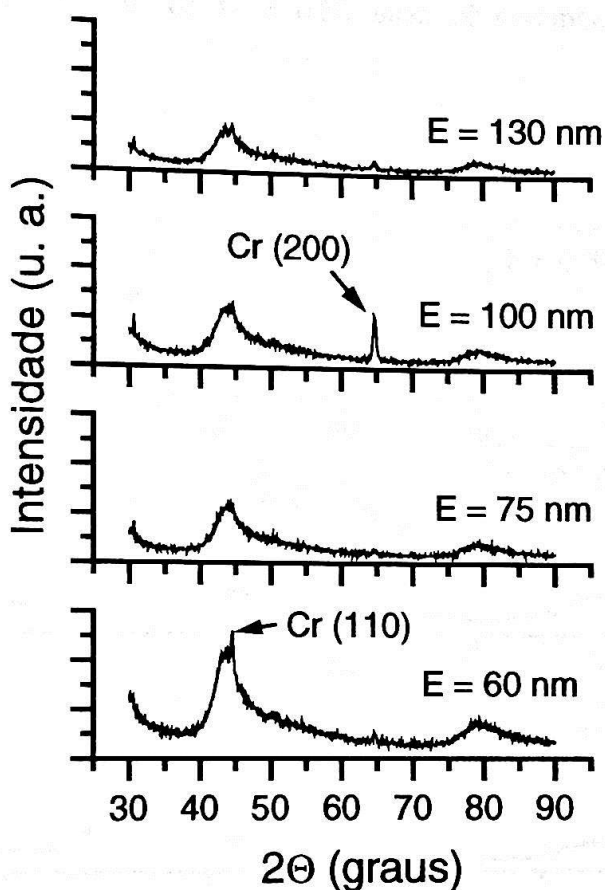


Figura 4.4: Filmes de Cr produzidos com espessuras de 60, 75, 100 e 130 nm. Observe que o filme com 100 nm apresenta a textura Cr{200} maximizada. Os demais parâmetros de deposição utilizados nesta série são: $T_s = 350^\circ\text{C}$, $P_a = 1.1 \text{ mTorr}$ e $t_x = 0.20 \text{ nm/s}$.

A Fig. 4.4 mostra o estudo feito em função de E . A texturização do Cr se mostra fortemente dependente da espessura do filme. A textura Cr{110} é pronunciada na amostra que possui $E = 60 \text{ nm}$, e não é possível observar qualquer textura na amostra com $E = 75$. A textura Cr{200} se apresenta pronunciada na amostra com $E = 100 \text{ nm}$. Para $E = 130 \text{ nm}$, a textura Cr{200} também pode ser observada, mas é menos intensa do que para $E = 100 \text{ nm}$.

Na Fig. 4.5 podemos observar o estudo da texturização do Cr em função de t_x . Da mesma forma que para T_s , P_a e E , o comportamento da textura é fortemente dependente de taxa de deposição. Para $t_x = 0.10 \text{ nm/s}$, podemos observar as duas texturas, sendo que o pico Cr(110) aparece mais intenso do que o pico Cr(200). Já para $t_x = 0.20 \text{ nm/s}$ observamos novamente a coexistência das duas texturas, mas nesse caso, o pico Cr(200)

aparece mais intenso. No caso de $t_x = 0.30$ nm/s observamos apenas uma fraca texturização Cr{200}.

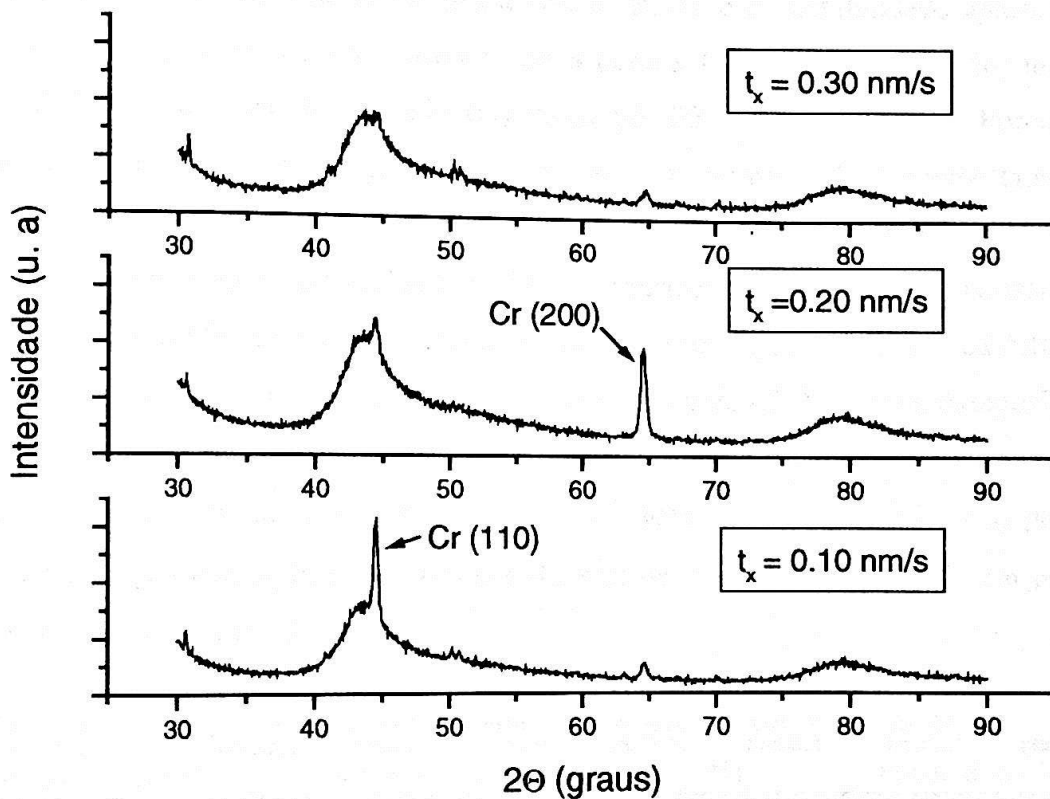


Figura 4.5: Filmes de Cr produzidos com taxas de deposição de 0.10, 0.20 e 0.30 nm/s. Observe que o filme com $t_x = 0.20$ nm/s apresenta a textura Cr{200} maximizada. Os demais parâmetros de deposição utilizados nesta série são: $T_s = 350^\circ\text{C}$, $P_a = 1.1$ mTorr e $E = 100$ nm.

Destes resultados, obtivemos as condições de deposição que maximizam a textura Cr{200} e constatamos que o comportamento da texturização dos filmes de Cr é fortemente dependente dos parâmetros de deposição estudados (T_s , P_a , E e t_x).

4.3 – Propriedades Cristalográficas

Nesta seção apresentamos os resultados das análises dos difratogramas de raio-X. Primeiramente, avaliamos de forma qualitativa a textura e a cristalinidade apresentada pelas amostras, pois uma avaliação quantitativa (área sob os picos de difração) não foi possível devido a baixa intensidade dos picos de difração apresentados. Porém, as informações qualitativas foram úteis para a compreensão dos comportamentos magnéticos abordados nas seções seguintes. Nos concentramos nas amostras das séries 1A, 2A e 3A, que foram submetidas a medidas de remanência. Em seguida, analisamos a série 2B, onde verificamos o comportamento dos parâmetros de rede a e c da estrutura hcp do filme magnético com a variação do percentual atômico de Pt em sua composição.

Na Tab. 4.5 apresentamos as reflexões, as distâncias interplanares correspondentes, o ângulo 2Θ esperado e as intensidades (em unidades relativas) para os picos de difração (radiação $\text{CuK}\alpha$, $\lambda = 0.1542 \text{ nm}$) de amostras de Co e Cr em pó, de acordo com as fichas JCPDS.

Tabela 4.5: Reflexões apresentadas pelos filmes estudados e seus respectivos ângulos de difração.

Elemento	Reflexão	Distância interplanar (nm)	2Θ	Intensidade (u. r.)
Co hcp	(0002)	0.2023	44.6°	60
	$(11\bar{2}0)$	0.1252	76.0°	20
	$(10\bar{1}0)$	0.2165	41.7°	80
Cr bcc	(110)	0.2041	44.4°	100
	(200)	0.2882	64.7°	16

Na Fig. 4.6 podemos observar os difratogramas de XRD das amostras 1A-5, 2A-1, 3A-2 e do substrato. O comportamento qualitativo da textura das amostras da série 1A é o mesmo da amostra 1A-5, e de maneira análoga, os difratogramas das amostras 2A-1 e 3A-2 são representativos das séries 2A e 3A respectivamente. Nas três amostras, observamos as texturas $\text{Cr}\{110\}$ e $\text{Cr}\{200\}$ da subcamada. Notamos que a amostra 1A-5 possui o pico $\text{Co}(11\bar{2}0)$ da liga magnética em $2\Theta = 75.8^\circ$, o que significa que dentro das incertezas experimentais (0.2°), o parâmetro de rede a da estrutura hcp da liga de CoCr é o mesmo que o da estrutura hcp do Co. Para a amostra 2A-1, que possui Pt na

composição do filme magnético, o pico $\text{Co}(11\bar{2}0)$ ocorre em $2\Theta = 74.6^\circ$, evidenciando que a Pt quando inserida na rede do CoCr altera o parâmetro de rede da estrutura cristalina *hcp* deste (veremos mais detalhes sobre as alterações nos parâmetros de rede quando analisarmos a série 2B). No difratograma da amostra 3A-2 não é possível observar qualquer textura da camada magnética. O mesmo ocorre para os difratogramas das amostras das séries 3A (exceto para a amostra 3A-1), 3B (exceto para a amostra 3B-3), 3C e 3D onde observamos apenas os picos referentes a subcamada de Cr. Nas amostras 3A-1 e 3B-3 é possível observar um pico em $2\Theta = 75.6^\circ$. Mas este pico é perceptível somente quando o difratograma do substrato é subtraído do difratograma das amostras (Fig 4.7). O motivo de não atribuímos com certeza este pico à textura $\text{Co}\{11\bar{2}0\}$ é discutido na seção 4.4c onde resultados das curvas de remanência obtidos para a amostra 3A-1 indicam a presença de fase *fcc* em proporções não desprezíveis para a análise destes difratogramas.

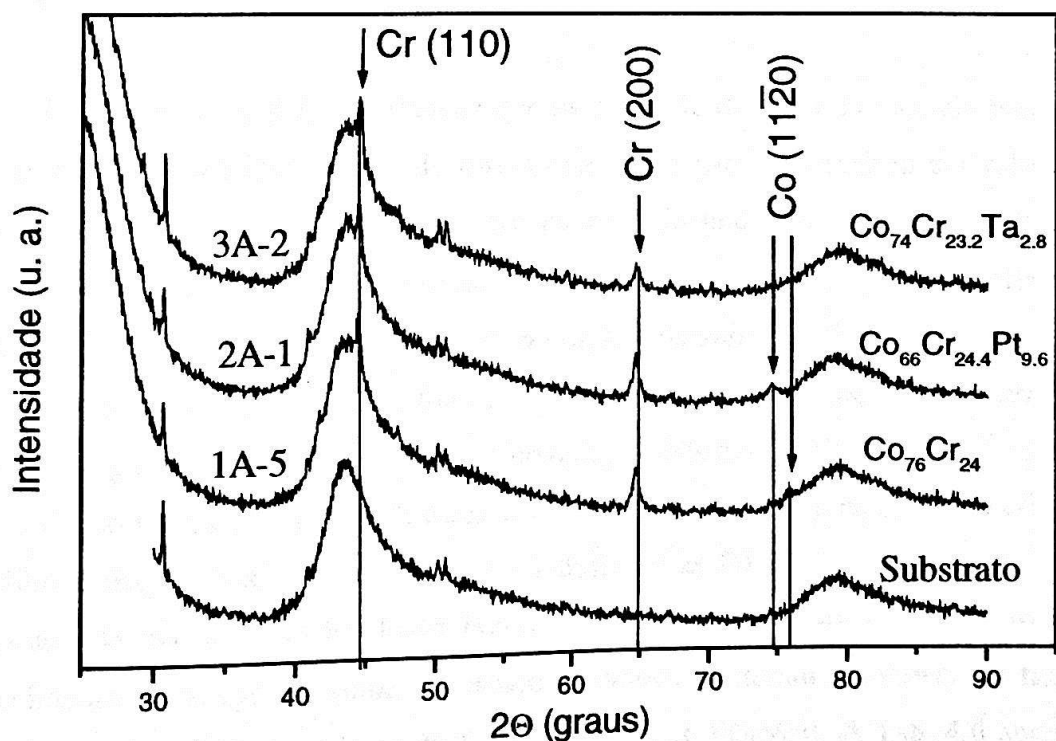


Figura 4.6: Difratogramas de raio-X das amostras amostras 1A-5, 2A-1, 3A-2 e do substrato.

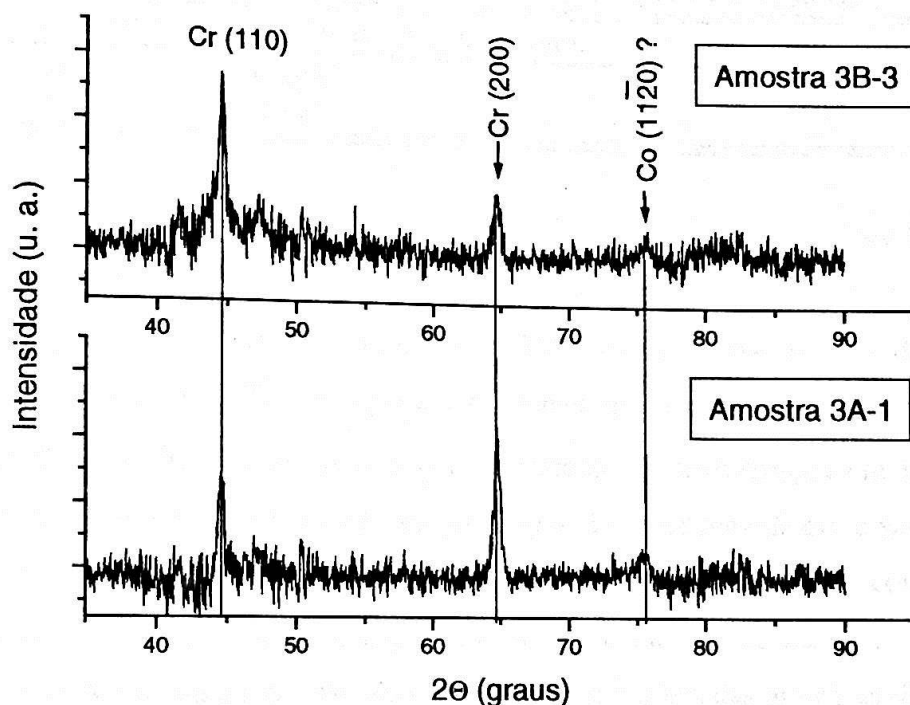


Figura 4.7: Difratograma das amostras 3A-1 e 3B-3 onde o difratograma do substrato foi subtraído.

Nas Figs. 4.6 e 4.7, observamos que os picos de difração da camada magnética aparecem com baixa intensidade, de forma que quase não se destacam em relação ao ruído presente nos difratogramas. A baixa intensidade pode ser provocada pela baixa espessura da camada magnética (≈ 50 nm). Além disso, os picos de difração apresentam um alargamento acentuado, indicando que a porção cristalina dos filmes magnéticos são formados por pequenos cristaltos (da ordem de dezenas de nm). Isso indica também a presença de grande quantidade de defeitos cristalográficos nestes filmes.

Como vimos no Capítulo 2, é comum observarmos defeitos na estrutura cristalina dos filmes magnéticos, dos quais podemos destacar as falhas de empilhamento e os contornos de macla [Gli95b]. Estas falhas na estrutura cristalina podem provocar o aparecimento da fase *fcc* do filme magnético. Estudos reportaram a presença da fase *fcc* representando até 17% do volume do filme magnético [O'Gra99]. A Tab. 4.6 apresenta algumas texturas referentes a fase *fcc* que podem estar presentes nos filmes magnéticos produzidos neste trabalho.

Tabela 4.6: Possíveis reflexões da fase *fcc* da camada magnética apresentada pelas amostras.

Elemento	Reflexões	Distância interplanar (nm)	2Θ	Intensidade (u. r.)
Co <i>fcc</i>	(111)	0.2047	44.2°	100
	(220)	0.1253	75.9°	25

Numa amostra em pó de Co *fcc*, o pico de difração referente a textura Co{111} é o mais intenso. O ângulo 2Θ em que essa textura aparece é indistinguível do ângulo apresentado pela textura Cr{110} (Tab. 4.5). Da mesma forma, o pico de difração referente a textura *fcc* Co{220} não pode ser distinguido do pico referente a textura *hcp* Co{11 $\bar{2}$ 0} (Tab. 4.5). Não sabemos o comportamento da texturização em função dos parâmetros utilizados para a deposição da porção *fcc* do filme magnético, e sabemos que este se apresenta preferencialmente com a estrutura *hcp* [Gru98]. Por isso, consideramos que os picos observados da camada magnética correspondem à estrutura *hcp*.

Na Fig. 4.8 podemos acompanhar a evolução da textura das amostras da série 2B. Podemos destacar a presença dos picos referentes as texturas Cr{200} e Cr{110} em todos os difratogramas. A textura Cr{200} aparece mais intensa em todas as amostras (veja na Tab. 4.5 a relação de intensidades). Podemos observar também a presença das texturas Co{0002} e Co{11 $\bar{2}$ 0} da camada magnética. As amostras 2B-6 (13.5 at% Pt) e 2B-7 (15.8 at% Pt) apresentam a textura Co{0002} em $2\Theta \cong 43.6^\circ$. Como o ângulo 2Θ esperado para o pico de difração Co(0002) do Co puro é 44.6° , observamos um aumento do parâmetro de rede *c* da estrutura *hcp* do filme magnético em relação ao do Co puro devido a presença da Pt na estrutura. A outra textura da camada magnética que pode ser observada na Fig. 4.8 é a Co{11 $\bar{2}$ 0}. O pico referente a esta textura aparece largo e com baixa intensidade (a ponto de não ser possível uma quantificação por área) para os 4 filmes com menor percentual atômico de Pt em sua composição. O ângulo 2Θ em que ele se apresenta ($\approx 75^\circ$) diminui com o aumento do percentual atômico de Pt e este comportamento foi evidenciado e extrapolado pela reta verde (note que esta reta não é paralela ao eixo das intensidades). Neste caso, trata-se de uma evidência do aumento do parâmetro de rede *a* da estrutura *hcp* do filme magnético em relação à estrutura do Co puro devido ao acréscimo de Pt na estrutura.

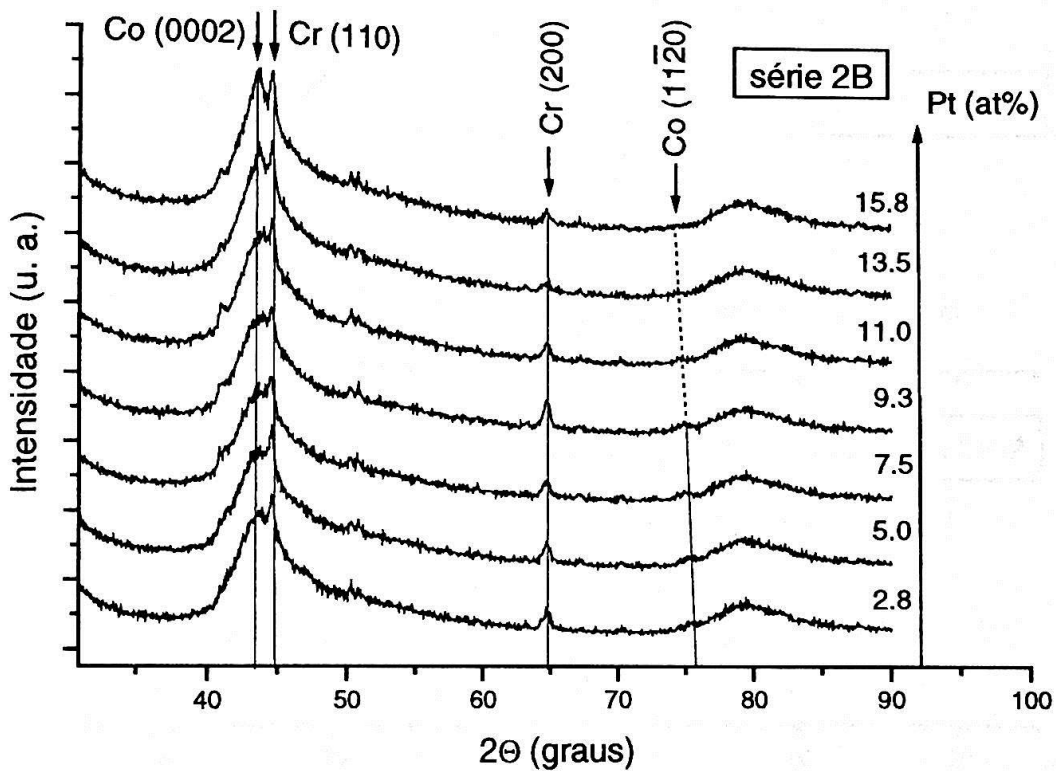


Figura 4.8: Evolução das diferentes texturas das amostras da série 2B.

