

UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
PÓS-GRADUAÇÃO EM FÍSICA

Kenia Novakoski Fischer

ESTUDO DO CRESCIMENTO E PROPRIEDADES
MAGNETOELÁSTICAS DE FILMES FINOS DE FE EM AG

Florianópolis

Julho

2014

Kenia Novakoski Fischer

**ESTUDO DO CRESCIMENTO E PROPRIEDADES
MAGNETOELÁSTICAS DE FILMES FINOS DE FE EM AG**

Dissertação submetida ao Programa de Pós-Graduação em Física da Universidade Federal de Santa Catarina para a obtenção do Grau de Mestre em Física.

Orientador: Prof. Dr. André Avellino Pasa

Coorientador: Prof. Dr. Jürgen Kirschner

Florianópolis

Julho

2014

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor,
através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Universitária da UFSC.

Fischer, Kenia Novakoski
Estudo do crescimento e propriedades magnetoelásticas
de filmes de Fe em Ag / Kenia Novakoski Fischer ;
orientador, André Avelino Pasa ; coorientador, Jürgen
Kirschner. - Florianópolis, SC, 2014.
85 p.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa
Catarina, Centro de Ciências Físicas e Matemáticas.
Programa de Pós-Graduação em Física.

Inclui referências

1. Física. 2. Tensão em interface sólida. 3. interdifusão
e segregação. 4. Acoplamento magnetoelástico. I. Avelino
Pasa, André. II. Kirschner, Jürgen. III. Universidade
Federal de Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em
Física. IV. Título.

Dedico este trabalho ao meu esposo
Jeison Antonio Fischer,
aos meus pais Gerson e Julia e aos
meus irmãos Kely e Kelvin.

Agradecimentos

É com muita euforia e orgulho que agradeço a todas as pessoas que ajudaram, direta ou indiretamente, a concretizar este trabalho. Aquelas pessoas que me incentivaram e me apoiaram em todos os momentos e decisões que tomei.

Primeiramente gostaria de agradecer ao meu orientador Prof. Dr. André Avelino Pasa. Pela confiança depositada em mim, pelos incentivos nos momentos de desespero, pela paciência que sempre demonstrou, pelas risadas e bons momentos juntos, pelas conversas e broncas e pelo grande exemplo profissional.

Tenho a honra de agradecer ao Prof. Jürgen Kirschner pela confiança e paciência em meus esforços e pela oportunidade de fazer parte do meu mestrado em Halle, bem como o reconhecimento pela minha superação.

Gostaria de agradecer em especial ao Dirk Sander. Que me recebeu de braços abertos no grupo Max-Planck, principalmente no laboratório de stress, me ensinando e incentivando a cada desafio no trabalho e na Alemanha.

Não menos importantes aos meu amigos e colegas de Halle, ao Jörg meu querido colega de lab., Jakob meu querido IC, ao pessoal que foi ou é do STM lab. Augusto, Marco, Hirofumi, Soo-hyon, Agnieszka, Michael, Jan, Nicole. E aos colegas e amigos que desfrutaram de momentos felizes que passei lá Thiago, Sissy, Camila, Rafael, Daniela, Eduard, Mariana, Marius, Pedro, Carol, Robert,..., e a lista não para.

A todos os meus amigos do Laboratório de filmes finos e superfície, que sempre me desejaram sucesso e me apoiaram nos momentos de decisões. Em especial a Luana, a Prof. Sabrina, ao Prof. Alexandre, por aguentarem a saudade sempre com a esperança do meu retorno, enfim, a todos que sempre estão ali trabalhando e/ou tomando um cafézinho.

Em especial ao meu esposo, Jeison Antonio Fischer, minha família

e meu grande amor. Que nunca duvidou das minhas capacidades, que sempre estava ao meu lado para secar as minhas lágrimas de alegrias e de tristezas. Que me escutou divagar sobre meus resultados ou meus problemas técnicos, por ouvir minhas apresentações 9874389 vezes e que me acompanhou em todos os momentos com muito carinho e amor. Por ter compartilhado comigo a sua grande chance, seu sonho, que eu vou retribuir com muito amor.

Quero agradecer também aos meus pais, Gerson e Julia, por todo amor, por me ensinar os valores da vida e que é possível vencer com garra e dedicação. Sem vocês eu não estaria aqui.

Aos meus irmãos, Kely e Kelvin, que dividiram grande parte de suas vidas comigo me ajudando a ser quem sou. E a todos os meus amigos de Criciúma, Juvenia, Raline, Samira, Paula, Edilene, Ariane, Schariane, Mariele, Joseline, Tamires, Valdir, Samuka, José Afonso, e muitos outros...

Enfim, ao instituto Max-Planck-Institut für Mikrostrukturphysik pelo suporte financeiro em minha estadia em Halle - Alemanha. E à Capes, CNPq, que contribuíram com o apoio financeiro no Brasil.

Resumo

Esta dissertação de mestrado visa estudar o crescimento epitaxial e as propriedades magnetoelásticas de filmes finos de Fe sobre Ag. No crescimento epitaxial as camadas atômicas frequentemente ficam distorcidas devido ao descasamento entre as distâncias atômicas dos materiais envolvidos. Neste trabalho, nós medimos a curvatura gerada no substrato de Ag, devido as tensões decorrentes das distorções durante o crescimento do filme de Fe. Nessa técnica a curvatura é medida por deflexão de feixe óptico, em que o próprio substrato é o cantiléver. A tensão observada nos filmes depositados a temperatura ambiente tem um valor médio de 2,1 GPa, ao passo que o valor calculado pelo descasamento dos materiais é 1,7 GPa. Além da diferença na magnitude, a curva de tensão apresenta um comportamento não monotônico, que tem clara dependência com a temperatura de deposição, o que reforça a idéia de interdifusão entre os materiais. A interdifusão foi estudada com espectros Auger, comparando-se a proporção relativa entre átomos de Ag e Fe na superfície do filme; a razão Ag/Fe dos picos de intensidade diminui com o crescimento, mas persiste mesmo para filmes espessos (30 monocamadas), o que não acontece para filmes crescidos em baixas temperaturas. Com base nos resultados de espectroscopia Auger, concluímos que o comportamento não-monotônico da tensão está associado à presença de segregação/interdifusão entre Fe e Ag a temperatura ambiente.

Na segunda parte do trabalho estudamos o acoplamento magnetoelástico dos filmes crescidos de Fe sobre Ag. Em filmes finos o acoplamento magnetoelástico é descrito pelos coeficientes magnetoelásticos, que podem ser encontrados experimentalmente através da variação da tensão do filme na presença de campo magnético. Com isso foram feitas medidas de curvatura devido a tensão induzida pela reorientação magnética através de um campo magnético externo. Os resultados obtidos para diferentes espessuras do filme de Fe mostram que os coeficientes

B_1 diferem do valor conhecido para o Fe na forma volumétrica. Medidas para filmes crescidos a diferentes temperaturas mostraram que o valor do coeficiente magnetoelástico cai drasticamente na ausência de interdifusão (baixas temperaturas).

Abstract

This dissertation aims to study the epitaxial growth and magnetoelastic properties of thin films of Fe on Ag. Atomic layer epitaxial growth often become distorted due to the mismatch between the atomic distances of the materials involved. In this study, we measured the bending of Ag substrate due to induced stress from strain in the Fe film growth, in this technique the curvature is measured by deflecting optical beam, wherein the substrate is the own cantilever. The stress observed in films deposited at room temperature has an average value of 2.1 GPa, whereas the calculated value by the misfit of the material is 1.7 GPa. Apart from the difference in the magnitude of the curve, the stress of the film has a non-monotonic behavior, which has clear dependence on the deposition temperature. This reinforces the idea of interdiffusion between the materials. The interdiffusion was studied by Auger spectroscopy, comparing the relative ratio of Ag and Fe atoms on the surface of the film, the Ag / Fe ratio of the peak intensity decreases as decrease the temperature of growth, but persists even for thick films (30 monolayers), which is not true for films grown at low temperatures. Based on the results of Auger spectroscopy, we concluded that non-monotonic behavior of stress is associated with the presence of segregation / interdiffusion between Fe and Ag at room temperature.

In the second part of the study the magnetoelastic coupling of Fe films grown on the Ag. In thin films, the magnetoelastic coupling is described by the magnetoelastic coupling coefficients, which can be found experimentally by difference of the stress on the film by switching the external magnetic field. Thus measurements were made of curvature due to the induced stress by the magnetic reorientation. The results obtained for different thicknesses of the Fe film show that the coefficients B_1 differ from the known value for Fe bulk. Measures for films grown at different temperatures showed that the value of the magnetoelastic coefficient drops sharply in the absence of interdiffusion (low

temperatures).

Sumário

Agradecimentos	i
Resumo	iii
Abstract	v
Lista de Figuras	viii
Lista de Tabelas	xi
1 Introdução	1
1.1 Motivação	2
1.2 Objetivos	2
1.3 Estrutura da dissertação	3
2 Conceitos fundamentais	5
2.1 Noções de crescimento epitaxial	6
2.2 Deformação e tensão em filme epitaxial	8
2.3 Anisotropia magnética e acoplamento magneto-elástico em filmes finos	10
3 Técnicas e procedimentos experimentais	17
3.1 Medida de curvatura por deflexão de feixe óptico	18
3.2 Instalações e facilidades	23

3.3	Difração de elétrons de baixa e média energia - LEED e MEED	25
3.4	Espectroscopia de elétrons Auger - AES	29
3.5	Efeito Kerr magneto-óptico - MOKE	31
3.6	Preparação da amostra	32
4	Resultados e Discussões	35
4.1	Estrutura superficial, tensão e deformação	35
4.1.1	Medidas de curvatura durante o crescimento	36
4.1.2	MEED e LEED	39
4.1.3	Espectros de elétrons Auger	42
4.1.4	Correlação entre deformação, tensão e estrutura	43
4.2	Anisotropia magnética de filmes de Fe	54
4.2.1	Medidas de efeito Kerr magneto-óptico	54
4.2.2	Magnetização dependente da temperatura	55
4.3	Propriedade magnetoelástica do Fe	57
4.3.1	Medida de curvatura induzida pelo acoplamento magnetoelástico	57
4.3.2	Dependência com a temperatura e consequência da interdifusão	59
5	Conclusões	63
	Referências bibliográficas	67

Lista de Figuras

2.1	Os três tipos de modos de crescimento epitaxial, a) camada por camada, b) ilha-camada e c) ilhas, θ representa a quantidade de material equivalente à cobertura no substrato.	7
2.2	Esquema atômico de bolas simplificado, a) relação de variação da distância atômica do filme para o estado metaestável quando há o <i>misfit</i> e b) a tensão de compressão e de tração durante o crescimento do filme quando o substrato é suficientemente fino para sofrer curvatura, bem como a representação da curvatura do substrato (R).	9
2.3	Esquema simplificado do efeito a) magnetostricção em materiais volumétricos e b) acoplamento magnetoelástico em filmes finos com a variação da tensão de compressão e de tração.	12
2.4	Representação geométrica das direções cristalinas para as medidas do acoplamento magnetoelástico.	14
3.1	Método de curvatura de cantiléver representando a deflexão, inclinação e curvatura.	19
3.2	Esquema para a medida de curvatura do cristal.	20
3.3	Gráfico da posição pelo tempo para a medida de calibração através do movimento de 0,015 mm dos detectores.	21
3.4	Esquema do aparato da câmara de UHV.	24
3.5	Um esquema da parte de baixo da câmara de UHV para detalhar o arrançamento dos magnetos.	25
3.6	Esquema do aparato de LEED. Uma câmara regista o padrão de difração enquanto a energia varia.	26
3.7	Imagem de LEED e o espectro de LEED-I(V) da Prata.	27
3.8	Esquema para aquisição das medidas de LEED-I(V).	27
3.9	Espectro de LEED-I(V) de Fe 10 MC e o ajustamento linear do gráfico de $EvsI^2$	28
3.10	Esquema de como é realizada as medidas de MEED.	28

3.11	Imagem obtida com a posição do feixe para realização de medidas de MEED.	29
3.12	Esquema do aparelho de AES com a representação do CMA.	30
3.13	AES espectro da Ag.	30
3.14	As características específicas de campo magnético e geometria da luz para cada configuração de MOKE.	31
3.15	Um esquema sobre o arranjo e a trajetória da luz para as medidas de MOKE.	32
4.1	A tensão do filme de Fe/ Ag (100) e a tensão esperada devido ao crescimento epitaxial. Em a) durante a deposição de 10 MC de ferro e b) a tensão de somente as primeiras quatro camadas de deposição.	36
4.2	Comparação da tensão do filme depositado com a taxa de deposição baixa (0,068 Å/min) em preto, e a taxa usual (1,1 Å/min) em vermelho, bem como a tensão calculada.	38
4.3	Tensão do filme para diferentes temperaturas de deposição.	39
4.4	As variações da intensidade pelo tempo de deposição de Fe sobre Ag através de um surfactante como precursor, mostrando claramente as oscilações de MEED.	40
4.5	Padrão de difração para diferentes espessuras e o mapeamento de intensidade no ponto (1,0) a 66 eV de energia.	41
4.6	Espectro de LEED - I(V) de diferentes espessuras de Fe com a comparação das distâncias interplanares calculadas a partir de cada espectro.	42
4.7	Imagens de LEED em 5 e 10 MC de Fe crescidos a 300 K, 225 K e 150 K fixados na energia de 66 eV.	42
4.8	Espectros Auger para 10 MC de Fe/Ag (100) em função da temperatura.	44
4.9	Modelo de bolas da rede cristalina da Ag e do Fe e destacado em azul as correspondentes distâncias dos vizinhos mais próximos (a_{NN}) no plano (100).	45
4.10	Modelo de bolas do Fe depositado na prata, apresentando as direções dos plano.	45
4.11	Esquema, exagerado, tirado da ref.[1], que mostra a variação da deformação nas extremidades do cristal.	47
4.12	Imagens de Fe/Ag (100) depositados a 300 K a) de LEED e b) de STM extraída da ref[2].	48
4.13	Tensão de 30 MC de Fe sobre Ag(100) depositados a 300 K em preto e a 150 K em verde.	49

4.14	Espectro Auger de 30 MC de Fe sobre Ag(100) depositados a 300 K em preto e a 150 K em verde. A posição do pico que representa a prata na superfície está destacado em vermelho.	50
4.15	Matriz do cálculo da energia de segregação retirada da ref [3].	51
4.16	Espectro de Auger para o filme de 30 MC crescido à 300 K, em preto é a medida imediatamente após o crescimento e em vermelho a medida depois de um curto <i>sputtering</i> .	52
4.17	a) um esquema das direções do campo magnético aplicado no cristal para as medidas de MOKE b) curvas de histerese de Fe 10MC crescido a 300K MOKE longitudinal e transversal em preto e vermelho, respectivamente.	55
4.18	Representação das curvas de histerese para filmes de 5 MC depositados a 150 K a) como depositado, b) a 300 K e c) a 150 K novamente.	56
4.19	Curva da tensão magnetoelástico de 10 MC de Fe depositados a 300 K.	58
4.20	Tensão magnetoelástica de 30 MC de Fe depositados a 300 K, em preto, e a 150 K, em verde.	59
4.21	O coeficiente de acoplamento magnetoelástico B_1 em função da deformação no plano (ϵ) dos filmes para diferentes espessuras de Fe depositados a 300 K.	60

Lista de Tabelas

3.1	As constantes elásticas módulo de <i>Young</i> (Y) e a razão de <i>Poisson</i> (ν) de cada elemento bem como o módulo biaxial $Y/(1 - \nu)$ já calculado [4, 5].	23
-----	--	----

Capítulo 1

Introdução

A busca incessante em desenvolver novas tecnologias está melhorando e modificando o cotidiano das pessoas. Grande parte dessas tecnologias está associada a investigação das propriedades fundamentais dos materiais. O estudo de sistemas magnéticos em escalas nanométricas é o fator chave para o desenvolvimento de tecnológicas tais como sensores, atuadores e principalmente os dispositivos para armazenamento de dados usados em discos rígidos [6–8].

Uma importante propriedade dos materiais magnéticos é a tendência em ter direções preferenciais de magnetização espontânea. A viabilização do material para aplicações acontece quando a magnetização espontânea permanece estável a temperatura ambiente. Essa preferência direcional é chamada de anisotropia magnética, que em filmes finos e nanoestruturas recebe especial atenção por apresentarem diferentes comportamentos quando comparados ao material na forma volumétrica. A diferença nas propriedades magnéticas em filmes, como mudança na direção preferencial ou até a transição para comportamento paramagnético, é muitas vezes atribuída a redução nas dimensões do material nas superfícies e interfaces, a morfologia da superfície e os modos de crescimento do filme. Uma das principais contribuições para a anisotropia magnética são as propriedades magnetoelásticas do material, em que se relacionam as propriedades elásticas da rede cristalina do filme com a tendência direcional de magnetização [8]. Devido a essa relação da magnetização com a organização cristalográfica os materiais ferromagnéticos têm a capacidade de mudar suas dimensões no processo de magnetização, e essa propriedade é chamada de magnetostrição. Em filmes finos esse efeito é chamado de acoplamento magnetoelástico e se

torna mais evidente em filmes que tem a rede cristalina deformada. A deformação da rede muitas vezes ocorre devido ao crescimento do filme. Em um crescimento epitaxial, em que o filme se adapta às distâncias atômicas do substrato esse estado é bastante comum. O descasamento entre as redes cristalinas dos materiais adjacentes contribui significativamente para a anisotropia magnética das camadas atômicas através do acoplamento magnetoelástico.

1.1 Motivação

Investigações fundamentais em sistemas magnéticos estão promovendo o desenvolvimento de novos materiais funcionais, materiais que reagem facilmente a estímulos externos, devido a necessidade de inovações tecnológicas. O acoplamento magnetoelástico é uma das características mais importantes de novos materiais como ligas de ferro para aplicações em sensores, atuadores, transdutores, sistema microeletromecânicos e também novos dispositivos para conversão em energia elétrica [9–12]. Porém, não é necessário ir muito além dos materiais já existentes. O sistema Fe/Ag (100) já foi bastante estudado [2, 13–20] por ter um comportamento interessante quando depositados em baixas temperaturas. Trabalhos experimentais [14, 16, 18] mostram que ocorre uma espécie de interdifusão/segregação dos materiais durante a deposição de Fe em Ag. Esse fenômeno predomina em altas temperaturas de deposição ou pós-deposição durante o tratamento térmico. Estudos teóricos [3, 21, 22] mostram a tendência de impurezas de Fe entrar no volume de Ag, através de cálculos de energia de segregação. Sabendo que os materiais crescidos epitaxialmente apresentam mudanças nas propriedades magnetoelásticas devido a tensão do filme, queremos neste trabalho apresentar as evidências da interdifusão que acontece entre Fe e Ag através de medidas de curvatura durante a deposição e a influência nas propriedades magnetoelásticas do filme de Fe.

1.2 Objetivos

O objetivo principal deste trabalho é estudar o crescimento epitaxial do filme de Fe em Ag (100) e analisar a influência da interface Fe/Ag no acoplamento magnetoelástico do filme. Para tal objetivo vamos usar o substrato como cantiléver, ou seja, o substrato fica livre em uma das extremidades reagindo a qualquer estímulo externo, sendo possível

medir a curvatura do cristal a fim de analisar a tensão do filme durante a deposição do material e técnicas auxiliares como espectroscopia de elétron Auger e padrão de difração de elétrons de baixa energia. Os estudos das propriedades magnetoelásticas serão obtidas a partir da variação da magnetização no plano do filme devido a um campo externo que induzirá a variação na curvatura do cristal, destacando a influência da interface dos materiais em tais propriedades.

