



RESUMEN DEL CONTENIDO DE TESIS DOCTORAL

1.- Título de la Tesis	
Español/Otro Idioma: Interacciones magnéticas en sistemas tierra – rara metal de transición y su estudio mediante técnicas de radiación sincrotrón	Inglés: Magnetic interactions in rare earth – transition metal systems and their study by synchrotron radiation techniques
2.- Autor	
Nombre: CRISTINA BLANCO ROLDAN	DNI/Pasaporte/NIE:
Programa de Doctorado: FÍSICA DE LA MATERIA CONDENSADA Y NANOTECNOLOGÍA	
Órgano responsable: UNIVERSIDAD DE OVIEDO	

RESUMEN (en español)

En esta tesis se emplean, de manera intensiva, técnicas de caracterización experimental basadas en radiación sincrotrón para explorar las interacciones magnéticas de diferentes sistemas compuestos por elementos del grupo de las tierras raras y metales de transición (TR-MT), como son las aleaciones amorfas Gd-Co, Nd-Co, Dy-Co e Y-Co, conformadas como lámina continua, nanoestructuradas en forma de multicapa, o nanoestructuradas en diferentes geometrías mediante litografía por haz de electrones. Los sistemas TR-MT, de gran interés en el sector del almacenamiento y transmisión magnéticos de información, se caracterizan por poder presentar propiedades magnéticas como son una elevada anisotropía magnetocristalina perpendicular, una razonablemente intensa imanación, una alta temperatura de Curie, y la presencia de diferentes configuraciones entre los momentos magnéticos de la TR y el MT como consecuencia de la competición entre el canje y el campo cristalino aleatorio. Esta competición da lugar a configuraciones ferrimagnéticas y esperimagnéticas, dependiendo del momento orbital de la TR y de su acoplamiento (ferromagnético o antiferromagnético) con el MT. El balance energético entre la anisotropía magnética, el canje, la energía magnetostática y la energía Zeeman, cuando estas láminas delgadas son sometidas a un campo magnético externo, es estudiado a lo largo de los capítulos de esta tesis con el análisis de diferentes sistemas experimentales. Para ello, se han empleado numerosas técnicas de magnetometría y caracterización magnética convencionales, como la magnetometría por muestra vibrante (VSM), magnetometría de gradiente de campo alterno (AGM), magnetometría por dispositivo superconductor de interferencia cuántica (SQUID), efecto Kerr magneto-óptico, o la técnica de microscopía de fuerza magnética (MFM). Sin embargo, esta primera caracterización es completada con el uso de técnicas avanzadas de radiación sincrotrón, logrando obtener una mayor información acerca de los sistemas TR-MT, imposible de extraer con los anteriores métodos. Así, las técnicas sincrotrón, como son la dispersión magnética resonante (XRMS), el dicroísmo magnético circular (XMCD), y la microscopía de transmisión de rayos x (TXM), cobran gran importancia dentro de esta tesis, al presentar el potencial y capacidades de estas técnicas y ofrecer una descripción de su empleo y modo de análisis.

De este modo, la tesis se compone de cuatro capítulos experimentales principales. El



primero, tiene por objeto el estudio de multicapas compuestas por aleaciones de Gd-Co. La técnica de dispersión magnética resonante sirve para caracterizar el perfil de imanación de estas muestras, siendo sensible a la magnitud y variación en la orientación de los momentos magnéticos en profundidad, y mostrando los efectos de muelle de canje presentes con la aplicación de campo y observados previamente mediante efecto Kerr magneto-óptico. A continuación, y siguiendo con el enfoque de resolución de momentos localizados, se lleva a cabo un estudio del magnetismo de muestras compuestas por una lámina continua de NdCo₅ y bicapas NdCo₅/Permalloy. Su estudio mediante microscopía de fuerza magnética y magnetometría de gradiente alterno es completado con la información angular de los momentos magnéticos de sus dominios de banda, cuya estimación solo es posible mediante microscopía de transmisión de rayos x. Esta capacidad se muestra por primera vez en esta tesis. En el siguiente capítulo experimental, el patrón de bandas presente en el NdCo₅ es truncado mediante la fabricación de microestructuras por litografía electrónica, explorando el uso de estos sistemas como circuitos magnéticos. En este marco, se han construido, además, estructuras tridimensionales en dos niveles mediante litografía electrónica, habiendo optimizado su proceso de fabricación y empleando en su caracterización técnicas como la microscopía de fuerza alterna o la microscopía por efecto Kerr. Por último, estas estructuras 3D, destinadas a su implementación como circuitos transmisores de información magnética, han mostrado su capacidad como elementos discriminadores de la propagación de los dominios magnéticos en microhilos según el signo del campo aplicado. Finalmente, en el último capítulo, se comienza el estudio de láminas continuas y multicapas de aleaciones amorfas de DyCo₅, YCo₅ y GdCo₅, tanto por magnetometría por muestra vibrante y SQUID como por dicroísmo magnético circular, y se discuten las diferencias comparativas en su magnetismo debidas a la distinta tierra rara empleada además de a su distinta estructuración.