Devido ao baixo grau de texturização $\text{Co}\{11\bar{2}0\}$ e para que possamos fazer uma melhor avaliação da difração dos picos de difração correspondentes, subtraímos o difratograma do substrato dos difratogramas das amostras. Devido a este procedimento, foi possível observar a textura $\text{Co}\{10\bar{1}0\}$ nas amostras, com exceção das amostras 2B-6 (13.5 at% Pt) e 2B-7 (15.8 at% Pt). A textura $\text{Co}\{10\bar{1}0\}$ normalmente é induzida pela textura $\text{Cr}\{112\}$ da subcamada, que não é observada nos difratogramas destas amostras. Nos difratogramas resultantes da subtração, simulamos os picos de difração correspondentes às texturas $\text{Cr}\{110\}$, $\text{Co}\{10\bar{1}0\}$, $\text{Co}\{0002\}$ e $\text{Co}\{11\bar{2}0\}$ por uma função Lorentziana (Fig 4.9). Avaliamos as posições dos picos por meio dos pontos máximos destas funções Lorentzianas correspondentes a cada pico de difração.

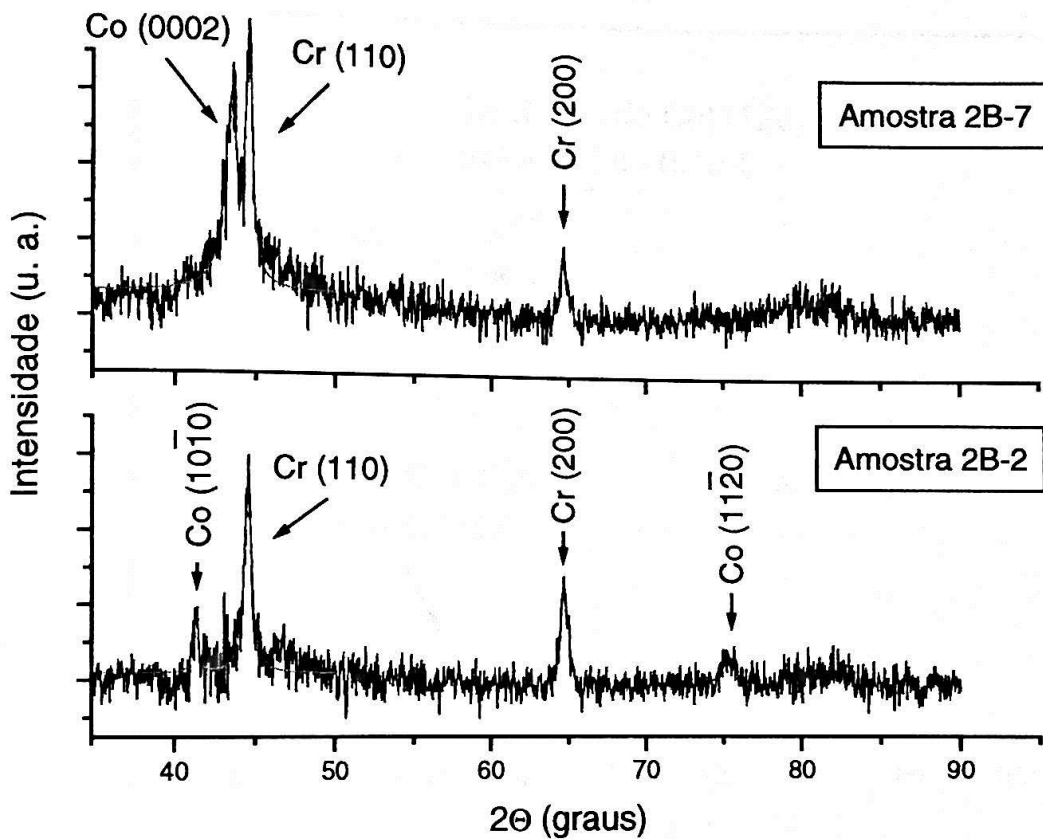


Figura 4.9: Difratogramas das amostras 2B-2 e 2B-7 com o sinal do substrato subtraído.

Na Fig. 4.10 apresentamos a posição dos picos de difração correspondentes às texturas $\text{Co}\{10\bar{1}0\}$, $\text{Co}\{0002\}$ e $\text{Co}\{11\bar{2}0\}$ das amostras da série 2B resultantes do tratamento ilustrado na Fig. 4.9 em função da quantidade de Pt na liga.

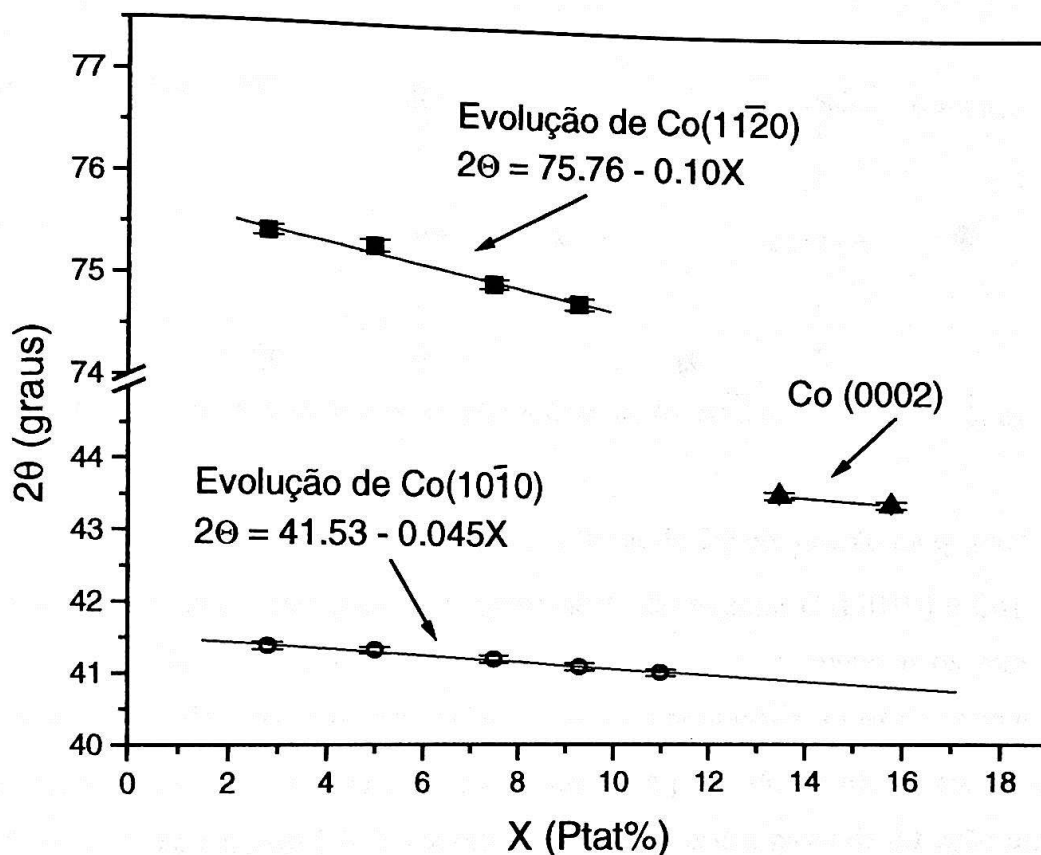


Figura 4.10: Evolução do ângulo de difração das texturas da camada magnética das amostras da série 2B em função da quantidade de Pt em sua composição.

É possível levantar a hipótese de que a textura $\text{Co}\{11\bar{2}0\}$ não seja observada para porcentagens maiores que 9.3 at% de Pt porque, a alteração do parâmetro de rede provocado por quantidades em torno de 10 at% de Pt na estrutura cristalina da camada magnética, é suficiente para que a “epitaxia” entre as texturas $\text{Cr}\{200\}$ da subcamada e $\text{Co}\{11\bar{2}0\}$ da liga magnética não mais ocorra [Gli95A]. A Fig. 4.11 mostra as distâncias entre os átomos nos planos (200) do Cr, $(11\bar{2}0)$ do Co e $(11\bar{2}0)$ da liga de $\text{Co}_{70.5}\text{Cr}_{13.7}\text{Pt}_{15.8}$.

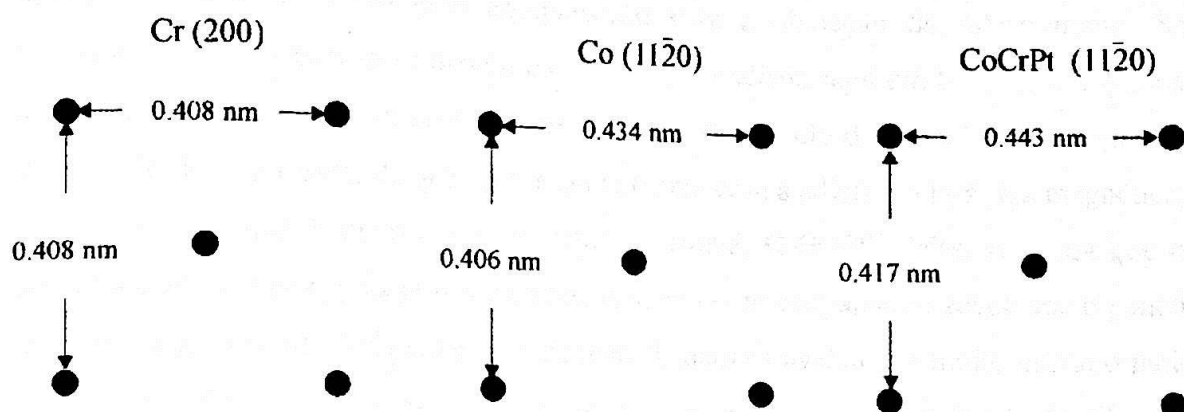


Figura 4.11: Distância entre os átomos nos planos (200) do Cr, $(11\bar{2}0)$ do Co e $(11\bar{2}0)$ da liga de $Co_{70.5}Cr_{13.7}Pt_{15.8}$

Se tomarmos como hipótese a variação linear de 2Θ em função da quantidade de Pt nos filmes, podemos extrapolar o comportamento das texturas $Co\{10\bar{1}0\}$ e $Co\{11\bar{2}0\}$ para a amostra 2B-7 (que possui 15.8 at% Pt). Assim, podemos comparar os parâmetros de rede a (calculado a partir da extrapolação das retas ajustadas para os comportamentos das texturas $Co\{10\bar{1}0\}$ e $Co\{11\bar{2}0\}$) e c (calculado a partir do ângulo apresentado pelo pico $Co(0002)$ na amostra 2B-7). Os valores dos ângulos dos picos de difração tomados para o cálculo dos parâmetros de rede da amostra com 15.8 at% de Pt foram: 40.82° para a textura $Co\{10\bar{1}0\}$, 74.18° para a textura $Co\{11\bar{2}0\}$, e 43.44° para a textura $Co\{0002\}$. O resultado é apresentado na Tab. 4.7.

Tabela 4.7: Comparação entre os parâmetros de rede a e c da estrutura hcp do Co puro e da liga $Co_{70.5}Cr_{13.7}Pt_{15.8}$.

	Técnica	c (nm)	a (nm)	c/a	Erro instr. c/a	Erro máx c/a
Co puro	JCPDS	0.4060	0.2505	1.621		
$Co_{70.5}Cr_{13.7}Pt_{15.8}$	Reta $Co(11\bar{2}0)$	0.4167	0.2557	1.629	± 0.004	± 0.04
$Co_{70.5}Cr_{13.7}Pt_{15.8}$	Reta $Co(10\bar{1}0)$	0.4167	0.2553	1.632	± 0.004	± 0.04

A obtenção dos valores de c/a resultaram de um procedimento que incluiu a simulação de picos de difração por funções Lorentzianas e uma regressão linear dos pontos máximos destas funções. Por isso, a avaliação do erro associado aos valores de c/a é complexa. Avaliamos o erro mínimo dos resultados como sendo o erro instrumental, ou seja, onde o erro associado ao ângulo de difração de um determinado pico corresponde a

metade do passo utilizado pelo equipamento para a obtenção do difratograma. Se tomarmos apenas o erro instrumental da razão c/a (avaliado aqui em 0.004), temos uma evidência (assumindo que o comportamento linear do ângulo de difração em função da quantidade de Pt é válida) de que esta razão aumenta com a adição da Pt à liga magnética, comprovando o que é reportado na literatura [Grun98, O'Gra99]. Mas, sabemos que o erro associado é maior, pois temos picos de difração com alargamento acentuado e pouco intensos para o cálculo dos parâmetros de rede. Tentamos avaliar um limite máximo para o erro associado a c/a . Assumimos que a incerteza na determinação do ângulo de difração de uma determinada textura é igual a metade da largura a meia altura do pico referente a esta textura. Propagando-se este erro para c/a obtemos 0.04. Isto indica que os valores obtidos para a razão c/a são essencialmente os mesmos, e não há como concluir se existe uma variação de c/a com a adição de Pt ao filme magnético.

4.4 – Estudo dos Filmes Magnéticos

Nessa seção, abordamos os resultados e conclusões gerados pelas medidas magnéticas efetuadas com VSM. Descrevemos na subseção 4.4a, o procedimento adotado para a determinação dos parâmetros H_c , S , M_s , M_r a partir das curvas de histerese e dos parâmetros H_r , H'_r e S^* a partir das curvas de remanência. Em seguida, apresentamos os valores obtidos e as incertezas associadas a estes valores.

Na subseção 4.4b, comparamos os comportamentos dos parâmetros H_c , H_r , H'_r , S , M_s , M_r e S^* entre as séries 1A, 2A e 3A e os comportamentos dos parâmetros H_c , S , M_s , M_r entre as séries 2B e 3B. Analisamos as curvas de ΔM das amostras das séries 1A, 2A e 3A e concluímos sobre o tipo de interações entre os grãos que compõem o filme magnético. Sempre que possível, relacionamos as propriedades magnéticas com as propriedades estruturais descritas na seção 4.3.

Na subseção 4.4c apresentamos os resultados obtidos a partir das curvas de remanência adquiridas com o uso do SQUID para 3 amostras escolhidas. Estes resultados permitiram levantar maiores detalhes sobre o comportamento das interações intergranulares e novas hipóteses sobre sua relação com as estruturas cristalográficas *hcp* e *fcc* possivelmente apresentadas pelo filme magnético.

Nesta seção, em todos os gráficos apresentados onde houve uma comparação entre diferentes séries de amostras, as amostras de CoCrTa foram representadas pela cor verde, as amostras de CoCrPt foram representadas pela cor preta e as de CoCr foram representadas pela cor vermelha.

4.4a – Descrição das Medidas de Histerese e de Curvas de Remanência

Para determinar os valores de M_s , M_r , S e H_c , estudamos as curvas de histerese das amostras. As curvas de histerese foram obtidas com uma constante de tempo 1 s e o tempo total de medida foi de 20 min para cada amostra. Na Fig. 4.12 mostramos a curva de histerese de um sistema que inclui a amostra 2D-3 e o porta-amostra. O porta-amostra constitui-se de uma haste de quartzo com uma extremidade de PVC, onde a amostra é afixada por meio de uma fita adesiva Capton. Na Fig. 4.13 (linha preta) temos a medida do sinal magnético do sistema substrato + porta-amostra. Na Fig. 4.14 apresentamos a curva de histerese do filme magnético. Para sua obtenção, aproximamos o sinal do sistema substrato + porta-amostra por um polinômio de terceiro grau (veja Fig. 4.13, curva vermelha), que foi subtraído das curvas de histerese das amostras estudadas. Assim obtivemos a curva de histerese somente do filme magnético e pudemos determinar os valores de momento m_s e m_r diretamente da curva e dos parâmetros S e H_c . Os parâmetros M_s e M_r são os valores de m_s e m_r (obtidos diretamente das curvas de histerese) normalizados pelo volume do filme magnético. O volume do filme foi obtido medindo-se a área do substrato depositada (veja a Figura 4.15). O produto da área medida pela espessura do filme magnético, determinada por RBS, foi tomada como o volume utilizado para a normalização.

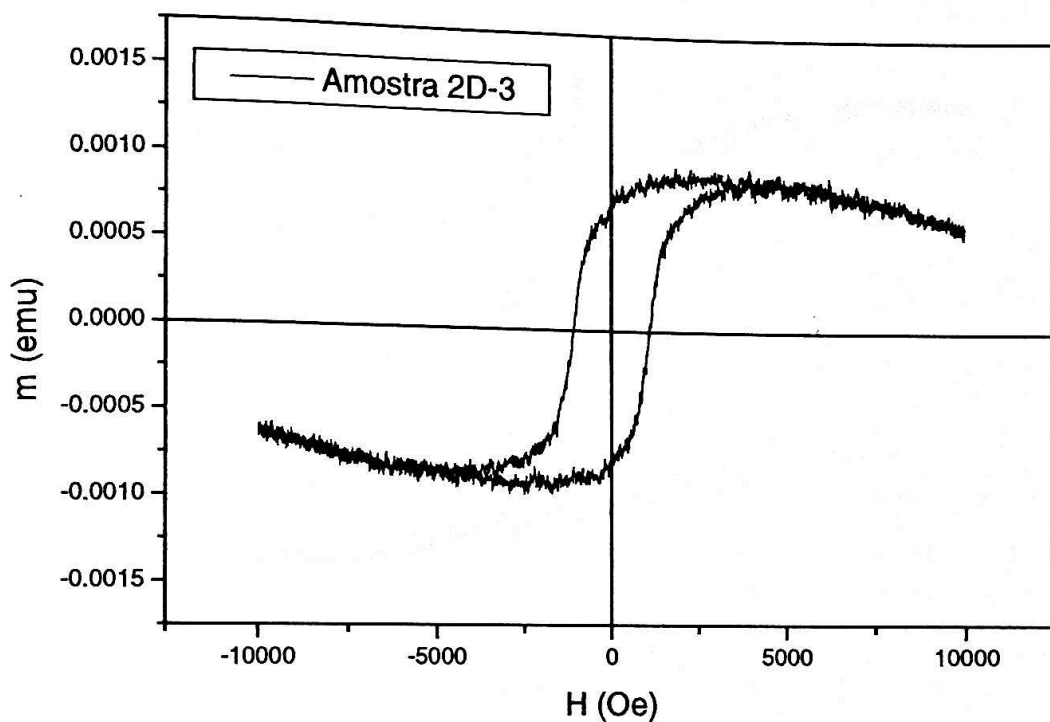


Figura 4.12: Curva de histerese da amostra 2D-3 sem a subtração do sinal do sistema substrato + porta amostra.

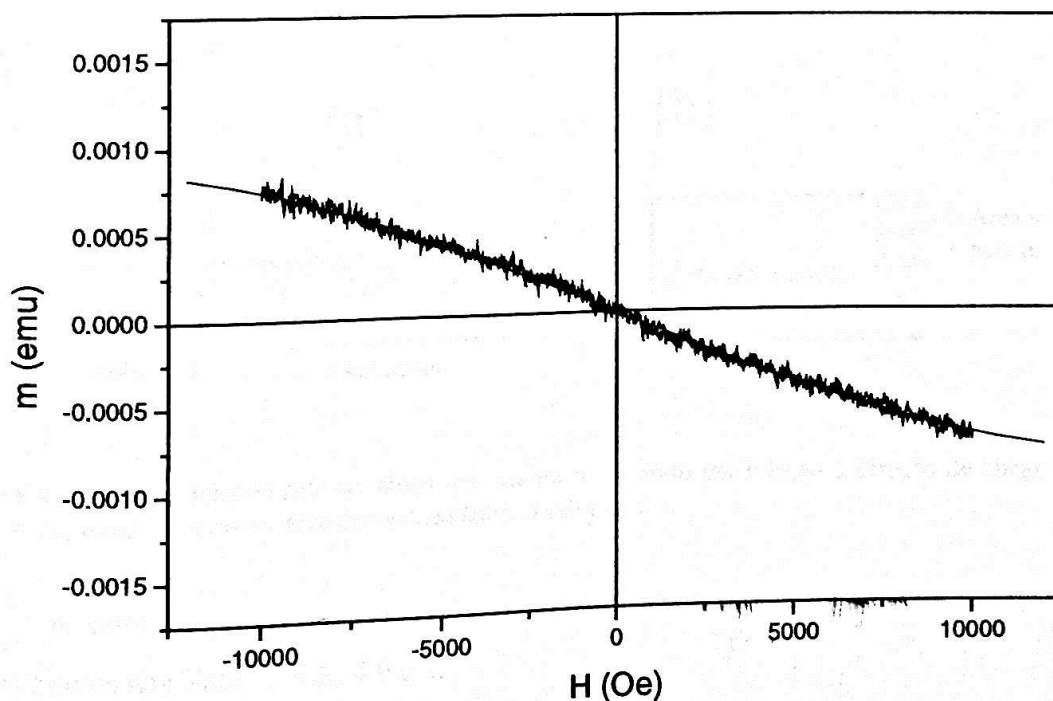


Figura 4.13: Sinal magnético medido para o sistema substrato + porta-amostra (curva preta). A curva experimental foi ajustada por um polinômio de terceiro grau (curva vermelha).