1.3 Estrutura da dissertação

A dissertação está organizada da seguinte forma:

No capítulo 2 serão apresentados alguns conceitos fundamentais relacionados com o trabalho, tais como noções de crescimento epitaxial, a relação entre deformação e tensão em filmes epitaxiais, anisotropia magnética e acoplamento magnetoelástico em filmes finos. No capítulo 3 serão abordadas as técnicas e procedimentos experimentais com ênfase nas medidas de curvatura do substrato através de deflexão óptica. Serão apresentados os resultados e discussões no capítulo 4, dividido em estrutura superficial, tensão e deformação e a correlação entre eles, a anisotropia magnética dos filmes de ferro e o acoplamento magnetoelástico sob a influência da interdifusão entre ferro e prata.

Capítulo 2

Conceitos fundamentais

A física do estado sólido tem como principal objetivo a descrição das propriedades macroscópicas a partir de observações microscópicas. A física de superfície é uma subdivisão da física do estado sólido que estuda as propriedades nas superfícies e interfaces dos sólidos. A interface é uma pequena parte do material, que se resume a poucas monocamadas, a qual está em contato direto com outro material, que pode ser outro sólido, líquido ou gás. No caso do sólido/sólido, a presença de átomos vizinhos diferentes à região de interface terá diferentes propriedades físicas quando comparados com regiões dentro do volume do sólido. Já a superfície de um sólido é um tipo especial de interface, em que o contato direto se faz entre o sólido e o meio exterior (gás ou líquido). Para o estudo de filmes finos os conceitos de superfície e interface são muito importantes, pois as propriedades do material são basicamente determinadas pelas propriedades das duas interfaces. Estudos sobre as propriedades físicas, tais como magnetismo, elasticidade, condutividade elétrica e magnética, e mecanismos de crescimento de filmes finos são muito visados devido à dificuldade do entendimento que provém da quebra de simetrias do sistema o que é fator chave para futuras aplicações.

Neste trabalho trataremos de conceitos relacionados com o crescimento epitaxial que leva em conta a deformação e a tensão envolvidas no filme. Para isso, vamos aqui definir que a deformação em um sólido é qualquer mudança da configuração geométrica do corpo que leve à variação na forma ou dimensão do mesmo devido a uma ação externa. Já, tensão, é a força interna que resiste à variação da forma ou dimensão gerada pela deformação. A tensão pode ter duas configurações: a

tensão de compressão e a tensão de tração. Em outras palavras, devido à distorção da rede pelo casamento dos parâmetros de rede surge uma tensão no filme depositado que será explicado com mais detalhes nas seções seguintes.

2.1 Noções de crescimento epitaxial

O termo epitaxia, vem do grego (*epi* - em cima e *taxia* - modo ordenado), descreve o crescimento ordenado de um material sobre um substrato monocristalino, de maneira que a camada depositada é induzida pelo arranjo existente no substrato. O filme cresce com o arranjo da camada anterior, ou seja, com a estrutura cristalina determinada pelo substrato. O crescimento é chamado de homoepitaxial quando o filme depositado é do mesmo material do substrato, ocorrendo o casamento natural entre as redes cristalinas na interface substrato/filme; já quando o crescimento ocorre em materiais diferentes é chamado de heteroepitaxial e deformações ocorrem na rede do filme durante o processo de crescimento a fim de garantir o casamento entre as redes cristalinas.

O crescimento epitaxial de filmes cristalinos em substratos cristalinos oferece grandes oportunidades de criar estruturas metaestáveis com propriedades físicas e químicas singulares. Dessa forma, a estrutura e as propriedades dos filmes podem ser manipulados pela geometria e estrutura eletrônica do substrato. Um exemplo conhecido de crescimento heteroepitaxial é Fe sobre superfície de Cu orientado no plano (100) [23], em que o Fe adota a estrutura cúbica de face centrada (fcc - do inglês *face-centered-cubic*), embora no material volumétrico a estrutura do ferro seja cúbica de corpo centrado (bcc - do inglês *body-centered-cubic*). Esse crescimento é chamado de pseudomórfico (substrato e filme com mesmo parâmetro de rede). Durante o crescimento das primeiras monocamadas os átomos se alojam nos sítios disponíveis pelo substrato. Acima de uma espessura crítica essa interação com o substrato se torna desprezível fazendo com que os átomos assumam as distâncias atômicas do material volumétrico.

Na maioria dos casos em que ocorre o descasamento dos parâmetros de rede entre o material depositado e o substrato o crescimento apresenta distorção/deformação mecânica na camada epitaxial. Em princípio, a deformação obriga a camada a permanecer em um estado metaestável, para minimizar a energia de deformação o filme sofre a ação de força interna chamada de tensão que tende a retornar ao estado estável do material volumétrico.

Experimentalmente são conhecidos três tipos clássicos de modos de crescimento epitaxial: o crescimento camada por camada, o ilha-camada e o crescimento por ilhas, conforme mostra a Figura 2.1. Na figura, θ é a quantidade de material depositado que equivale a cobertura do substrato. No primeiro momento a quantidade depositada está menor que 1 monocamada, no desenho seguinte, a quantidade de material entre 1 MC e 2 MC, e, por fim, quantidades equivalente a mais de 2 MC de cobertura, mostrando a distribuição no substrato para cada modo de crescimento.

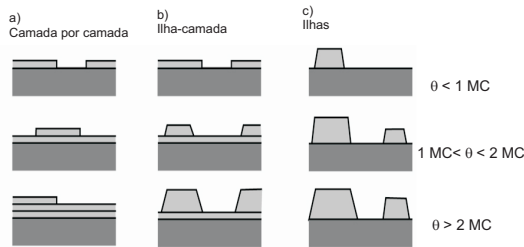


Figura 2.1: Os três tipos de modos de crescimento epitaxial, a) camada por camada, b) ilha-camada e c) ilhas, θ representa a quantidade de material equivalente à cobertura no substrato.

No crescimento de camada por camada, também conhecido como Frank-van der Merwe (FV), o filme começa a formar ilhas em duas dimensões que crescem e coalescem formando uma camada completa, à medida que a deposição continua este mesmo processo acontece nas camadas seguintes formando então o filme. No crescimento por ilhas, os átomos difundem-se na superfície e tendem a se agregar com elementos de mesma espécie, formando ilhas. Essas ilhas, com a presença de mais material, evoluem para ilhas em três dimensões. Esse crescimento é chamado de Vollmer-Weber (VW). Quando há a mistura dos dois modos de crescimento, ocorre o crescimento ilha-camada conhecido como Stranski-Krastonov (SK). Neste caso, inicialmente o material se dispõe em ilhas em duas dimensões coalescendo e formando uma camada, também chamada de camada de molhamento, do inglês *wetting layer*, que ao atingir a espessura crítica, que depende de cada material e é definida pela espessura onde a energia para permanecer crescendo lateralmente é maior que a energia necessária para se agrupar verticalmente, o cres-

cimento passa a se desenvolver em ilhas de três dimensões. O modo de crescimento caracteriza como ocorrerá o processo de formação do filme, estando então, diretamente ligado com a estrutura do filme, defeitos, etc [24].

2.2 Deformação e tensão em filme epitaxial

O crescimento epitaxial depende de vários parâmetros o que leva a mais de um modo de crescimento epitaxial. Um dos parâmetros mais importantes a ser considerado em um crescimento epitaxial é o descasamento dos parâmetros de rede, que do inglês é chamado de *misfit* (η), entre o substrato e o filme. O *misfit* pode ser estimado como mostrado na Equação 2.1

$$\eta = \frac{(a_S - a_F)}{a_F}, \quad (2.1)$$

onde a_S é o valor do parâmetro de rede volumétrico do substrato e a_F do filme. Podemos dizer que o *misfit* quantifica a deformação no plano (ε) do filme. Quando η tem valor positivo (negativo) as distâncias atômicas no filme se expandem (contraí) de modo a casar os parâmetros de rede. Como o filme é fixo no substrato essa deformação no plano, que é isotrópica ($\varepsilon_1 = \varepsilon_2 = \eta$), gera uma tensão também no plano e isotrópica ($\tau_1 = \tau_2$). A fim de minimizar a energia elástica do sistema o filme sofre uma deformação (ε_3) no eixo z, ou seja, na direção perpendicular ao plano do filme. Como o filme é livre para se mover no eixo z essa deformação gera uma tensão nula ($\frac{\partial f_{elástica}^{cúbica}}{\partial \varepsilon_3} = \tau_3 = 0$). A deformação perpendicular ao plano do filme pode ser encontrada a partir da deformação do filme no plano e as constantes elásticas do material ($\varepsilon_{\perp} = \frac{-2\nu}{1-\nu}\eta$, onde ν é a razão de Poisson) [8]. Em resumo, a não conformidade dos parâmetros de rede do substrato com os do filme faz com que o filme fique em um estado distorcido/deformado, ou seja, um estado metaestável. Na tentativa de retornar ao parâmetro de rede do material volumétrico, o filme é sujeito a tensões (τ_F) que podem ser de tração ou compressão. Quando as distâncias atômicas do substrato têm valor maior que os do material depositado, o filme sofre uma tensão de tração, caso contrário, o filme sofre tensão de compressão. A tensão pode ser estimada com a Equação 2.2 que leva em conta o *misfit* e as constantes elásticas do material,

$$\tau_F = \frac{Y}{(1 - \nu)} \eta, \quad (2.2)$$

onde Y e ν são o módulo de Young e a razão de Poisson, respectivamente [8]. O caráter da tensão é dado pelo sinal do *misfit* que é positivo para tração e negativo para compressão, conforme mostra a Figura 2.2 b).

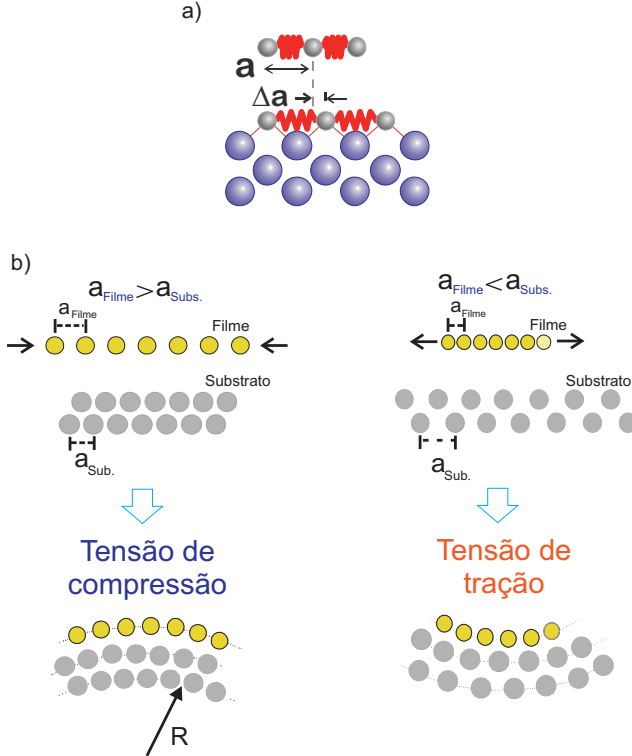


Figura 2.2: Esquema atômico de bolas simplificado, a) relação de variação da distância atômica do filme para o estado metaestável quando há o *misfit* e b) a tensão de compressão e de tração durante o crescimento do filme quando o substrato é suficientemente fino para sofrer curvatura, bem como a representação da curvatura do substrato (R).

Com a utilização de substratos muito finos, a tensão do filme pode induzir o encurvamento da amostra, representado por R na Figura 2.2, sendo então possível detectar experimentalmente a variação de tensão

no filme durante a deposição como veremos no capítulo 3. O crescimento contínuo do material leva o filme a atingir a espessura crítica ultrapassando o estágio de crescimento pseudomórfico [25]. Nesse novo estágio, a energia elástica acumulada no filme se torna insuficiente para minimizar a energia do sistema, o que faz com que distorções e defeitos estruturais apareçam minimizando a energia total. Alguns modos de formação facilitam o desenvolvimento de distorções, como o crescimento em ilhas em três dimensões [26]. Nesse tipo de filme pode haver não só a contribuição do *misfit* como também o crescimento das ilhas, a coalescência, possíveis deslocamentos e outros para a resultante da tensão. A utilização de técnicas auxiliares às medidas de tensão, como por exemplo microscopia de tunelamento ou difração de elétrons de baixa energia, pode ajudar na interpretação correta dos dados. Como veremos nos próximos capítulos, durante o crescimento de Fe sobre Ag (100) no regime de submonocamada, a tensão de tração é observada, seguida pela inversão para compressão, entre 0,5 e 2,0 monocamadas depositadas. A tensão inverte novamente para tração em espessuras acima de 2 MC. Veremos que esse comportamento não monotônico não é previsto pela tensão estimada devido ao *misfit*, o que torna importante o emprego de técnicas auxiliares.

2.3 Anisotropia magnética e acoplamento magnetoelástico em filmes finos

Materiais ferromagnéticos são materiais que possuem magnetização espontânea diferente de zero na ausência de campo magnético externo. Essa magnetização pode ser atribuída à interação de troca, uma interação forte, porém de curto alcance, que favorece a formação de um ordenamento magnético. A agitação térmica desfavorece este ordenamento e a competição entre estes dois efeitos faz com que exista uma temperatura crítica abaixo da qual o sistema é ordenado magneticamente. Acima desta temperatura crítica o sistema será paramagnético. O valor de temperatura onde ocorre esta transição (que é reversível) é chamado de temperatura de Curie (T_c), sendo diferente para cada material. A anisotropia magnética é a propriedade do ferromagneto de ter direções preferenciais para a magnetização espontânea. Experimentos em materiais volumétricos mostram que a energia de anisotropia magnética é da ordem de $\mu\text{eV}/\text{átomo}$, muito menor quando comparada com a energia de troca ($\text{meV}/\text{átomo}$), pois a alta simetria do sistema volumétrico leva a baixa anisotropia magnética. Quando consideramos a

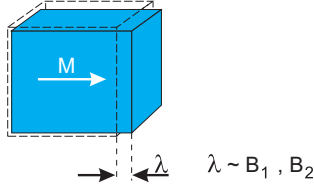
energia anisotrópica de filmes finos, devido à baixa simetria do filme, os valores aumentam consideravelmente, alcançando um acréscimo de até três ordens de grandezas (meV/átomo), o que desperta a atenção para estudos mais detalhados.

A anisotropia magnética pode ser de forma, magnetocristalina e magnetoelástica. A interação dipolo-dipolo, de longo alcance é responsável pela anisotropia de forma. Na anisotropia de forma os momentos magnéticos se alinham preferencialmente considerando a forma do material. A anisotropia magnetocristalina e magnetoelástica são consequências do acoplamento spin-órbita. A direção da magnetização é determinada pela anisotropia magnetocristalina. Devido ao acoplamento entre o momento de spin do elétron, que em metais de transição é atribuído aos elétrons 3d, e o momento orbital do elétron, que por sua vez, é firmemente ligado aos eixos cristalinos do material, tem uma direção energeticamente favorável.

Esta preferência na orientação dos momentos magnéticos está associada a uma energia de anisotropia magnetocristalina, a qual é mínima quando os momentos magnéticos estão orientados ao longo de alguns eixos cristalinos do material. Estes eixos são denominados de eixos fáceis de magnetização. Porém as propriedades magnéticas do material dependem também da superposição das funções de onda, a qual faz com que a anisotropia magnética também dependa da deformação da rede. Essa dependência em materiais volumétricos é evidenciada no efeito de magnetostricção, em que o material muda sua dimensão no processo de magnetização. Dentro da rede cristalina, a energia de interação entre os momentos magnéticos atômicos depende da separação entre eles e de suas orientações, isto é, da direção de magnetização, com isso ocorrem direções preferenciais para a variação das dimensões o que denomina a anisotropia magnetoelástica. Um campo aplicado no material, muda a orientação dos momentos magnéticos de tal forma que a energia de interação aumenta e as distâncias entre as ligações se ajustam para reduzir a energia total. Esse fenômeno é chamado de magnetostricção em materiais volumétricos, como mostrado na Figura 2.3. Em filmes finos, onde há um confinamento lateral, as dimensões não podem mudar livremente sendo induzida uma tensão no filme, chamada de tensão magnetoelástica, devido a deformação magnetostrictora resultante que depende da rigidez do substrato. Esse efeito é chamado de acoplamento magnetoelástico (ME) em que é definido como o acoplamento entre a magnetização e a deformação elástica no filme [8, 27]. Ou seja, quando o filme é sujeito à reorientação magnética, a amostra (filme e substrato) sofre variação na curvatura sendo essa variação equivalente a tensão do

filme durante esse processo, conforme mostra a Figura 2.3.

a) Material volumétrico:



b) Filme - cúbico (001):

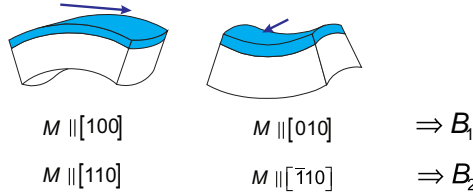


Figura 2.3: Esquema simplificado do efeito a) magnetostricção em materiais volumétricos e b) acoplamento magnetoelástico em filmes finos com a variação da tensão de compressão e de tração.

A densidade de energia livre é a correspondente energia de acoplamento magnetoelástico. Para sistemas cúbicos, a aproximação da energia pode ser descrita como na Equação 2.3,

$$f_{ME}^{cúbico} = B_1(\varepsilon_1\alpha_1^2 + \varepsilon_2\alpha_2^2 + \varepsilon_3\alpha_3^2) + B_2(\varepsilon_4\alpha_2\alpha_3 + \varepsilon_5\alpha_1\alpha_3 + \varepsilon_6\alpha_1\alpha_1) + \dots, \quad (2.3)$$

onde ε_i ($i = 1,2,3$) é a deformação no plano (*strain*) ao longo da direção cristalográfica e α_i ($i = 1,2,3$) é a direção dos cossenos entre a magnetização e o eixo cúbico do material magnético, ou seja $\alpha_i = \langle \vec{M}, \vec{b} \rangle$, onde \vec{b} é o vetor paralelo à direção cristalográfica. B_1 e B_2 são os coeficientes ME de primeira ordem. Por simplicidade, os termos de maior ordem não são mostrados aqui [8]. Para materiais volumétricos a relação entre a magnetostricção e o coeficiente ME se dá pelo coeficiente de magnetostricção λ como mostra a Equação 2.4:

$$\lambda_{100} = -\frac{2}{3} \frac{B_1}{(c_{11} - c_{12})} \quad \text{e} \quad \lambda_{111} = -\frac{1}{3} \frac{B_2}{c_{44}}, \quad (2.4)$$

em que c_{11} , c_{12} e c_{44} são as constantes elásticas do material. Os coeficientes ME podem ser calculados a partir do coeficiente de magnetostrição com os valores das constantes elásticas do volume. Para o material volumétrico Fe bcc, λ é da ordem de 10^{-5} e o B_1 calculado é $-3,4 \text{ MJ/m}^3$, o sinal negativo de B_1 indica que o Fe se expande quando magnetizado ao longo da direção [100] do eixo cúbico [28, 29].

Para filmes finos a deformação no plano é isotrópica e a Equação 2.4 então se reduz à Equação 2.5, que mostra que existe diferença entre o coeficiente ME de filme e de material volumétrico,

$$\lambda_{100}^{filme} = -\frac{2}{3} \frac{B_1}{c_{11}}. \quad (2.5)$$

Estudos teóricos e resultados experimentais mostram que a aplicação do coeficiente ME do material volumétrico não é apropriado para descrever a anisotropia magnetoelástica em sistemas de filmes finos deformados [8, 30–32], ou seja, o substrato tem grande importância para determinar as propriedades magnetoelásticas do material depositado. No entanto, para o filme de Fe depositado em Cu (100), os resultados obtidos através de medidas de variação de curvatura para o coeficiente ME, variando a espessura dos filmes, apresentaram mesmo sinal e valores próximos do valor esperado para o material volumétrico [23]. Já quando Fe é depositado em W (100), tanto a magnitude quanto o sinal dos coeficientes magnetoelásticos variam com a espessura do filme, apresentando valores diferentes do material volumétrico [33].