RESUMEN (en Inglés)

In this thesis, characterization techniques based on synchrotron radiation are intensively used in order to study the magnetic interactions of different systems composed of elements from the rare earth group and transition metals (RE-TM), such as Gd-Co, Nd-Co, Dy-Co and Y-Co amorphous alloys, made in the form of thin continuous films, nanostructured as multilayers, or nanostructured in different geometries by electron beam lithography. RE-TM systems, of great interest in the field of magnetic information storage and transmission, are characterized by magnetic properties such as high magnetocrystalline perpendicular anisotropy, reasonably intense magnetization, high Curie temperature, and the presence of different configurations between the magnetic moments of the RE and TM as a consequence of the competition between exchange coupling and the random crystalline field. This competition gives rise to ferromagnetic and sperimagnetic configurations, depending on the orbital moment of the RE and its coupling (ferromagnetic or antiferromagnetic) with the TM. The energy balance between magnetic anisotropy, exchange energy, magnetostatic energy and Zeeman energy, when these thin films are subjected to an external magnetic field, is studied throughout the chapters of this thesis with the analysis of different experimental systems. To this end, a number of conventional magnetometry and magnetic



characterization techniques have been used, such as vibrating sample magnetometry (VSM), alternating gradient field magnetometry (AGM), superconducting quantum interference device magnetometry (SQUID), magneto-optical Kerr effect, or magnetic force microscopy (MFM). However, this preliminary characterization is completed with the use of advanced synchrotron radiation techniques, obtaining more information about these RE-TM systems, impossible to extract with the previous methods. Thus, synchrotron techniques, such as resonant magnetic scattering (XRMS), circular magnetic dichroism (XMCD), and x-ray transmission microscopy (TXM), are of great importance within this thesis, as it is presented their potential and capabilities, and detailed description of their use and measured data analysis.

In this way, this thesis is composed of four main experimental chapters. The first chapter aims at the study of multilayers made of Gd-Co alloys. The x-ray resonant magnetic scattering technique serves to characterize the in-depth magnetization profile of these samples, being sensitive to the magnitude and orientation of the magnetic moments, and showing the exchange spring effect present when a magnetic field is applied, previously observed by magneto-optical Kerr effect. Next, and following the approach of localized moment resolution, a study of the magnetism of NdCo₅ continuous films and NdCo₅/Permalloy bilayers is carried out. Their study by magnetic force microscopy and alternating gradient field magnetometry is completed with the estimation of the canting angle of the magnetic moments in their stripe domains, only possible by x-ray transmission microscopy. This capability is shown, for the first time, in this thesis. In the next experimental chapter, the stripe pattern present in NdCo₅ is modified by the fabrication of microstructures by electron beam lithography, exploring the use of these systems as magnetic circuits. In this frame, it has been built, too, three-dimensional two-level structures by electron beam lithography, having optimized their fabrication process and using in their characterization techniques such as alternating force microscopy and Kerr effect microscopy. By last, these 3D structures, aimed at their implementation as magnetic data transmission devices, have shown their capability as elements able to allow or prevent the propagation of magnetic domains in microwires, depending on the sign of the applied magnetic field. Finally, the last chapter begins a study on continuous films and multilayers of DyCo₅, YCo₅ and GdCo₅ amorphous alloys, by vibrating sample magnetometry, SQUID and x-ray magnetic circular dichroism, and the comparative differences in their magnetism due to the distinct RE employed as well as to their different structuring are discussed.

SR. DIRECTOR DE DEPARTAMENTO DE FÍSICA/
SR. PRESIDENTE DE LA COMISIÓN ACADÉMICA DEL PROGRAMA DE DOCTORADO EN FÍSICA DE LA
MATERIA CONDENSADA Y NANOTECNOLOGÍA



Universidad de Oviedo

(Departamento de Física)

***Interacciones magnéticas en sistemas tierra rara – metal
de transición y su estudio mediante técnicas
de radiación sincrotrón***

Tesis Doctoral

(Programa de Doctorado de Física de la Materia Condensada y
Nanotecnología)

Presentada por:

Cristina Blanco Roldán

Directores:

Carlos Quirós Fernández
Secundino Manuel Valvidares Suárez

Facultad de Ciencias

Oviedo, 2017

A mis padres,

Índice General

Agradecimientos	9
1. Introducción	11
2. Técnicas experimentales de preparación y caracterización	15
2.1. Pulverización catódica	15
2.2. Microscopía electrónica de barrido (SEM) y litografía por haz de electrones	18
2.3. Efecto Kerr magneto-óptico	22
2.4. Microscopía de dominios por efecto Kerr	24
2.5. Magnetometría de gradiente alterno (AGM)	25
2.6. Magnetometría de muestra vibrante (VSM)	27
2.7. Magnetometría SQUID	27
2.8. Microscopía de fuerza atómica (AFM) y microscopía de fuerza magnética (MFM)	29
2.9. Perfilometría	31
2.10. Dicroísmo magnético circular de rayos x (XMCD)	31
2.11. Dispersión magnética resonante de rayos x (XRMS)	35
2.12. Microscopía de transmisión de rayos x (TXM)	39
3. Caracterización de perfiles de profundidad de la imanación y del acoplamiento magnético en heteroestructuras de tipo multicapa mediante XRMS	41
3.1. Introducción	41
3.2. Preparación de muestras	43
3.3. Caracterización Kerr	46
3.4. Caracterización XRMS	51
3.4.1. Experimento	51
3.4.2. Preparación del análisis y tratamiento previo de las medidas	52
3.4.3. El programa de ajuste PPM	56
3.4.4. Análisis de resultados	59

3.5. Modelo teórico de la pared de dominio	71
4. Caracterización de dominios magnéticos nanométricos en láminas y multicapas TR-MT con anisotropía perpendicular débil mediante TXM	75
4.1. Introducción	75
4.2. Propiedades magnéticas del NdCo ₅ y preparación de muestras	77
4.3. Caracterización magnética: MFM y AGM	79
4.4. Determinación del ángulo de la imanación mediante TXM	84
4.5. Estudio de singularidades topológicas tipo dislocación y merón con TXM	90
5. Control y manipulación de dominios magnéticos en sistemas artificiales mediante litografías 2D y 3D	97
5.1. Manipulación de dominios y propagación con bifurcaciones “Y” 2D	97
5.2. Litografías 3D	109
5.3. Control de anclaje con los puentes 3D	126
6. Caracterización magnética de láminas continuas y multicapas TR-MT mediante magnetometría y XMCD	139
6.1. Introducción	139
6.2. Preparación de muestras	141
6.3. Caracterización por magnetometría VSM y SQUID	142
6.3.1. Láminas de YCo ₅	142
6.3.2. Láminas de DyCo ₅	144
6.4. Caracterización por XMCD	152
6.4.1. Experimento	152
6.4.2. Ciclos de histéresis selectivos	153
6.4.3. Determinación de los momentos magnéticos orbital y de espín del cobalto en las aleaciones TR-MT	156
7. Conclusiones generales	165