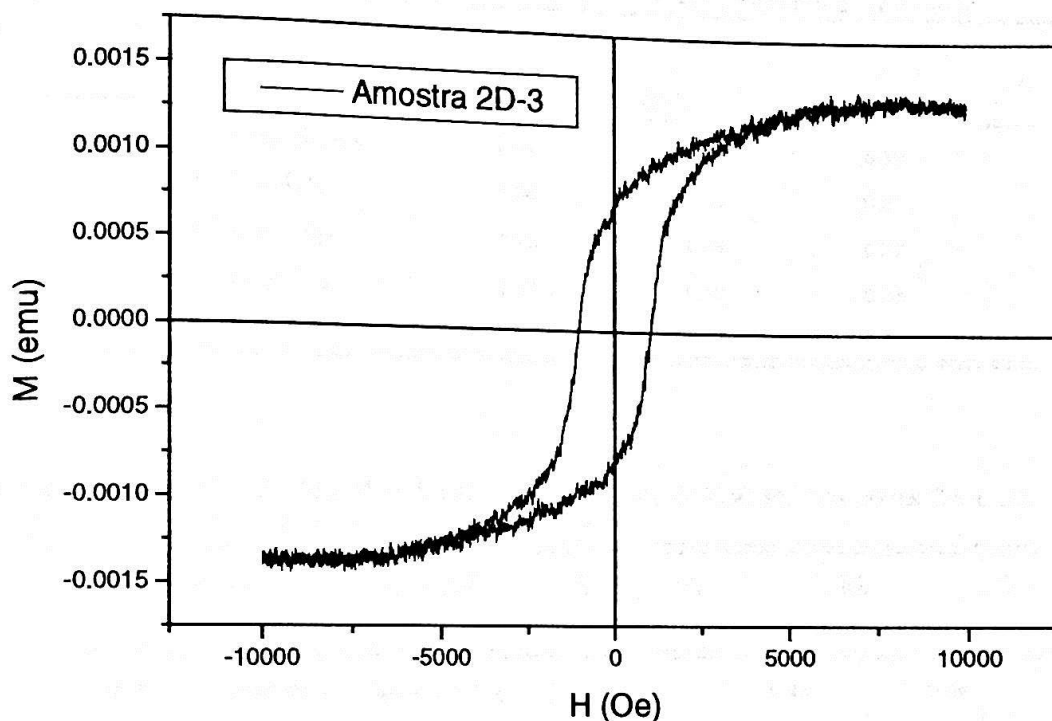


Figura 4.14: Curva de histerese correspondente ao filme magnético da amostra 2D-3. Ela foi obtida da subtração do polinômio ajustado ao sinal do sistema substrato + porta amostra (Fig. 4.13) da curva de histerese original (Fig. 4.12).

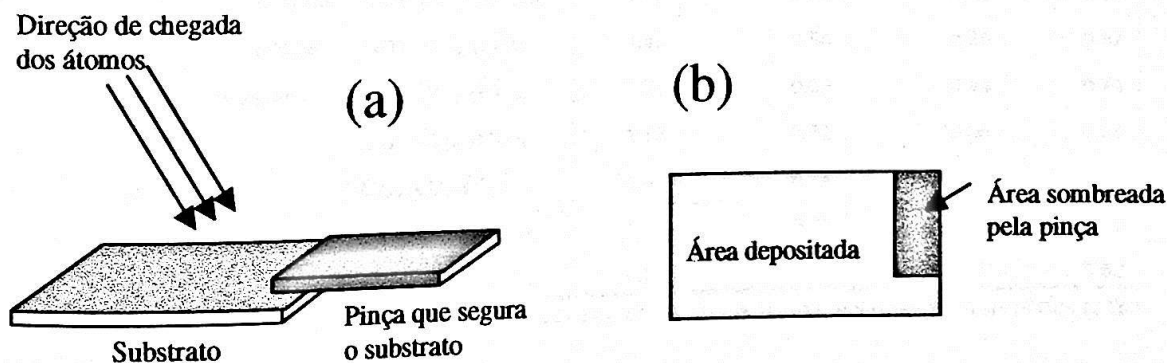


Figura 4.15: (a) Posicionamento da pinça que segura o substrato em relação à direção de chegada dos átomos. (b) Representação da área depositada sobre o substrato.

A composição e as propriedades magnéticas H_c , S , M_s , M_r dos filmes são apresentadas nas Tabelas 4.8, 4.9 e 4.10.

Tabela 4.8: Composição H_c , M_s , M_r e S de filmes de CoCr. Nesta série, variamos a composição.

Série	Amostra	Composição	H_c (kOe)	M_s (kemu/cm ³)	M_r (kemu/cm ³)	S
1A	1A-1	Co _{64.5} Cr _{35.5}	0.97	0.25	0.18	0.71
	1A-2	Co ₆₇ Cr ₃₃	1.06	0.30	0.21	0.72
	1A-3	Co ₇₀ Cr ₃₀	1.13	0.38	0.27	0.70
	1A-4	Co ₇₂ Cr ₂₈	1.17	0.49	0.35	0.71
	1A-5	Co ₇₆ Cr ₂₄	0.98	0.59	0.42	0.72

Tabela 4.9: Composição H_c , M_s , M_r e S das séries de filmes de CoCrPt. Nas séries 2A e 2B temos, respectivamente, a variação da fração de Co e de Pt na liga.

Série	Amostra	Parâmetro Variante	Composição	H_c (kOe)	M_s (kemu/cm ³)	M_r (kemu/cm ³)	S
2A	2A-1	Conteúdo de	Co ₆₆ Cr _{24.4} Pt _{9.6}	1.14	0.45	0.24	0.52
	2A-2	Co no filme	Co _{69.5} Cr _{21.7} Pt _{8.8}	1.81	0.50	0.33	0.67
	2A-3 ^b	magnético	Co ₇₁ Cr _{21.5} Pt _{7.5}	1.73	0.62	0.44	0.71
	2A-4		Co ₇₅ Cr _{18.2} Pt _{6.8}	1.52	0.54	0.45	0.83
	2A-5		Co _{76.5} Cr _{17.4} Pt _{6.1}	1.24	0.69	0.55	0.80
2B	2B-1	Conteúdo de	Co _{71.5} Cr _{25.7} Pt _{2.8}	1.09	0.47	0.33	0.69
	2B-2	Pt no filme	Co _{71.5} Cr _{23.5} Pt ₅	1.43	0.54	0.36	0.67
	2A-3	magnético	Co ₇₁ Cr _{21.5} Pt _{7.5}	1.73	0.62	0.44	0.71
	2B-4		Co ₇₁ Cr _{19.7} Pt _{9.3}	1.13	0.72	0.38	0.53
	2B-5		Co ₇₂ Cr ₁₇ Pt ₁₁	1.02	0.74	0.44	0.60
	2B-6		Co _{70.5} Cr ₁₆ Pt _{13.5}	1.19	0.72	0.48	0.66
	2B-7		Co _{70.5} Cr _{13.7} Pt _{15.8}	0.89	0.82	0.50	0.62

^b Esta amostra foi tomada como base para a fabricação das séries 2B, 2C e 2D. As duas últimas séries estão descritas no apêndice 1.

Tabela 4.10: Composição, H_c , M_s , M_r e S das séries de filmes de CoCrTa. Nas séries 3A e 3B temos, respectivamente, a variação da fração de Co e de Ta na liga.

Série	Amostra	Parâmetro Variante	Composição	H_c (kOe)	M_s (kemu/cm ³)	M_r (kemu/cm ³)	S
3A	3A-1	Conteúdo de	Co _{71.5} Cr _{25.3} Ta _{3.2}	1.19	0.38	0.21	0.55
	3A-2 ^b	Co no filme	Co ₇₄ Cr _{23.2} Ta _{2.8}	1.34	0.42	0.27	0.64
	3A-3 ^c	magnético	Co ₇₆ Cr _{21.5} Ta _{2.5}	1.38	0.42	0.27	0.64
	3A-4		Co _{79.6} Cr _{18.2} Ta _{2.2}	1.15	0.58	0.40	0.68
3B	3B-1	Conteúdo de	Co _{78.5} Cr ₂₁ Ta _{0.5}	0.89	0.70	0.51	0.74
	3B-2	Ta no filme	Co _{78.5} Cr _{20.3} Ta _{1.7}	1.02	0.63	0.44	0.70
	3B-3	magnético	Co _{78.5} Cr _{18.5} Ta ₃	1.08	0.59	0.41	0.70
	3B-4		Co ₇₈ Cr _{18.1} Ta _{3.9}	1.18	0.57	0.40	0.69
	3B-5		Co ₈₀ Cr _{14.6} Ta _{5.5}	1.16	0.51	0.38	0.76
	3B-6		Co _{79.5} Cr _{13.6} Ta _{6.9}	1.07	0.52	0.37	0.72
	3B-7		Co ₈₀ Cr ₁₂ Ta ₈	0.85	0.45	0.28	0.64
	3B-8		Co ₇₉ Cr ₁₂ Ta ₉	0.87	0.44	0.31	0.72
	3B-9		Co ₇₈ Cr ₁₂ Ta ₁₀	0.70	0.49	0.34	0.69
	3B-10		Co ₇₉ Cr ₁₀ Ta ₁₁	0.63	0.42	0.28	0.68

^b Esta amostra foi tomada como padrão para a fabricação da série 1C (Apêndice 1).

^c Esta amostra foi tomada como padrão para a fabricação da série 1D (Apêndice 1).

Dos resultados apresentados, notamos que os filmes de CoCrPt são mais sensíveis às variações dos parâmetros de deposição e que, em geral, possuem valores maiores de H_c , M_s , M_r e S do que os filmes de CoCrTa. Observe, por exemplo, que os valores máximos para as amostras de CoCrPt são $H_c = 1.81$ kOe, $M_s = 0.82$ kemu/cm³, $M_r = 0.55$ kemu/cm³ e $S = 0.80$, enquanto para as amostras de CoCrTa os valores máximos são $H_c = 1.38$ kOe, $M_s = 0.70$ kemu/cm³, $M_r = 0.51$ kemu/cm³ e $S = 0.74$. Notamos também, que de maneira geral, a composição, seguida de T_s (Apêndice 1), é o parâmetro de processamento que mais influencia as propriedades magnéticas dos filmes. Por isso, escolhemos as amostras das séries 1A, 2A e 3A para estudos de interações intergranulares.

Medimos curvas de remanência das amostras das séries 1A, 2A e 3A, com o intuito de correlacionar as propriedades magnéticas e estruturais dos filmes com as propriedades das interações intergranulares. As curvas de remanência foram medidas com VSM onde o campo magnético aplicado variou, a partir de 0 Oe, em passos de 50

Oe até que a magnetização remanente da amostra atingisse 95% da magnetização remanente de saturação. No restante da medida, o campo aplicado variou em passos de 100 Oe até que a saturação completa da amostra fosse atingida.

As amostras foram submetidas a um processo de desmagnetização *ac* antes das medidas de I_r . Em todos os casos a desmagnetização foi obtida com o seguinte procedimento: a amostra foi inicialmente saturada com um campo magnético de 10 kOe. Depois, o campo foi lentamente reduzido em passos de 500 Oe até se atingir 3 kOe. De 3 até 0 kOe com o campo foi reduzindo em passos de 100 Oe (pois a coercividade das amostras se encontram nesse intervalo de campo). Antes de cada passo, a amostra foi rodada de 180° utilizando-se a haste como eixo de rotação.

Os valores de S^* , H'_r e H_r obtidos a partir das curvas de remanência podem ser observados na Tab. 4.11.

Tabela 4.11: Valores de S^* , H_r e H'_r obtidos a partir das curvas de remanência I_d e I_r .

Série	Amostra	Composição	S^*	H_r (kOe)	H'_r (kOe)
1A	1A-1	$Co_{64.5}Cr_{35.5}$	---	---	---
	1A-2	$Co_{67}Cr_{33}$	0.49	1.16 ± 0.06	1.24 ± 0.06
	1A-3	$Co_{70}Cr_{30}$	0.58	1.22 ± 0.06	1.29 ± 0.06
	1A-4	$Co_{72}Cr_{28}$	0.60	1.24 ± 0.06	1.33 ± 0.07
	1A-5	$Co_{76}Cr_{24}$	0.64	1.19 ± 0.06	1.25 ± 0.06
2A	2A-1	$Co_{66}Cr_{24.4}Pt_{9.6}$	<0.28	1.59 ± 0.08	1.60 ± 0.08
	2A-2	$Co_{69.5}Cr_{21.7}Pt_{8.8}$	0.60	2.02 ± 0.10	2.08 ± 0.10
	2A-3	$Co_{71}Cr_{21.5}Pt_{7.5}$	0.69	1.88 ± 0.09	1.91 ± 0.10
	2A-4	$Co_{75}Cr_{18.2}Pt_{6.8}$	0.73	1.59 ± 0.08	1.63 ± 0.08
	2A-5	$Co_{76.5}Cr_{17.4}Pt_{6.1}$	0.74	1.33 ± 0.07	1.34 ± 0.07
3A	3A-1	$Co_{71.5}Cr_{25.3}Ta_{3.2}$	0.11	1.30 ± 0.06	1.34 ± 0.07
	3A-2	$Co_{74}Cr_{23.2}Ta_{2.8}$	1.46	1.42 ± 0.07	1.46 ± 0.07
	3A-3	$Co_{76}Cr_{21.5}Ta_{2.5}$	0.55	1.42 ± 0.07	1.47 ± 0.07
	3A-4	$Co_{79.6}Cr_{18.2}Ta_{2.2}$	0.49	1.20 ± 0.06	1.24 ± 0.06

Os erros associados aos valores de campo magnético (H_c , H_r e H'_r) foram estimados em 5%. Este é o erro associado à incerteza gerada pelos dispositivos que aplicam e medem o campo magnético a que a amostra é submetida pelo VSM. O erro associado aos valores de M_s e M_r apresentados foi avaliado em 10%. Levamos em conta

aqui os erros associados às medidas de m_s e m_r (5%, atribuído a incerteza associada ao momento dado pelo VSM) e na determinação do volume do filme magnético (8%). O erro associado ao volume do filme foi obtido a partir da propagação dos erros associados a espessura dos filmes (6%) e a área depositada (5%). Para o caso de S, propagamos os erros associados aos momentos na razão m_r/m_s , resultando num erro foi estimado em 7%.

Existe um outro erro sistemático, avaliado em 10%, associado aos valores de momento. Esse erro é atribuído aos fatores envolvidos na calibração do VSM. Esta calibração é feita com uma agulha de Ni e as amostras são filmes finos. Diferenças de sinais magnéticos gerados pela agulha de Ni e pelas amostras podem ser geradas pela anisotropia de forma, ou também pela variação do posicionamento em relação às bobinas de detecção do sinal magnético. Além disso outros fatores como a impureza da amostra de Ni e erros na avaliação da sua massa podem gerar uma diferença entre o momento real e o atribuído aos filmes magnéticos. Este erro sistemático não foi incluído nas barras de erro, mas deve ser levado em consideração quando os valores obtidos são relacionados com os valores reportados na literatura.

O erro associado aos valores de S^* foi avaliado em 7% e foi obtido propagando-se os erros associados aos valores de H_{75} , H_{25} e H_r na equação 2.5.

4.4b – Análise das Propriedades Magnéticas

Nesta seção estudamos os efeitos da adição do Ta e da Pt à liga de CoCr nas propriedades magnéticas das amostras. Na Fig 4.16 temos o comportamento de H_c em função da fração percentual atômica de Ta e de Pt para as amostras das séries 2B e 3B respectivamente². Ambas as curvas apresentam um ponto de máximo. Para as amostras de CoCrPt, temos um valor máximo de 1.73 kOe para $X = 7.5$ at% de Pt enquanto que para as amostras de CoCrTa, o máximo ocorre para $X = 3.9$ at% de Ta na liga, onde $H_c = 1.18$ kOe. Observamos que os valores de H_c das amostras de CoCrPt são maiores e mais sensíveis à variação da composição da liga magnética.

Dos resultados obtidos até agora, não é possível especificar o mecanismo pelo qual a Pt aumenta a coercividade dos filmes, mas uma possível causa para a diminuição do seu valor para concentrações mais altas do que 7.5 at% de Pt pode estar relacionada com a diminuição da textura $Co\{11\bar{2}0\}$ e o aparecimento da textura $Co\{0002\}$ na liga de CoCrPt (veja Fig. 4.8).

Como reportado no Capítulo 2, há evidência de que a introdução do Ta na liga magnética acentua a separação composicional [No193, Kuw94, Imak98, Ranj94, Mae91, Wit98] (grãos magnéticos ricos em Co e os contornos de grão ricos em Cr), levando a uma diminuição na intensidade das interações magnéticas intergranulares. Assim, o aumento da coercividade à medida que a porcentagem atômica de Ta na liga aumenta de 0.5 para 3.9 at% poderia ser atribuída ao aumento da separação composicional presente nas amostras. A partir daí, para porcentagens maiores de Ta na liga, a coercividade cai. Os mecanismos que controlam o comportamento dos filmes a base de Co são complicados, e com os resultados obtidos não foi possível especular uma possível causa para a queda da coercividade para concentrações de Ta maiores que 3.9 at% na liga magnética.

² Todos os dados que constam nas Figs. 4.16 à 4.22, podem ser observados nas Tabs. 4.8 à 4.11.

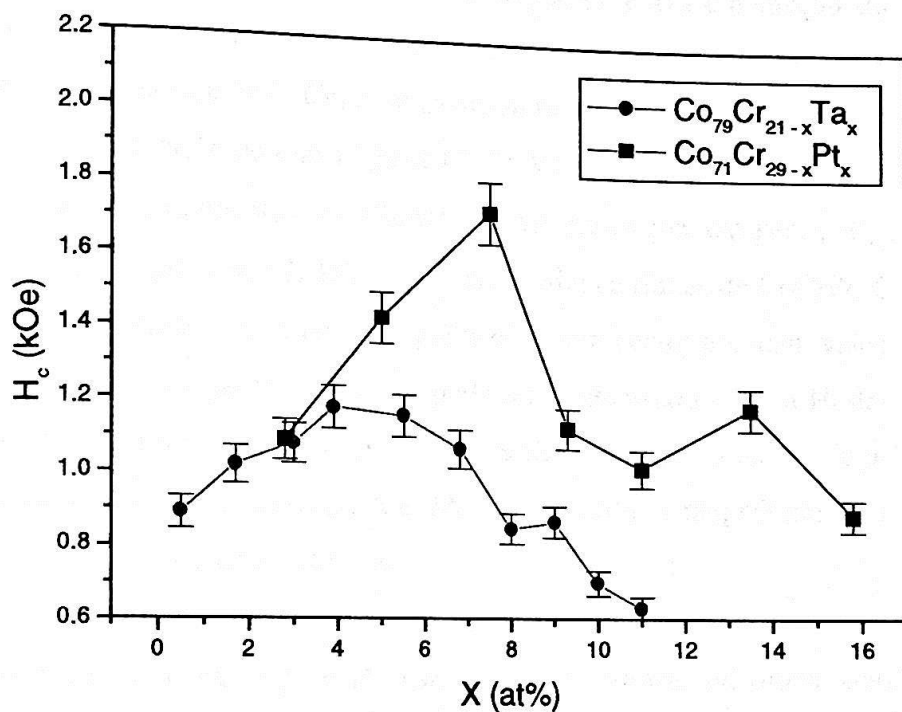


Figura 4.16: Comportamento de H_c das amostras das séries 2B (em preto, onde X se refere a Pt) e 3B (em verde onde X se refere ao Ta) em função da composição da camada magnética.

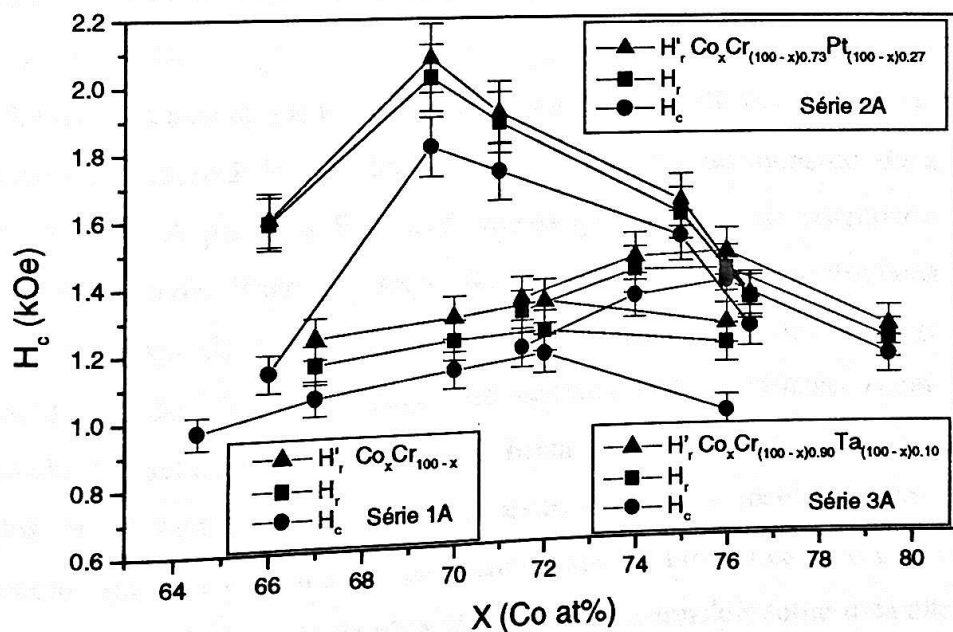


Figura 4.17: Valores de H_c , H_r e H'_r em função da porcentagem de Co na liga magnética para as amostras das séries 1A (CoCr), 2A (CoCrPt) e 3A (CoCrTa). Os pontos verdes representam as amostras de CoCrTa, os pontos pretos representam as amostras de CoCrPt e os pontos vermelhos representam as amostras de CoCr. Os valores de H'_r estão representados por triângulos, de H_r por quadrados e de H_c por círculos.

Na Fig 4.17 apresentamos os valores de H_c , H_r e H'_r em função do percentual atômico de Co na liga magnética para as amostras das séries 1A, 2A e 3A. A liga de CoCrPt, seguida pela liga de CoCrTa, se mostram mais sensíveis à variação do percentual de Co em sua composição do que a liga de CoCr. Vemos que, dentro de cada série, H_c , H_r e H'_r possuem comportamentos semelhantes. Observamos que, em geral, $H'_r \geq H_r > H_c$ e que os valores mais próximos de H'_r e H_r correspondem a filmes de CoCrPt. Como vimos no Capítulo 2, espera-se que filmes com grãos não interagentes possuam valores iguais de H'_r e H_r . No caso das ligas ternárias, H'_r pode ser considerado igual a H_r dentro do erro experimental e para a liga binária, estes valores são muito próximos (veja a Tab. 4.11). Assim, as amostras das séries 1A, 2A e 3A possuem filmes magnéticos com interações fracas entre os grãos que os constituem.