O' Handley e co-autores [34] em 1994 definiram a relação do coeficiente ME para filmes através da expressão $B_{eff} = B_{bulk} + \frac{B_s}{t}$ proposto no modelo de Néel, onde B_{eff} é o B medido que, por este modelo, depende de uma contribuição do material volumétrico e outra que terá influência da espessura (t) do material [35]. Porém, evidências experimentais que mostraram que filmes espessos não necessariamente tinham o mesmo valor de B do material volumétrico, e experimentos dependentes da espessura do filme fizeram com que essa descrição do coeficiente fosse reconsiderada [23, 28, 29]. A deformação da rede do filme devido ao descasamento dos parâmetros de rede tem grandes influências na anisotropia magnética. Em filmes finos essa relação entre a deformação e a anisotropia magnética do filme deve ser considerada. A correlação entre a deformação e o coeficiente magnetoelástico [36], mostrado na Equação 2.6, esta sendo considerada por descrever grande parte dos sistemas magnéticos [8, 30, 31, 37] e por já ter sido justificado por trabalhos teóricos [38, 39].

$$B_i^{eff} = B_i + D_i \varepsilon_{//}, \quad (2.6)$$

onde D_i é o coeficiente de segunda ordem da aproximação da densidade de energia magnetoelástica [8] e B_i e D_i podem ser encontrados através do ajuste linear dos valores de B_i^{eff} e $\varepsilon_{//}$, onde $\varepsilon_{//}$ é a deformação no plano do filme. Para o Fe em Ir (100) [30], por exemplo, D_1 é 155 MJ/m^3 , já Co em Ir (100) D_1 encontrado a partir dos dados experimentais é -842 MJ/m^3 .

Experimentalmente é possível encontrar os coeficientes de acoplamento magnetoelástico B_1 e B_2 através da aplicação de um campo magnético externo na amostra reorientando a magnetização do filme em dois sentidos diferentes. No caso do material volumétrico na presença de campo externo, o material muda suas dimensões devido a magnetostricção, porém quando se trata de filmes finos essa propriedade se modifica. O filme se encontra fixo no substrato, com isso a liberdade para a mudança nas dimensões fica comprometida e na presença de campo magnético externo o filme apenas se encurva na tentativa de minimizar a energia envolvida na magnetização do filme. A técnica que será usada neste trabalho para determinar os coeficientes do filme é a de encurvamento por cantiléver devido a tensão induzida, que será discutido em mais detalhes no capítulo 3. Para melhorar a notação escrita, durante todo trabalho serão considerados os eixo x e y como mostrados na Figura 2.4, onde o eixo x é o eixo paralelo ao menor lado do cristal e o eixo y é paralelo ao maior lado do cristal.

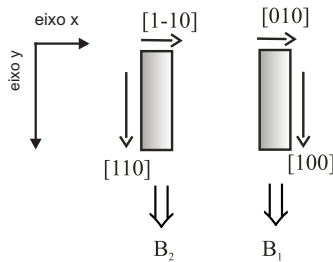


Figura 2.4: Representação geométrica das direções cristalinas para as medidas do acoplamento magnetoelástico.

Para usar essa técnica o substrato deve ser retangular, como mostrado na Figura 2.4, de tal forma que o efeito de curvamento ocorra ao

longo do maior lado do cristal, o eixo y representado na figura. Como mostra a figura, os coeficientes B_1 e B_2 são encontrados separadamente, ou seja, cada coeficiente necessita de uma configuração do cristal distinta. Para encontrar o coeficiente B_1 um campo externo faz com que a magnetização do filme varie entre os planos $[010]$ e $[100]$, ou seja ao longo do eixo x e y , e o coeficiente será encontrado pela diferença entre as curvaturas do cristal. Já o coeficiente B_2 será encontrado de forma semelhante porém a magnetização no filme deve variar nos planos $[1-10]$ e $[110]$, induzida por um campo externo. Esses planos são determinados pela densidade de energia para o acoplamento magnetoelástico em que leva em conta os cossenos diretores entre a magnetização e a orientação cristalina do filme magnético. Então quando o filme é magnetizado paralelamente à direção $[100]$, os cossenos são $\alpha_1 = 1$ e $\alpha_2 = \alpha_3 = 0$ nos dois sentidos direita e esquerda ou para cima ou para baixo; quando a magnetização é paralela ao plano $[010]$ os cossenos são $\alpha_1 = 0$, $\alpha_2 = 1$ e $\alpha_3 = 0$. Neste trabalho o filme de Fe cresce orientado com o plano $[100]$ paralelo ao eixo y do cristal, conseqüentemente o coeficiente a ser determinado é o B_1 . Com as medidas de curvatura induzida no filme pela presença do campo externo variando do plano $[100]$ para $[010]$, ou seja do eixo y para o eixo x , é possível encontrar o coeficiente de acoplamento magnetoelástico do filme através da Equação 2.7, onde $\Delta\tau$ é a variação da tensão, $\tau_{ME}^{M//[100]}$ e $\tau_{ME}^{M//[010]}$ são as tensões medidas quando a magnetização é paralela aos planos $[100]$ e $[010]$, respectivamente.

$$\Delta\tau = \tau_{ME}^{M//[100]} - \tau_{ME}^{M//[010]} \approx B_1. \quad (2.7)$$

Com um cristal orientado com o eixo y paralelo ao plano $[110]$ e o eixo x ao plano $[1-10]$, o coeficiente B_2 pode ser encontrado similarmente com a Equação 2.8, da mesma forma $\Delta\tau$ é a diferença entre as tensões medidas quando a magnetização é paralela ao plano $[110]$ e $[1-10]$.

$$\Delta\tau = \tau_{ME}^{M//[110]} - \tau_{ME}^{M//[1-10]} \approx B_2. \quad (2.8)$$

Neste trabalho será mostrado que a anisotropia dos filmes de Fe sobre Ag (100) depende da espessura do Fe. Será discutida também a dependência da reorientação da magnetização em função da temperatura de deposição. Será feito o estudo dos coeficientes de acoplamento magnetoelástico B_1 de acordo com a espessura dos filmes depositados, que por sua vez mostram um desvio quando comparados com o valor calculado para o volume de Fe, variando em magnitude e sinal. Será

mostrado também a influência da interdifusão no acoplamento magnetoelástico, resultado esse inédito nunca observado anteriormente.

Capítulo 3

Técnicas e procedimentos experimentais

Neste capítulo iremos apresentar as técnicas usadas neste trabalho, bem como um detalhamento sobre a câmara de ultra alto vácuo (*ultra-high vacuum - UHV*) onde foram feitos os experimentos. Na primeira seção (3.1) será descrito o equipamento de deflexão de feixe óptico, o qual é utilizado para fazer as medidas de curvatura do substrato como cantiléver. Na segunda seção (3.2) é inserida uma visão geral sobre a câmara de vácuo e os equipamentos nela montados para caracterização da amostra. Nas seções 3.3 e 3.4 serão abordadas as técnicas de difração de elétrons de baixa e média energia (*low energy electron diffraction-LEED e medium energy electron diffraction-MEED*) e espectroscopia de elétrons Auger (*Auger electron spectroscopy-AES*). O estudo *in-situ* neste tipo de sistema se faz necessário, pois embora as medidas de curvatura do cristal realizadas com o equipamento óptico possa ser realizada também no ar, a modificação na superfície devido a absorção pode apenas ser estudada com precisão em ambiente de UHV, minimizando o efeito da oxidação. Na seção seguinte (3.5) será apresentada uma breve descrição do equipamento de efeito Kerr magneto-óptico (*magneto-optical Kerr effect-MOKE*), do qual resultam importantes informações sobre as propriedades magnéticas da amostra. Na última seção (3.6) serão apresentados os detalhes sobre a preparação da amostra como a pressão utilizada, forma de deposição, assim como o processo de limpeza necessário antes da deposição.

3.1 Medida de curvatura por deflexão de feixe óptico

A técnica de medida de curvatura é baseada em explorar a diferença na curvatura dos lados de um cristal, dianteiro e traseiro, devido a um estímulo externo em um dos lados [40]. O método que utiliza o próprio substrato como cantiléver foi introduzido por Stoney [41] em 1909, onde o autor estuda a variação da tensão em uma barra de aço devido ao depósito de Níquel.

Nos dias atuais, essa técnica é empregada para entender a relação entre a deformação elástica da rede cristalina e a tensão induzida em filmes crescidos epitaxialmente, bem como a caracterização das tensões induzidas por absorbatos na superfície com incrível sensibilidade de sub-monocamada. Neste trabalho essa técnica é empregada para monitorar a variação da tensão durante o crescimento de ferro sobre um cantiléver monocristalino de prata, e as tensões envolvidas no acoplamento magnetoelástico do filme ferromagnético.

A Figura 3.2 mostra esquematicamente como é feita a medida de curvatura. Toda a parte óptica, tais como os espelhos, os detectores e o laser são fixados em uma das janelas na parte de fora da câmara, já o cristal é fixo pela extremidade superior dentro de um ambiente em ultra alto vácuo. A extremidade inferior permanece livre para se movimentar. O cristal é uma folha retangular com espessura de $\approx 100\mu m$ com a razão entre os eixos x e y de ≈ 4 . O encurvamento do cristal ocorre ao longo do eixo y , como os feixes de laser são posicionados ao longo do mesmo eixo, a curvatura ($1/R$) é diretamente encontrada pela variação da posição dos feixes refletidos. A curvatura medida é a segunda derivada da deflexão do cristal, e a inclinação na extremidade inferior do substrato também pode ser encontrada a partir da primeira derivada da deflexão, conforme mostra a Figura 3.1.

A escolha por medir a curvatura ao invés da inclinação ou reflexão é para minimizar os efeitos causados pela fixação do substrato em uma das extremidades. Os cálculos para a minimização desse efeito é descrito com mais detalhes no trabalho de Dahmen e co-autores [42]. A dimensionalidade do movimento é garantida com a razão entre o tamanho dos eixos x e y e a espessura do cristal, ou seja, a forma do substrato garante que o movimento se dará em duas dimensões [1, 8].

Na Figura 3.2 são enumerados os principais elementos do equipamento para a realização das medidas, os quais são: 1: Suporte da amostra, 2: cristal ou substrato, 3: filme ou absorvato, 4: espelhos

Deflexão, inclinação e curvatura

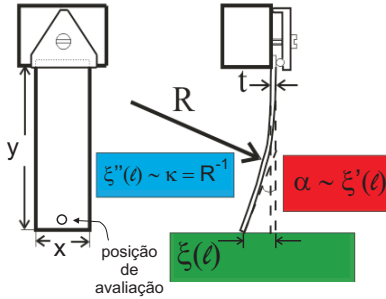


Figura 3.1: Método de curvatura de cantiléver representando a deflexão, inclinação e curvatura.

ajustáveis, 5: divisor de feixe, 6: laser, 7: Piezo atuador e 8: detectores de fotodiodos, I_{spot} é a distância entre os dois feixes ($\approx 4 \text{ mm}$) e I_D é a distância do detector ao cristal ($\approx 280 \text{ mm}$). O quadrado pontilhado apresentado acima mostra a aproximação em um dos fotodetectores que é constituído de fotodiodos divididos horizontalmente, ou seja, os diodos são posicionados a fim de identificar as variações verticais dos feixes refletidos. Já os pontos A e B da figura indicam a área sensível de cada diodo, que irá mostrar o sinal de soma ($A + B$) e a diferença entre eles ($A - B$).

Basicamente, o feixe de laser ($\lambda = 670 \text{ nm}$) é dividido em dois feixes pelo divisor de feixe e os feixes de luz, por sua vez, são direcionados para o cristal que está dentro da câmara. Os feixes incidem no cristal com uma separação inicial de $\approx 4 \text{ mm}$ entre si ao longo do eixo y do cristal como mostrado na figura. O ponto de luz localizado na extremidade inferior deve ser posicionado à 1 mm de distância da extremidade do cristal para que o efeito de curvamento seja acentuado. Os feixes de luz refletidos são detectados pelos fotodetectores posicionados fora da câmara a uma distância da amostra conhecida, como é indicado na figura. Esses detectores são fotodiodos sensíveis a mudança de posição dos feixes refletidos pela soma e diferença dos sinais medidos em cada diodo. A medida de reflexão em duas posições distintas gera diretamente a curvatura do cristal (R^{-1}), como é possível ver pela Equação abaixo:

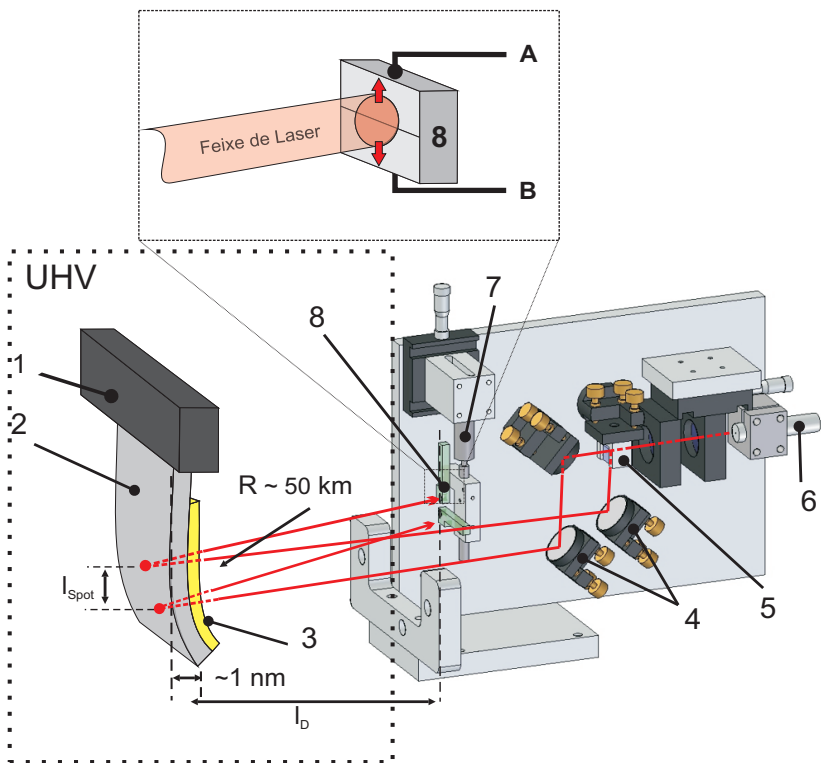


Figura 3.2: Esquema para a medida de curvatura do cristal.

$$\frac{1}{R} = \frac{\Delta_{top} - \Delta_{bottom}}{2l_{spot}l_D}, \quad (3.1)$$

onde l_{spot} é a separação vertical dos feixes no cristal, l_D é a distância entre o cristal e o detector ($\approx 280 \text{ mm}$), Δ_{top} e Δ_{bottom} são os deslocamentos dos feixes detectados do ponto superior e inferior, respectivamente. Cada feixe refletido tem sensibilidade diferente; para obter a variação correta de cada feixe é necessário fazer a calibração dos feixes antes e depois de cada medida. Posicionando os feixes refletidos na posição mais próxima do centro do fotodetector, ou seja, quando a soma é máxima e a diferença é mínima, verifica-se a variação da posição dos feixes com o passar do tempo. Quando não houver qualquer alteração no sistema, tal como mudança de temperatura ou o início da deposição, os feixes permanecerão na mesma posição, em um estado estacionário. Com os feixes nesse estado estacionário os dois fotodetectores são simultaneamente movidos 0.015 mm na direção vertical. A movimentação dos diodos são detectados conforme mostrado na Figura 3.3, que passado alguns segundos os detectores são movidos novamente para a configuração inicial. Com o movimento dos fotodetectores na distância conhecida e medindo a variação da posição de cada feixe (como mostrado na figura) é possível determinar a sensibilidade da medida ($V/0.015 \text{ mm}$) para cada feixe. A figura mostra o sinal superior e inferior durante o processo de deslocamento para a calibração da medida.

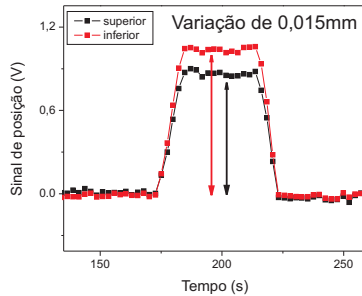


Figura 3.3: Gráfico da posição pelo tempo para a medida de calibração através do movimento de $0,015 \text{ mm}$ dos detectores.

Em um sistema isotrópico a relação de curvatura é dada pela equação modificada de Stoney 3.2, que descreve a flexão livre bidimensional

devido a uma tensão biaxial [43]:

$$\Delta\tau = \Delta(\tau_F t_F) = \frac{Y_S t_S^2}{6(1 - \nu_S)} \Delta \frac{1}{R}, \quad (3.2)$$

s e ν são o módulo de *Young* e a razão de *Poisson* do substrato, respectivamente, t_S e t_F são as espessuras do substrato e do filmes, respectivamente, e por fim $\Delta\tau_F$ é a variação da curvatura do substrato medida em N/m, que dividindo pela espessura do filme dá a variação da tensão em N/m². Na Figura 3.2 também podemos ver que a curvatura de 50 km no cristal é equivalente a deflexão de 1 nm na extremidade inferior.

Neste trabalho também foi medido a variação da curvatura devido a tensão induzida pelo efeito de acoplamento magnetoelástico. Para isso, é monitorada a curvatura do cristal enquanto é aplicado um campo magnético externo suficiente para saturar a magnetização do filme. A tensão de acoplamento magnetoelástico do material é encontrado com a equação [5]:

$$\Delta(\tau_{me} t_F) = \frac{Y_S t_S^2}{6(1 + \nu_S)} \left(\Delta \frac{1}{R} \right), \quad (3.3)$$

$\Delta\tau_{me}$ é a diferença de tensão magnetoelástica e t_F é a espessura do filme. Esse efeito é muito sutil, com uma ordem de grandeza mil vezes menor que a tensão devido ao crescimento. Logo a medida se torna mais difícil de ser obtida, sendo um desafio minimizar os ruídos que são comparáveis com a magnitude do sinal desejado.

O acoplamento magnetoelástico (B_i) do filme ferromagnético pode ser encontrado pela diferença da curvatura do cristal quando um campo magnético externo varia do eixo y e x do plano do filme. O coeficiente pode ser determinado com a Equação 3.4 [8].

$$B_i = \frac{Y_S t_S^2}{6(1 + \nu_S t_F)} \left(\frac{1}{R} |M_{\parallel eixoy} - \frac{1}{R} |M_{\parallel eiox} \right). \quad (3.4)$$

Para esse trabalho foi utilizado um cristal monocristalino de Ag (100) onde a orientação no eixo y do cristal é paralelo ao plano [011]. Como o Fe cresce com uma rotação de 45° quando depositado sobre a prata [17, 18, 44, 45], o filme terá orientação ao longo do eixo y paralelo ao plano [100]. Com isso o coeficiente a ser encontrado é o B_1 com a comutação da magnetização na (100) e na (010), como mostrado no capítulo anterior.

A tabela 3.1 apresenta as constantes elástica dos elementos usados neste trabalho.

Element	$Y(GPa)$	ν	$Y/(1-\nu)(GPa)$
Ag fcc (001)	43.67	0.423	75.68
Fe bcc (001)	130.89	0.368	207.10

Tabela 3.1: As constantes elásticas módulo de *Young* (Y) e a razão de *Poisson* (ν) de cada elemento bem como o módulo biaxial $Y/(1-\nu)$ já calculado [4, 5].

3.2 Instalações e facilidades

A amostra é fixada em uma câmara de ultra alto vácuo à pressão de 8×10^{-11} mbar, para a realização dos experimentos. A pressão é atingida com a ajuda de uma bomba turbo anexada a uma bomba mecânica e uma bomba iônica.

A câmara utilizada neste trabalho é provida de dois compartimentos, o compartimento superior onde é feita a preparação das amostras e as análises de superfície, e a parte inferior da câmara é utilizada para o estudo das propriedades magnéticas. A separação desses compartimentos é feita por uma válvula de gaveta comum nesses tipos de sistemas de ultra alto vácuo. A representação gráfica da câmara pode ser vista na Figura 3.4.