8. Publicaciones	171
9. Referencias	173
10. Apéndices	185
10.1. Archivo de entrada <i>.xml</i> para el ajuste de carga de la bicapa 10 nm Al/ 50 nm Gd ₁₁ Co ₈₉ /50 nm Gd ₃₅ Co ₆₅ / 10 nm Al	185
10.2. Archivo de entrada <i>.xml</i> para el ajuste del ratio de asimetría de la bicapa 10 nm Al/50 nm Gd ₁₁ Co ₈₉ /50 nm Gd ₃₅ Co ₆₅ /10 nm Al	190

Agradecimientos

Todo lo que se ve, y todo lo que se ha quedado fuera de estas páginas. Esas medidas que aún quieren ser analizadas, pero también todo lo vivido; a lo largo de este trabajo realizado en esa transición entre la vida como inercia, y el abismo de quien comienza a vivir. Tantas experiencias maravillosas vienen de la mano de esta tesis, tantas manos amigas me ayudaron y alegraron no solo en los buenos, sino también en los malos momentos.

Gracias en primer lugar a Carlos Quirós. Con él comienza todo; gracias por haberme dado la oportunidad, de un modo tan natural y sencillo, cuando aparecí preguntándome qué posibilidades tendría. Por toda la confianza depositada, la cercanía, la libertad, y todo el aprendizaje y bienestar que siempre me ha procurado, en tantos aspectos y de tantas maneras. Gracias a Manuel Valvidares, sin él no comenzaría la “conexión sincrotrón”, tan importante en esta tesis, y que tan buenos momentos me ha dado. Gracias por tu cercanía, tu disposición a ayudarme en todo momento, y abrir las puertas de aquella primera visita, que luego se convirtió en numerosas más. Gracias también al programa JAE Predoc del Consejo Superior de Investigaciones Científicas (CSIC), que a través del Centro de Investigación en Nanomateriales y Nanotecnología (CINN), centro mixto de la Universidad de Oviedo, CSIC y Principado de Asturias, ha financiado la realización de esta tesis, haciéndola posible. Agradezco también la financiación recibida desde el Ministerio de Ciencia e Innovación (MICINN) a través del proyecto FIS2008-06249, y desde el Ministerio de Economía y Competitividad (MINECO) mediante los proyectos FIS2013-45469 y FIS2016-76058. Gracias a la Universidad de Oviedo, en la cual me he formado desde la licenciatura en Física. A todo el área de conocimiento de Física de la Materia Condensada del Departamento de Física de la Universidad de Oviedo, a los que siguen, a los que ya no están, y quienes confiaron en mí para trabajar con ellos y en sus equipos. Gracias a María Vélez por su comprensión y apoyo, y su inestimable ayuda e impulso con las medidas de dispersión magnética resonante. A José María Alameda por su cercanía e incansables explicaciones; su inmenso conocimiento y ayuda han sido claves en la realización del último capítulo. A José Ignacio Martín, siempre ayudando, dándome oportunidades, y consiguiendo tiempo de medida en el sincrotrón APS. A Luis Álvarez-Prado, por alegrarme los días, por su confianza, y por siempre estar ahí para echarme una mano cuando lo necesitaba, en todo momento y para cualquier tema; las simulaciones micromagnéticas del NdCo_5 son suyas y de Aurelio Hierro. A Aure, por todo lo que me ha enseñado, siempre con una sonrisa, y ayudar en lo que haga falta y en cualquier momento con una generosidad y efusividad desbordantes. Gracias a su vez por todas las charlas motivacionales, a las que también ha contribuido Gabriel Rodríguez. Gracias Gabi no solo por ello, sino también por enseñarme tantísimas cosas allá en los Servicios Científico-Técnicos y el genial ambiente que propiciabas. A Rosalía, excelente compañera, siempre dispuesta a ayudarme con sus conocimientos de experta en el análisis de datos de dicróismo. A Fernando Valdés-Bango, gran apoyo y amigo con el que tantas y tantas horas he debatido. A Javier Díaz, que también me ayudó en su análisis y medición.

Gracias al Sincrotrón ALBA, donde se han realizado la mayor parte de medidas de radiación sincrotrón de esta tesis, en las líneas BOREAS y MISTRAL, y, cómo no, a Salvador Ferrer. Gracias a él y a Manu todo esto fue posible. Gracias por la confianza puesta en mí, ayudarme a entrar en este mundo, y todo el apoyo y el modelo teórico de cálculo de contrastes del capítulo 4. A Eva Pereiro, Pierluigi Gargiani, Andrea Sorrentino y Ricardo Valcárcel, por las medidas y contribución en el análisis. Al resto de personal del Sincrotrón ALBA del que recibí cariño en los dos meses de estancia y sucesivos experimentos, desde técnicos a señoras de la limpieza. Al sincrotrón APS y los miembros de la línea 4-ID-D Yongseong Choi y Daniel Haskel, así como a Axel Hoffmann, por permitirme realizar las medidas del capítulo 3 y ayudarme en su análisis.

También, dentro de la Universidad de Oviedo, a aquéllos que me hicieron los días más alegres, a Nieves por su cercanía, a Igor Sobrado por sus conversaciones tan interesantes y las risas.

Gracias a mi familia, y a Héctor, Raquel, Aleida, María, Vero, Roberto, Alba, Sandra y Vero, Rebe, Bea, Ail, Van, Álvaro... El apoyo que supone y supuso teneros cerca fue la mejor terapia para no venirse abajo. Gracias por tantísimo cariño, entretenerme, escucharme, y, en definitiva, darme las fuerzas para realizar esta tesis.

Gracias especialmente a Carlos, que apareció cuando más lo necesitaba, y ha sido el motor final. El cierre de esta tesis solo se entiende con su presencia, eterna comprensión y cuidados. Siempre animándome y confiando en mí. Siempre dándome tranquilidad.