Na Fig. 4.17 as amostras de CoCrPt possuem valores mais altos de H_c , H_r e H'_r assim como ocorreu na Fig. 4.16 para H_c . Os valores máximos obtidos foram $H_c = 1.81$ kOe, $H_r = 2.02$ kOe e $H'_r = 2.08$ kOe para a liga de $Co_{69.5}Cr_{21.7}Pt_{8.8}$. Em seguida, vemos as amostras de CoCrTa, cujos valores máximos são $H_c = 1.38$ kOe, $H_r = 1.42$ kOe e $H'_r = 1.47$ kOe e ocorrem para a composição $Co_{76}Cr_{21.5}Ta_{2.5}$. Os valores máximos da série 1A ocorrem para a composição $Co_{72}Cr_{28}$ onde $H_c = 1.17$ kOe, $H_r = 1.24$ kOe e $H'_r = 1.33$ kOe.

A literatura sugere que um dos principais efeitos da adição da Pt à liga de CoCr é o aumento da coercividade do filme como consequência do aumento da anisotropia magnetocristalina. A partir da Fig. 4.17, vemos que aumento da coercividade com a adição de Pt procede. Vimos na seção 4.3 (Fig. 4.6), que os difratogramas obtidos indicam a presença de cristalitos de tamanho reduzido na camada magnética das amostras, sugerindo alta concentração de defeitos cristalográficos. Além disso, a coercividade apresentada pelas amostras é baixa quando comparada com os valores reportados na literatura (2 – 3 kOe). Sabe-se que a alta incidência de falhas de empilhamento provoca a diminuição da coercividade de filmes a base de CoCr [Dov99]. A análise dos picos de difração da série 2B não permite concluir sobre uma alteração da razão c/a (e consequentemente da anisotropia) com a adição da Pt em relação à estrutura do Co (Tab. 4.7), pois existe uma dificuldade em avaliar se a alteração detectada se encontra dentro do erro experimental. Além disso, a literatura não informa qual é a

magnitude da variação esperada para c/a com a adição da Pt na estrutura do Co. Por isso, no nosso caso, é improvável que a anisotropia magnetocristalina seja a causa dominante para o aumento da coercividade.

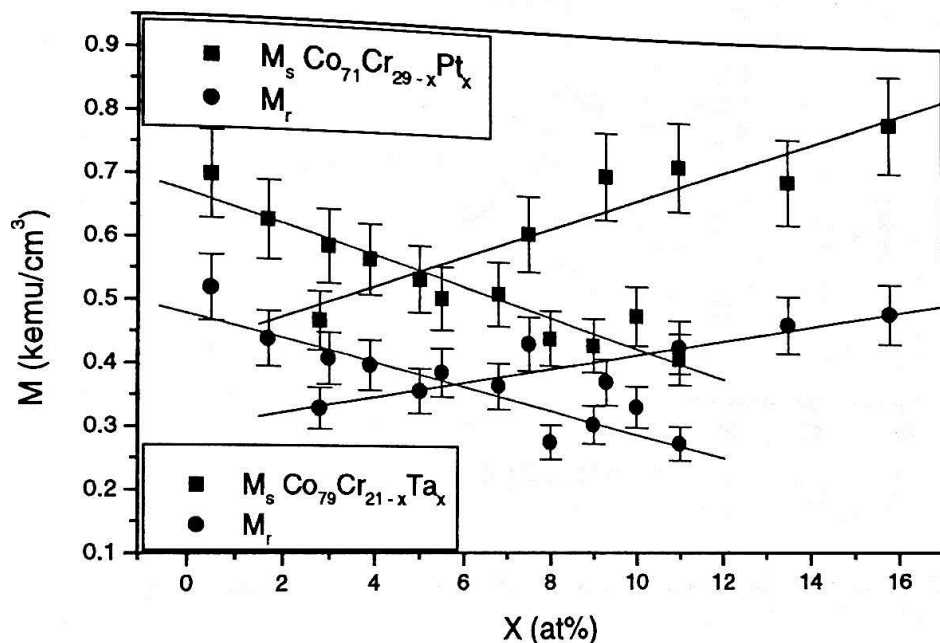


Figura 4.18: Comportamento de M_s (quadrado) e M_r (círculo) das séries 2B (preto) e 3B (verde) em função da composição da camada magnética.

Na Fig 4.18, apresentamos o comportamento de M_s e M_r em função do percentual atômico de Pt e Ta respectivamente (séries 2B e 3B). Observamos que, para a série 3B, a adição do Ta na liga magnética provoca a diminuição de M_s e M_r das amostras. Para a série 2B ocorre o oposto, os valores de M_s e M_r aumentam à medida que a concentração de Pt na liga magnética aumenta.

Na Fig. 4.19 vemos o comportamento de M_s e M_r das amostras das séries 1A, 2A e 3A. O aumento de M_s e M_r com o aumento da quantidade de Co na liga magnética ocorre para os filmes das três séries, e é um comportamento esperado. Observe que os filmes que contém Ta em sua composição apresentam valores menores de M_s e M_r , enquanto que as amostras de CoCrPt foram as que apresentaram momentos maiores. A liga de CoCr apresentou valores intermediários aos valores apresentados pelas ligas de CoCrTa e CoCrPt. Isso reforça o que foi observado na Fig. 4.18 onde vemos que a Pt é responsável pelo aumento (e o Ta pela diminuição) de M_s e M_r dos filmes magnéticos.

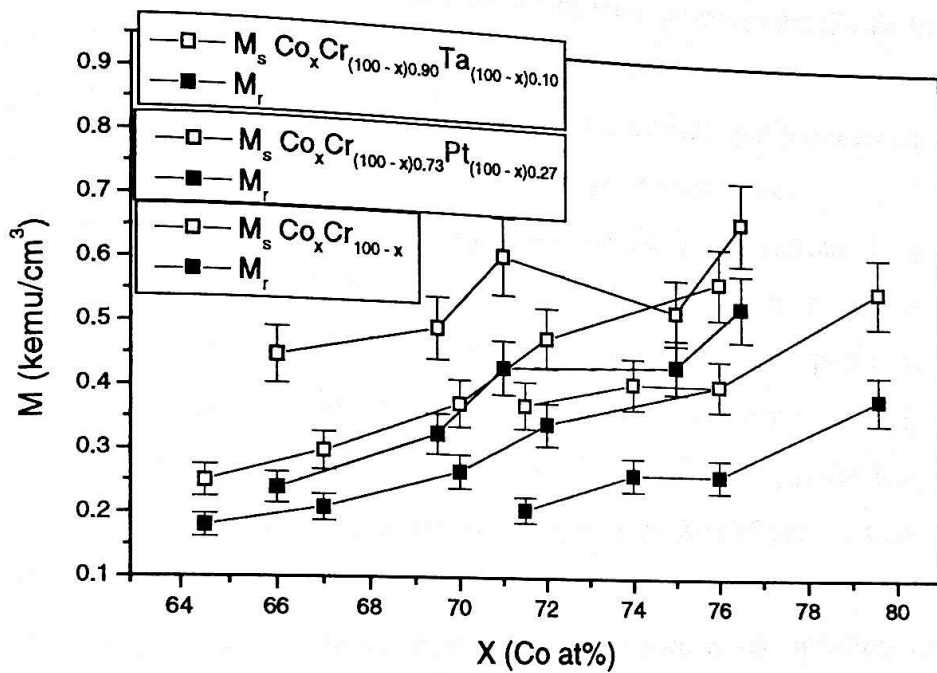


Figura 4.19: M_s (quadrados abertos) e M_r (quadrados fechados) das amostras das séries 1A (vermelho), 2A (preto) e 3A (verde).

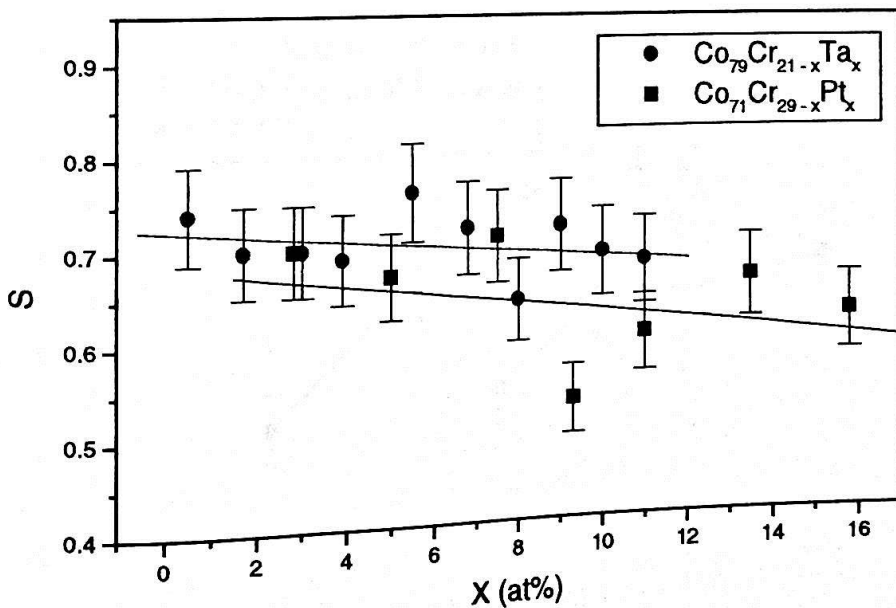


Figura 4.20: Comportamento de S das séries 2B (quadrado preto) e 3B (círculo verde) em função da composição da camada magnética.

Como observamos na Fig. 4.18, M_s e M_r são decrescentes para os filmes de CoCrTa e para os filmes de CoCrPt , M_s e M_r crescem quase na mesma medida com a variação do percentual atômico de Pt em sua composição. Por isso, observamos na

Fig. 4.20 um comportamento de S fracamente dependente da concentração de Pt e de Ta na liga magnética das amostras das séries 2B e 3B, respectivamente. No caso da série 2B, pode se perceber uma leve diminuição da quadratura à medida que a porcentagem de Pt na liga magnética aumenta. Na série 3B essa diminuição é mais tênue.

Na Fig 4.21 apresentamos o comportamento de S em função do percentual atômico de Co na liga para as séries de 1A, 2A e 3A. Assim como no comportamento da coercividade (Fig.4.17), observamos que as amostras de CoCr são pouco sensíveis a variações da composição, sendo os valores de S praticamente constantes ($S = 0.71 \pm 0.05$). A liga de CoCrPt, possui valores crescentes de S (que variam desde $S = 0.52$ para $X = 66$ at% de Co chegando a um máximo de $S = 0.83$ para $X = 75$ at% de Co). A liga de CoCrTa mostra-se menos dependente da composição, mas ainda assim é possível observar um comportamento crescente, onde os valores de S são menores do que os obtidos para as amostras de composição binária, chegando a um máximo de 0.68 para 79.6% de Co.

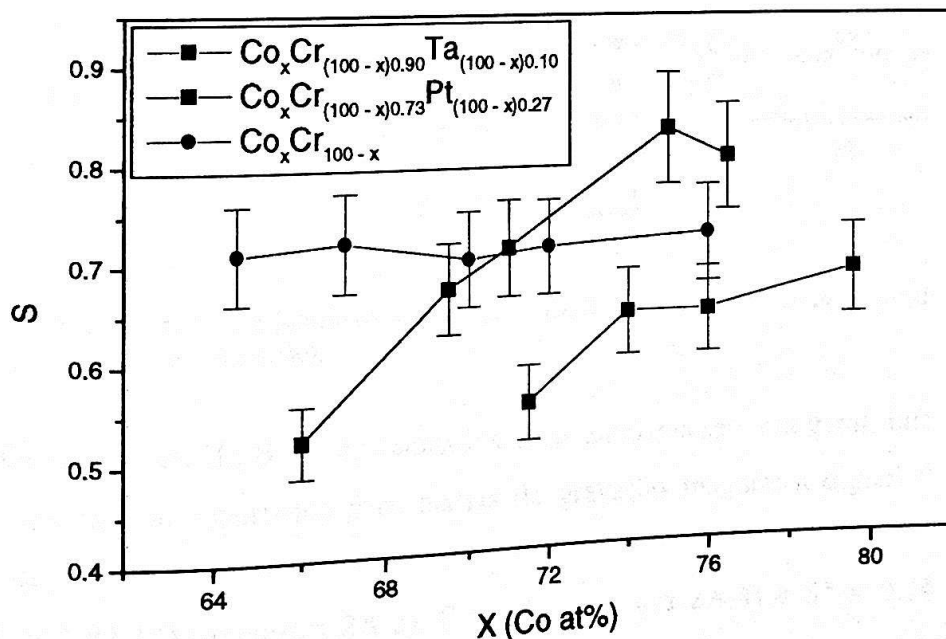


Figura 4.21: Valores de S em função da quantidade de Co da liga magnética das amostras das séries 1A (vermelho), 2A (preto) e 3A (verde).

Ainda nas séries 1A, 2A e 3A, analisando S^* (mostrado na Fig. 4.22), observamos um aumento à medida em que o percentual atômico de Co aumenta tanto para a liga de

CoCr como para a liga de CoCrPt. Para os filmes de CoCrTa o comportamento de S^* é crescente até 76 at% de Co onde $S^* = 0.55$. Para concentrações maiores de Co (79.6 at%) S^* decresce para $S^* = 0.49$. Os valores de S^* das amostras de CoCrPt se mostram mais fortemente dependentes da composição, seguidos pelos das amostras de CoCrTa e CoCr. As amostras de CoCrTa apresentaram os menores valores de S^* , e as amostras de CoCrPt atingiram os valores mais altos.

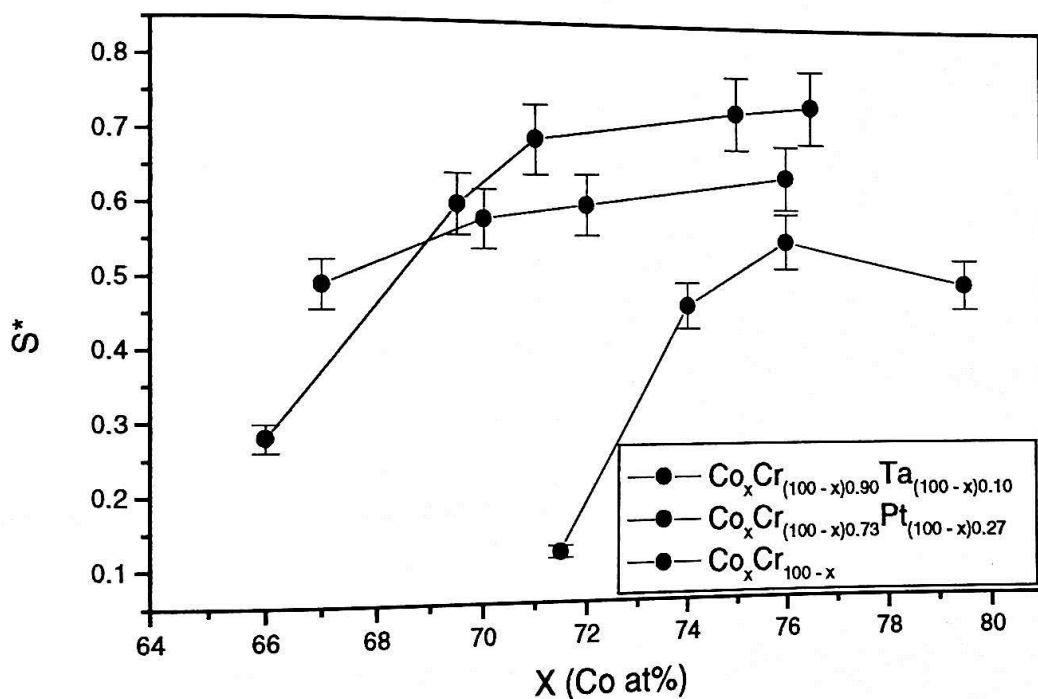


Figura 4.22: Valores de S^* em função da quantidade de Co da liga magnética das amostras das séries 1A (vermelho), 2A (preto) e 3A (verde).

Os valores de H_c , S , S^* apresentados pelas amostras são, em geral, inferiores aos valores tipicamente reportados para mídias de gravação magnética digital (Tab. 2.1). Apenas os valores máximos apresentados pelas amostras de CoCrPt são comparáveis, onde $H_c = 1.81$ kOe (amostra 2A-2), $S = 0.83$ (amostra 2A-4) e $S^* = 0.74$ (amostra 2A-5). A grande quantidade de defeitos cristalográficos pode ser a causa provável para os baixos valores apresentados por estes parâmetros.

As interações entre os grãos dos filmes magnéticos das amostras das séries 1A, 2A e 3A podem ser avaliadas por meio das curvas de ΔM obtidas a partir das curvas de remanência. Utilizamos o VSM para a obtenção das curvas I_d e I_r das amostras e o

resultado da subtração destas curvas (de acordo com a eq 2.2) são apresentadas na Figs. 4.23, 4.24 e 4.25.

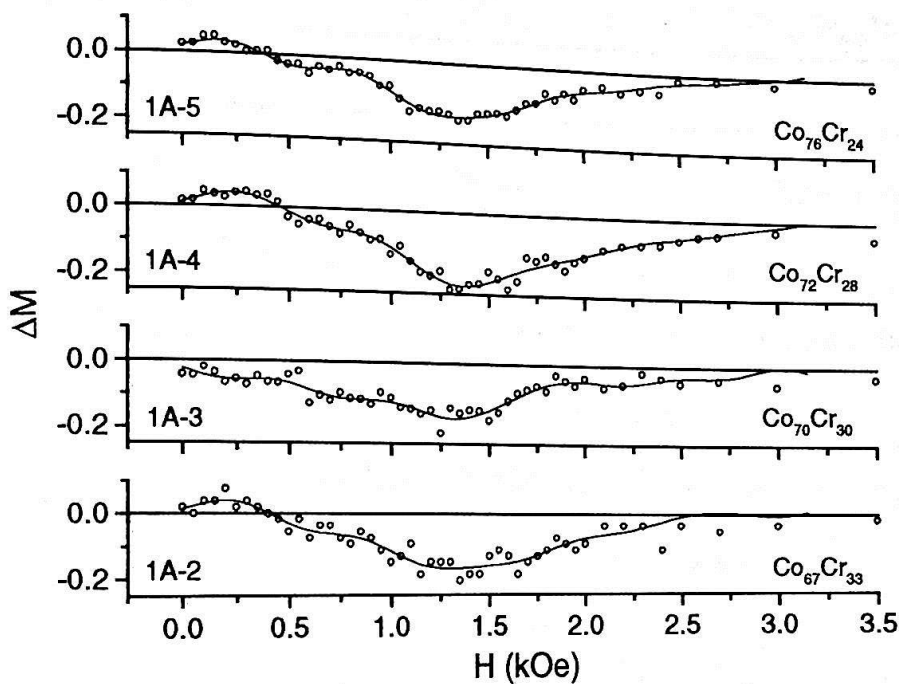


Figura 4.23: Curvas de ΔM para amostras das série 1A.

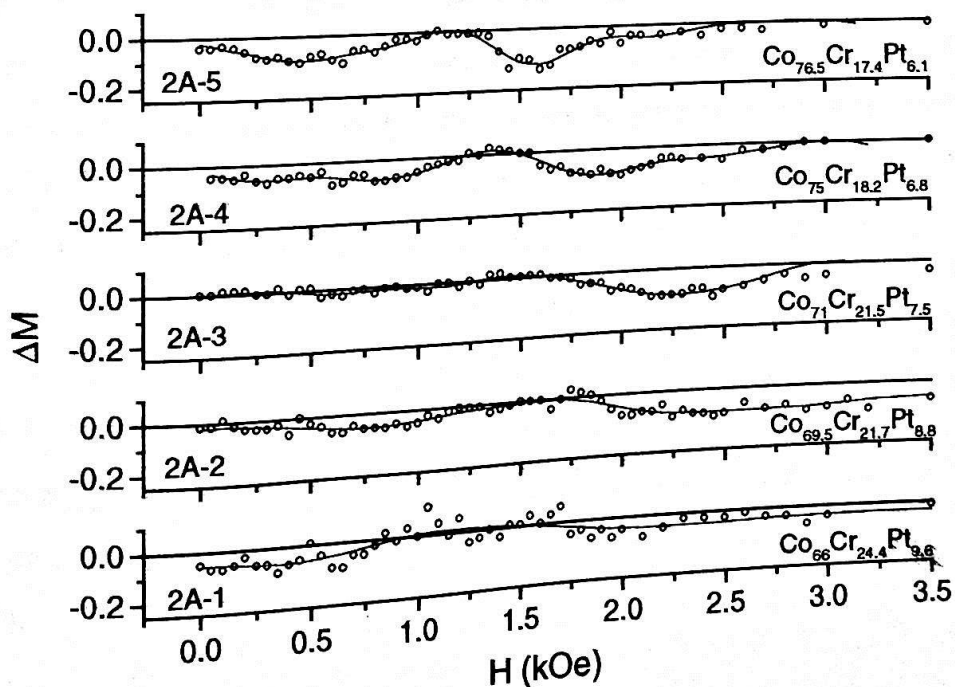


Figura 4.24: Curvas de ΔM para amostras das série 2A.