O manipulador em destaque na Figura 3.4 possibilita o movimento nas direções X, Y, Z e a rotação em 360° da amostra. A parte superior da câmara é equipada com três evaporadoras de feixe de elétrons para deposição de metais, um equipamento para fazer espectroscopia de elétrons Auger (AES), difração de elétron de baixa e media energia (LEED) e (MEED), espectrometria de quadrupolo de massa e um canhão de íons. A parte inferior contém uma evaporadora também de feixe de elétrons e dois eletroímãs. Um magneto em forma cilíndrica é colocado na parte de baixo da câmara para aplicação de campo magnético vertical que chega a 0,1 T. Para a aplicação de campo magnético horizontal um grande magneto rotativo, composto de uma pequena parte suplementar inserida dentro da câmara é utilizado. Esse eletroímã horizontal chega a aplicar um campo de até 0,4 T tanto paralelo ao plano da amostra quanto normal ao plano. A Figura 3.5 mostra os eletroímãs da parte de baixo da câmara para realização das medidas magnéticas.

A câmara possibilita fazer medidas a baixas e altas temperaturas, $120 K < T < 1500 K$, monitoradas por um termopar do tipo K fixo no

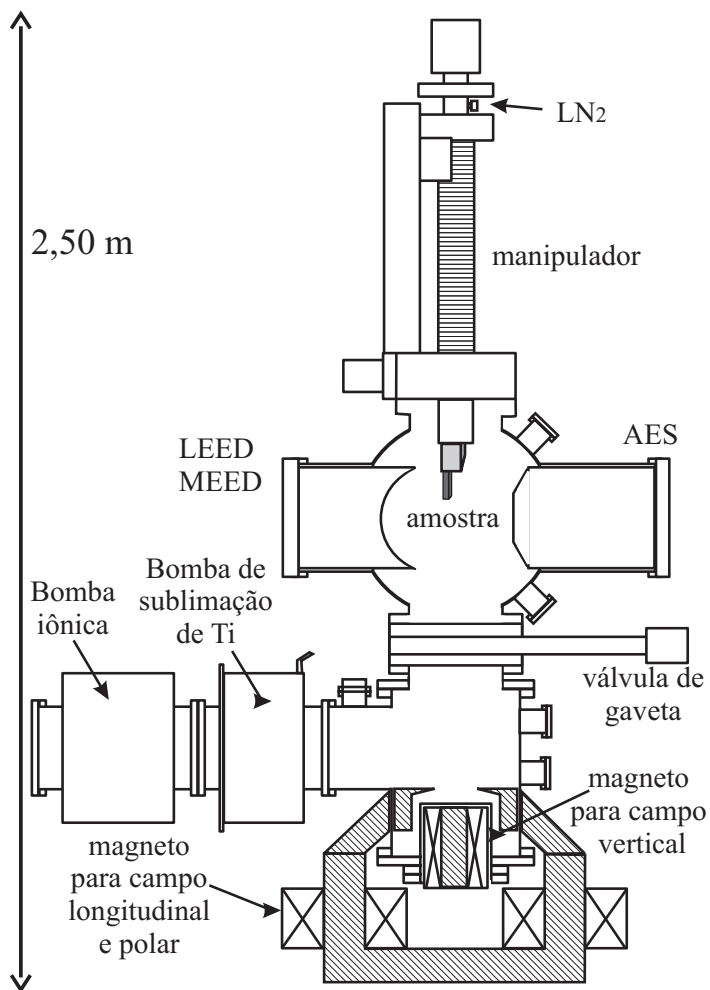


Figura 3.4: Esquema do aparato da câmara de UHV.

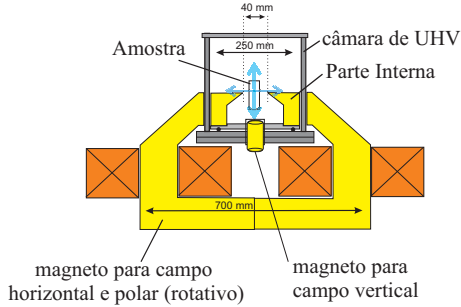


Figura 3.5: Um esquema da parte de baixo da câmara de UHV para detalhar o arranjo dos magnetos.

manipulador próximo do cristal. O ambiente na câmara também pode ser controlado com pressão parcial de gases, tais como oxigênio ou hidrogênio. A câmara contém janelas onde são posicionados os aparelhos ópticos tais como o aparato de medida de curvatura e medida de efeito Kerr (MOKE), de tal modo que possa ser medido a tensão de acoplamento magnetoelástico e o MOKE simultaneamente. Uma breve descrição dos equipamentos e técnicas de caracterização de superfície serão abordadas a seguir.

3.3 Difração de elétrons de baixa e média energia - LEED e MEED

LEED é uma técnica para análises estruturais na superfície de sólidos. A técnica de LEED foi introduzida para análise de superfície por Davisson e Germer em 1927 [46], mas a técnica só foi desenvolvida anos mais tarde [47].

Basicamente, a técnica trabalha com elétrons de baixa energia (20 a 500 eV), os quais têm comprimentos de onda de de Broglie comparáveis com as distâncias interatômicas em sólidos, possibilitando assim a interação entre os elétrons do feixe e os átomos da rede cristalina. Os elétrons de baixa energia têm um poder de penetração em sólidos de somente 5-10 Å. Portanto, é uma técnica para caracterização de superfície de sólidos através do padrão de difração das redes cristalinas. A Figura 3.6 mostra o esquema do LEED usado neste trabalho.

O feixe de elétrons mono-energético incide na direção normal à su-

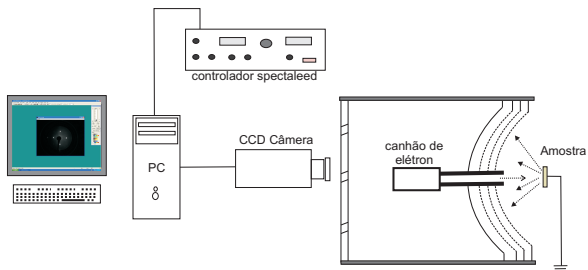


Figura 3.6: Esquema do aparato de LEED. Uma câmera registra o padrão de difração enquanto a energia varia.

perfície da amostra; quando os elétrons colidem no cristal alguns elétrons são elasticamente espalhados e alguns elétrons secundários também são emitidos. Esses elétrons espalhados elasticamente formam um padrão de difração em uma tela fluorescente. Já os elétrons secundários são capturados antes da formação da imagem pela telas adjacentes mostradas pelas linhas pontilhadas da figura, com isso apenas os elétrons elasticamente espalhados contribuem para o padrão de difração [47]. Com o padrão de difração tem-se informações sobre o ordenamento cristalográfico do filme dado no espaço recíproco para uma análise qualitativa.

Para uma análise quantitativa é utilizado o LEED-I(V). O LEED-I(V) são espectros de intensidade por energia, para isso é monitorado a intensidade em um dos pontos de difração variando-se a energia. Essa medida na posição [0,0] fornece informações sobre os planos verticais próximos da superfície do filme que podem ser encontrados com a análise dos picos de intensidade.

O padrão de difração da energia 144 eV e o espectro do LEED-I(V) da posição [0,0] da Ag (100) são mostrados na Figura 3.7

A figura 3.8 ilustra o posicionamento da amostra para realização da medida de LEED-I(V), em que a amostra deve ser girada em $\approx 7^\circ$ com relação a normal. A distância vertical das camadas pode ser adquirida com a equação das condições de Bragg [48] que é descrita pela difração máxima como mostrado na Equação 3.5.

$$2d \cos \theta = n\lambda \quad (n = 1, 2, 3, \dots), \quad (3.5)$$

onde podemos destacar a distância intercamadas d , $\cos \theta$ o cosseno do ângulo entre o feixe e a normal a amostra ($\theta \approx 7^\circ$), o comprimento de

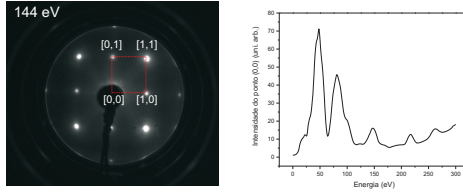


Figura 3.7: Imagem de LEED e o espectro de LEED-I(V) da Prata.

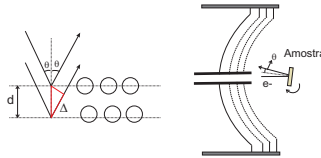


Figura 3.8: Esquema para aquisição das medidas de LEED-I(V).

onda dos elétrons λ e, por fim, a ordem de interferência máxima n . No momento em que os elétrons penetram no sólido suas energias cinéticas são modificadas pelo potencial interno (V) do material; então, pela lei de conservação de energia os comprimentos de ondas mudam, e essa mudança pode ser calculada pela Equação 3.6 [4]:

$$\lambda(\text{\AA}) = \sqrt{\frac{150.4}{(E - V)}}. \quad (3.6)$$

Com o resultado da Equação 3.6 o valor de d pode ser calculado:

$$E_{peak} - V = \frac{150.4}{4d^2 \cos^2 \theta} n^2 \quad (n = 1, 2, 3, \dots). \quad (3.7)$$

O d é retirado da análise entre a energia em função do parâmetro de ordem n [48], como mostrado abaixo 3.9.

A inclinação da curva de ajuste linear resulta diretamente no espaçamento entre as camadas do filme d próximos da superfície. A Figura 3.9 apresenta o espectro de 10 MC de Fe sobre Ag depositados a 300 K, onde a inclinação da curva sobre os pontos indica um valor médio de $1.43 \pm 0.02 \text{\AA}$ que será discutido no próximo capítulo.

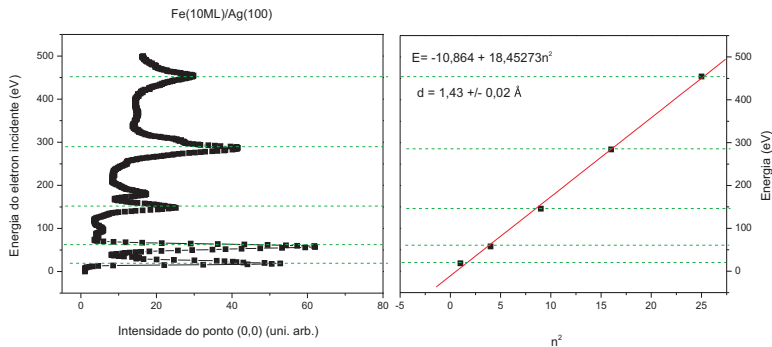


Figura 3.9: Espectro de LEED-I(V) de Fe 10 MC e o ajustamento linear do gráfico de $Evs n^2$.

Outra técnica utilizada neste trabalho foi o MEED, do inglês *Medium Energy Electron Diffraction*. Essa técnica é usada para acompanhar o crescimento de filmes finos, que consiste em incidir um feixe de elétrons de média energia sobre a amostra com ângulo pequeno em relação ao plano da superfície e detectar os elétrons difratados na tela fluorescente, como mostrado na Figura 3.10.

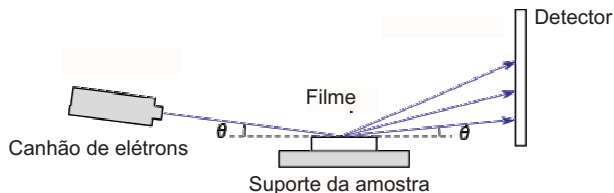


Figura 3.10: Esquema de como é realizada as medidas de MEED.

A Figura 3.11 mostra a posição inicial da medida de MEED.

As intensidades dos pontos do padrão de MEED flutuam de maneira periódica como um resultado da cobertura da superfície relativa do crescimento de filmes de camada por camada, por exemplo. A intensidade forma uma curva oscilante onde cada pico representa a formação de uma nova monocamada. Uma vez que o grau de ordem está no máximo, mais uma monocamada foi formada. A intensidade geral das oscilações diminui conforme as camadas são formadas. Isso ocorre porque o feixe de elétrons está voltado para a superfície original e conforme

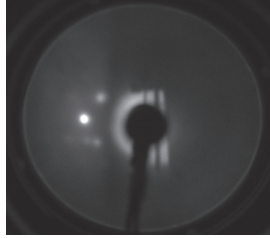


Figura 3.11: Imagem obtida com a posição do feixe para realização de medidas de MEED.

aumenta a espessura os feixes mudam de posição na superfície mudando também o feixe difratado.

3.4 Espectroscopia de elétrons Auger - AES

A espectroscopia de elétrons Auger é uma poderosa ferramenta para a determinação química dos elementos que compõem a superfície da amostra. Como o nome já sugere, a técnica é baseada no efeito Auger, que foi descoberto por Pierre Auger em 1925 [47, 49, 50]. Com a análise energética dos elétrons Auger é possível determinar os elementos e o estado químico em que se encontram os átomos que compõem a superfície do material.

Basicamente, a amostra é bombardeada por um feixe de elétrons com energia suficiente para ionizar um elétron da camada mais interna de um átomo. A vacância gerada pela excitação desse elétron interno é imediatamente preenchida por um elétron de uma camada mais externa. A energia liberada pelo elétron no momento do preenchimento é então transferida para um outro elétron, que é ejetado do átomo. Esse segundo elétron que é ejetado do material é chamado de elétron Auger. Considerando a conservação de energia do sistema, a energia do elétron Auger trás consigo as informações químicas do átomo, como uma impressão digital [47]. Os elétrons que incidem na amostra têm um caminho livre de 5-20 Å e a aquisição dos dados é muito rápida. A Figura 3.12 mostra o esquema do aparelho de AES usado no presente trabalho.

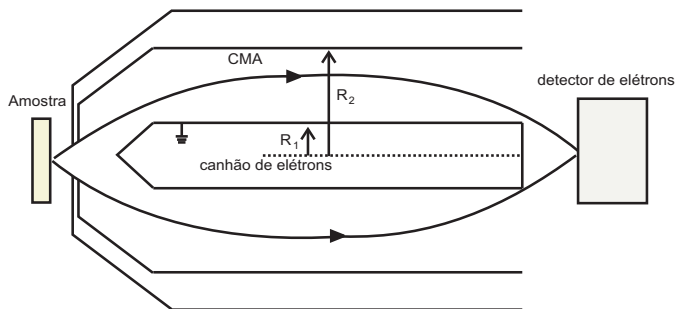


Figura 3.12: Esquema do aparelho de AES com a representação do CMA.

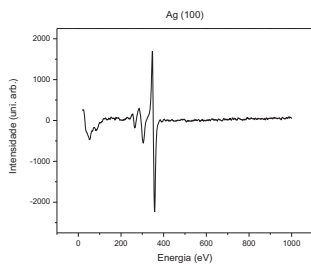


Figura 3.13: AES espectro da Ag.

O AES trabalha em baixa corrente para ter uma maior resolução espacial e o canhão de elétrons é equipado com lentes para obter maior foco. As lentes de eletroímãs são usadas para obter uma resolução espacial, um espelho analisador cilíndrico (*Cylindrical Mirror Analyzer (CMA)*) é empregado a fim de dispensar os elétrons secundários emitidos, de acordo com as energias. O CMA consiste de dois cilindros coaxiais com um potencial aplicados entre eles, o qual serve como um filtro deixando fluir para o detector só os elétrons com energias definidas. No presente trabalho a energia usada no canhão de elétrons é de 3 KeV e o CMA trabalha com 18 mm de distância. O espectro do AES da superfície da Ag é mostrada na Figura 3.13.

3.5 Efeito Kerr magneto-óptico - MOKE

As propriedades magnéticas de filmes finos podem ser estudadas com MOKE, o qual mede a resposta magnética do filme pela interação com a luz. O princípio envolvido nessa medida é a proporcionalidade entre a modificação da intensidade e polarização da luz com a magnetização do filme [51]. A luz refletida do filme magnetizado pode mudar a polarização e a intensidade quando comparado ao feixe incidente, devido a interação com os momentos magnéticos do material [52].

Existem três tipos de arranjos experimentais para essa medida, são os chamados MOKE longitudinal, MOKE transversal e o MOKE polar. Eles são definidos de acordo com a direção de magnetização da amostra e a geometria da polarização da luz, como mostrado na Figura 3.14.

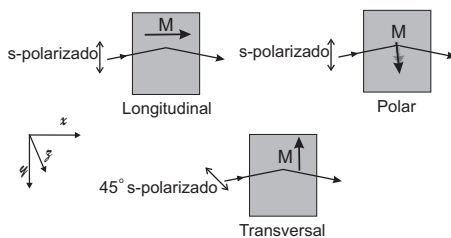


Figura 3.14: As características específicas de campo magnético e geometria da luz para cada configuração de MOKE.

Através da análise das respostas magnéticas nessas três configurações de MOKE é possível determinar a anisotropia magnética do filme,

bem como as direções do eixo fácil de magnetização. Na configuração para MOKE longitudinal o campo magnético é aplicado no plano da amostra horizontalmente e a luz monocromática polarizada no mesmo plano. Para MOKE polar a luz permanece com a mesma polarização, porém o campo magnético é aplicado normal a superfície da amostra. Nestas duas configurações resultam na mudança de intensidade e elipticidade da luz. Já no MOKE transversal o campo magnético é aplicado no plano da amostra no sentido vertical e a luz é polarizada perpendicularmente ao plano do filme acarretando apenas mudança na intensidade da luz.

Basicamente, a luz monocromática de laser ($\lambda = 670nm$) sai do polarizador incidindo na amostra. O feixe refletido atravessa uma placa de $\lambda/4$ e um modulador fotoelástico (*PEM-photoelastic modulator*), que serve para reduzir a razão sinal/ruído. Do PEM a luz passa por outro polarizador usado como analisador, e finalmente chega ao detector. A placa de $\lambda/4$ serve para compensar a birrefringência provida da janela da câmara e a elipticidade do reflexo gerado pelo substrato metálico. A Figura 3.15 mostra um esquema do aparelho e a representação da trajetória e polarização da luz para medidas de MOKE.

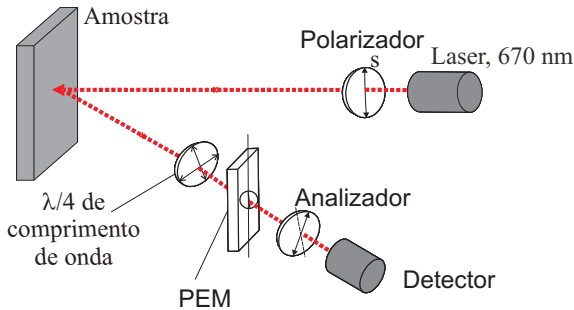


Figura 3.15: Um esquema sobre o arranjo e a trajetória da luz para as medidas de MOKE.

3.6 Preparação da amostra

Neste trabalho foi utilizado um monocristal de prata (Ag) com a orientação [100] com dimensões típicas de $\approx 0.1mm$ de espessura, $\approx 12 mm$ de comprimento (eixo y) e $\approx 2.5 mm$ de largura (eixo x).

O corte do cristal na direção do eixo y é $[011]$, o que se faz necessário para a obtenção do coeficiente magnetoelástico unidirecional (B_1). Antes da deposição é feito um processo de limpeza no cristal, conforme procedimentos adotados na referência [53].

Basicamente, o cristal é sujeito a ciclos de *sputtering* e *annealing* até que a superfície esteja limpa, lisa e bem ordenada.

O *sputtering* é um processo de corrosão por bombardeamento de íons de gás nobre acelerados contra a superfície. Neste caso o gás usado é Argônio, através da pressão parcial da câmara (2×10^{-5} mbar) um feixe de elétrons colide com o gás formando íons. Os íons, então, são acelerados na direção da amostra danificando a superfície da amostra devido às fortes colisões. O processo de corrosão é usado para remover as impurezas existentes na superfície do sólido. Para confirmar a total remoção dos elementos indesejados são feitas medidas de AES em toda a extensão do cristal, como representado na Figura 3.13 que mostra o espectro para a superfície de Ag totalmente limpa.