A mamá y a papá. Lo más importante y necesario que he tenido siempre en el mundo. No hay palabras para definir el amor de mis padres, todo lo que han hecho y hacen por mí, todo lo que siempre creen en mí aunque yo no crea. Todo lo que soy y todo en mi vida es gracias a ellos. Por ello, esta tesis es suya. Porque ellos lo son todo.

De corazón, solo tengo palabras de agradecimiento para todos.

Y ahora, comencemos...

Capítulo 1

Introducción

La progresiva tendencia tecnológica a la miniaturización de dispositivos, unida al creciente desarrollo y aparición de nuevas técnicas de preparación y caracterización, ha contribuido al auge de la nanociencia y la nanotecnología. El estudio del magnetismo e interacciones magnéticas en sistemas de dimensiones en la escala nano y micrométrica goza de un constante gran interés, tanto desde el punto de vista de la ciencia básica, como, fundamentalmente, por las aplicaciones y revoluciones tecnológicas que subyacen del empleo de los mismos. En este contexto, destacan las aplicaciones dentro del campo del almacenamiento y transmisión de datos, como memorias magnéticas y circuitos de transmisión de bits [1-3], o dispositivos de grabación y lectura de bits magnéticos [4-7], así como en el campo de la espintrónica [8]; campos dentro de los cuales sobresale el uso de las aleaciones tierra rara – metal de transición (TR-MT).

Resulta obvio que el estudio de las interacciones magnéticas y el balance entre las mismas en este tipo de sistemas es fundamental de cara a su implementación práctica en diferentes dispositivos. Recapitulando, las interacciones magnéticas principales son [9]:

- Interacción de canje, que da lugar al alineamiento de los espines. El signo de la constante de canje, que determina la intensidad de la interacción, es origen de los acoplamientos ferromagnéticos y antiferromagnéticos entre los espines del material.
- Interacción magnetostática, entre la imanación del material y el campo magnético que produce, comportándose este último como un campo desimanador que tiende a minimizar los polos magnéticos en superficie y da lugar a la anisotropía de forma, ya que da cuenta del coste energético que supone imanar el material en una u otra dirección.
- Interacción espín-órbita, debida a la interacción entre el espín y el momento angular producto de su movimiento alrededor del núcleo atómico. Da lugar a la anisotropía magnetocristalina, que determina el alineamiento preferencial de los momentos magnéticos en ciertas direcciones del material.
- Interacción Zeeman, de los momentos magnéticos orbital y de espín con un campo magnético externo aplicado, y que favorece su alineación con el mismo.

En las aleaciones TR-MT juegan un papel de extrema importancia la anisotropía magnetocristalina y las interacciones de canje presentes, siendo sus propiedades magnéticas producto de la combinación del magnetismo de los electrones localizados e internos 4f de la

tierra rara junto a los electrones itinerantes 3d del metal de transición [10,11]. Entre las propiedades resultantes de la aleación de ambos elementos, las cuales justifican su extenso uso dentro del sector del almacenamiento y registro magnéticos, se encuentran una elevada anisotropía magnetocristalina perpendicular, una razonablemente intensa imanación y una alta temperatura de Curie, haciéndolos además apropiados y usados como imanes permanentes de alto rendimiento. El acoplamiento magnético entre las subredes de momentos magnéticos de los elementos es otro de los factores característicos de estas aleaciones [12]. Mientras que el canje entre los momentos 3d del metal de transición hace que todos ellos se alineen paralelamente entre sí, el canje 3d-4f con los momentos de la tierra rara tiende a alinear estos últimos con los momentos del metal de transición (ferromagnética o antiferromagnéticamente, según el tipo de tierra rara), a la vez que tiene lugar una competición con el campo cristalino aleatorio que tenderá a alinear el momento de la tierra rara con su eje local. Esta situación da lugar a acoplamientos espermagnéticos en los que los momentos de ambos elementos apuntan en el mismo sentido o en sentidos opuestos, pero con una distribución cónica de los momentos de las tierras raras alrededor de los momentos del metal de transición, o a un acoplamiento ferrimagnético en el caso del gadolinio, cuyo valor de momento orbital es nulo, y por ello no presenta la distribución cónica mencionada. El canje entre momentos, su interacción Zeeman con el campo aplicado y la variación de éstos con la temperatura dan lugar a configuraciones magnéticas particulares de gran interés, como es el caso de los muelles de canje [13,14].

Dos son las aproximaciones al mundo nano y micro estudiadas en esta tesis, las cuales suponen a su vez una modificación de la energía magnetostática del sistema. La primera y más tradicional, se fundamenta en la investigación y caracterización de muestras TR-MT constituidas en forma de lámina delgada, o de multicapa compuesta de varias láminas delgadas de distintos materiales. De este modo, se tiene una nanoestructuración vertical en la que cobran gran relevancia los acoplamientos entre los momentos magnéticos de los elementos presentes en dichas capas, influyendo en el magnetismo global del sistema y en propiedades como su comportamiento con el campo aplicado, o magnitud de su imanación [13]. El segundo enfoque se basa en la nanoestructuración por medio de la litografía electrónica. El empleo de esta técnica permite la fabricación de estructuras de geometrías y dimensiones definidas por el usuario [15], abriendo paso a un gran abanico de sistemas con múltiples diseños que pueden aunar desde las propiedades magnéticas predefinidas por el determinado confinamiento lateral, a aquellas conferidas por la elección del material o materiales empleados en la estructura y sus acoplamientos, incluso a la particular interacción entre estructuras adyacentes [16,17].