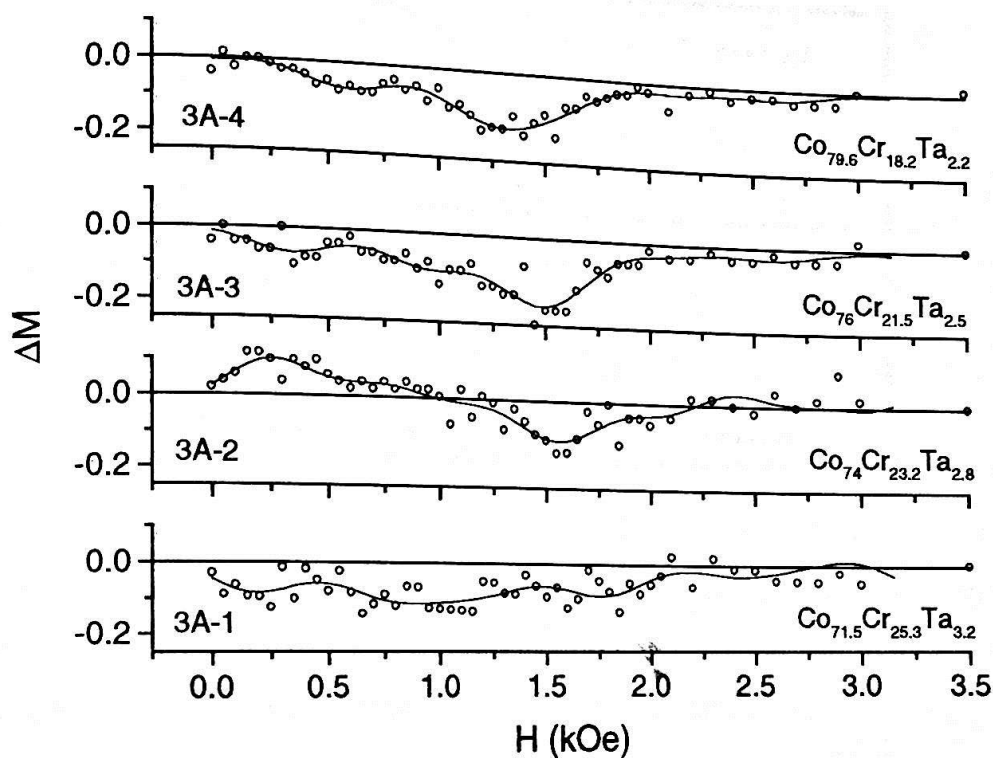


Figura 4.25: Curvas de ΔM para amostras das série 3A.

As curvas de ΔM presentes na Figs. 4.23, 4.24 e 4.25 apresentam um espalhamento acentuado dos pontos experimentais, principalmente as amostras que possuem menor quantidade de Co ou que possuem Ta em sua composição (como vimos na Fig. 4.18, o Ta diminui o momento magnético do filme). Estas amostras, possuem um momento magnético menor, tornando a precisão do VSM mais crítica para a determinação das curvas de remanência, e por isso, não foi possível obter a curva de ΔM da amostra 1A-1. Sabemos que a resolução do VSM é de aproximadamente 1×10^{-4} emu, e o momento magnético de saturação das amostras é da ordem de 1×10^{-3} emu. Se tomarmos a eq. 2.2 e os valores de I_d e I_r já normalizados por $I_r(\infty)$, podemos dizer que a curva de ΔM é obtida quando subtraímos a curva $I - 2I_r$ da curva I_d , como mostra a Fig. 4.26.

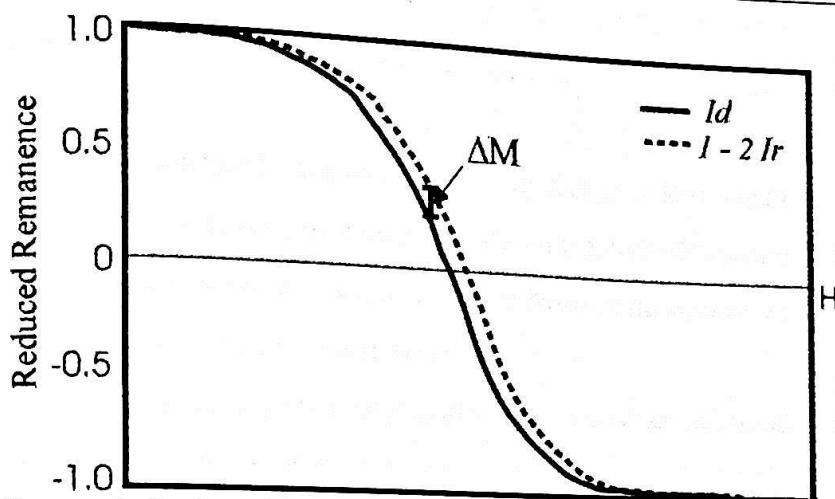


Figura 4.26: Representação dos valores de ΔM como sendo a subtração das curvas normalizadas I_d e $I - 2I_r$. Neste caso, temos valores negativos de ΔM .

A resolução do VSM representa aproximadamente 10% do momento de saturação dos filmes submetidos a medidas de curvas de remanência. Assim, podemos concluir que o limite de resolução para valores de ΔM é de aproximadamente 0.1.

De maneira geral, todas as amostras (com exceção da amostra 3A-2) apresentaram valores de ΔM essencialmente negativos e menores que 0.2 em módulo. As amostras de CoCrPt (Fig. 4.24) foram as que apresentaram o comportamento interativo de menor intensidade, onde os valores de ΔM dificilmente ultrapassam 0.1 em módulo. Nas curvas de ΔM apresentadas pelas amostras 2A-2, 2A-4 e 2A-5, podemos observar dois pontos de mínimo, sendo que o mais acentuado deles se encontra em campos mais altos. As amostras 2A-1 e 2A-3 apresentam também uma estrutura de duplo pico, porém menos perceptível. Para as amostras 1A-5 (Fig. 4.23) e 3A-4 (Fig. 4.25), (onde o espalhamento dos pontos experimentais é menor), podemos perceber que existe, de uma forma menos evidente, uma estrutura com 2 pontos de mínimo. Nas demais amostras observamos apenas 1 ponto de mínimo. A amostra 3A-2 (Fig. 4.25) foi a única submetida a medidas de curvas de remanência que apresentou indiscutivelmente valores positivos de ΔM , sendo que em toda a curva, os valores raramente ultrapassam 0.1 em módulo.

Observe que, por terem coercividades mais altas, as amostras de CoCrPt apresentam o ponto de mínimo mais acentuado em campos mais altos do que o ponto de mínimo das amostras de CoCrTa ou de CoCr. Isso ocorre porque os valores de ΔM de um determinado filme são dependentes da subtração entre as curvas normalizadas de I_d e

$1 - 2Ir$ (Fig. 4.26), que são comportamentos fortemente dependentes da coercividade deste filme.

Na seção 4.4c apresentamos os resultados de medidas de remanência feitas com o SQUID em três amostras. Estes resultados permitiram o estudo da estrutura de duplo pico com mais detalhes, onde levantamos uma hipótese baseada na coexistência das fases *hcp* e *fcc* na estrutura cristalina dos filmes magnéticos.

Com respeito às interações intergranulares, as amostras submetidas a medidas de curvas de remanência apresentam interações essencialmente dipolares e de baixa intensidade. Isso significa que nossos filmes apresentam baixos níveis de ruído, já que este está associado a interações entre os grãos magnéticos, especialmente com interações de troca. As amostras de CoCrPt, seguidas pelas amostras de CoCrTa, foram as que apresentaram intensidade de interações intergranulares mais baixas. Este resultado está de acordo com o apresentado para H_r e H'_r (Tab. 4.5), onde vimos que as amostras de CoCr apresentavam valores de H_r e H'_r não tão próximos entre si quanto o das amostras de ligas ternárias. Na literatura, as interações de troca são mais comuns nos filmes estudados, onde os valores de ΔM obtidos são tipicamente em torno de 0.5.

Um comportamento não interativo dos grãos magnéticos é evidente também na Fig. 4.27 onde mostramos as curvas dI/dH e dIr/dH das amostras 1A-5, 2A-4 e 3A-4 respectivamente. O resultado obtido para estas amostras é representativo da série a qual cada uma delas faz parte. Notamos que, nos três casos, os picos de dI/dH e dIr/dH ocorrem para um mesmo valor de campo magnético e o valor do ponto máximo da primeira é aproximadamente o dobro do valor do ponto máximo da segunda.

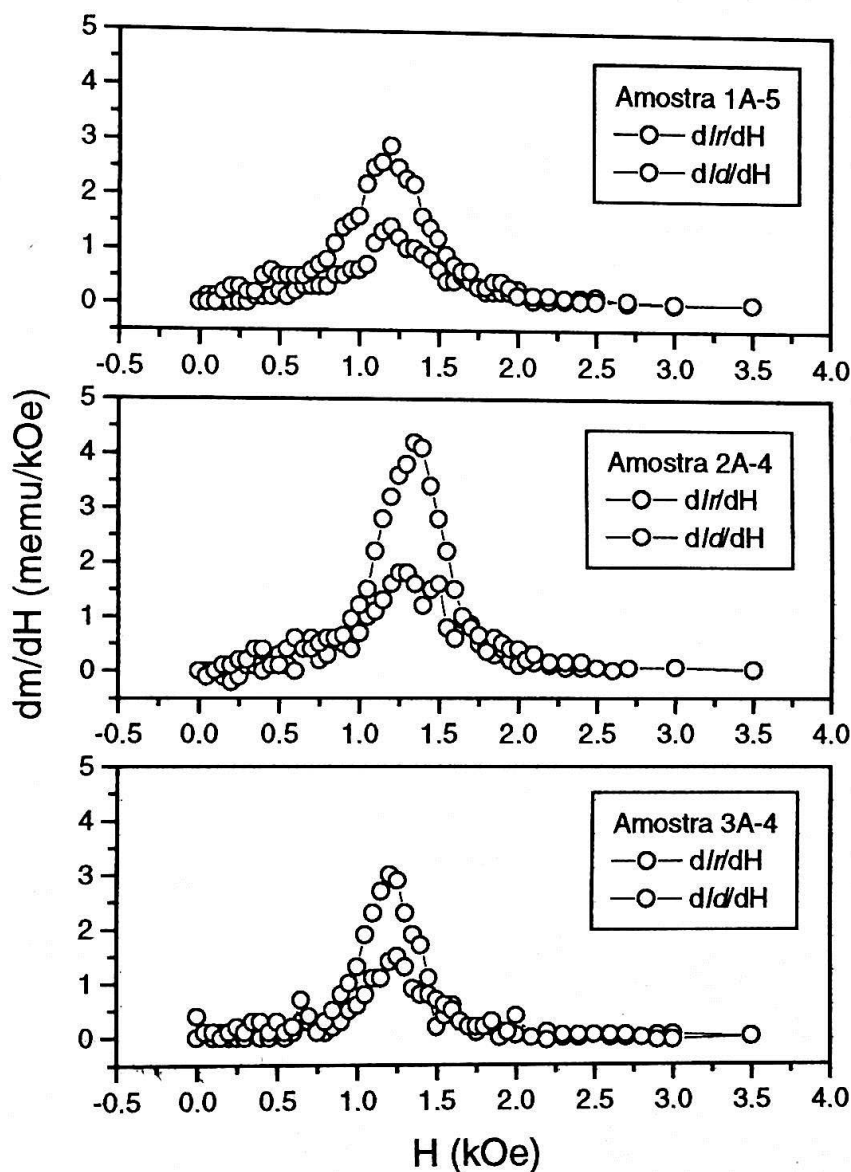


Figura 4.27: Curvas dI/dH e dId/dH das amostras 1A-5, 2A-4 e 3A-4.

Observamos que o valor máximo da derivada da curva de remanência dId/dH é diretamente proporcional ao valor de M_r apresentado pelas amostras, como pode ser observado mais claramente na Fig. 4.28. A Fig. 4.29 apresenta um comportamento interessante das distribuições de coercividades dos filmes das séries 1A, 2A e 3A (representadas pelas derivadas dId/dH). Simulamos as distribuições de coercividade com funções gaussianas e a largura dessas funções (que designamos com a letra w) possui um comportamento linearmente decrescente em relação ao valor de M_r apresentado pelos

filmes. Podemos dizer que o comportamento linear apresentado pela Fig. 4.28 é consequência do comportamento que é apresentado na Fig. 4.29, e a explicação pode ser observada na Fig. 4.30, onde mostramos as curvas I_d das amostras 2A-1 e 2A-5. A composição da camada magnética destas amostras possui 66 e 75.6 at% de Co, respectivamente. Note que a variação da quantidade de Co na composição dos filmes provoca, simultaneamente, o aumento do valor de M_s apresentado pelas amostras e a diminuição da largura da distribuição de coercividades. Como consequência, o valor máximo da derivada de I_d para a amostra 2A-1 é menor do que o que o da amostra 2A-5.

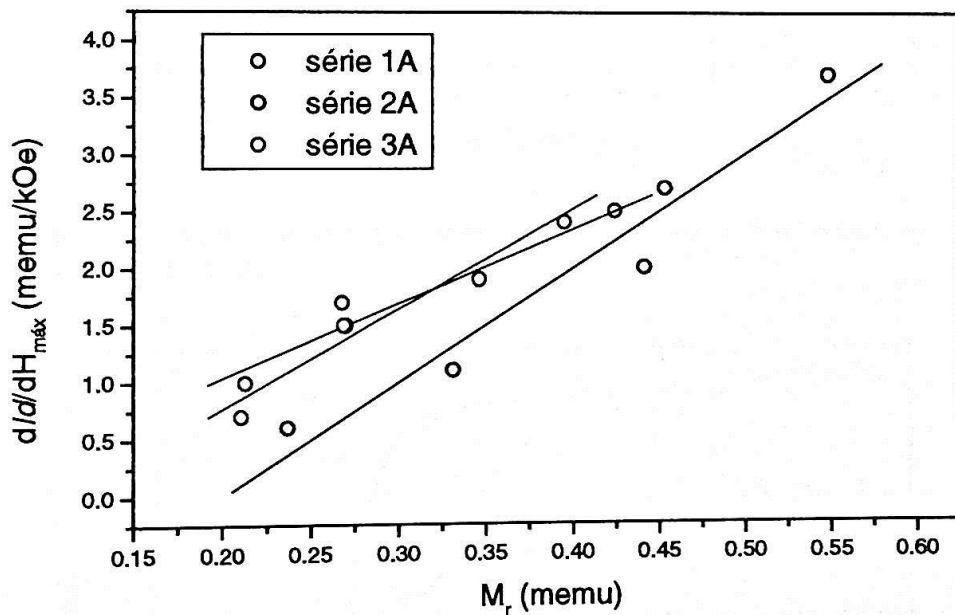


Figura 4.28: Relação entre o valor máximo de dI/dH e M_r para as amostras das séries 1A, 2A e 3A.

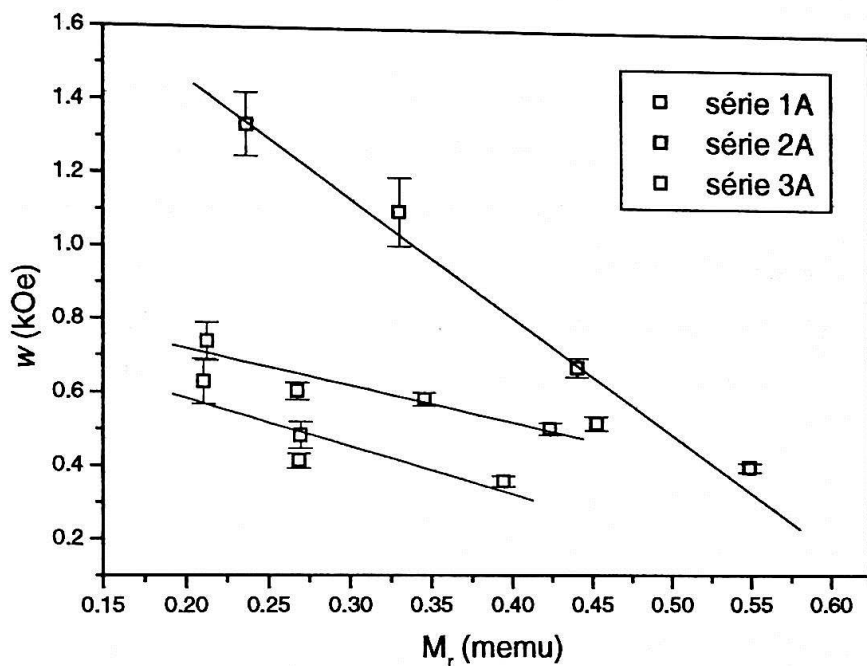


Figura 4.29: Relação entre o valor da largura de distribuição gaussiana de coercividades w e M_r para as amostras das séries 1A, 2A e 3A.

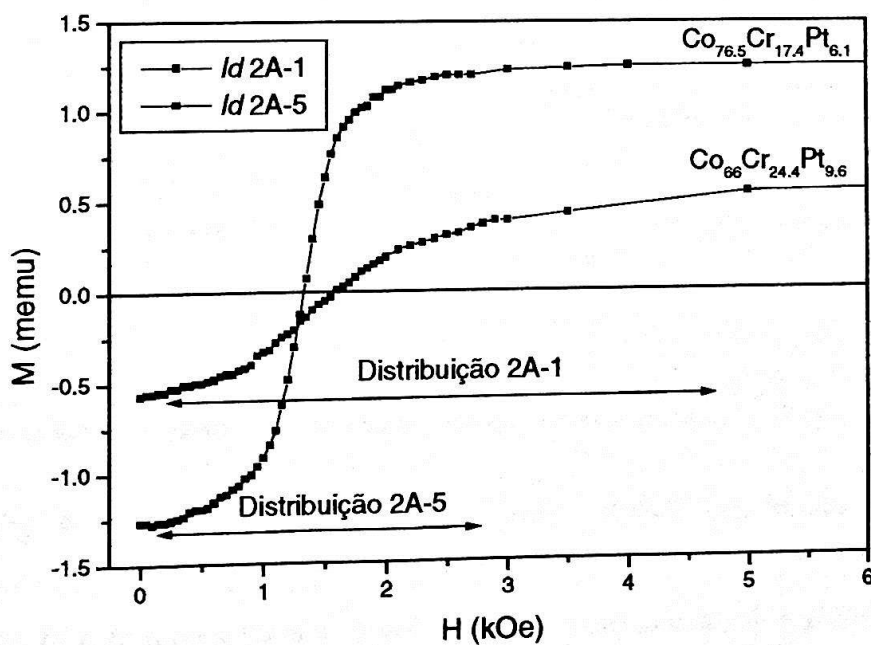


Figura 4.30: Curvas de remanência I_d das amostras 2A-1 e 2A-5. Observe que o aumento da quantidade de Co na liga magnética provoca tanto o aumento do valor de M_r quanto a diminuição da largura de distribuição de coercividades dos grãos magnéticos que fazem parte do filme.

4.4c – Resultados do SQUID

Nesta seção, apresentamos resultados obtidos a partir de medidas de remanência das amostras 3B-4, 2A-2 e 3A-1 feitas com SQUID (resolução 10^{-8} emu). Os resultados são comparados com os obtidos com VSM (resolução 10^{-4} emu), de onde avaliamos o grau de confiabilidade das medidas de remanência apresentados na seção 4.4b. A melhor qualidade dos resultados obtidos com o SQUID levou a informações adicionais a respeito do comportamento das interações intergranulares nos filmes magnéticos.

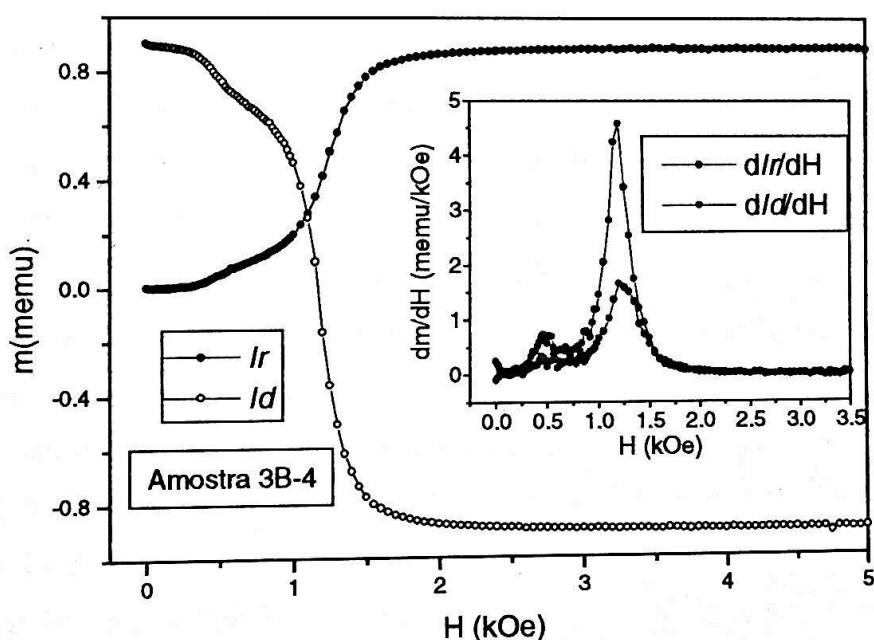


Figura 4.31: Curvas de remanência I_r (círculos vermelhos), I_d (círculos azuis), dI_d/dH e dI_r/dH (gráfico inserido, círculos azuis e vermelhos respectivamente) da amostra 3B-4 obtidas com SQUID.