Depois desse processo de corrosão, a amostra é sujeita a um tratamento térmico (*annealing*) por indução, em que uma placa de molibdênio fixada atrás do cristal é aquecida por bombardeamento de elétrons ao ponto de induzir o aquecimento térmico por radiação na amostra homogeneamente. O cristal é mantido a ≈ 600 K por 15 minutos, a fim de obter uma superfície lisa e com boa organização cristalográfica. A qualidade da superfície do cristal é confirmada com medidas de LEED, que apresentam a organização estrutural e a resolução do padrão de difração como pode ser visto na Figura 3.7. Depois de o cristal estar totalmente limpo e a superfície lisa e homogênea a deposição por evaporação é feita, sendo que a pressão da câmara é mantida a 4×10^{-10} mbar durante o processo de deposição.

Capítulo 4

Resultados e Discussões

Neste capítulo serão apresentados os principais resultados de Fe sobre a Ag (100), bem como as discussões de cada seção. Para isso, este capítulo será dividido em três seções, a primeira irá descrever os resultados sobre a tensão do filme e as análises estruturais, assim como a discussão da relação entre a deformação, a tensão e a estrutura das amostras. Nesta primeira parte do capítulo será avaliado a qualidade dos filmes depositados para o crescimento a temperatura ambiente, os quais apresentam variação média de tensão maior que o valor esperado. Será discutido também a influência da temperatura para o desencadeamento da interdifusão que ocorre durante a deposição do Fe na Ag, bem como as consequências dessa interdifusão na tensão total dos filmes. Na seção subsequente serão apresentados os resultados das medidas magnéticas do filme e suas implicações. Será mostrado que a anisotropia magnética depende da temperatura e da espessura dos filmes, e que o eixo de fácil magnetização se reorienta de fora do plano para no plano do filme, considerando a temperatura de Curie do material para cada espessura. E, por fim, serão mostrados as medidas de acoplamento magnetoelástico (ME) para os filmes de ferro, o qual apresenta mudança na magnitude e no sinal comparado com o valor para o material volumétrico, mostrando a dependência com a espessura e a influência da interdifusão em tais medidas.

4.1 Estrutura superficial, tensão e deformação

Primeiramente o substrato é sujeito a um tratamento de limpeza,

com ciclos de *sputtering* e *annealing* como foi detalhado na seção 3.4. Ao atingir um grau de organização e nivelamento adequado o filme então é depositado. Os filmes são depositados em diferentes temperaturas do substrato que variam entre 150 K a 300 K. A deposição é feita por evaporação com taxa de deposição de $\approx 1,21 \text{ \AA}/\text{min}$. A espessura do filme é calibrada por uma balança de quartzo fixa próximo ao substrato. O processo de calibração é feito antes e depois da deposição a fim de ter maior precisão sobre a espessura do filme e a estabilidade da evaporação. As análises estruturais foram feitas com a ajuda do LEED e AES, tanto para o cristal limpo como para a amostra já preparada.

4.1.1 Medidas de curvatura durante o crescimento

A medida de curvatura do substrato ocorre no momento da deposição. A Figura 4.1 mostra a variação da tensão do filme de Fe durante a deposição sobre a Ag (100) a temperatura ambiente. A figura 4.1 a) mostra o gráfico da tensão em função da espessura do filme para 10 MC de Fe. Os pontos em preto mostram os dados experimentais medidos a cada instante da deposição e a linha pontilhada é a representação gráfica da tensão esperada devido ao casamento dos parâmetros de rede, que tem como inclinação o valor constante do *misfit*, b) mostra com detalhes a variação da tensão nas primeiras quatro camadas mostrando um comportamento não monotônico inesperado.

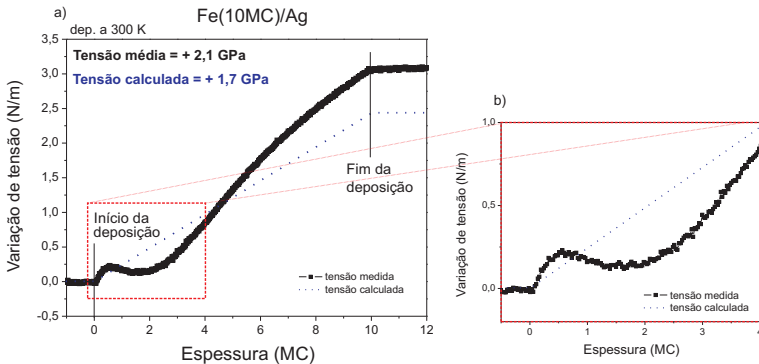


Figura 4.1: A tensão do filme de Fe/ Ag (100) e a tensão esperada devido ao crescimento epitaxial. Em a) durante a deposição de 10 MC de ferro e b) a tensão de somente as primeiras quatro camadas de deposição.

A tensão resultante de um crescimento heteroepitaxial é a tensão gerada pelo descasamento dos parâmetros de rede (linha pontilhada do gráfico). Como pode ser observado, a tensão medida para o filme de Fe tem comportamento muito diferente do esperado. Essa diferença entre as curvas de tensão é visível durante toda deposição. A deposição é iniciada com a tensão de tração no regime de submonocamadas ($t_F \leq 0,5$ MC) com variação de +6,7 GPa, que pode ser identificada no gráfico pela inclinação positiva da curva. Essa tensão é seguida por um regime de tensão de compressão de -0,73 GPa que se inicia em 0,5 MC até 1,5 MC de Fe, identificado pela mudança na inclinação da curva de tensão de positiva para negativa. Em seguida a inclinação positiva, ou seja, a tensão de tração se estabelece no restante da deposição. A tensão média, que é a variação total de tensão dividido pela espessura total do filme, é uma tensão de tração com valor final de +2,1 GPa. Durante toda a deposição o valor medido fica acima do valor esperado devido ao *misfit*, que para Fe é +1,7 GPa. Esse comportamento não monotônico e a média de tensão foram observados em todas as espessuras de Fe depositadas a 300 K estudadas neste trabalho. A alta magnitude do valor médio e a troca de sinal de tensão nas primeiras camadas do filme torna o sistema muito interessante para ser estudado. A técnica usada para medir a tensão do filme é muito sensível a qualquer modificação. Com esta técnica é possível identificar, por exemplo, mudanças no modo de crescimento do filme, distorções e interdifusão/segregações que possam eventualmente ocorrer entre o filme e o substrato.

A fim de observar mudanças no modo de crescimento do filme, foram feitas medidas de curvatura para filmes depositados variando a taxa de deposição e em diferentes temperaturas do substrato.

Tendo em vista que trabalhos anteriores [2, 15, 54] atribuíram a velocidade de deposição como um parâmetro que possibilita a mudança no modo de crescimento do filme, foram medidas a tensão em filmes depositados em baixa taxa de deposição. A Figura 4.2 mostra as curvas de tensão para duas velocidades de deposições distintas.

Na Figura 4.2 pode ser observado que os filmes têm as curvas de tensão semelhantes, apresentando a região de tensão não monotônica no início da deposição além da alta magnitude do valor médio comparado com o valor calculado. O filme depositado com velocidade de deposição lenta tem o valor médio de tensão de 1,8 GPa ao passo que para a velocidade de deposição normalmente usada no trabalho ($\approx 1,21 \text{ \AA}/\text{min}$) o valor de tensão médio é 2,0 GPa. Tanto para a deposição com velocidade usual como para a deposição lenta não foram observados nenhuma oscilação nas medidas de MEED durante a depo-

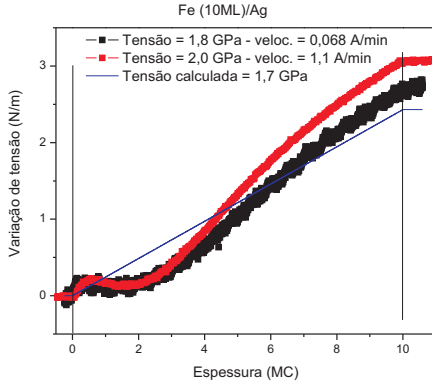


Figura 4.2: Comparação da tensão do filme depositado com a taxa de deposição baixa ($0,068 \text{ \AA}/\text{min}$) em preto, e a taxa usual ($1,1 \text{ \AA}/\text{min}$) em vermelho, bem como a tensão calculada.

sição, o que poderia identificar modificações no modo de crescimento. Pode ser observado que no crescimento lento a curva apresenta pequenas oscilações (ruído), isso ocorre devido ao longo tempo de medida que facilita as flutuações e instabilidades no sistema.

Alguns trabalhos da literatura mostram que a temperatura pode desencadear a interdifusão dos dois materiais Fe/Ag. Os trabalhos sugerem que em altas temperaturas de deposição [13, 14, 16–19] ocorre mais interdifusão entre os elementos. A fim de avaliar a presença de segregação/interdifusão nos filmes depositados a 300 K foram feitas medidas de curvatura com o substrato em baixas temperaturas. As medidas para diferentes temperaturas são mostradas na Figura 4.3.

Os pontos em preto mostram a tensão para os filmes a 300 K, em vermelho a 225 K, em verde para os filmes a 150 K de temperatura de deposição e a linha pontilhada em azul é a curva padrão calculada a partir do *misfit* entre filme e substrato. As curvas apresentam algumas mudanças dependentes da temperatura. As médias da tensão para 10 MC são diferentes para cada temperatura 2,1 GPa, 1,9 GPa, 1,7 GPa para 300, 225 e 150 K, respectivamente. A Figura 4.3 mostra que as mudanças nas curvas não são apenas no valor médio da tensão, mas também no comportamento não monotônico. O filme depositado a 150 K apresenta o comportamento completamente monotônico, assim como

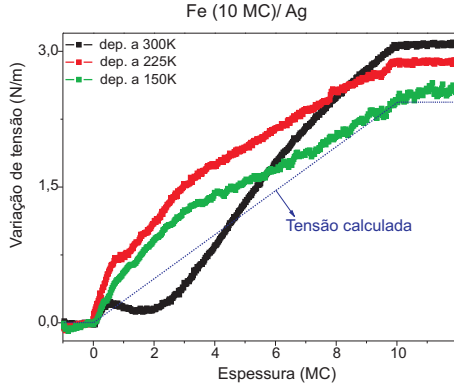


Figura 4.3: Tensão do filme para diferentes temperaturas de deposição.

o filme a 225 K apresenta um comportamento intermediário onde a tensão de compressão não é mais evidente, aparecendo como um ombro na curva apenas.

Para o filme depositado em baixa temperatura a curva exibe maior tendência de seguir a curva calculada pelo *misfit*, o que fica evidente ao calcular o valor médio de tensão do filme. Essa tendência fica clara para filmes mais espessos como será mostrado na discussão desta seção, onde mostra nos a tensão do filme de 30 MC a 150 e 300 K.

4.1.2 MEED e LEED

Para avaliar adequadamente a acuracidade da balança de quartzo na determinação das espessuras dos filmes, foi realizado a deposição de Fe com um surfactante como precursor. De acordo com as referências [55–58], o precursor induz um crescimento de camada por camada, sendo assim possível relacionar as oscilações de MEED observadas com cada camada completa depositada. Na Figura 4.4 é mostrado as oscilações de MEED durante o crescimento de Fe sobre a Ag à 300 K, que usa como surfactante uma camada final de oxigênio, mais detalhes do processo pode ser encontrado na referência [55].

Cada período de oscilação representa a formação de uma camada de ferro completa. As linhas pontilhadas mostram a periodicidade das oscilações com um valor de 70.09 segundos. A calibração com a balança de quartzo foi realizada antes e depois da deposição como usual. A ba-

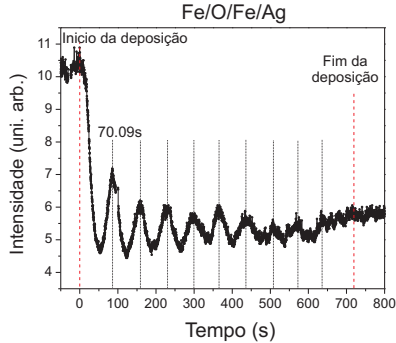


Figura 4.4: As variações da intensidade pelo tempo de deposição de Fe sobre Ag através de um surfactante como precursor, mostrando claramente as oscilações de MEED.

lança apresentou um período de 71 segundos por camada, se mostrando um bom método para determinar a espessura do filme depositado.

Para obter mais informações sobre a superfície, como a estrutura do filme e a qualidade do crescimento, foram feitas medidas com LEED de forma qualitativa e quantitativa. Para tal, foram analisadas as imagens de padrão de difração do filme para obter a estrutura de rede cristalina, um estudo sobre o padrão em diferentes momentos da deposição afim de ver a qualidade do crescimento do filme e por fim o cálculo das distância intercadas pôde contribuir quantitativamente sobre a estrutura formada durante o crescimento.

Os padrões de LEED feitos nas amostras depositadas à 300 K são apresentados na Figura 4.5, bem como o mapeamento de intensidade sobre um dos pontos de difração a uma energia fixa em diferentes estágios do crescimento.

As imagens de LEED mostram o padrão de difração para as espessuras de 0, 1, 3, 5, 10 e 20 MC de Fe com energia fixa em 66 eV. Com a deposição de ferro o padrão de difração não apresenta modificações de estrutura. Conforme as camadas são depositadas os pontos se tornam mais borrados e menos intensos chegando a desaparecer por volta de 5 MC. A partir de 10 MC o padrão de difração reaparece, com a intensidade reduzida e mais turvo. Observando o mapa de intensidade obtido na energia 66 eV para diferentes espessuras do filme é possível identificar que os pontos começam a desaparecer a partir de 3 MC. A escala de intensidade mostra que com 5 MC o ordenamento epitaxial

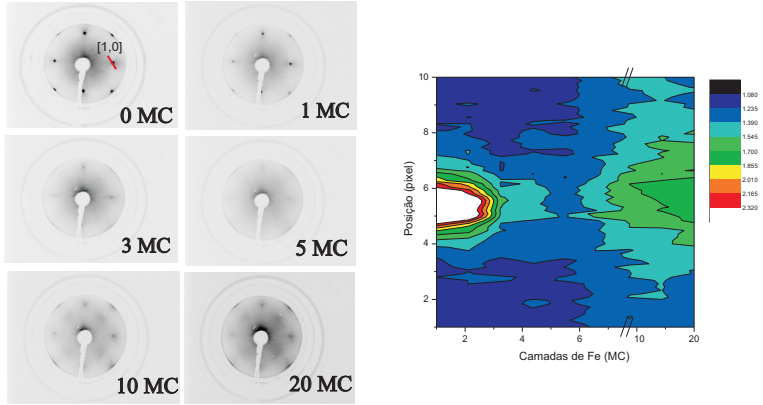


Figura 4.5: Padrão de difração para diferentes espessuras e o mapeamento de intensidade no ponto (1,0) a 66 eV de energia.

é completamente perdido e a partir de 7 MC de Fe o ponto (1,0) fica visível novamente, restabelecendo a ordem epitaxial.

As medidas de LEED - $I(V)$ para análises quantitativas estão apresentadas na Figura 4.6, que mostram os espectros de intensidade pela energia para os filmes com espessuras de 0, 1, 5, 10, e 20 MC. Os valores das distâncias verticais entre as camadas (d) são encontradas com ajuste linear entre a energia e a ordem de interferência, a qual é determinada pelos máximos de emissão observados nos espectros, conforme descrito na seção 3.3. A medida que o filme cresce, as distâncias interplanares caem de forma exponencial, ou seja, nas primeiras monocamadas as distâncias são muito próximas do valor da prata volumétrica ($d = 2.04 \text{ \AA}$) tendo uma mudança rápida para valores próximos ao Fe volumétrico ($d = 1.43 \text{ \AA}$) [4, 5, 18]. Para filmes com espessuras a partir de 10 MC a média os valores para as distâncias verticais são muito próximos ao valor esperado para o material volumétrico.

Para baixas temperaturas de deposição as imagens de LEED mostram o mesmo padrão de difração, como visto na Figura 4.7. Uma observação interessante é que os filmes desenvolvem diferentes comportamentos dependentes da temperatura de deposição. Os filmes depositados em baixas temperaturas não perdem o ordenamento epitaxial durante o crescimento, como pode ser confirmado pelas imagens de difração para 5 MC. Os pontos se mantêm visíveis durante todo o processo e mais intensos quando comparados com o filme depositado a

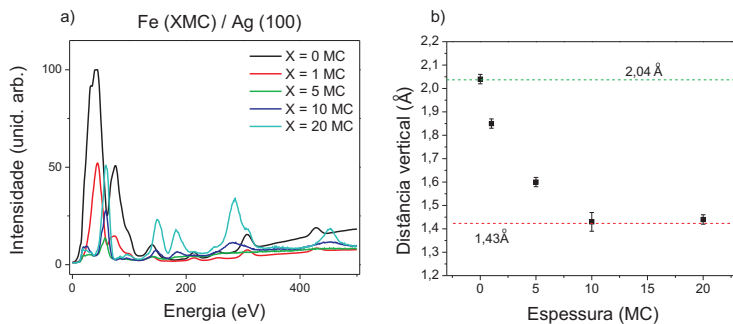


Figura 4.6: Espectro de LEED - I(V) de diferentes espessuras de Fe com a comparação das distâncias interplanares calculadas a partir de cada espectro.

temperatura ambiente.

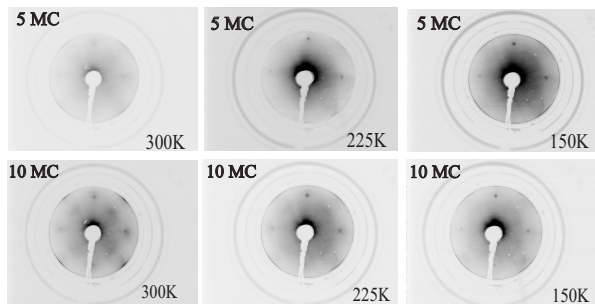


Figura 4.7: Imagens de LEED em 5 e 10 MC de Fe crescidos a 300 K, 225 K e 150 K fixados na energia de 66 eV.

4.1.3 Espectros de elétrons Auger

Os espectros de elétrons Auger conseguem mostrar a composição química das camadas superficiais do sólido. Com isso foram obtidos os espectros de Auger dos filmes de ferro para diferentes espessuras e em filmes crescidos com diferentes temperaturas a fim de avaliar a inter-

difusão que ocorre com os elementos através da diferença na cobertura superficial para as diferentes temperaturas de deposição.

Para filmes com poucas monocamadas a presença dos átomos de Ag do substrato são visíveis nos espectros, conforme o filme se torna mais espesso o sinal do pico da Ag diminui até desaparecer indicando que as camadas da superfície são compostas apenas por Fe. De uma forma quantitativa foi obtido a razão entre os picos dos elementos (Fe e Ag) para filmes de mesma espessura crescidos em diferentes temperaturas. Como os filmes têm a mesma espessura, se não houver nenhum tipo de segregação, acredita-se que o sinal do pico de prata terá a mesma intensidade, ou seja, a cobertura superficial na prata pelo ferro deve ser a mesma independente da temperatura. A Figura 4.8 mostra os espectros de Auger em função da temperatura de deposição 300 K, 225 K e 150 K em preto, vermelho e verde, respectivamente. Como pode ser visto, os picos da Ag não tem a mesma intensidade. Cada conjunto de picos representa um elemento químico, os picos em 51, 587, 639 e 692 eV mostram a presença de Fe na superfície, já a Ag é representada pelos picos em 260, 304 e 356 eV, para energias incidentes de 3 keV. A razão das intensidades dos picos Ag/Fe pode ser determinada para cada temperatura de deposição, os picos escolhidos para o cálculo da razão foram 356 eV e 639 eV da prata e do ferro, respectivamente, conforme indicado na figura. A razão para cada temperatura encontra-se no gráfico. Com o aumento da temperatura ocorre também o aumento da razão entre os elementos, os filmes depositados a 150 K têm a razão entre Ag e o Fe menor que os filmes depositados a 225 K, que por sua vez é menor do que para os filmes crescidos a 300 K. Para filmes mais finos, como com 5 MC, a diferença nas razões também é encontrada.