Por otro lado, las técnicas de caracterización que emplean la radiación sincrotrón se posicionan como herramientas de una enorme valía en el estudio del magnetismo, desde la aparición de las primeras fuentes a finales de los años 60 [18-21]. La combinación de resolución nanométrica, mayor penetración, posibilidad de sondear la imanación de un elemento en particular, posibilidad de caracterizar la imanación de capas enterradas, y obtención tanto de imágenes de microscopía como de ciclos de histéresis y espectros de absorción de las muestras magnéticas supone un estudio global y completo de la imanación de las mismas y de las interacciones que en ellas tienen lugar. El dicroísmo magnético circular de rayos x (XMCD) es una de las técnicas más empleadas [22,23]. Tras los primeros estudios

experimentales desarrollados en 1986 [24], un año después de su predicción teórica [25], su auge ha sido tal que la mayor parte de las instalaciones sincrotrón cuentan con líneas centradas en el efecto dicróico. Entre las capacidades de la técnica XMCD se encuentran la posibilidad de obtener la orientación de los momentos magnéticos, cuantificar la magnitud de los momentos orbital y de espín del material, o incluso la obtención de ciclos de histéresis selectivos a un elemento dado. Basados también en el efecto dicróico, surgen a su vez otras técnicas como son la dispersión magnética resonante (XRMS) o la microscopía de transmisión de rayos x (TXM). La sensibilidad magnética de la dispersión de rayos x, su dependencia con la polarización de la radiación incidente y el descubrimiento de los efectos resonantes que magnifican la señal magnética [26-29] son el punto de partida en los años 80 del desarrollo de la técnica XRMS, ampliamente empleada en la actualidad en el estudio de sistemas nanoestructurados [30,31], permitiendo caracterizar la orientación y magnitud de los momentos magnéticos presentes. Asimismo, el dicróismo aplicado a la microscopía es el fundamento de la técnica TXM, cuyos primeros ensayos datan de los años 90 [32,33], y con la que es posible la visualización in situ de la textura magnética de la muestra, e incluso la estimación cuantitativa del ángulo de la imanación de elementos constituyentes, con resoluciones laterales del orden de decenas de nanómetros.

Por todo lo expuesto anteriormente, esta tesis pretende abarcar un estudio de las interacciones magnéticas más relevantes presentes en aleaciones amorfas tierra rara (gadolinio, neodimio, disprosio, ytrio) - metal de transición (cobalto), estructuradas en forma de lámina continua o multicapa, así como por métodos litográficos, mediante el uso intensivo de técnicas de radiación sincrotrón combinado con métodos de magnetometría y magnetoópticos. El alcance y potencial de las técnicas de radiación sincrotrón queda de manifiesto al permitir la obtención de información magnética que no puede ser extraída con los métodos, más convencionales, de magnetometría, habiéndose empleado por ello tres variantes del dicróismo magnético circular de rayos x: dicróismo convencional a escala macroscópica (XMCD), dicróismo en el espacio recíproco, que afecta no sólo a la absorción sino también a la dispersión (XRMS), y dicróismo a escala microscópica (TXM).

De este modo, la memoria está organizada de manera que, en primer lugar, se describen en el capítulo 2 las técnicas experimentales utilizadas. El capítulo 3 tiene por objeto el estudio de multicapas compuestas por aleaciones de Gd-Co. La técnica de dispersión magnética resonante sirve para caracterizar el perfil de imanación de estas muestras, siendo sensible a la magnitud y variación en la orientación de los momentos magnéticos en profundidad, y mostrando los efectos de muelle de canje presentes con la aplicación de campo y observados previamente mediante efecto Kerr magnetoóptico. A continuación, en el capítulo 4, y siguiendo con el enfoque de resolución de momentos localizados, se lleva a cabo un estudio del magnetismo de muestras compuestas por una lámina continua de NdCo₅ y bicapas NdCo₅/Permalloy. Su estudio mediante microscopía de fuerza magnética y magnetometría de gradiente alterno es completado con la información angular de los momentos magnéticos de sus dominios de banda, cuya estimación solo es posible mediante microscopía de transmisión de rayos x. Esta capacidad se muestra por primera vez en esta tesis. En el capítulo 5, el patrón de bandas presente en el NdCo₅ es truncado mediante la fabricación de microestructuras por litografía electrónica, explorando el uso de estos sistemas como circuitos magnéticos. En este marco, se han construido, además, estructuras tridimensionales en dos niveles mediante

litografía electrónica, habiendo optimizado su proceso de fabricación y empleando en su caracterización técnicas como la microscopía de fuerza alterna o la microscopia por efecto Kerr. Por último, estas estructuras 3D, destinadas a su implementación como circuitos transmisores de información magnética, han mostrado su capacidad como elementos discriminadores de la propagación de los dominios magnéticos en microhilos según el signo del campo aplicado. En el capítulo 6, se comienza el estudio de láminas continuas y multicapas de aleaciones amorfas de DyCo_5 , YCo_5 y GdCo_5 , tanto por magnetometría por muestra vibrante y SQUID como por dicroísmo magnético circular, mostrando las propiedades magnéticas de estos sistemas y, fundamentalmente, las diferencias comparativas en su magnetismo debidas a la distinta tierra rara empleada además de a su distinta estructuración. Finalmente, se resumen las conclusiones más relevantes obtenidas durante la realización de esta tesis.

Capítulo 2

Técnicas experimentales de preparación y caracterización

Las técnicas de preparación y caracterización de las muestras empleadas en esta tesis se mencionan en los sucesivos apartados.

2.1. Pulverización catódica

La totalidad de las muestras estudiadas han sido crecidas previamente mediante pulverización catódica o *sputtering* [1]. En esta técnica de depósito, se introduce un gas inerte en una campana de vacío, aplicándose a continuación un potencial eléctrico que produce una descarga ionizante en el gas, creándose un plasma. Los iones originados son acelerados hacia el cátodo, constituido por un blanco del material con el cual se desea recubrir el sustrato, que ha sido anteriormente introducido en la campana. La transferencia de energía de los iones a los átomos que forman el blanco produce una colisión en cascada, posibilitando que algunos átomos del material adquieran la energía suficiente para abandonar la superficie y condensarse sobre el sustrato, conformando así una capa depositada.