A Fig. 4.31 mostra as curvas I_r , I_d , dI_d/dH e dI_r/dH (as derivadas no gráfico inserido) obtidas com o SQUID para a amostra 3B-4. Como vimos no Capítulo 2, as derivadas de I_d e I_r representam a distribuição de coercividades dos grãos magnéticos presentes na amostra. Estas curvas apresentam usualmente apenas 1 ponto de máximo, resultantes de um comportamento sistemático das curvas I_d e I_r . Nas curvas dI_d/dH e dI_r/dH da amostra 3B-4, observamos a presença de um pequeno pico em $H = 0.48$ kOe além do pico principal centrado em $H = 1.20$ kOe. Se observarmos as curvas I_d e I_r ,

podemos perceber um comportamento sutilmente fora do comportamento sistemático (uma deformação do comportamento sistemático da variação do momento magnético remanente em baixos campos aplicados) em torno de $H = 0.48$ kOe.

Esta estrutura de dois picos, que aparece nas curvas dI/dH e dIr/dH , representa uma dupla distribuição de dureza magnética dos grãos que compõem o filme magnético. Isso pode significar a existência de um conjunto de grãos de pequena coercividade (± 0.5 kOe) presente no filme que gera uma distribuição independente da distribuição principal de coercividades. Essa característica é ruim para aplicação em tecnologia de gravação magnética (que exige coercividades em torno de 2 kOe), pois representam grãos que perdem facilmente seu estado magnetizado, gerando a desconfiguração do bit de informação do qual eventualmente eles fazem parte.

Os difratogramas apresentados na seção 4.3 e os baixos valores de H_c indicaram a presença de grande quantidade de defeitos na estrutura cristalina das amostras de um modo geral. As causas que geram picos de difração com alargamento acentuado e baixa intensidade possuem origens das mais variadas, podendo ser ocasionadas por pouca espessura do material analisado, falhas de empilhamento e contornos de macla que surgem durante a deposição ou durante o resfriamento após o processo de deposição do filme, ou até mesmo impurezas. Estes fatores podem ocasionar o aparecimento de da fase cúbica (*fcc*) do Co no filme magnético. Como vimos no Capítulo 2 a estrutura *fcc* possui 3 eixos de fácil magnetização e a anisotropia magnetocristalina é menor que a da estrutura *hcp*. Por isso, a fase *fcc* do Co não é interessante para a aplicação em gravação magnética digital e pode estar relacionada com o pequeno pico (que ocorre para menores campos aplicados) observado nas curvas dI/dH e dIr/dH . O pico menor de distribuição de coercividades pode ser gerado por grãos formados por Co na fase *fcc*, que possuem naturalmente coercividades menores.

Na Fig. 4.32 temos as curvas I_r , I_d , dI/dH e dIr/dH obtidas com o VSM para a amostra 3B-4.

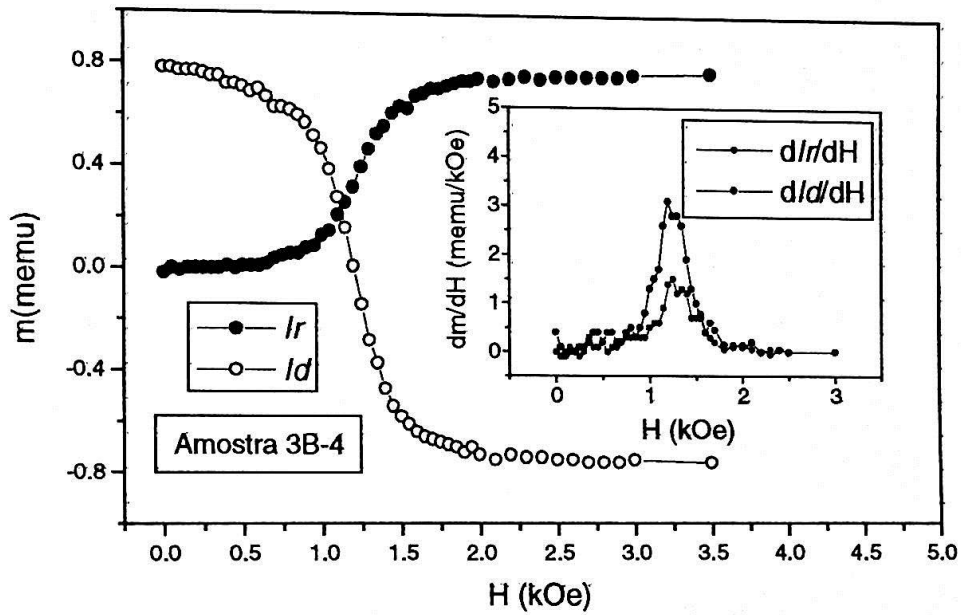


Figura 4.32: Curvas I_r (círculos vermelhos), I_d (círculos azuis), e no gráfico inserido, dI/dH e dI_r/dH (círculos azuis e vermelhos respectivamente) da amostra 3B-4 obtidas com o VSM.

Para visualizarmos melhor os resultados adquiridos com os dois instrumentos, apresentamos na Fig. 4.33 os gráficos dos insertos das Figs 4.31 e 4.32. Na Fig.4.33a apresentamos a curva dI_r/dH adquiridas com o VSM e com o SQUID. A comparação entre as curvas dI/dH para estes dois equipamentos pode ser observada na Fig. 4.33b.

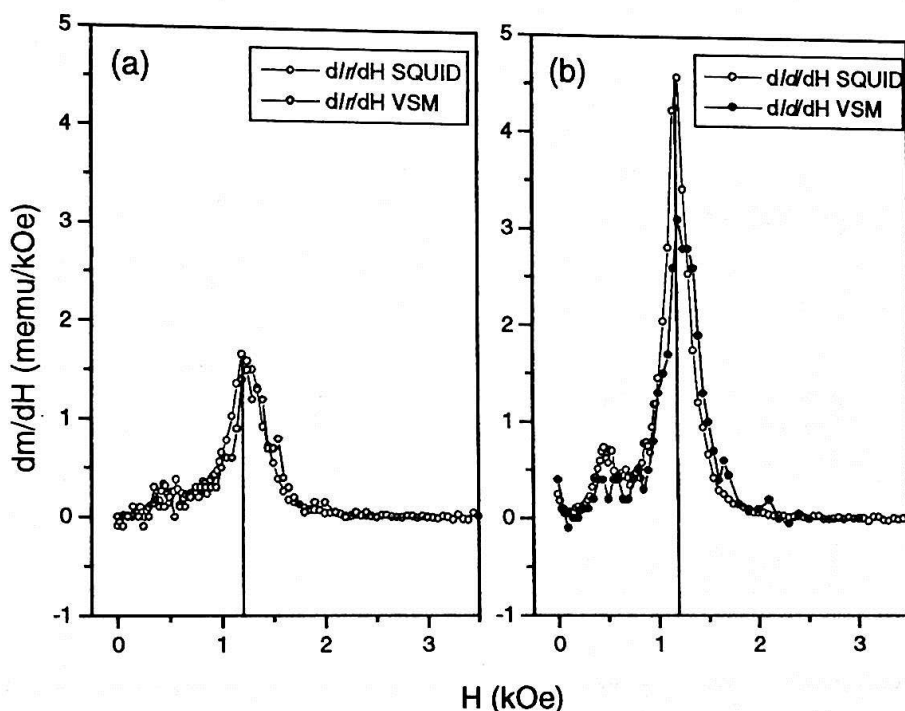


Figura 4.33: (a) Curva dI/dH obtida para a amostra 3B-4 com o VSM (preto) e com o SQUID (vermelho). (b) Curva dI/dH obtida para a amostra 3B-4 com o VSM (preto) e com o SQUID (vermelho).

Notamos na Fig. 4.33, que existe uma disparidade entre os equipamentos na determinação das intensidades dos picos de dI/dH , mas a informação qualitativa dada por eles é praticamente a mesma. Para ambos os equipamentos, os picos das curvas dI/dH e dI/dH ocorrem praticamente para o mesmo valor de campo magnético aplicado. No caso do VSM, o valor máximo de dI/dH é o dobro do valor máximo de dI/dH . Para o SQUID, os valores máximos das derivadas diferem por um fator de 3 aproximadamente. Na curva dI/dH , para campos em torno de 0.4 kOe, podemos observar que os dados experimentais do VSM tendem a acompanhar o pico determinado pela curva com o SQUID, apesar de o ruído da medida (≈ 0.5 memu/kOe) tornar difícil a identificação de um pico. Este é um indício de que o comportamento de duas distribuições de coercividades observada no SQUID pôde ser detectada também com o VSM. Este comportamento foi observado em todas as amostras das séries 1A, 2A e 3A.

Na Fig. 4.34 temos as curvas de ΔM determinadas por SQUID e VSM para a amostra 3B-4.

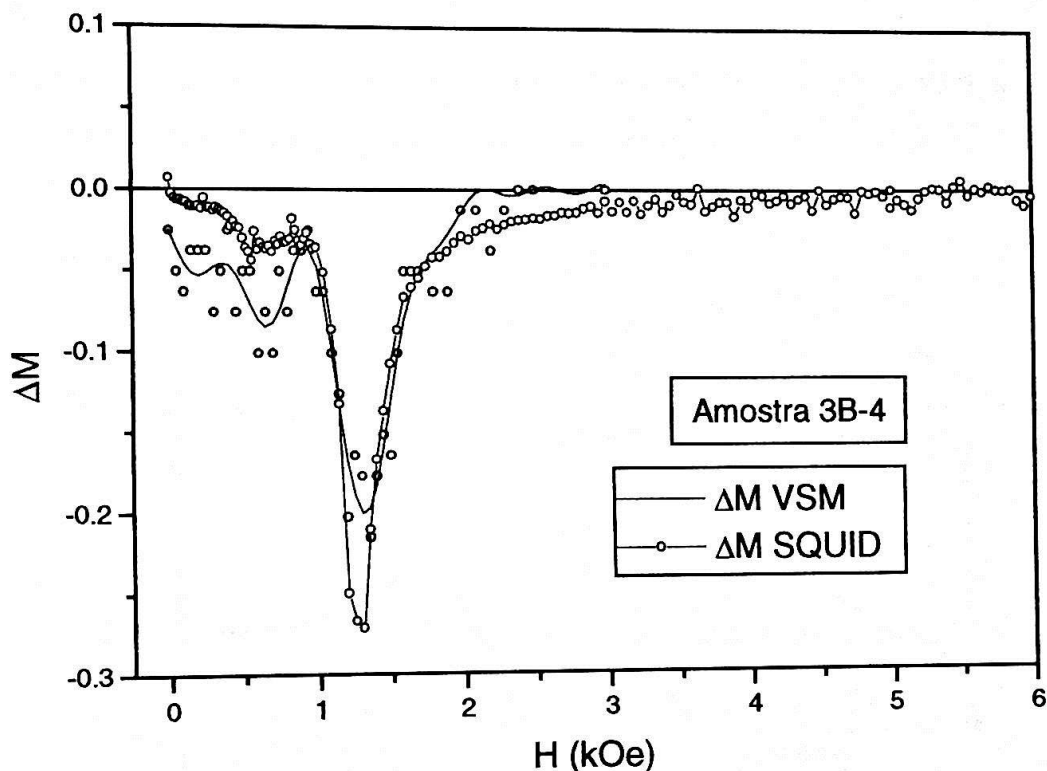


Figura 4.34: Curvas de ΔM da amostra 3B-4 determinadas com VSM (pontos pretos e ajuste em vermelho), e com SQUID (curva azul).

O comportamento médio dos pontos experimentais do VSM (curva vermelha) foi determinado por uma transformada de Fourier onde foram filtradas as frequências mais altas (normalmente associadas ao ruído experimental). Não existe nenhum modelamento sobre o espalhamento dos pontos experimentais que justifique o procedimento. Buscamos apenas um método iterativo que apresentasse da melhor maneira o comportamento médio dos pontos experimentais. A frequência de corte adotada foi $f = 10$ Hz. O mesmo método e frequência de corte foram utilizados para a determinação do comportamento médio dos pontos experimentais obtidos com VSM nas Figs. 4.36, 4.37, 4.39 e 4.40.

Ainda na Fig 4.34, a concordância qualitativa entre os resultados é muito boa. As curvas de ΔM obtidas por ambos os equipamentos apresentaram um pico menor em $H = 0.6$ kOe (este pico um pouco mais intenso para o VSM) e um pico maior em $H = 1.3$ kOe (desta vez o VSM obteve intensidade menor para este pico). A presença de dois pontos de mínimo na curva de ΔM pode, da mesma forma que a estrutura de duplo

pico observado nas curvas dI/dH e dIr/dH , estar relacionada com a coexistência das fases *hcp* e *fcc* no filme magnético. Ainda na Fig. 4.34 a mesma conclusão qualitativa é obtida a partir das curvas obtidas com o VSM e com o SQUID. A amostra 3B-4 apresenta interações intergranulares do tipo dipolar de baixa intensidade.

A Fig. 4.35 mostra as curvas I_r , I_d , dI/dH e dIr/dH obtidas com o SQUID para a amostra 2A-2.

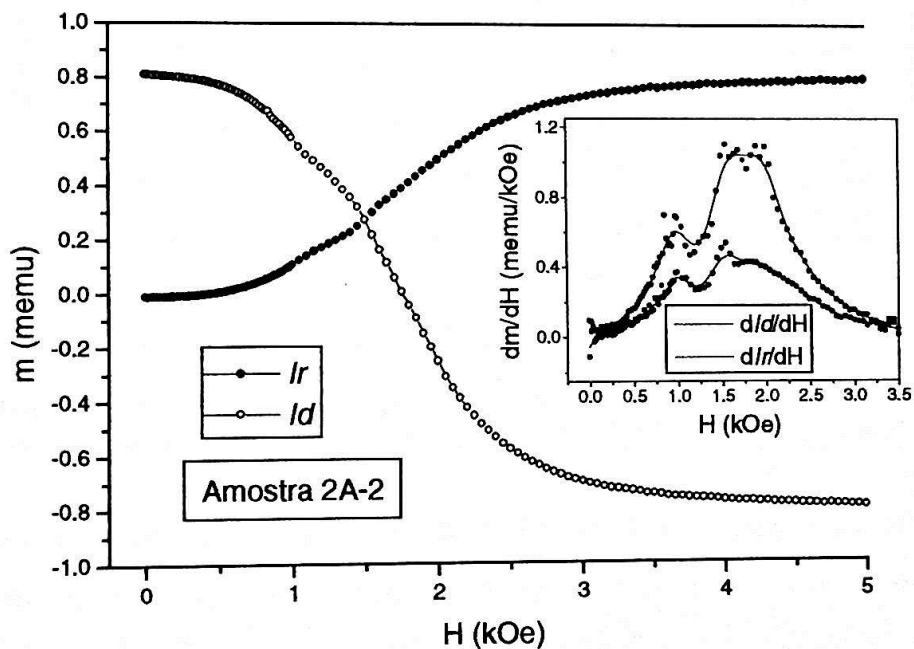


Figura 4.35: Curvas de remanência I_r (círculos vermelhos), I_d (círculos azuis), dI/dH e dIr/dH (gráfico inserido, círculos azuis e vermelhos respectivamente) da amostra 2A-2 obtidas com SQUID.

Nas curvas I_r e I_d da amostra 2A-2 podemos perceber um sutil desvio do comportamento usual das curvas de remanência, assim como ocorreu para a amostra 3B-4. Mas, para a amostra 2A-2 este desvio ocorre para um campo magnético aplicado maior ($H = 1.0$ kOe). Podemos perceber a estrutura de duplo pico nas derivadas dI/dH e dIr/dH , onde o pico maior é mais largo do que o observado para a amostra 3B-4. Isso representa uma distribuição mais larga de coercividades, o que não é desejável para a tecnologia de gravação magnética digital (o ideal seria que todos os grãos magnéticos revertissem a magnetização sob a ação de um mesmo valor de campo aplicado).

A Fig. 4.36 mostra as curvas dI/dH e dIr/dH obtidas com o VSM e com o SQUID para a amostra 2A-2.

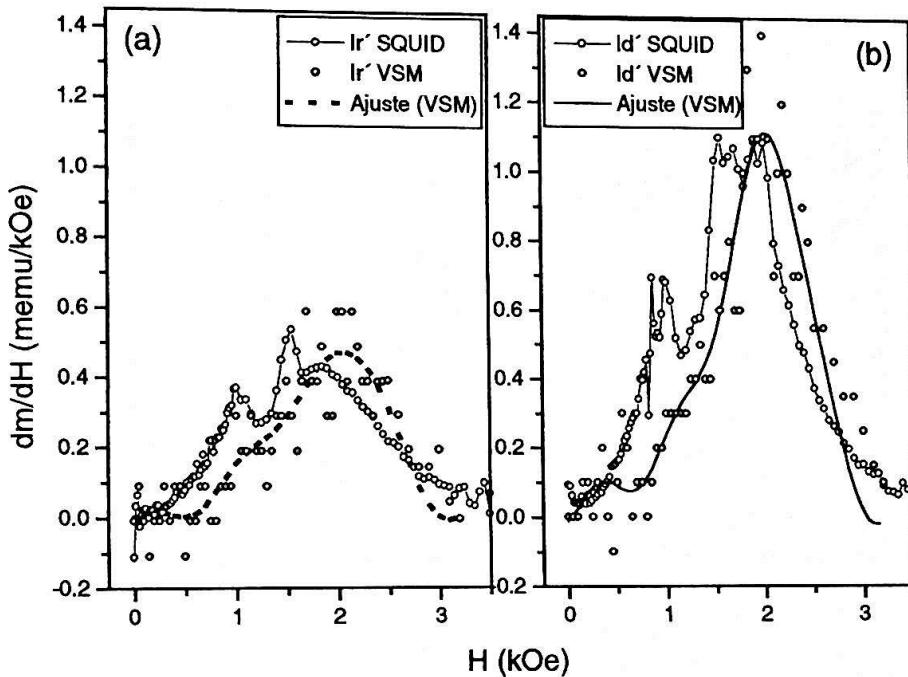


Figura 4.36: (a) Curva dI_r/dH obtida para a amostra 2A-2 com o VSM (preto) e com o SQUID (vermelho). (b) Curva dI_d/dH obtida para a amostra 2A-2 com o VSM (preto) e com o SQUID (vermelho).

Para a amostra 2B-2, as intensidades dos picos das curvas dI_d/dH e dI_r/dH obtidos pelo SQUID e pelo VSM foram basicamente iguais. Assim como acontece para a amostra 3B-4, o SQUID apresenta um comportamento mais detalhado a respeito da distribuição das coercividades dos grãos que compõem o filme magnético. No comportamento apresentado pelo VSM, podemos perceber uma deformação das curvas na região de campo onde o pico menor aparece nas curvas obtidas com o SQUID. Os valores máximos de dI_d/dH e dI_r/dH dados pelo VSM se localizam em valores ligeiramente mais altos de campo magnético aplicado.

A Fig 4.37 apresenta as curvas de ΔM obtidas com o VSM e com o SQUID para a amostra 2A-2. Desta vez, além da concordância qualitativa, obtivemos uma concordância quantitativa razoável. Neste caso, fica mais evidente a estrutura de duplo pico da curva de ΔM que aparece no caso da amostra 3B-4 de forma mais sutil. Esta estrutura de duplo pico, é uma característica apresentada principalmente pelas amostras da série 2B (CoCrPt). Na literatura não encontramos relatos sobre uma estrutura deste tipo nas curvas de ΔM .

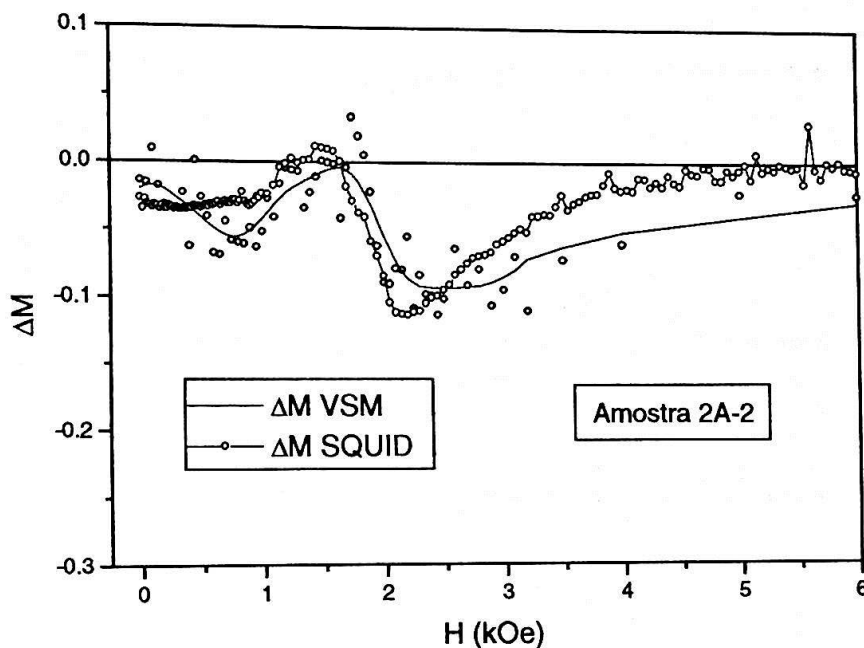


Figura 4.37: Curvas de ΔM da amostra 2A-2 determinadas com o VSM (pontos pretos e ajuste em vermelho) e com o SQUID (curva azul).

A Fig. 4.38 mostra as curvas I_r , I_d , dI/dH e dI_r/dH obtidas com o SQUID para a amostra 3A-1. Desta vez, notamos uma estrutura de duplo pico pronunciada nas derivadas. Na Fig. 4.39 podemos comparar as curvas dI/dH e dI_r/dH obtidas com o VSM e com o SQUID. Note que apesar da dispersão dos dados do VSM, o ajuste destes dados apresenta os dois picos presentes na curva obtida como SQUID. Na Fig. 4.40 apresentamos as curvas de ΔM da amostra 3A-1 obtidas com SQUID e VSM. Ambas apresentaram valores negativos de baixa intensidade, mas os comportamentos são distintos. Devido ao alto grau de dispersão dos dados obtidos com o VSM, podemos concluir que a resolução deste equipamento não foi suficiente para que o comportamento de duplo pico apresentado pela curva adquirida com o SQUID fosse evidenciado.