4.1.4 Correlação entre deformação, tensão e estrutura

Em crescimento epitaxial o filme cresce pseudomórfico em um substrato, ou seja, com a organização estrutural definida pelo substrato. O casamento das redes cristalinas determina a deformação da rede. Essa deformação na direção paralela ao plano do filme induz uma tensão biaxial no filme, pelo fato de o filme estar fixo no substrato nas duas dimensões isotropicamente. Em outras palavras, a tensão sofrida pelo filme durante a deposição é, preferencialmente, devido a deformação que acontece no filme durante a deposição, devido ao descasamento das redes cristalinas entre o filme e o substrato. O *misfit* é calculado

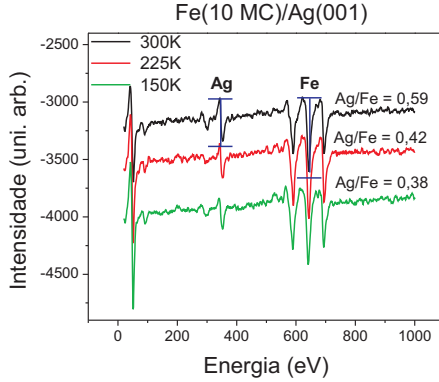


Figura 4.8: Espectros Auger para 10 MC de Fe/Ag (100) em função da temperatura.

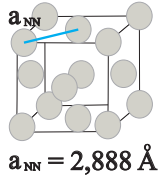
com o valor dos parâmetros de rede do material volumétrico de cada elemento, como mostrado na equação 4.1

$$\eta = \frac{a_{sub.} - a_{film}}{a_{film}}. \quad (4.1)$$

Os valores dos parâmetros de rede do Fe bcc e da Ag fcc são ($a = 2,866 \text{ \AA}$) e ($a = 4,086 \text{ \AA}$), respectivamente. A Figura 4.9 representa a célula unitária de cada elemento e destacado nela está a distância dos vizinhos próximos que será usada na equação 4.1. A escolha das distâncias de primeiros vizinhos é pelo fato de o Fe ser bcc e a Ag fcc, com isso o Fe faz uma rotação de 45° em relação à rede cristalina da Ag [17, 18, 44, 45] para a deposição ser favorável energeticamente. Como representado na Figura 4.10.

Colocando os valores na Equação 4.1 o *misfit* encontrado entre o ferro e a prata é de $\eta = +0,8\%$ [17, 18, 44, 45], resultando em um ligeiro deslocamento da rede cristalina original do filme. O filme se encontra em um estado distorcido. Esse estado faz com que o filme fique tensionado tentando retornar à distância atômica original. E conhecendo o *misfit*, a tensão no filme (τ_F) também pode ser calculada com a equação 4.2,

Prata (Ag)



Ferro (Fe)

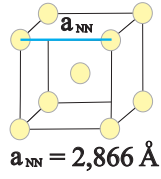


Figura 4.9: Modelo de bolas da rede cristalina da Ag e do Fe e destacado em azul as correspondentes distâncias dos vizinhos mais próximos (a_{NN}) no plano (100).

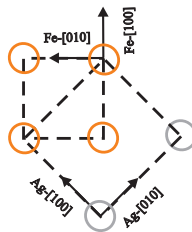


Figura 4.10: Modelo de bolas do Fe depositado na prata, apresentando as direções dos plano.

$$\tau_F = \frac{Y_S}{(1 - \nu_S)} \eta, \quad (4.2)$$

onde Y_S e ν_S são o módulo de *Young* e a razão de *Poisson* do substrato, respectivamente, que são encontrados na tabela 3.1. O valor de tensão estimado para o Fe na Ag é de +1,7 GPa. O sinal positivo da tensão indica se o filme irá se tracionar ou comprimir. No caso do sinal ser positivo indica a tensão de tração, caso contrário (sinal negativo) é tensão de compressão.

As medidas de curvatura mostram a resultante das tensões que acontecem no processo de deposição. Em regimes de submonocamadas a tensão resultante é devido à variação da tensão superficial do substrato, que se modifica com a presença de um corpo na vizinhança; após essa etapa, à medida que a deposição continua a tensão se torna devido ao descasamento das redes que acontece durante todo o processo.

As medidas de curvatura para os filmes de ferro depositados em temperatura ambiente apresentam um comportamento inesperado. A curva de tensão mostra no regime de submonocamadas (até 0,5 MC) a alta tensão de tração, que é seguida por um regime de compressão não esperado. Esse comportamento compressivo é observado entre 0,5 e 1,5 MC independentemente da espessura final do filme. A tensão se inverte novamente em tração que permanece durante todo o processo alcançando um valor médio de +2,1 GPa. A variação da tensão ($\Delta\tau$) é atribuída a integral da tensão do filme (τ_F) em camadas epitaxiais, ou seja, $\Delta\tau = \Delta(\tau_F t_F)$. Portanto, a inclinação da curva indica a tensão do filme. Comparando a tensão induzida no filme com o valor calculado pelo *misfit* o valor obtido pelos experimentos tem magnitudes maiores. Podemos concluir que outros fatores influenciam o filme para ter esse aumento na magnitude da tensão, bem como para essa mudança de sentido da curva da tensão induzida. Como a medida de tensão é sensível a qualquer alteração durante a deposição é importante considerar tais efeitos como mudança no modo de crescimento, eventuais distorções ou interdifusão entre os materiais [1, 8, 30, 59].

Com a técnica de curvatura do substrato é importante ter certeza que o filme não é influenciado pelo curvamento do cristal. Em outras palavras, o substrato não pode encurvar o suficiente para diminuir a tensão do filme. Para isso Ibach [1] reportou a variação da deformação que ocorre na superfície do cristal, comparado com a deformação na linha central do substrato. Considerando uma folha de metal com espessura t , como sendo o substrato, a deformação medida nessa técnica é no centro da folha, chamada aqui de plano neutro, como pode ser

visto na Figura 4.11. Na superfície do substrato a deformação varia com relação ao valor no plano neutro. A deformação na superfície vamos chamar de ε como representado na figura pela linha pontilhada no sentido vertical da folha e as flechas mostram a direção que varia a deformação. Aqui consideramos apenas o substrato porque a espessura do filme pode ser desprezível quando comparado com a espessura do substrato. O valor R da figura representa a curvatura do substrato. Temos que verificar se a variação da deformação na superfície é grande o suficiente para alterar a tensão do filme. Para isso usamos a Equação 4.3, que relaciona a deformação na superfície com a curvatura que o cristal sofre. A deformação superficial (ε) será da ordem de 1×10^{-6} , se considerarmos a curvatura do cristal durante a deposição de 10 MC de Fe, que experimentalmente teve a variação total da tensão de 3 N/m. Essa tensão é encontrada devido a uma curvatura no cristal de 40 Km.

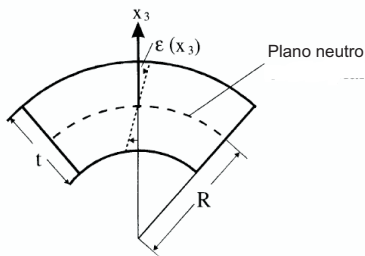


Figura 4.11: Esquema, exagerado, tirado da ref.[1], que mostra a variação da deformação nas extremidades do cristal.

$$\varepsilon = \frac{R + \frac{t}{2}}{R}. \quad (4.3)$$

O valor encontrado para a deformação na superfície do substrato é negligenciável comparado com a curvatura do cristal, garantindo que o filme não sofre nenhuma interferência devido ao encurvamento do substrato.

Nesta técnica também é importante analisar qualquer mudança brusca na tensão para ver se o filme sofreu algum tipo de quebra ou rachaduras durante a deposição, como já foi reportado na literatura em filmes de Fe sobre W(110) [8]. As distorções ou a rachadura do filme, podem ser identificadas com métodos de imagens como LEED e/ou STM que mostram a qualidade do filme depositado. Para o estudo

mais detalhado deste efeito no sistema Fe/Ag (100) foram apresentados na Figura 4.12 a) imagens de LEED com o padrão de difração para 1, 2, 3 MC. Como pode ser visto as imagens não apresentam pontos adicionais ou esticados que indicariam distorção do filme. A imagem de STM da figura b) é uma imagem de (80×80) de área para 2 MC de Fe sobre Ag adquiridas da referência [2], que confirmam a inexistência de rachaduras que poderiam surgir no momento da inversão da tensão do filme.

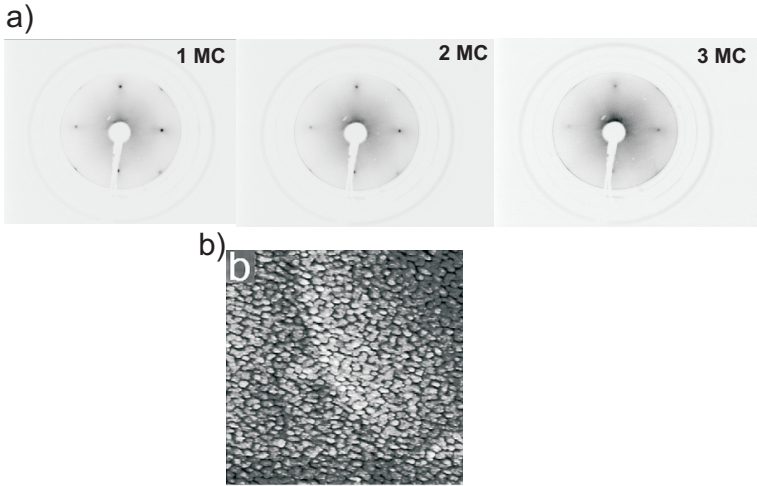


Figura 4.12: Imagens de Fe/Ag (100) depositados a 300 K a) de LEED e b) de STM extraída da ref[2].

Concluimos a partir desses resultados de LEED e da imagem tirada da referência citada, que a compressão da tensão não é resultado de rachaduras ou ruptura do filme.

Para a investigação da mudança no modo de crescimento alguns trabalhos atribuem à velocidade de deposição um dos aspectos importantes que possibilitam a mudança no modo de crescimento [60]. Quando a deposição se dá com 0.2 nm/min o modo de crescimento encontrado para o Fe em Ag é do tipo Stranski-Krastanov [2, 15], já o modo encontrado para filmes depositados mais lentamente foi o de camada por camada [54], quando por exemplo a deposição é com 0.02 nm/min. As medidas de curvatura feitas com diferentes velocidades de deposição apresentaram comportamento de tensão idêntico como já foi visto na subseção de resultados. Esse resultado indica que a mudança de modo

de crescimento não pode ser confirmados, uma vez que a tensão do filme não mudou. Com isso é válido afirmar que a tensão de compressão que ocorre inesperadamente no início da deposição não é atribuída à mudanças do modo de crescimento.

As curvas de tensão para diferentes temperaturas de deposição mostram mudanças de comportamento, como apresentam os resultados dependentes da temperatura. O filme a 150 K não apresentou tensão de compressão e seguiu uma tendência em acompanhar a curva estimada pelo *misfit*. Essa tendência fica bem evidente em filmes mais espessos como mostrado na Figura 4.13; a curva de tensão para 30 MC de Fe a 150 K e a 300 K.

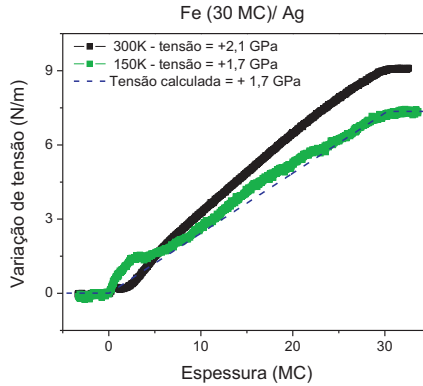


Figura 4.13: Tensão de 30 MC de Fe sobre Ag(100) depositados a 300 K em preto e a 150 K em verde.

É importante destacar que o modo de crescimento para 300 e 150 K é o mesmo, como foi comprovado em trabalhos anteriores. Dézsi et al. [2] mostraram através de imagens de STM e algumas evidências encontradas em espectroscopia de Mössbauer que o modo de crescimento do Fe em Ag a 300 K pode ser caracterizado como do tipo Stranski-Krastanov (SK), já com técnicas de espalhamento, Canepa et al. [15] sugeriu que também a 135 K o modo de crescimento do Fe na Ag é SK. Então, embora o modo de crescimento nas temperaturas 150 a 300 K não mudou, a tensão do filme durante a deposição foi modificada em função da temperatura de crescimento. O sistema Fe/ Ag (100) é um sistema muito estudado pela formação peculiar na interface dos mate-

riais. Estudos mostram a ocorrência de interdifusão ou segregação dos metais durante a deposição. Essa interdifusão está diretamente ligada com a temperatura do sistema. [13, 14, 16–20]

As análises dos espectros de Auger ajudam no estudo da segregação dos materiais. As amostras indicam que em baixas temperaturas de deposição ocorre maior cobertura da prata pelo ferro, a razão entre os picos de intensidade de prata e ferro aumentam com o aumento da temperatura, indicando que acontece maior interdifusão durante a deposição a 300 K quando comparado com os filmes depositados a 150 K. Sabendo que o AES é uma técnica de superfície, quando feitos os espectros para filmes mais espessos espera-se que o pico da Ag desapareça por completo, porém quando olhamos os espectros para 30 MC, nota-se que o pico da prata permanece visível para filmes depositados a 300 K, como pode ser visto na Figura 4.14.

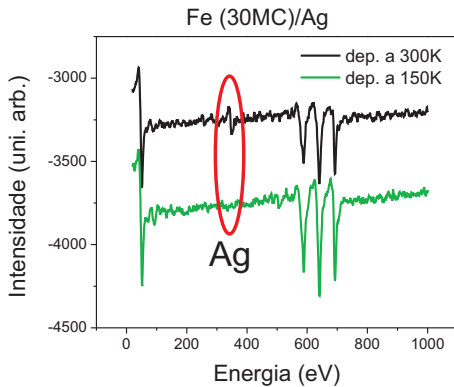


Figura 4.14: Espectro Auger de 30 MC de Fe sobre Ag(100) depositados a 300 K em preto e a 150 K em verde. A posição do pico que representa a prata na superfície está destacado em vermelho.

É intrigante a presença do pico de Ag em amostras com 30 MC de Fe depositadas a 300 K, o qual não é observado para filmes depositados a 150 K. Alguns estudos [3, 21, 22] mostram, com argumentos teóricos, a possibilidade de segregação dos elementos. Considerando por simplicidade apenas as energias livres de superfície calculadas por Nilekar e co-autores [3] através de LDA (*local spin density approximation*) a energia livre de superfície do Fe (100) (1,82 eV/átomo) e da Ag (100)

(0,83 eV/átomo), com isso para minimizar a energia do sistema a Ag prefere ficar na superfície, ou seja, a prata tem menor energia superficial que o Fe. Considerando, agora, os cálculos da energia de segregação de superfície, mostrada na figura 4.15, que é resultado da diferença entre a energia de quando a impureza (o material depositado) está na superfície e a energia de quando a impureza está dentro do volume do substrato. A matriz retirada da referência [3] mostra um padrão de cores para as energias de segregação em que as colunas são os materiais a serem depositados (*solute*) e as linhas são os substratos (*host*). As energias de segregação positivas são caracterizadas com a cor vermelha, as azuis representam as energias de segregação negativas, e a cor branca significa sem segregação.

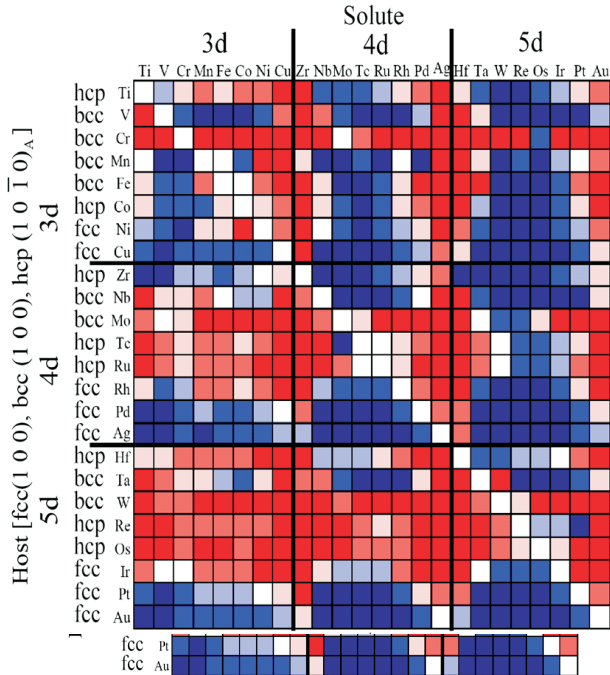


Figura 4.15: Matriz do cálculo da energia de segregação retirada da ref [3].

Para Fe sobre a Ag a energia de segregação é negativa, isso significa que as impurezas de Fe têm preferência a entrar no volume de Ag, para minimizar a energia do sistema. Como esses cálculos são para um sistema com apenas uma monocamada, para um filme mais espesso es-

ses resultados são inconclusivos. Para se ter uma idéia de como ocorre a interdifusão para filmes mais espessos foram removidas as camadas mais próximas da superfícies e foi analisado a composição química novamente com Auger. Em um filme de 30 MC depositado a 300 K foram removidas poucas camadas superficiais com um curto *sputtering* de 3 minutos e posterior a esse procedimento o espectro de elétrons Auger dessa amostra foi analisado. O resultado comparativo de antes e após a remoção das camadas superiores é mostrado na Figura 4.16.

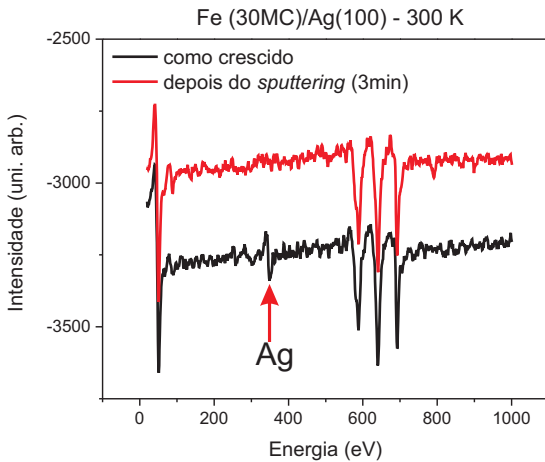


Figura 4.16: Espectro de Auger para o filme de 30 MC crescido à 300 K, em preto é a medida imediatamente após o crescimento e em vermelho a medida depois de um curto *sputtering*.

Pode ser visto com destaque na figura o pico de prata que aparece para o filme como crescido a 300 K que desaparece ao remover as camadas superiores do filme. Isso sugere que o sinal que é observado no espectro se refere a átomos situados na superfície do filme. Com isso podemos afirmar que alguns átomos de Ag se deslocam para a superfície do sistema, ou seja, há a segregação de átomos de Ag sobre o filme de Fe quando a energia térmica é suficiente. É importante ressaltar que os mecanismos dinâmicos na interface ainda precisam ser estudados, mas que tendo uma temperatura adequada no sistema alguns átomos de Ag conseguem chegar à superfície do filme para minimizar a energia total do sistema.

Com isso podemos concluir que o comportamento de inversão da tensão e a alta média de tensão para os filmes crescidos a 300 K ocorre

pela interdifusão que acontece ao se depositar o Fe sobre Ag e a presença de Ag na superfície do filme.