En un equipo de pulverización catódica de tipo magnetrón, para aumentar el número de átomos de gas ionizados y con ello aumentar el ritmo de deposición, se incorpora un imán permanente tras el blanco de material a depositar (figura 1). La adición del imán tiene como efecto la creación de un campo magnético transversal al campo eléctrico en la superficie del blanco, cuyo objetivo es el de concentrar cerca de él tanto los iones como los electrones secundarios generados durante el choque de los iones, forzándolos a recorrer trayectorias helicoidales paralelas a su superficie. De esta forma, consiguen ionizar a su paso una mayor proporción de átomos del gas debido al choque entre ambos, incrementándose con ello la tasa de deposición y lográndose estabilizar el plasma a presiones más bajas.

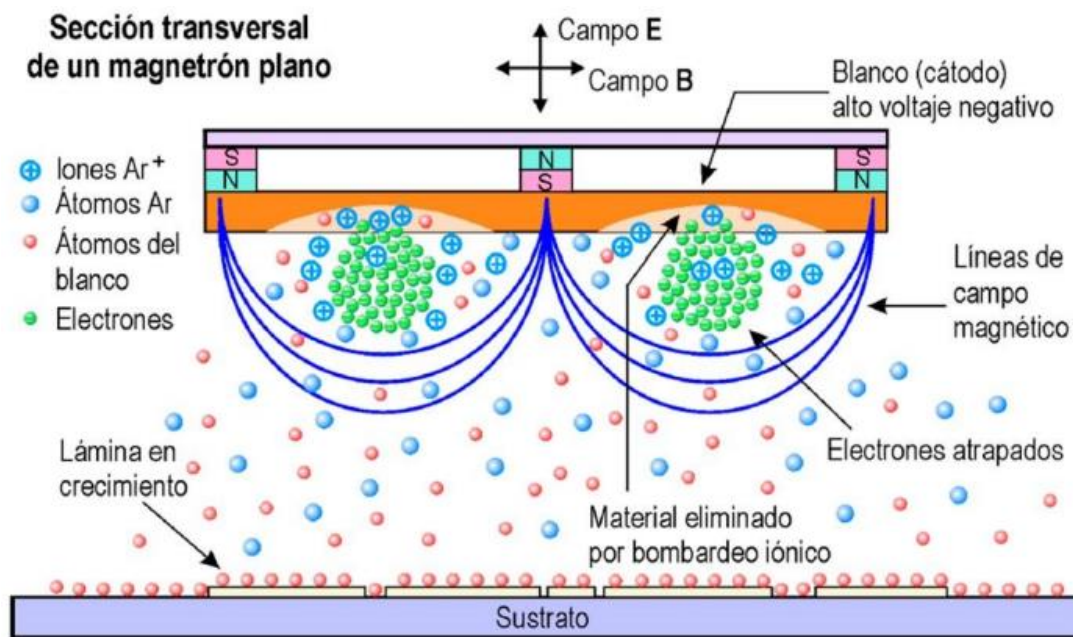


Figura 1. Esquema del principio de funcionamiento de un magnetron y depósito mediante pulverización catódica [2].

El equipo de pulverización catódica utilizado en la práctica para el crecimiento de las muestras es un equipo de tipo magnetron. Entre sus características, se encuentra la presencia de tres magnetrones (figuras 2A y 2B) sobre los cuales pueden ser colocados tres blancos distintos para así lograr depósitos simultáneos de materiales diferentes, permitiendo la fabricación de aleaciones o multicapas. La orientación oblicua de los magnetrones es capaz de generar en las muestras magnéticas crecidas una anisotropía magnética uniáxica bien definida en el plano de la muestra, cuya dirección, para los materiales estudiados, es perpendicular al plano de incidencia de los átomos [3]. Por otra parte, consta de una precámara (figura 2C) donde se crea un vacío del orden de 10^{-3} mbar, en la cual se introducen los substratos en primer lugar antes de ser transferidos con una barra de transferencia a la cámara principal, con el fin de no romper el alto vacío en esta última, del orden de 10^{-8} mbar. Con la inclusión de un obturador o *shutter* que separa los magnetrones de los substratos, es posible realizar un proceso de pulverización previo antes de realizar el depósito con el fin de limpiar los blancos, además de facilitar el crecimiento de muestras tipo multicapa. La presión de argón, el gas inerte utilizado, se ha fijado en todos los depósitos realizados en $2,9 \cdot 10^{-3}$ mbar. Este valor se ha escogido buscando un compromiso entre la estabilidad del plasma y la obtención de láminas de baja rugosidad.