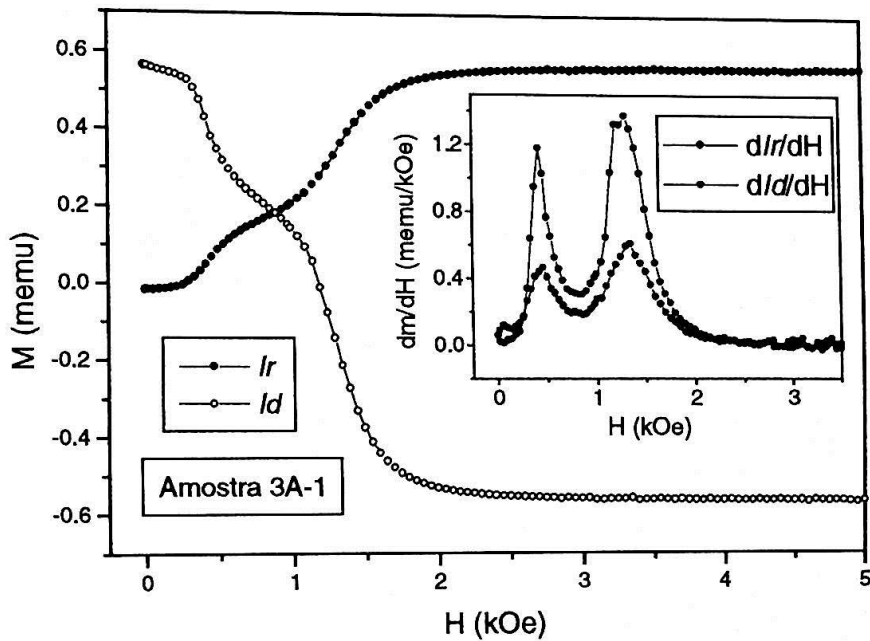


Figura 4.38: Curvas de remanência I_r (círculos vermelhos), I_d (círculos azuis), dI_d/dH e dI_r/dH (gráfico inserido, círculos azuis e vermelhos respectivamente) da amostra 3A-1 obtidas com SQUID.

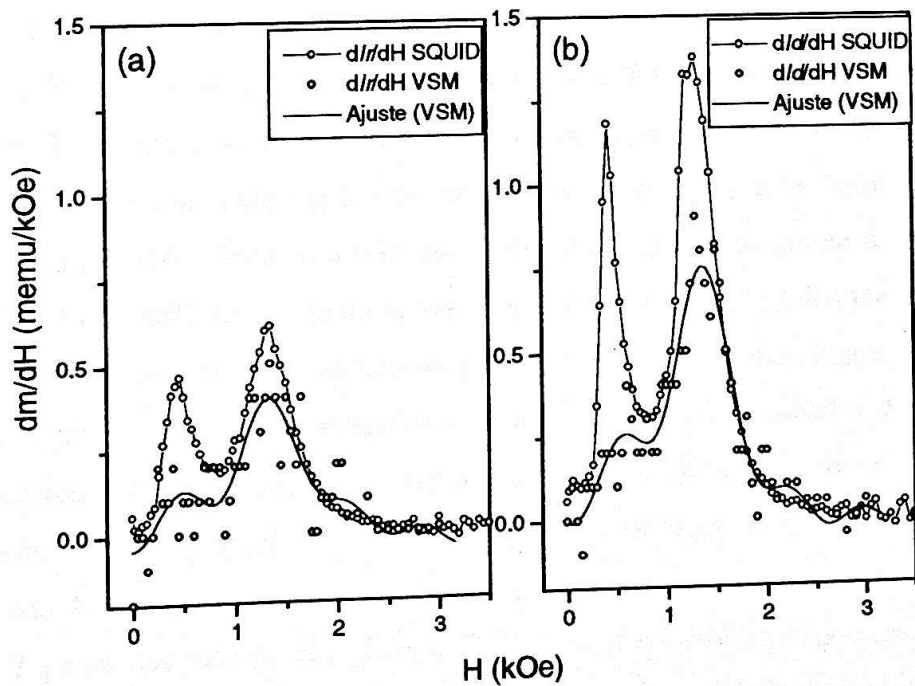


Figura 4.39: (a) Curva dI_r/dH obtida para a amostra 3A-1 com o VSM (preto) e com o SQUID (vermelho). (b) Curva dI_d/dH obtida para a amostra 3A-1 com o VSM (preto) e com o SQUID (vermelho).

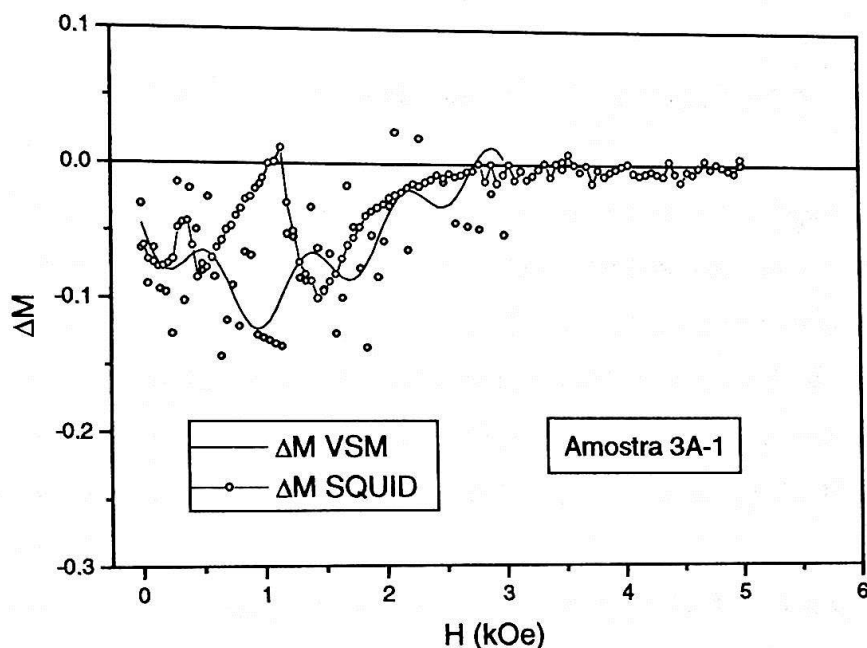


Figura 4.40: Curvas de ΔM da amostra 3A-1 determinadas com o VSM (pontos pretos e ajuste em vermelho) e com o SQUID (curva azul).

A dupla distribuição de coercividades apresentada pelas derivadas de I_d e I_r e os dois pontos de mínimo apresentados pelas curvas de ΔM são evidências da presença da fase *fcc* nos filmes magnéticos. Esta hipótese é reforçada pelos resultados de difração de raio-X (seção 4.3) que indicam a alta incidência de defeitos cristalinos na camada magnética das amostras. Para as amostras 2A-2 e 3B-4, o pico referente a fase *fcc* nas curvas dI_d/dH e dI_r/dH se apresenta menos intenso do que o pico referente a fase *hcp*. Isso pode indicar que fase *hcp* é dominante para estas amostras. Sendo a fase *fcc* presente em menor quantidade no filme magnético, é natural que as intensidades dos picos de difração correspondentes à esta estrutura sejam menores do que os picos de difração correspondentes a estrutura *hcp*. Por isso, é possível que estes picos não se destaquem sobre o ruído dos difratogramas obtidos. O mesmo não se pode dizer para a amostra 3A-1 onde os 2 picos das curvas dI_d/dH e dI_r/dH aparecem praticamente com a mesma intensidade. Vimos na seção 4.3 (Fig. 4.7) que a amostra 3A-1 possui um pico de difração em $2\Theta = 75.6^\circ$, que neste caso pode ser atribuído tanto à textura *hcp* $\text{Co}\{11\bar{2}0\}$ quanto a textura *fcc* $\text{Co}\{220\}$.

No trabalho de Dova e colaboradores [Dov99], já mencionado no Capítulo 2, (Fig. 2.6) existe um estudo comparativo de comportamentos magnéticos entre duas amostras com diferentes porcentagens da fase *fcc* do filme de CoCrPt. Na Fig. 4.41 podemos observar as derivadas das curvas de remanência das amostras C1 (porção *fcc* de 17%) e C2 (porção *fcc* de 8%). Podemos notar que a amostra C1 possui uma distribuição de coercividades mais larga que a amostra C2. Notamos também que a distribuição da amostra C1 ocorre para campos magnéticos mais baixos. Os autores relacionaram a longa cauda da distribuição de C1 em campos em torno de 1 kOe à fase *fcc* do filme magnético. Da mesma forma, segundo os autores, a fase *fcc* da amostra C2 é responsável pela cauda da distribuição para nos valores inferiores a 3 kOe. A presença da fase *fcc* nestas amostras C1 e C2 não chega a determinar uma dupla distribuição de coercividades como observado nas amostras deste projeto. Isso pode indicar que os filmes magnéticos deste projeto possuem uma porcentagem da porção cristalina na fase *fcc* superior a 17%.

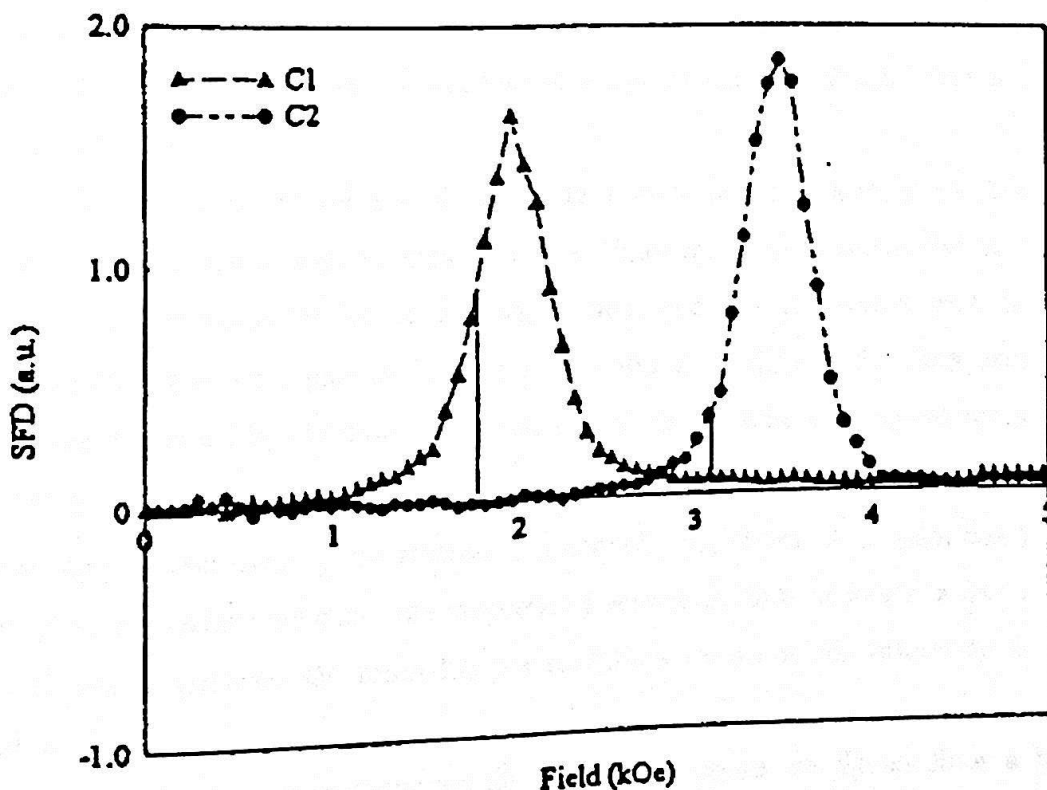


Figura 4.41: Derivadas das curvas de remanência de amostras de CoCrPt com diferentes porções da fase *fcc* da camada magnética. A porção da fase *fcc* é de 17% para a amostra C1 e 8% para a amostra C2 [Dov99].

5 – Conclusões

A partir das curvas de histerese, observamos que a composição da liga magnética, seguida de T_s , são os parâmetros de deposição que mais influenciam as propriedades magnéticas dos filmes. Constatamos também, que comparadas às amostras de CoCrTa e de CoCr, as amostras de CoCrPt se mostraram mais fortemente dependentes dos parâmetros de deposição e apresentam em geral maiores valores de H_c , M_s , M_r e S . O mesmo pode ser observado para H_r , H'_r e S^* obtidos a partir das curvas de remanência I_d e I_r .

Na comparação entre as séries 2B e 3B, verificamos que o aumento do conteúdo de Pt no filme de CoCrPt aumenta os parâmetros M_s e M_r dos filmes. O oposto ocorre para os filmes de CoCrTa com o aumento da quantidade de Ta na liga. Esta hipótese é confirmada pelo comportamento de M_s e M_r das amostras da série 1A, 2A e 3A. A adição do Ta provoca também a diminuição tanto da quadratura quanto da quadratura coerciva, apesar de constatarmos que a coercividade é ligeiramente acentuada com a presença desse elemento.

A análise estrutural por difração de raio-X resultou apenas em conclusões qualitativas. Devido a pequena espessura dos filmes magnéticos estudados, os picos de difração correspondentes se mostraram pouco intensos de forma que a análise quantitativa (área sob o pico ou largura a meia altura) foi dificultada. Com exceção das amostras da série 2B, observamos apenas o pico de difração correspondente a textura $\text{Co}\{11\bar{2}0\}$ na camada magnética das amostras estudadas. As amostras de CoCrTa em geral, não apresentaram picos referentes a camada magnética. A largura dos picos de difração observadas para a camada magnética é acentuada, indicando que a fase cristalina dos filmes magnéticos são formados por cristalitos pequenos (da ordem de nm). Isso indica a presença de grande quantidade de defeitos cristalinos. Sabe-se que defeitos como falhas de empilhamento e contornos de macla são comuns em filmes finos a base de CoCr. Estes defeitos proporcionam o aparecimento da fase *fcc* [Dov99, Gli95B]. A presença da fase *fcc* nos filmes magnéticos estudados neste projeto é evidenciada também pela dupla distribuição de coercividades apresentada pela derivadas das curvas de remanência dI_r/dH e dI_d/dH . A fase *fcc* possui 3 eixos de fácil magnetização e sua

anisotropia magnetocristalina é uma ordem de grandeza inferior em relação a fase *hcp* [Hol00]. Por isso, a distribuição de coercividades situada em campos magnéticos menores pode ser atribuída a fase *fcc*. A presença de grãos com estrutura *fcc* em não é interessante para mídias magnéticas, pois representam grãos que perdem facilmente seu estado magnetizado. Nas amostras submetidas a medidas de curvas de remanência (com exceção da amostra 3A-1), a área sob a distribuição de coercividades atribuída a fase *hcp* é significativamente maior, podendo indicar que esta fase constitui a maior fração da porção cristalina da camada magnética.

Por meio das derivadas dI_r/dH e dId/dH , verificamos que as amostras de CoCrPt possuem uma distribuição mais larga de coercividades em relação as amostras de CoCrTa e CoCr, o que não é interessante para aplicação em tecnologia de gravação magnética digital.

Os filmes de CoCrPt apresentaram, de maneira geral, os maiores valores dos parâmetros H_c , S , H_r , H'_r e S^* , mas ainda sim, estes parâmetros ficaram aquém do que é reportado na literatura para as mídias de gravação magnética digital. A alta incidência de defeitos cristalográficos indicada pelos difratogramas pode ser a causa dos baixos valores de coercividade e quadratura apresentados pelas amostras. Isto ocorre de forma mais acentuada para as amostras de CoCrTa, nas quais não observamos, em geral, picos de difração referentes a camada magnética.

Comparando os valores obtidos de H_c , H_r e H'_r para as séries 1A, 2A e 3A (Fig. 4.17), vimos que a melhora destes parâmetros com a adição de Pt à liga é incontestável. Segundo reportado na literatura, o aumento da coercividade das mídias com a adição de Pt à liga de CoCr, se deve ao aumento da anisotropia magnetocristalina, causado pelo aumento da razão entre os parâmetros de rede c e a da estrutura *hcp*, em relação à estrutura do Co puro [Gru98]. Analisando os difratogramas de raio-X das amostras da série 2B observamos, além da textura $Co\{11\bar{2}0\}$ (amostras 2B-1 a 2B-4), a textura $Co\{0002\}$ (amostras 2B-6 e 2B-7) e a textura $Co\{10\bar{1}0\}$ (amostras 2B-1 a 2B-5), referentes a camada magnética. Analisamos as posições relativas dos picos $Co(0002)$, $Co(11\bar{2}0)$ e $Co(10\bar{1}0)$ da liga magnética com o aumento da porcentagem de Pt na liga. Percebemos que os parâmetros de rede a e c da estrutura *hcp* dos filmes de CoCrPt aumentam com o acréscimo de Pt na liga. Porém, devido a dificuldade de avaliação das

incertezas envolvidas, não pudemos concluir sobre um aumento da razão c/a . O indicio da alta incidência de defeitos cristalográficos na camada magnética das amostras, associada ao fato da razão entre os parâmetros c/a com o acréscimo de Pt à liga de CoCr não apresentar alteração perceptível dentro das incertezas experimentais, parecem indicar que a hipótese da mudança da anisotropia magnetocristalina com a adição de Pt não é o fator dominante na alteração das propriedades da liga.

Ainda com relação aos parâmetros de rede, notamos que ao contrário da Pt, a adição de Cr na estrutura do Co não altera os valores de a e c . Talvez a alteração não ocorra pois o Cr e o Co são átomos de praticamente mesmo tamanho.

Da mesma forma que ocorre para as derivadas das curvas de remanência, a coexistência das fases fcc e hcp pode também ser a causa da estrutura de duplo pico observada em várias curvas de ΔM obtidas para as amostras. Esta estrutura de duplo pico é evidente principalmente nas amostras de CoCrPt, e as amostras 3B-4, 2A-2 e 3A-1, que tiveram suas curvas de ΔM determinadas por SQUID, apresentaram esta estrutura. Na literatura, não há relatos sobre curvas de ΔM com 2 picos.

As curvas de ΔM obtidas para as séries 1A, 2A e 3A, indicam a presença de interações dipolares fracas entre os grãos magnéticos das amostras. O comportamento não interativo é reforçado pelos valores de H_r e H'_r das amostras, onde dentro da incerteza estimada para essas grandezas, $H_r = H'_r$ para as amostras de CoCrPt e de CoCrTa. Para as amostras de CoCr, a diferença entre estes parâmetros é pequena (cerca de 6% em relação aos valores de H'_r). De todas as amostras analisadas por meio de curvas de remanência, apenas a amostra 3A-2 apresentou valores positivos significativos de ΔM , sendo estes menores que 0.1. As derivadas das curvas de remanência dI_r/dH e dId/dH obtidas para essas amostras também revelam um comportamento não interativo. Em geral, o comportamento das interações intergranulares apresentado pelas amostras estudadas são parecidos. Assim, essas interações parecem não ser fortemente dependentes da composição da camada magnética. Existem estudos que indicam uma forte dependência do parâmetro ΔM com a espessura da subcamada de Cr, onde as espessuras maiores favorecem o comportamento não interativo. Os filmes aqui estudados, possuem uma subcamada de Cr espessa quando comparadas com as mídias produzidas atualmente (≈ 50 nm), podendo, por esse motivo, gerar filmes magnéticos com baixos níveis de

interação. Mídias com interações intergranulares dipolares fracas possuem baixos níveis de ruído, constituindo um dos principais objetivos da atual tecnologia de gravação magnética digital.

A proposta para trabalhos que dariam sequência a este seria a produção de novas amostras em função da espessura da subcamada de Cr, uma vez que já foi reportado que o comportamento de ΔM é fortemente dependente deste parâmetro. Poderia se verificar assim, os motivos dos baixos índices de interações intergranulares obtidos pelas amostras deste trabalho.

Outro ponto interessante a ser abordado em trabalhos futuros seria o estudo das duas distribuições de coercividade presentes nas amostras estudadas. Talvez um bom ponto de partida desse estudo, seria a produção de uma série de amostras em diferentes pressões de base, com o objetivo de alterar a quantidade de impurezas presentes no filme magnético que podem gerar defeitos na estrutura cristalina e ocasionar o aparecimento da estrutura *fcc*.

Medidas temporais de magnetização poderiam ser realizadas com o propósito de determinarmos o volume de ativação das amostras em função do campo magnético aplicado [O'Gra99]. Estas medidas podem nos dar informações relacionados ao tamanho dos grãos e das interações entre eles.