As medidas de LEED indicam que o Fe cresce comensuravelmente sobre a Ag com estrutura (1×1) , que relaciona a razão da célula unitária do filme com relação a do substrato, já previsto na literatura [20, 44, 61, 62]. O mapeamento [17] no ponto $[1,0]$ feito para os filmes depositados a 300 K para cada camada durante a deposição mostra a perda de sinal dos pontos de difração entre 3 e 7 MC. Essa perda da intensidade e da visibilidade dos pontos é o resultado da perda da ordem epitaxial que ocorre nesse período, isso pode estar ligado à superposição das redes cristalinas ou da obstrução devido a interdifusão que ocorre nesta temperatura. Essa última hipótese é sustentada pelo fato de os filmes depositados a baixas temperaturas não apresentarem esse comportamento. Os filmes a 225 e 150 K não apresentaram perda do padrão cristalográfico, apenas mostraram a diminuição da intensidade dos pontos com o aumento da luminosidade do plano de fundo.

Com as medidas de LEED-I(V) temos acesso à distância perpendicular à superfície que pode ser relacionada com a deformação perpendicular (ϵ_{\perp}) . De acordo com a teoria de elasticidade em meios contínuos, a deformação (ϵ_{\perp}) que ocorre perpendicularmente à superfície do filme pode ser calculada à partir da deformação $(\epsilon_{//})$ que ocorre no plano do filme com a equação abaixo, conforme comentado no capítulo 2,

$$\epsilon_{\perp} = \frac{-2\nu}{1-\nu}\epsilon_{//} \quad \text{ou} \quad \epsilon_{\perp} = \epsilon_{33} = \frac{-2c_{12}}{c_{11}}\eta, \quad (4.4)$$

onde c_{12} e c_{11} são as constantes elásticas do Fe e valem 230 e 134 GPa [4], respectivamente. O valor obtido para ϵ_{\perp} é $-0,9\%$ o que indica que o espaçamento vertical se alonga na direção perpendicular em 1,42 Å. Esse valor é muito próximo da distância intercamadas do volume bcc de Fe (1,43 Å), sendo então difícil de ser detectado por medidas de LEED devido ao erro experimental. Das medidas quantitativas de LEED é interessante notar que as espessuras intermediárias entre 1 e 10 MC não apresentam distâncias comparáveis nem com o sólido de Ag nem ao sólido de Fe o que dificulta a utilização desses resultados. Essa discrepância nos valores intermediários pode ser causada pela interdifusão/segregação que ocorre entre a Ag e o Fe.

4.2 Anisotropia magnética de filmes de Fe

4.2.1 Medidas de efeito Kerr magneto-óptico

A anisotropia magnética dos filmes foram analisadas através de medidas do efeito magneto-óptico Kerr (MOKE) nas três configurações possíveis, longitudinal, transversal e polar. Os modos transversal e longitudinal são sensíveis ao comportamento magnético no plano da amostra, já o MOKE polar mostra a resposta magnética quando o campo magnético externo é perpendicular ao plano da amostra. Analisando os três modos de operação para MOKE a anisotropia magnética do filme bem como as direções dos eixos de fácil magnetização podem ser determinadas. Para ferro volumétrico bcc a magnetização é no plano com o eixo fácil na direção [100] [63], para filmes de Fe a anisotropia varia conforme a espessura, já documentado por Sommers e co-autores [64]. Outros parâmetros também são muito importantes para a determinação da magnetização dos filmes, como a temperatura de deposição, a velocidade de crescimento dos filmes entre outros. [17, 45, 65]

Filmes de ferro mais espessos que 10 camadas atômicas apresentaram curvas de histerese apenas nos modos longitudinal e transversal, ou seja, os filmes têm magnetização no plano da amostra. A Figura 4.17 mostra as curvas de histerese do filme de 10 monocamadas depositados a 300 K, bem como o desenho esquemático de como é aplicado o campo magnético externo. Como pode ser visto na figura, o MOKE longitudinal mostra campo remanente e a forma retangular da curva ligeiramente inclinada, já para MOKE transversal, onde o campo magnético é aplicado na direção [100], a curva tem a forma retangular mais acentuada com o campo remanente maior. Podemos observar também os campos coercivos das duas curvas apresentadas, em que o campo é maior na direção longitudinal do que para a curva de MOKE transversal. É interessante observar que devido a espessura fina dos filmes a saturação da magnetização é alcançada rapidamente, por volta de 10 mT, e que a saturação não é constante tendo uma leve inclinação; isso pode ser atribuído a não homogeneidade dos filmes. Os filmes com mesma espessura crescidos a diferentes temperaturas de deposição apresentaram comportamento semelhante de magnetização. No modo MOKE polar não foram observados curvas de histerese, sendo o filme não magnetizado perpendicular ao plano da amostra, para tais espessuras e temperaturas de deposição.

Para filmes mais finos que 10 MC foram feitas medidas dependendo da temperatura, pois para tais filmes ocorre a reorientação dos spins

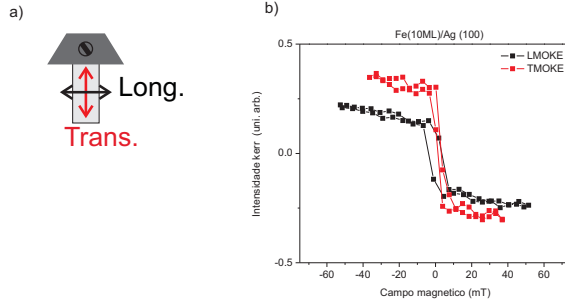


Figura 4.17: a) um esquema das direções do campo magnético aplicado no cristal para as medidas de MOKE b) curvas de histerese de Fe 10MC crescido a 300K MOKE longitudinal e transversal em preto e vermelho, respectivamente.

influenciados pela temperatura [64]. Os filmes depositados a 300 K apresentaram magnetização no plano a partir de 5 MC, sendo abaixo de 3 MC paramagnéticos a tal temperatura. Resfriando-se a amostra para temperaturas abaixo da temperatura de Curie para 3 MC a magnetização do filme é fora do plano do filme. Os filmes de 5 MC apresentam um comportamento interessante o qual depende da temperatura, como pode ser visto na Figura 4.18.

Para o filme depositado a 150 K a magnetização depende totalmente da temperatura. Medindo a magnetização como é crescido, à 150 K, a magnetização é fora do plano. Após o tempo adequado em que a amostra retorne a temperatura ambiente, 300 K, o filme apresenta a magnetização no plano da amostra com componente fora do plano. Essa inversão na magnetização é um processo reversível como pode ser visto pela curva de magnetização de quando a mesma amostra é novamente resfriada a 150 K, onde a magnetização se reverte novamente a ser totalmente fora do plano. A Figura 4.18 mostra os três modos de operação, polar (preto), longitudinal (vermelho) e transversal (verde), para cada um dessas etapas descritas acima, mostrando a dependência da magnetização com a temperatura.

4.2.2 Magnetização dependente da temperatura

As curvas de histerese mostradas para 10 monocamadas de ferro

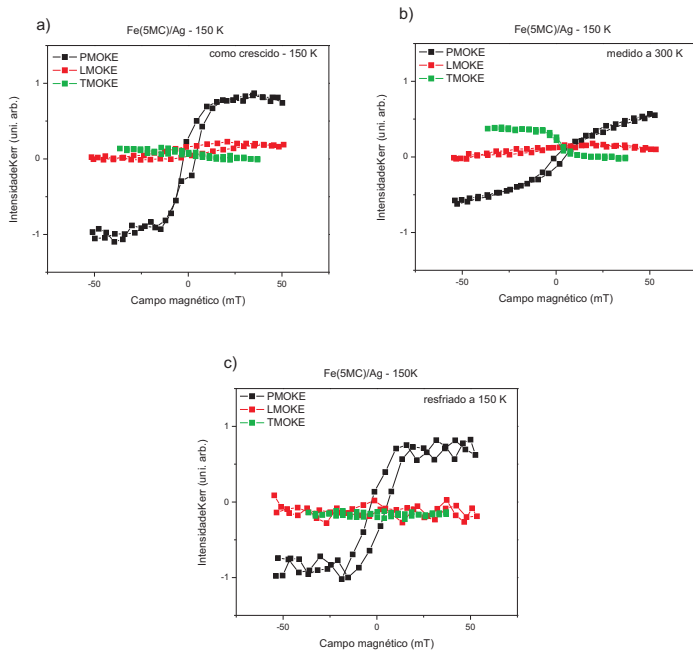


Figura 4.18: Representação das curvas de histerese para filmes de 5 MC depositados a 150 K a) como depositado, b) a 300 K e c) a 150 K novamente.

confirmam que o eixo fácil de magnetização do ferro está na direção [100] no plano do filme, assim como para filmes mais espessos, como já foi observado em trabalhos anteriores. O campo coercivo muito pequeno mostra que esse material é um ferromagneto mole, ou seja, precisa de pouca intensidade de campo magnético externo para saturar a magnetização dentro do filme.

O comportamento peculiar que pode ser discutido aqui são os resultados para 5 MC. A reorientação da direção do eixo fácil de magnetização de fora do plano para dentro do plano da amostra é chamada de transição de reorientação de spin, *spin reorientation transition (SRT)*. Para Fe em Ag (100) depositado a 300 K é observado que o filme apresenta magnetização perpendicular ao plano da amostra em espessuras ≤ 3 MC, levando em consideração a temperatura de Curie do filme. É apresentado na literatura que a temperatura de Curie para filmes à partir de 5 MC de Fe/Ag(100) é 1000 ± 100 °C, semelhante ao valor do material volumétrico; para filmes mais finos o valor da temperatura de Curie cai para temperaturas menores que 100 K [66]. A reorientação da magnetização de perpendicular para no plano da superfície do filme acontece entre 4 – 6 MC[44, 64, 65, 67]. Para temperaturas de deposição abaixo de 300 K a reorientação retarda [19, 45, 68]. Isso ocorre porque em filmes finos em baixas temperaturas a contribuição da anisotropia magnetocristalina, que favorece a magnetização perpendicular ao plano da amostra, se sobrepõe à desmagnetização e alinha a magnetização da amostra perpendicular a superfície da amostra. Nossos resultados estão de acordo com os resultados encontrados na literatura [17, 45, 64, 65, 69]. Os resultados apresentados no presente trabalho também constataram que o SRT é reversível para o filme de 5 MC, o qual apresentou o eixo de fácil magnetização perpendicular ao plano do filme quando submetido a temperatura de 150 K, porém a 300 K o filme apresentou componentes de magnetização tanto perpendicular como no plano da superfície do filme, sendo este revertido ao retornar a temperaturas baixas. As espessuras exatas de SRT ainda não podem ser definidas pois muitos outros fatores contribuem para tal efeito, tal como a interdifusão e a morfologia do filme.

4.3 Propriedade magnetoelástica do Fe

4.3.1 Medida de curvatura induzida pelo acoplamento magnetoelástico

O acoplamento magnetoelástico para filmes finos difere da magnetostricção do material volumétrico (2.3). A fim de encontrar o acoplamento magnetoelástico dos filmes de Fe sobre Ag para cada espessura, foram feitas medidas de curvatura do cristal que mostram a variação da tensão magnetoelástica dos filmes no processo de magnetização. Com a variação da curvatura é possível descobrir os coeficientes magnetoelásticos, que determinam diretamente o acoplamento magnetoelástico dos filmes. Os coeficientes magnetoelásticos foram encontrados para diferentes espessuras de filme e para filmes crescidos em diferentes temperaturas, a fim de analisar a influência da interdifusão no acoplamento magnetoelástico dos filmes. A Figura 4.19 mostra a variação da tensão magnetoelástica de 10 MC de Fe depositados a 300 K. Para encontrar o B_1 , o campo magnético externo varia desde a posição paralela ao plano [100] para a posição paralela ao plano [010]. A curva em preto é a medida de tensão em função do tempo durante a magnetização ao longo do eixo y, variando nos sentidos para cima e para baixo, e mudando-se a direção para ao longo do eixo x, variando também o sentido para a esquerda e para a direita. A curva em azul é a resposta do MOKE, o qual assegura a saturação da magnetização no filme durante a medida.

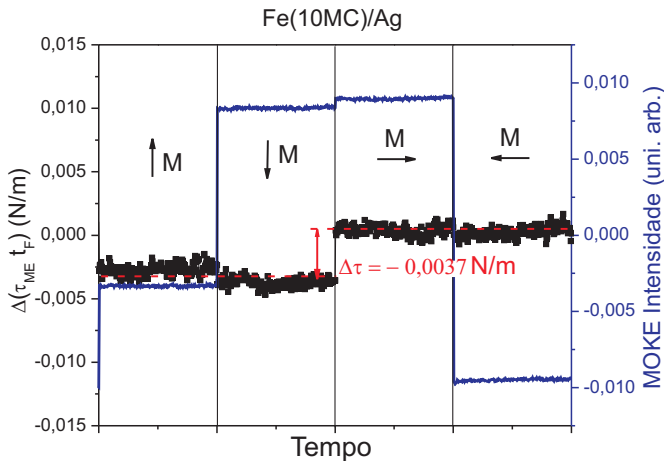


Figura 4.19: Curva da tensão magnetoelástico de 10 MC de Fe depositados a 300 K.

A variação total da tensão ME, indicada na figura, é de $\Delta\tau = -0.0037\text{N/m}$, a qual dividida pela espessura total do filme encontra-se o valor do coeficiente correspondente. Para 10 MC o coeficiente

tem valor de $B_1 = -2,5 \text{ MJ/m}^3$. O coeficiente encontrado tem valor absoluto menor que o valor para o material volumétrico de Fe ($B_1 = -3,4 \text{ MJ/m}^3$). A influência da interdifusão no acoplamento magnetoelástico foi analisado ao comparar filmes de mesma espessura crescidos em temperaturas diferentes. A Figura 4.20 mostra as medidas de tensão para o coeficiente B_1 para filmes crescidos em 300 e 150 K.

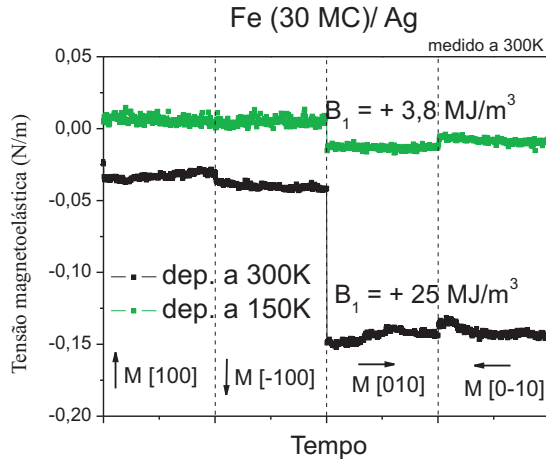


Figura 4.20: Tensão magnetoelástica de 30 MC de Fe depositados a 300 K, em preto, e a 150 K, em verde.

A Figura 4.20, mostra o acoplamento magnetoelástico de dois filmes de 30 MC. Como pode ser visto, o acoplamento magnetoelástico tem sinal positivo e a magnitude dos dois filmes é diferente. Os filmes depositados a 150 K apresentam o valor absoluto para o coeficiente ME menor do que o filme depositado a 300 K. A diferença de sinal entre filmes de diferentes espessuras é discutido na subseção seguinte, bem como a influência da interdifusão para tais coeficientes.

4.3.2 Dependência com a temperatura e consequência da interdifusão

Como visto na seção 2.3 o coeficiente magnetoelástico medido B_{eff} depende da deformação devido ao crescimento epitaxial do filme. Como discutido na referência [70] a deformação do crescimento epitaxial também depende da espessura do filme, com isso a comparação do coe-

ficiente ME para cada espessura é apresentada na Figura 4.21, onde mostra nos os resultados dos coeficientes em função da deformação (ε) obtidos do crescimento dos filmes.

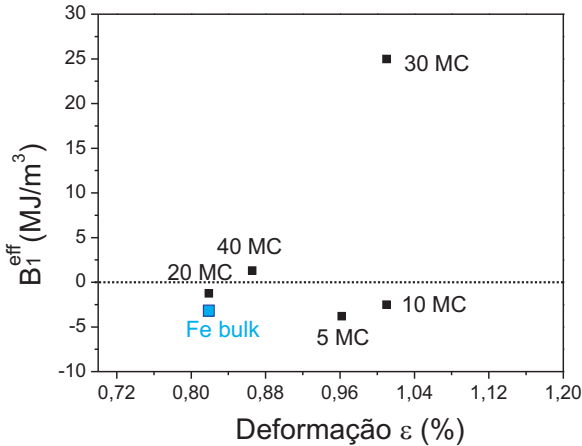


Figura 4.21: O coeficiente de acoplamento magnetoelástico B_1 em função da deformação no plano (ε) dos filmes para diferentes espessuras de Fe depositados a 300 K.

Como é possível perceber através do gráfico, o coeficiente não tem clara relação com a deformação, ou seja, não tem a dependência linear com ε como descrito anteriormente (capítulo 2), bem como com a espessura dos filmes. A figura também mostra que houve uma inversão no sentido da tensão, em que depois de 20 MC o valor se torna positivo, indo em contraste com sinal do material volumétrico de Fe. Esse tipo de inversão já foi observado antes em sistemas tais como Fe/W (100), Ni/Ir (100), Co/W (100), entre outros [8, 23, 30, 31, 37].

Outra observação é a magnitude gigante do coeficiente para 30 MC que volta a ter valores menores como é visto para filmes de 40 MC. Essa estranha variação na magnitude e também no sinal dos coeficientes indicam que o sistema sofre influência de outras naturezas.

Com esse resultado se pode considerar a contribuição não apenas da deformação no plano do filme como da interdifusão presente neste sistema. Os resultados dependentes da temperatura de deposição mostram que apesar de não modificar o sinal do B_1 a interdifusão claramente aumenta a magnitude da tensão magnetoelástica.

Estudos recentes mostram que algumas ligas de Fe têm a magne-

tostricção gigante, tais como FeGa, FeGe, FeAl [71–75]. O aumento do coeficiente de magnetostricção, nesses casos, é devido a mudança na rigidez do filme de Fe; isso ocorre pelo reposicionamento dos átomos na presença de impurezas na rede de Fe, como é explicado teoricamente em alguns trabalhos [71, 75]. Uma grande magnetostricção também pode ser encontrada em ligas com metais pesados, como com Tb e Sm, os quais têm um forte acoplamento spin-órbita [76].

Considerações sobre a formação de liga de Fe e Ag foram feitas para explicar a origem desse acoplamento magnetoelástico gigante, porém é difícil a comprovação sabendo que os elementos são imiscíveis [2, 77]. A presença de átomos de Ag segregados na superfície do filme pode ser um importante guia para encontrar a explicação física dessa grande magnitude para 30 MC.

Contudo, esta é a primeira vez que se observa a influência direta da interdifusão no acoplamento magnetoelástico de um material. As conclusões que podemos tirar é que o sistema Fe/Ag(100) fica longe da simplicidade. A consideração da interdifusão é um grande passo para o entendimento do comportamento magnetoelástico do filme, bem como sua dependência com a deformação do filme.

Capítulo 5

Conclusões

Neste trabalho, filmes finos de Fe foram crescidos epitaxialmente sobre Ag (100), com a subsequente caracterização estrutural e magnética dessas monocamadas. O crescimento dos filmes foi investigado através de medidas de curvatura, o qual pode determinar a tensão do filme durante a deposição. Depois de crescidos, os filmes foram caracterizados com medidas de MOKE, LEED, espectroscopia Auger e tensão magnetoelástica. Os resultados experimentais mostraram a variação de tensão com relação à tensão esperada devido ao descasamento das redes cristalinas. A tensão do filme de Fe durante o crescimento apresenta um regime em que ocorre tensão de compressão, entre 0,5 e 1,5 ML, esse comportamento não é previsto pela curva calculada, bem como um alto valor médio de tensão foi obtido para todas as espessuras estudadas.

Esse comportamento de tensão foi encontrado também para filmes com diferentes velocidades de deposição, o que mostra a invariância no modo de crescimento. A variação no comportamento da tensão dos filmes foi encontrada ao se variar a temperatura de deposição. As modificações na temperatura de deposição levantam dúvidas sobre o modo de crescimento dos filmes, porém trabalhos anteriores [2, 15] mostram que nesse regime de temperaturas o crescimento epitaxial é o mesmo, do tipo Stranski-Krastanov. Os experimentos feitos para este trabalho mostraram que filmes depositados em baixas temperaturas apresentaram um comportamento monotônico de tensão e maior cobertura superficial de Fe sobre a Ag, como mostram os cálculos da razão das intensidades nos espectros de Auger. As medidas de tensão combinadas com os espectros Auger em diferentes temperaturas indicam que o Fe sobre a Ag sofre um processo de interdifusão com o surgimento de uma

camada de Ag na superfície do filme.