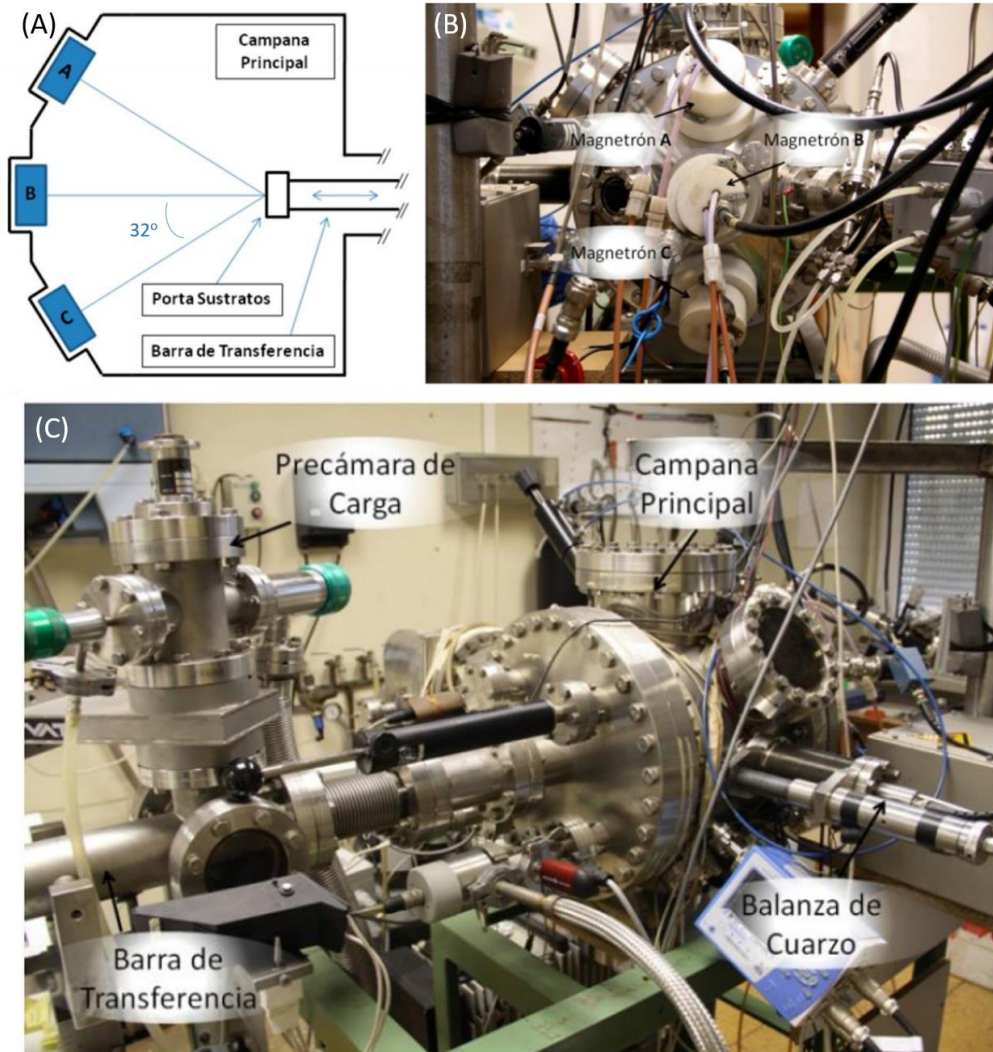


Figura 2. (A, B) Esquema de la posición de los tres magnetrones dentro de la campana principal y fotografía de los mismos. (C) Fotografía del equipo de pulverización catódica empleado [4].

Además, cuenta con la presencia de una microbalanza de cuarzo que permite cuantificar la cantidad de material que se deposita sobre ella a través del cambio en la frecuencia de un cristal de cuarzo piezoeléctrico que oscila a su frecuencia de resonancia, permitiendo de esta manera estimar el ritmo de crecimiento sobre el sustrato al colocarla en su misma posición. Para ello, es necesario introducir en su panel de control la densidad y el factor Z del elemento que se deposita, valor este último tabulado y relacionado con las densidades y módulos de cizalla del cristal de cuarzo y del material depositado. Conocida la velocidad de crecimiento, es posible estimar el tiempo necesario para crecer un espesor determinado del material deseado.

En el caso del crecimiento de aleaciones, el tiempo de depósito τ_m para una concentración dada de los elementos A y B presentes se calcula según las siguientes ecuaciones:

$$\tau_m = \frac{\tau_A \rho_A + \tau_B \rho_B}{\rho_M}, \quad \rho_M = \rho_A X_A + \rho_B X_B$$

donde $\tau_{A,B}$ es el ritmo de depósito de cada elemento calibrado con la balanza de cuarzo; $\rho_{A,B}$ sus densidades; y ρ_M la densidad promedio de la aleación, determinada partir de las densidades de los elementos promediadas con sus respectivas fracciones atómicas, $X_{A,B}$, las cuales se calculan como:

$$X_A = \frac{\alpha_A}{1 + \alpha_A}, \quad X_B = 1 - X_A, \quad \alpha_A = \frac{\rho_A A_B \tau_A}{\rho_B A_A \tau_B}$$

donde α_A un parámetro adimensional que da cuenta del cociente entre las cantidades de átomos por unidad de superficie y por unidad de tiempo de ambos elementos, siendo $A_{A,B}$ sus masas atómicas.

Los espesores de aleaciones crecidas mediante el uso de estas ecuaciones tan solo difieren en aproximadamente un 5% de los valores reales obtenidos tras realizar una calibración externa mediante reflectividad de rayos x [4].

2.2. Microscopía electrónica de barrido (SEM) y litografía por haz de electrones

En la realización de esta tesis, numerosas muestras han sido preparadas por litografía electrónica y visualizadas mediante microscopía electrónica de barrido (SEM, *scanning electron microscopy*) [5]. En un microscopio electrónico de barrido, la imagen superficial es generada con la detección de las señales emitidas tras la exposición de la muestra a un haz de electrones, que recogidas con los detectores adecuados, proporcionan información acerca de la zona de interacción del haz con los átomos del material.

Cuando los electrones colisionan con suficiente energía contra la superficie de un material, tienen lugar diferentes emisiones de radiación electromagnética, generándose en el proceso electrones secundarios, electrones retrodispersados, electrones Auger, rayos x característicos y catodoluminiscencia (figura 3), que proceden de distintas profundidades del volumen de interacción con la muestra. El tamaño y forma de esta zona depende de la energía de los electrones y del número atómico del material.

Comúnmente, la señal detectada en un microscopio SEM son los electrones secundarios, producidos tras la ionización de átomos del material por el efecto del haz de electrones. Dada su baja energía, del orden de 3 a 5 eV, éstos proceden de regiones tan solo a unos pocos nanómetros de la superficie de la muestra, proporcionando por ello información sobre la topografía superficial.