6 – Referências (em ordem alfabética por primeiro autor)

- [Aba00] E. N. Abarra, I. Okamoto, K. Sato, Y. Yoshida, H. Akimoto, Y. Uematsu, “Low noise properties and thermal stability of Co-based thin film media for high density recording”, *IEEE Trans. Magn.*, **36** (1), 86 (2000).
- [Arn00] T. C. Arnoldussen, M. Mirzamaani, M. Doerner, K. Tang, X. Bian, J. Feng, M. Gatherwright, “Correlation of thermal stability and signal-to-noise ratio of thin film recording media”, *IEEE Trans. Magn.*, **36** (1) 92 (2000).
- [Bea91] I. A. Beardsley, Jian-Gang Zhu, “Significance of δM measurements in thin film media”, *IEEE Trans. Magn.*, **27** (6) 5037 (1991).
- [Bot91] G. Bottoni, “Influence of the magnetic interactions on the reversal mode of magnetic recording particles”, *J. Appl. Phys.*, **69** (8) 499 (1991).
- [Car92] F. J. Cardieu, “Permanent Magnetic Thin Films – A Review of Film Synthesis and Properties”, *Academic Press* (1992).
- [Cha98] H. S. Chang, K. H. Shin, T. D. Lee, J. K. Park “The magnetic properties and morphology of CoCrPtTa/Cr/AlN thin films”, *J. Magn. Magn. Mater.* **177-181**, 913 (1998).
- [Che94] Y. Cheng, M. Sedighi, I. Lam, R. A. Gardner, Z. Yang and M. R. Scheinfein, “Evaluation of the CoCrTaPt alloy for longitudinal magnetic recording”, *J. Appl. Phys.* **75** (10), 6138, (1994).
- [Chi97A] E. F. Chinaglia “Caracterização estrutural e magnética de filmes finos de CoCr com anisotropia magnética perpendicular”, dissertação de mestrado do IFUSP, pág 81 (1997).

- [Chi97B] E. F. Chinaglia, "Caracterização Estrutural e Magnética de Filmes Finos de CoCr com Anisotropia Magnética Perpendicular", Dissertação de Mestrado do IFUSP, 34 (1997).
- [Chu78] Wei-Kan Chu, J. W. Mayer, Marc-A. Nicolet, "Backscattering Spectrometry", *Academic Press* (1978).
- [Cul72] B. D. Cullity, "Introduction to magnetic materials", *Addison-Wesley Publishing Company* (1972).
- [Doe00] M. F. Doerner, K. Tang, T. Arnoldussen, H. Zeng, M. F. Toney, D. Weller, "Microstructure and thermal stability of advanced longitudinal media", *IEEE Trans. Magn.*, **36** (1) 43 (2000).
- [Doo85] L. R. Doolittle, "Algorithms For The Rapid Simulation of Rutherford Backscattering Spectra", *Nucleas Instruments and Methods in Physics Research*, **B9**, 344 (1985).
- [Dov99] P. Dova, H. Laidler, K. O'Grady, M. F. Toney, , M. F. Doerner, "Effects of Stacking Faults on Magnetic Viscosity in Thin Film Magnetic Recording Media", *J. Appl. Phys.* **85** (5), 2775, (1999).
- [Dua91] S. L. Duan, J. O. Artman, B. Wong, D. E. Laughlin, "Study of the growth characteristics of sputtered Cr thin films", *J. Appl. Phys.* **67** (9), 4913 (1991).
- [Fan98] M. A. Fantini, "Análise Estrutural e Morfológica por Raios-X", Apostila 13 da I Escola Brasileira de Magnetismo, (1998).
- [Fut99] M. Futamoto, N. Inaba, Y. Hirayama, K. Ito and Y. Honda, "Microstructure and micromagnetics of future thin-film media", *J. Magn. Magn. Mater.*, **193**, 36 (1999).

- [Gli95A] P. Glijer, K. Sin, J. M. Sivertsen, J. H. Judy, "Structural design of CoCrPt(Ta,B)/Cr magnetic thin film media for ultra high density longitudinal magnetic recording" *Scripta Metallurgica et Materialia*, **33** (10/11), 1575 (1995).
- [Gli95B] P. Glijer, K. Sin, J. M. Sivertsen, J. H. Judy, "Correlation of structural defects and magnetic properties in CoCrPt/Cr and CoCrTaPt/Cr thin films for ultra high density magnetic recording media" *Scripta Metallurgica et Materialia*, **33** (10/11), 1585 (1995).
- [Gru98] P. J. Grundy, "Thin film magnetic recording media", *J. Phys. D. Appl. Phys.* **31** (21), 2975 (1998).
- [Hil76] R. J. Hill, "Physical Vapor Deposition", Temescal, (1976).
- [Hol00] L. Holloway, H. Laidler, "Measurement of stacking fault densities in CoCrPt thin film media using grazing incidence x-ray scattering" *J. Appl. Phys.* **87** (9), 5690, (2000).
- [Ima98] M. Imakawa, S. Ishibashi, M. Kuwabara, T. Shimatsu and M. Takahashi, "High coercive force and low intergranular coupling in CoCrTa thin-film recording media fabricated under ultra clean sputtering process", *J. Magn. Magn. Mater.*, **182**, 403 (1998).
- [Ina00] N. Inaba, Y. Uesaka, M. Futamoto, "Compositional and temperature dependence of basic magnetic properties of CoCr-alloy thin films", *IEEE Trans. Magn.*, **36** (1), 54 (2000).
- [Kel89] P. E. Kelly, K. O'Grady, P. I. Mayo, R. W. Chantrell, "Switching mechanisms in Cobalt-Phosphorus thin films", *IEEE Trans. Magn.*, **25** (5), 3881 (1989).

- [Kub98] Y. Kubota, L. Folks, E. E. Marinero "Intergrain magnetic coupling and microstructure in CoPtCr, CoPtCrTa, and CoCrPtB alloys", *J. Appl. Phys.* **84** (11), 6202 (1998).
- [Kuw93] M. Kuwabara, M. Sato, Y. Onishi, M. R. Visokay, H. Hayashi, H. Inoue, K. Muramatsu, "Co alloy media made on amorphous carbon substrate" *J. Appl. Phys.* **73** (10), 6686, (1993).
- [Kuw94] M. Kuwabara, H. Saffari, M. R. Visokay, H. Hayashi and M. Sato, "Process temperature dependence of δM plots on Co media on amorphous carbon substrates", *J. Appl. Phys.*, **75** (10), 6153 (1994).
- [Lal94] B. B. Lal, M. Tobise, T. Shinohara, "Effect of very thin Cr-underlayer on the magnetic and recording properties of CoCrTa thin-film media", *IEEE Trans. Magn.* **30** (6), 3954 (1994).
- [Lau95] D. E. Laughlin, B. Cheong, Y. C. Feng, D. N. Lambeth, L. Lee, B. Wong, "The control of microstructural features of thin films for magnetic recording", *Scripta Metallurgica et Materialia*, **33** (10/11), 1575 (1995).
- [Lau00] D. E. Laughlin, B. Lu, N. Hsu, J. Zou, D. N. Lambeth, "Microstructural and cristalografic aspects of thin film recording media", *IEEE Trans. Magn.*, **36** (1), 48 (2000).
- [Lee94] L. L. Lee, D. E. Laughlin e D. N. Lambeth, "NiAl underlayers for CoCrTa magnetic thin films", *IEEE Trans. Magn.* **30** (6), 3951 (1994).
- [Lee96] L. L. Lee, D. E. Laughlin e D. N. Lambeth, "Seed layer induced (002) cristalografic texture in NiAl underlayers", *J. Appl. Phys.*, **79** (8), 4902 (1996).

- [Lee98] L. L. Lee, D. E. Laughlin e D. N. Lambeth, "CrMn underlayers for CoCrPt thin film media", *IEEE Trans. Magn.* **34** (4), 1561 (1998).
- [Lu99] B. Lu, D. E. Laughlin, D. N. Lambeth, S. Z. Wu, R. Ranjan and G. C. Rauch, "Texture evolution in CoCrPtTa/Cr/NiAl magnetic recording media", *J. Appl. Phys.*, **85** (8), 4295, (1999).
- [Mae91] Y. Maeda, K. Takei, "Compositional inhomogeneities in Co-Cr-Ta/Cr films for longitudinal magnetic recording", *IEEE trans. Magn.*, **27** (6), 4721 (1991).
- [Mal99] S. S. Malhotra, D. C. Stafford, B. B. Lal, C. Gao, M. A. Russak, "Magnetic and recording properties of CoCrPtTa thin film media with CrW underlayer" *J. Appl. Phys.*, **85** (8), 6157 (1999).
- [Mat88] D. M. Mattox, "Particle bombardment effects on thin-film deposition: A Review", *J. Vac. Sci. Technol. A*, **7** (3), 1105 (1988).
- [May91A] P.I. Mayo, K. O'Grady, R.W. Chantrell, J. A. Cambridge, I. L. Sanders, T. Yogi, and J. K. Howard, "Magnetic measurements of interaction effects in CoNiCr and CoPtCr thin film media", *J. Magn. Magn. Mater.*, **95**, 109 (1991).
- [May91B] P. I. Mayo, K. O'Grady, P. E. Kelly, J. Cambridge, I. L. Sanders, T. Yogi, R. W. Chantrell, "A magnetic evaluation of interaction and noise characteristics of CoNiCr thin films", *J. Appl. Phys.*, **69** (8), 4733 (1991).
- [Mut96] H. Mutoh, H. Kanai, I. Okamoto, Y. Ohtsuka, T. Sugawara, J. Koshikawa, J. Toda, Y. Uematsu, M. Shinohara, Y. Mizoshita, "5 Gb/in² recording demonstration with NiFe/Co₉₀Fe₁₀ spin-valve heads and low-noise thin-film disks", *IEEE Trans. Magn.* **32** (5), 3914 (1996).

- [No193] T. P. Nolan, R. Sinclair, R. Ranjan and T. Yamashita, "Effect of microstructural features on media noise in longitudinal recording media" *J. Appl. Phys.*, **73** (10), 5566 (1993).
- [O'Gra93] K. O'Grady, R. W. Chantrell, I. L. Sanders, "Magnetic characterisation of thin film recording media", *IEEE Trans. Magn.*, **29** (1), 286 (1993).
- [O'Gra99] K. O'Grady and H. Laidler, "The limits to magnetic recordings – media considerations", *J. Magn. Mater.*, **200**, 616 (1999).
- [O'Han00] R. C. O'Handley "Modern Magnetic Materials – Principles and Applications", *John Wiley & Sons* (2000).
- [Par93] N. A. Parker, J. K. Howard, R. Ahlert, K. R. Coffey, "Crystallographic structure of CoPtCr/CrV thin films as revealed by cross-section TEM and X-ray pole-figure analysis and its relevance to magnetic properties", *J. Appl. Phys.* **73** (10), 5560 (1993).
- [Ran94] R. Ranjan, W. R. Bennet, G. J. Tarnopolsky, T. Yamashita, T. Nolan and R. Sinclair, "Noise properties and microstructure of oriented CoCrTa/Cr media", *J. Appl. Phys.*, **75** (10), 6144 (1994).
- [Rog94] D. J. Rogers, Y. Maeda, K. Takei, Y. Shen and D. E. Laughlin, "Investigations, of compositional separation in Co-Cr-Ta/Cr thin-film recording media", *J. Magn. Mater.*, **135**, 82 (1994).
- [Rog95] D. J. Rogers, Y. Maeda and K. Takei, "Compositional separation in Co-Cr Based thin film magnetic recording media", *Scripta Metalurgica et Materialia.*, **33** (10/11), 1553, (1995).

- [Rom00] S. A. Romero, D. R. Cornejo, F. M. Rhen F^o, A. C. Neiva, M. H. Tabacniks, F. P. Missell, "Magnetic properties and underlayer thickness in SmCo/Cr films", *J. Appl. Phys.*, **87** (8), 6965 (2000).
- [Sam98] L. C. Sampaio, F. Garcia, G. R. C. Cernicchiaro, A. Y. Takeuchi, "Técnicas de Magnetometria", Apostila 9 da I Escola Brasileira de Magnetismo, (1998).
- [Shi93] Y. Shiroishi, Y. Hosoe, A. Ishikawa, Y. Yahisa, Y. Sugita, H. Susuki, T. Ohno, M. Ohura, "Magnetic properties and read-write characteristics of Co-Cr-(Pt,Ta)/(Cr-Ti,Cr) thin film media", *J. Appl. Phys.* **73** (10), 5569 (1993).
- [Spe91] D. E. Speliotis, W. Lynch, "Magnetic interactions in particulate and thin-film recording media", *J. Appl. Phys.*, **69** (8), 4496 (1991).
- [Spe99] D. E. Speliotis, "magnetic recording beyond the first 100 years", *J. Magn. Magn. Mater.*, **193**, 29 (1999).
- [Tae00] Taeko Yonamine, "Estudo do Ferro, Ferri e Sperimagnetismo em bicamadas e filmes amosfos de R-Co (R = Y, Gd, Tb)", Tese de Doutorado do IFUSP, 11 (2000).
- [Tak99] M. Takahashi, A. Kikuchi, J. Nakai, H. Shoji, "Effect of ultraclean sputtering process on Cr segregation in CoCrTa thin film media" *J. Magn. Magn. Mater.* **193**, 79 (1999).
- [Tak00] Y. Takahashi, Y. Yajima, S. Kojima, Y. Hosoe, "Structural properties of polycrystalline Co-Cr-X (X=Pt and/or Ta)/Cr-alloy magnetic recording media", *J. Appl. Phys.*, **87** (9), 5699 (2000).
- [Tan93] L. Tang, G. Thomas, "Microstructure and texture evolution of Cr thin film with thickness", *J. Appl. Phys.*, **74** (8), 5025 (1993).

- [Tar00] G. J. Tarnopolsky, D. Q. Chen, M. L. Covault, M. Fallis, S. Gangopadhyay, S. D. Harkness, J. K. Price, R. Y. Ranjan, G. C. Rauch, H. J. Hichter, K. Subramiam, E. Y. Yan, Z. Zhang, "17Gb/in² areal density demonstration at 214 Mb/s", *IEEE Trans. Magn.*, **36** (1) 73, (2000).
- [Tar00B] A. Taratorin, D. Cheng, E. Marinero, "Media noise, nonlinear distortions and thermal stability in high density recording", *IEEE Trans. Magn.*, **36** (1) 80, (2000).
- [Uts93] K. Utsumi, T. Inase and A. Kondo "Magnetic properties and crystal structure of CoCrTaPt thin film for longitudinal recording media", *J. Appl. Phys.* **73** (10), 6680 (1993).
- [Wel00] D. Weller, M. F. Doerner, "Extremely High-Density Longitudinal Magnetic Recording Media", *Annu. Rev. Mater. Sci.* **30**, 611 (2000).
- [Whi00] R. L. White, "The physical boundaries to high-density magnetic recording", *J. Magn. Magn. Mater.* **209**, 1 (2000).
- [Wit98] J. E. Witting, T. P. Nolan, C. A. Ross, M. E. Schabes, K. Tang, R. Sinclair and J. Bentley, "Chromium segregation in CoCrTa/Cr and CoCrPt/Cr thin films for longitudinal recording media", *IEEE trans. Magn.*, **34** (4), 1564 (1998).
- [Woh58] E. P. Wohlfarth, *J. Appl. Phys.*, **29**, 595 (1958).
- [Xio98] W. Xiong, H. L. Hoo, "Cr-Ta₂O₅ Seedlayer for recording media on alternative substrates", *IEEE Trans. Magn.* **34** (4), 1570 (1998).
- [Yam85] Y. Yamada, N. Tani, M. Ishikawa, Y. Ota, K. Nakamura, A. Itoh, *IEEE trans. Magn.*, **21**, 1429 (1985).

[Zho00] H. Zhou, H. N. Bertram, "Effect of grain size on recording performance in longitudinal thin film media", *IEEE Trans. Magn.*, **36** (1) 61 (2000).

[Zou98] J. Zou, D. E. Laughlin, D. N. Lambeth, "CoCrTa intermediate layers on NiAl underlayer for CoCrPt longitudinal thin film magnetic media", *IEEE Trans. Magn.* **34** (4), 1582 (1998).

Apêndice 1

Tabela A.1: Composição e espessura das amostras dos filmes de CoCrPt das séries 2C e 2D, onde temos, respectivamente, a variação dos parâmetros de deposição T_s e P_a da liga magnética.

Série	Amostra	Parâmetro Variante	Sobrecamada: Composição e Espessura	Camada magnética: Composição e Espessura	Subcamada de Cr Espessura
		T_s (°C)			
2C	2C-1	25	Si ₉₃ O ₇ (38 nm)	Co _{71.5} Cr _{20.8} Pt _{7.7} (54 nm)	100 nm
	2C-2	250	Si ₉₃ O ₇ (39 nm)	Co _{71.5} Cr _{20.8} Pt _{7.7} (54 nm)	100 nm
	2C-3 ^a	300	idem 2A-3 – não foi submetida à medidas de RBS		
	2A-3	350	Si ₉₀ O ₁₀ (40 nm)	Co ₇₁ Cr _{21.5} Pt _{7.5} (53 nm)	100 nm
	2C-4	400	Si ₉₃ O ₇ (43 nm)	Co _{71.5} Cr _{20.8} Pt _{7.7} (54 nm)	103 nm
	2C-5	450	Si ₉₃ O ₇ (40 nm)	Co ₇₁ Cr ₂₁ Pt ₈ (54 nm)	100 nm
		P_a (mTorr)			
2D	2A-3	1.0	Si ₉₀ O ₁₀ (40 nm)	Co ₇₁ Cr _{21.5} Pt _{7.5} (53 nm)	100 nm
	2D-1	3.0	Si ₉₃ O ₇ (38 nm)	Co _{70.5} Cr _{21.3} Pt _{8.2} (52 nm)	100 nm
	2D-2	5.0	Si ₉₃ O ₇ (38 nm)	Co _{70.3} Cr ₂₁ Pt _{8.7} (52 nm)	100 nm
	2D-3	10.0	Si ₉₃ O ₇ (39 nm)	Co _{69.7} Cr _{20.1} Pt _{10.2} (47 nm)	100 nm

Tabela A.2: Composição, H_c , M_s , M_r e S das séries 2C e 2D (CoCrPt).

Série	Amostra	Parâmetro Variante	Composição	H_c (kOe)	M_s (kemu/cm ³)	M_r (kemu/cm ³)	S
		T_s (°C)					
2C	2C-1	25	Co _{71.5} Cr _{20.8} Pt _{7.7}	0.80	0.57	0.34	0.60
	2C-2	250	Co _{71.5} Cr _{20.8} Pt _{7.7}	1.37	0.73	0.52	0.70
	2C-3 ^a	300	idem 2A-3				
	2A-3	350	Co ₇₁ Cr _{21.5} Pt _{7.5}	1.73	0.62	0.44	0.71
	2C-4	400	Co _{71.5} Cr _{20.8} Pt _{7.7}	1.37	0.60	0.46	0.77
	2C-5	450	Co ₇₁ Cr ₂₁ Pt _{8.0}	1.13	0.61	0.48	0.79
		P_a (mTorr)					
2D	2A-3	1.0	Co ₇₁ Cr _{21.5} Pt _{7.5}	1.73	0.62	0.44	0.71
	2D-1	3.0	Co _{70.5} Cr _{21.3} Pt _{8.2}	1.63	0.47	0.36	0.76
	2D-2	5.0	Co _{70.3} Cr ₂₁ Pt _{8.7}	1.32	0.50	0.36	0.71
	2D-3	10.0	Co _{69.7} Cr _{20.1} Pt _{10.2}	1.05	0.58	0.32	0.55

Tabela A.3: Composição e espessura das amostras dos filmes de CoCrTa das séries 3C e 3D, onde temos, respectivamente, a variação dos parâmetros de deposição T_s e P_a da liga magnética.

Série	Amostra	Parâmetro Variante	Sobrecamada: Composição e Espessura	Camada magnética: Composição e Espessura	Subcamada de Cr Espessura
		T_s (°C)			
3C	3C-1	250	Si ₉₀ O ₁₀ (36 nm)	Co _{73,5} Cr _{23,6} Ta _{2,9} (45 nm)	100 nm
	3A-2	350	Si ₉₅ O ₅ (38 nm)	Co ₇₄ Cr _{23,2} Ta _{2,8} (48 nm)	110 nm
	3C-2	400	Si ₉₅ O ₅ (38 nm)	Co ₇₄ Cr _{23,2} Ta _{2,8} (47 nm)	113 nm
	3C-3	450	Si ₉₀ O ₁₀ (36 nm)	Co _{73,5} Cr _{23,7} Ta _{2,8} (44 nm)	100 nm
		P_a (mTorr)			
3D	3A-3	1.0	Si ₉₃ O ₇ (38 nm)	Co ₇₆ Cr _{21,5} Ta _{2,5} (48 nm)	112 nm
	3D-1	3.0	Si ₉₃ O ₇ (40 nm)	Co ₇₆ Cr _{21,2} Ta _{2,8} (44 nm)	100 nm
	3D-2	5.0	Si ₉₃ O ₇ (40 nm)	Co ₇₆ Cr ₂₁ Ta _{3,0} (44 nm)	100 nm
	3D-3 ^a	10.0	idem 1B-3 – não foi submetida à medidas de RBS		

Tabela A.4: Composição, H_c , M_s , M_r e S das séries 3C e 3D (CoCrTa).

Série	Amostra	Parâmetro Variante	Composição	H_c (kOe)	M_s (kemu/cm ³)	M_r (kemu/cm ³)	S
		T_s (°C)					
3C	3C-1	250	Co _{73,5} Cr _{23,6} Ta _{2,9}	1.18	0.47	0.30	0.64
	3A-2	350	Co ₇₄ Cr _{23,2} Ta _{2,8}	1.34	0.42	0.27	0.64
	3C-2	400	Co ₇₄ Cr _{23,2} Ta _{2,8}	1.28	0.41	0.26	0.62
	3C-3	450	Co _{73,5} Cr _{23,7} Ta _{2,8}	1.24	0.36	0.20	0.59
		P_a (mTorr)					
3D	3A-3	1.0	Co ₇₆ Cr _{21,5} Ta _{2,5}	1.38	0.42	0.27	0.64
	3D-1	3.0	Co ₇₆ Cr _{21,2} Ta _{2,8}	1.37	0.48	0.34	0.70
	3D-2	5.0	Co ₇₆ Cr ₂₁ Ta _{3,0}	1.32	0.46	0.34	0.74
	3D-3 ^a	10.0	idem 1B-3		1.22	0.47	0.34