As imagens de LEED não apresentaram resultados significativos com relação a interdifusão que ocorre preferencialmente em altas temperaturas de deposição. As medidas quantitativas de LEED, que mostram as distâncias verticais dos filmes apresentaram um regime intermediário entre 1 MC à 10 MC em filmes a 300 K, em que os valores migram da Ag para os valores do Fe volumétrico.

Nas medidas magnéticas feitas com MOKE, o comportamento magnético foi o esperado para os filmes de Fe (100). Os filmes até 3 MC têm a magnetização na direção perpendicular ao plano da amostra para temperaturas abaixo da temperatura de Curie, sendo este paramagnético à temperatura ambiente. A magnetização sofre inversão de fora do plano para dentro do plano da amostra para filmes entre 4 a 7 monocamadas dependentes da temperatura. Com 7 MC ou mais, os filmes têm a magnetização totalmente no plano da amostra, independentemente da temperatura, com o eixo fácil paralelo à direção [100] do eixo cristalográfico. Devido aos altos valores da tensão do filme e da falta de linearidade do tensão/deformação as medidas de acoplamento magnetoelástico apresentaram resultados peculiares, principalmente em filmes mais espessos, como 30 MC, em que foi mostrada a mudança no sentido do acoplamento magnetoelástico e um grande aumento em sua magnitude. Os valores obtidos experimentalmente para os coeficientes ME não apresentaram nenhuma relação linear com a deformação no plano dos filmes mostrando a alta complexidade dos filmes. Alguns estudos com ligas de Fe apresentam um acoplamento ME gigante, com coeficientes muito maiores que para o Fe puro. As ligas de Fe com terras raras são famosas por apresentarem esse comportamento devido ao forte acoplamento spin-órbita, já os elementos menores como Ga, Ge ou Al têm o acoplamento ME modificado devido a contribuição elástica, ou seja, a mudança na rigidez do material [71–76]. A relação da deformação e B_1 do filme de Fe/Ag (100), bem como a tendência dos valores do coeficiente com a espessura não podem ser predeterminadas, são necessários estudos mais aprofundados sobre a interdifusão e segregação que ocorre durante a deposição dos filmes, para assim, conseguir resultados mais sólidos sobre o ME. Porém, é importante salientar que a influência da segregação sobre o efeito de acoplamento magnetoelástico é inédito, sendo esse um interessante tópico para investigações futuras. O sistema simples Fe/Ag (001), como foi dito, está longe da simplicidade. Com estudos desde 1982 [61] ainda hoje existem pontos obscuros que podem ser a chave para esses comportamentos particulares. Um sistema tão primordial que ainda consegue abrir caminhos para muita

pesquisa fundamental e de aplicação.

Referências Bibliográficas

- 1 IBACH, H. The role of surface stress in reconstruction, epitaxial growth and stabilization of mesoscopic structures. *Surface Science Reports*, v. 29, n. 56, p. 195–263, 1997. ISSN 0167-5729.
- 2 BEZSI, I. et al. Ultrathin Fe layers on Ag (100) surface. *Surface Science*, v. 601, n. 12, p. 2525–2531, jun. 2007. ISSN 0039-6028.
- 3 NILEKAR, A. U.; RUBAN, A. V.; MAVRIKAKIS, M. Surface segregation energies in low-index open surfaces of bimetallic transition metal alloys. *Surface Science*, v. 603, n. 1, p. 91–96, jan. 2009. ISSN 0039-6028.
- 4 TIAN, Z. *Magnetoelastic Coupling in Ferromagnetic Films and Surface Stress Studies on Ir(100)*. Tese (Doutorado) — Martin-Luther-Universitt Halle-Wittenberg, 2007.
- 5 DHAKA, A. *Stress and magnetic properties of epitaxial ferromagnetic layers and ferromagnetic-transition metal oxide bilayers*. Tese (Doutorado) — Martin-Luther-Universitt Halle-Wittenberg, 2011.
- 6 SKOMSKI Y. LIU, J. E. S. G. C. H. R.; SELLMYER, D. J. Permanent magnetism of dense-packed nanostructures. *JOURNAL OF APPLIED PHYSICS*, v. 107, p. 09A739, 2010.
- 7 HEO, Y. et al. Magnetism in Fe-implanted ZnO. *JOURNAL OF SEMICONDUCTOR TECHNOLOGY AND SCIENCE*, v. 4, p. 312, 2004.
- 8 SANDER, D. The correlation between mechanical stress and magnetic anisotropy in ultrathin films. *Reports on Progress in Physics*, v. 62, n. 5, p. 809, 1999.

- 9 ZARESTKY, J. L. et al. Spin-wave dispersion in magnetostrictive Fe-Ga alloys: Inelastic neutron scattering measurements. *Phys. Rev. B*, American Physical Society, v. 75, p. 052406, Feb 2007.
- 10 SANYAL, B. et al. Forcing Ferromagnetic Coupling Between Rare-Earth-Metal and 3d Ferromagnetic Films. *Phys. Rev. Lett.*, American Physical Society, v. 104, p. 156402, Apr 2010.
- 11 XING, D. W. Q.; LOGRASSO, T. A. Magnetoelasticity of Fe/Si single crystals. *JOURNAL OF APPLIED PHYSICS*, v. 107, p. 09A911, 2010.
- 12 TURTELLI, R. S. et al. Low magnetostriction in Fe 100-x Mn x (x = 45, 48, 50, 52, 55) alloys. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, v. 60, n. 1, p. 012006, 2014.
- 13 SALVIETTI, M. et al. Surface magnetism of Fe on Ag(100): a He-spin polarized study. *Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena*, v. 76, n. 0, p. 677–681, dez. 1995. ISSN 0368-2048.
- 14 CANEPA, M. et al. Interdiffusion and segregation in the growth of thin Fe films on Ag(100): an ARUPS-MDS study. *Journal of Electron Spectroscopy and Related Phenomena*, v. 76, n. 0, p. 471–476, dez. 1995. ISSN 0368-2048.
- 15 CANEPA, M. et al. Initial growth morphology in a heteroepitaxial system at low temperature: Fe on Ag(100). *Phys. Rev. B*, American Physical Society, v. 56, n. 7, p. 4233–4242, ago. 1997.
- 16 CANEPA, M. et al. Temperature effects on morphology and composition of ultrathin heteroepitaxial films: Fe on Ag(100). *Surface Science*, v. 429, n. 13, p. 34–45, jun. 1999. ISSN 0039-6028.
- 17 HICKEN, R. J. et al. Magnetic anisotropy in ultrathin epitaxial Fe/Ag(100) films with overlayers. *Phys. Rev. B*, American Physical Society, v. 55, n. 9, p. 5898–5907, mar. 1997.
- 18 BURGLER, D. E. et al. Optimized epitaxial growth of Fe on Ag(001). *Phys. Rev. B*, American Physical Society, v. 56, p. 4149–4158, Aug 1997.
- 19 HAHLIN, A. et al. Structure and magnetism of ultrathin epitaxial Fe on Ag(100). *Phys. Rev. B*, American Physical Society, v. 73, p. 134423, Apr 2006.

- 20 ROSSI, S. D.; CICCACCI, F. Interdiffusion at the FeAg(100) interface studied by spin-resolved IPES. *Surface Science*, v. 307309, Part A, n. 0, p. 496–500, abr. 1994. ISSN 0039-6028.
- 21 CHRISTENSEN, A. et al. Phase diagrams for surface alloys. *Phys. Rev. B*, American Physical Society, v. 56, n. 10, p. 5822–5834, set. 1997.
- 22 RUBAN, A. V.; SKRIVER, H. L.; NØRSKOV, J. K. Surface segregation energies in transition-metal alloys. *Phys. Rev. B*, American Physical Society, v. 59, n. 24, p. 15990–16000, jun. 1999.
- 23 GUTJAHR-LOESER D. SANDER, J. K. T. Magnetoelastic Coupling in Ni and Fe monolayers on Cu (001). *Journal of applied physics*, v. 87, p. 5920, 2000.
- 24 BRUNE, H.; KERN, K. Heteroepitaxial Metal Growth: the Effects of Strain. In: _____. [S.l.]: Elsevier Science, 1997. cap. 5, p. 149–206.
- 25 FRANK, F. C.; MERWE, J. H. van der. One-Dimensional Dislocations. II. Misfitting Monolayers and Oriented Overgrowth. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences*, v. 198, n. 1053, p. 216–225, 1949.
- 26 PRICE, G. L. Growth of high strained InGaAs on GaAs. *Appl. Phys. Lett.*, v. 53, p. 1288, 1988.
- 27 KITTEL, C. Physical Theory of Ferromagnetic Domains. *Rev. Mod. Phys.*, American Physical Society, v. 21, p. 541–583, Oct 1949.
- 28 WEDLER, G. et al. Stress dependence of the magnetoelastic coupling constants B1 and B2 of epitaxial Fe(001). *Phys. Rev. B*, American Physical Society, v. 60, p. R11313–R11316, Oct 1999.
- 29 WEDLER, G. et al. The magnetoelastic coupling constant B2 of epitaxial Fe(001) films. *Surface Science*, v. 454-456, n. 0, p. 896 – 899, 2000. ISSN 0039-6028.
- 30 TIAN, Z.; SANDER, D.; KIRSCHNER, J. Nonlinear magnetoelastic coupling of epitaxial layers of Fe, Co, and Ni on Ir(100). *Phys. Rev. B*, American Physical Society, v. 79, n. 2, p. 024432–, jan. 2009.

- 31 SANDER, D.; KIRSCHNER, J. Non-linear magnetoelastic coupling in monolayers: Experimental challenges and theoretical insights. *Phys. Status Solidi B*, WILEY-VCH Verlag, v. 248, n. 10, p. 2389–2397, 2011. ISSN 1521-3951.
- 32 SKOMSKI, R. Nanomagnetism. *Journal of Physics: Condensed Matter*, v. 15, n. 20, p. R841, 2003.
- 33 SANDER, D.; ENDERS, A.; KIRSCHNER, J. Magnetoelastic coupling and epitaxial misfit stress in ultrathin Fe(1 0 0)-films on W(1 0 0). *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, v. 198, p. 519, 1999.
- 34 SONG, O.; BALLENTINE, C. A.; OHANDLEY, R. C. Giant surface magnetostriction in polycrystalline Ni and NiFe films. *Applied Physics Letters*, v. 64, n. 19, p. 2593–2595, 1994.
- 35 SUN, S. W.; O'HANDLEY, R. C. Surface magnetoelastic coupling. *Phys. Rev. Lett.*, American Physical Society, v. 66, p. 2798–2801, May 1991.
- 36 KOCH, R. et al. Magnetoelastic coupling of Fe at high stress investigated by means of epitaxial Fe(001) films. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, v. 159, n. 12, p. L11–L16, jun. 1996. ISSN 0304-8853.
- 37 GUTJAHR-LOESER, T.; SANDER, D.; KIRSCHNER, J. Magnetoelastic coupling in Co thin films on W (001). *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, v. 220, p. L1–L7, 2000.
- 38 FAEHNLE, M. et al. Magnetoelasticity of Fe: Possible failure of ab initio electron theory with the local-spin-density approximation and with the generalized-gradient approximation. *Phys. Rev. B*, American Physical Society, v. 65, p. 144436, Apr 2002.
- 39 LACHEISSERIE, É. Du Tremolet de. *Magnetostriction: theory and applications of magnetoelasticity*. [S.l.]: CRC Press, 1993. ISBN 9780849369346.
- 40 SANDER, D.; KIRSCHNER, J. Cantilever stress measurements of ferromagnetic monolayers. *Applied Physics A*, Springer-Verlag, v. 87, n. 3, p. 419–425, 2007. ISSN 0947-8396.
- 41 STONEY, G. G. The Tension of Metallic Films Deposited by Electrolysis. *Proceedings of the Royal Society of London Series A*, v. 82, p. 172, 1909.

- 42 DAHMEN, K.; IBACH, H.; SANDER, D. A finite element analysis of the bending of crystalline plates due to anisotropic surface and film stress applied to magnetoelasticity. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, v. 231, n. 1, p. 74 – 84, 2001. ISSN 0304-8853.
- 43 PREMPER, J.; SANDER, D.; KIRSCHNER, J. A combined surfeca stress and magneto-optical Kerr effect measurement setup for temperatures down to 30K and in fields of up to 0.7T. *Rev. Sci. Instrum.*, American Institute of Physics, v. 83, p. 073904–1–073904–8, 2012.
- 44 MA, X.-D.; NAKAGAWA, T.; YOKOYAMA, T. Effect of surface chemisorption on the spin reorientation transition in magnetic ultrathin Fe film on Ag(001) . *Surface Science*, v. 600, n. 19, p. 4605 – 4612, 2006. ISSN 0039-6028.
- 45 HAHLIN, A. et al. Structure and magnetism on in situ ultrathin epitaxial films: XMCD and EXAFS on Fe/Ag(100). *Surface Science*, v. 532-535, p. 76–81, 2003.
- 46 ERTL, G.; KUPPERS, J. *interfacelectrons and surface chemistry*. [S.l.]: Weinheim VCH, 1985.
- 47 LÖTH, H. *Surfaces and interfaces of solid merials*. [S.l.]: Springer-Verlag, 1996.
- 48 CLARKE, L. J. *Surface crystallography: an introduction to low energy electron diffraction*. [S.l.]: Wiley, 1985.
- 49 KUPPERS, G. E. J. *Low energy electrons and surface chemistry*. [S.l.]: Weinheim, Germany, 1985.
- 50 SPANJAARD, D.; DESJONQUERES, M. C. *Concepts in Surface Physics*. [S.l.]: Springer-Verlag, 1996.
- 51 IBACH, H. *Physics of surface and interface*. [S.l.: s.n.], 2006.
- 52 ALI, M. *Growth and study of magnetostrictive FeSiBC thin films for dievice applications*. Tese (Doutorado) — University of Sheffield, 1999.
- 53 MARRE, K.; NEDDERMEYER, H. Growth of ordered thin films of NiO on Ag(100) and Au(111) . *Surface Science*, v. 287288, Part 2, n. 0, p. 995 – 999, 1993. ISSN 0039-6028. <ce:title>Proceedings of the 8th International Conference on Solid Surfaces</ce:title>.

- 54 BERDOT, T. et al. Influence of lattice relaxation on the electron-spin motion in ferromagnetic films: experiment and theory. p. 81000Z–81000Z–12, 2011.
- 55 MORONI, R. et al. Surfactant properties of oxygen in the homoepitaxial growth of Fe: a MDS study. *Surface Science*, v. 482485, Part 2, n. 0, p. 850–853, jun. 2001. ISSN 0039-6028.
- 56 PICK, S.; DREYSSÉ, H. Oxygen-driven magnetization reorientation in Fe(001) bilayer: A tight-binding study. *Phys. Rev. B*, American Physical Society, v. 63, n. 20, p. 205427–, maio 2001.
- 57 TERRENI, S. et al. Surfactant effect and dissolution of ultrathin Fe films on Ag(001). *Phys. Rev. B*, American Physical Society, v. 70, n. 11, p. 115420–, set. 2004.
- 58 BONANNO, P. et al. Surfactant properties of chemisorbed oxygen in Fe/Fe(001) homoepitaxy: a He diffraction study. *Surface Science*, v. 454456, n. 0, p. 697–701, maio 2000. ISSN 0039-6028.
- 59 SANDER, D.; TIAN, Z.; KIRSCHNER, J. The role of surface stress in structural transitions, epitaxial growth and magnetism on the nanoscale. *Journal of Physics: Condensed Matter*, v. 21, n. 13, p. 134015, 2009.
- 60 PALISAITIS, J.; VASILIAUSKAS, R. Epitaxial growth of thin films. In: *Physics of Advanced Materials Winter School*. [S.l.: s.n.], 2008.
- 61 SMITH, G.; PADMORE, H.; NORRIS, C. The growth of Fe overlayers on Ag(100). *Surface Science*, v. 119, n. 1, p. L287–L291, jul. 1982. ISSN 0039-6028.
- 62 LI, H. et al. Quantitative low-energy electron-diffraction study of the epitaxy of Fe on Ag001: Questions about the growth mode. *Phys. Rev. B*, American Physical Society, v. 42, n. 14, p. 9195–9198, nov. 1990.
- 63 O'HANDLEY, R. C. *Modern Magnetic Materials Principles and Applications*. [S.l.]: John Wiley & sons, 1999.
- 64 SOMMERS, C. et al. Multiple reorientation transition of the magnetization of free surfaces of Fe on Ag(100). *Phys. Rev. B*, American Physical Society, v. 58, p. 5539–5543, Sep 1998.

- 65 QIU, Z. Q.; PEARSON, J.; BADER, S. D. Asymmetry of the spin reorientation transition in ultrathin Fe films and wedges grown on Ag(100). *Phys. Rev. Lett.*, American Physical Society, v. 70, n. 7, p. 1006–1009, fev. 1993.
- 66 STAMPANONI, M. et al. Magnetism of Epitaxial bcc Iron on Ag(001) Observed by Spin-Polarized Photoemission. *Phys. Rev. Lett.*, American Physical Society, v. 59, p. 2483–2485, Nov 1987.
- 67 SCHALLER, D. M. et al. Spin reorientations induced by morphology changes in Fe/Ag(001). *Phys. Rev. B*, American Physical Society, v. 59, n. 22, p. 14516–14519, jun. 1999.
- 68 BERGER, A.; HOPSTER, H. Nonequilibrium Magnetization near the Reorientation Phase Transition of Fe/Ag(100) Films. *Phys. Rev. Lett.*, American Physical Society, v. 76, p. 519–522, Jan 1996.
- 69 TOURNERIE, N. et al. In-plane magnetic anisotropies in epitaxial Fe(001) thin films. *Phys. Rev. B*, American Physical Society, v. 78, p. 134401, Oct 2008.
- 70 SANDER, D. The magnetic anisotropy and spin reorientation of nanostructures and nanoscale films. *Journal of Physics: Condensed Matter*, v. 16, n. 20, p. R603, 2004.
- 71 ZHANG, Y.; WANG, H.; WU, R. First-principles determination of the rhombohedral magnetostriction of $Fe_{100x}Al_x$ and $Fe_{100x}Ga_x$ alloys. *Phys. Rev. B*, American Physical Society, v. 86, n. 22, p. 224410–, dez. 2012.
- 72 MUDIVARTHI, C. et al. A bidirectionally coupled magnetoelastic model and its validation using a Galfenol unimorph sensor. *Smart Materials and Structures*, v. 17, n. 3, p. 035005, 2008.
- 73 ZHANG, Y. N.; WU, R. Q. Large magnetostriction in Fe-based alloys predicted by density functional theory. *Phys. Rev. B*, American Physical Society, v. 82, n. 22, p. 224415–, dez. 2010.
- 74 TYER, R. et al. Systematic theoretical study of the spin and orbital magnetic moments of 4d and 5d interfaces with Fe films. *Phys. Rev. B*, American Physical Society, v. 67, p. 104409, Mar 2003.
- 75 PETCULESCU, G. et al. Magnetic field dependence of galfenol elastic properties. *Journal of Applied Physics*, v. 97, n. 10, p. –, 2005.

76 GALL, H. L. et al. Giant Magnetostriction of Exchange-Coupled (TbFe/Fe) ML with High Sensitivity after Heat Treatment. *IEEE TRANSACTIONS ON MAGNETICS*, v. 37, p. 2699, 2001.

77 SANTHI, K. et al. Structural and magnetic investigations on metastable AgFe nanophase alloy . *Journal of Alloys and Compounds*, v. 557, n. 0, p. 172 – 178, 2013. ISSN 0925-8388.