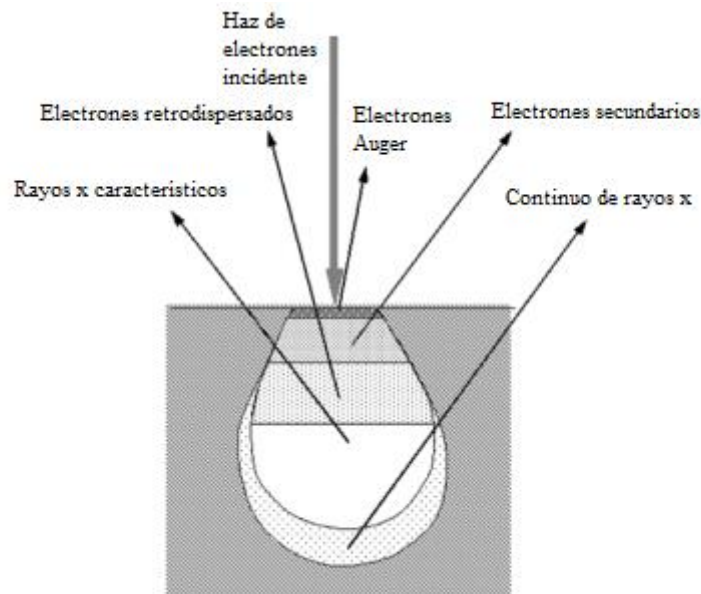


Figura 3. Esquema de las señales generadas tras la interacción del haz de electrones con la muestra y profundidad de la que proceden [5].

En un microscopio SEM (figura 4), el haz de electrones es generado por una fuente de electrones, como puede ser un cristal de LaB_6 o un filamento de wolframio, sobre los cuales se hace pasar una corriente. Los electrones emitidos son acelerados mediante un voltaje, y atraviesan una serie de lentes electromagnéticas cuya finalidad es focalizar y reducir el tamaño del haz, así como un sistema de bobinas de barrido que ayudan a desviar el haz para que pueda sondear la superficie en diferentes direcciones x e y . Los electrones secundarios originados en la colisión con la muestra, colocada sobre un portamuestras móvil, son recogidos por un detector, y la señal resultante es amplificada para obtener finalmente un mapa bidimensional de intensidades correspondientes a cada punto de la muestra barrido. Todo el sistema está contenido en una columna a alto vacío, y es controlado mediante una electrónica de control diseñada a tal efecto y un ordenador.

El equipo empleado en este trabajo, modelo *Leo Evo 60* de la empresa *Carl Zeiss*, cuenta con el sistema de litografía *Elphy Plus* de la empresa *Raith*, permitiendo la realización de litografías electrónicas con la incorporación, principalmente, de un sistema de control con un software adecuado para el diseño y exposición de patrones, así como de un sistema de precisión para obturar el haz.

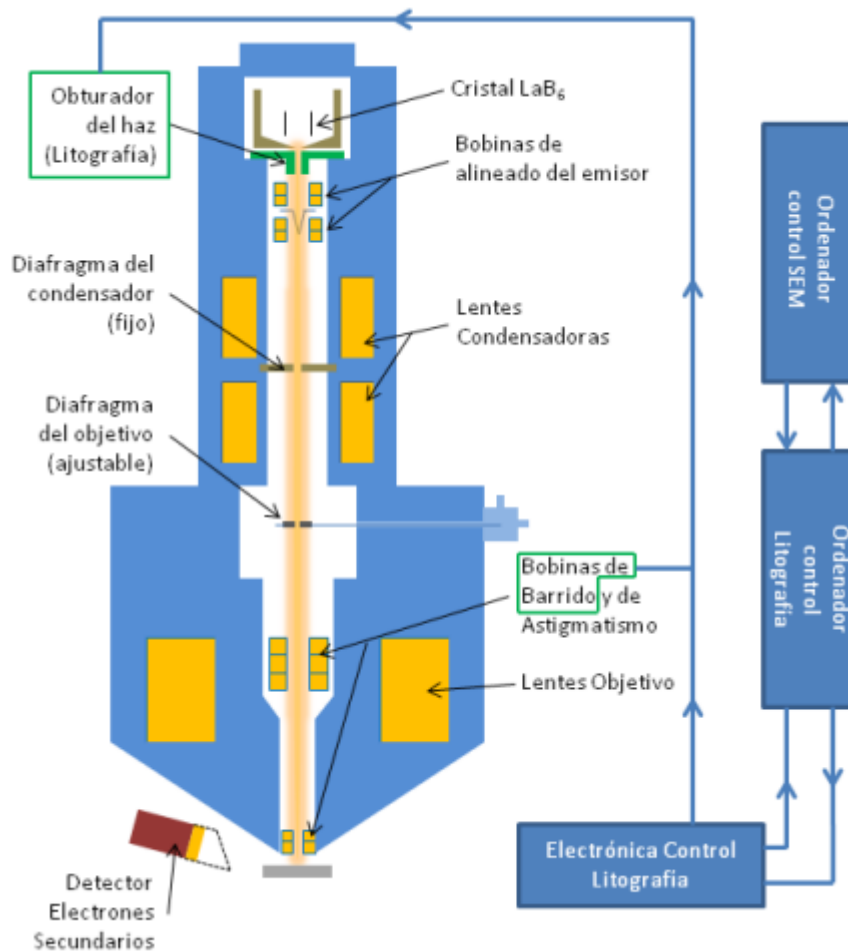


Figura 4. Esquema de un microscopio electrónico de barrido con sistema de litografía electrónica incorporado [4].

La técnica de litografía electrónica se basa en el uso de un haz de electrones para dibujar patrones sobre un sustrato previamente recubierto de una resina polimérica con sensibilidad electrónica, permitiendo la creación de micro- y nano-estructuras del material que se desee. El proceso de litografiado se muestra en la figura 5. El efecto de los electrones sobre la resina degrada sus cadenas poliméricas, pudiendo ser estas zonas expuestas eliminadas posteriormente con el disolvente adecuado. A continuación, se deposita la capa del material deseado sobre el perfil de resina resultante, y finalmente la resina que aún permanece es eliminada químicamente con un baño de acetona en un proceso denominado *lift-off* (figura 6). De este modo, se consigue obtener sobre la superficie del sustrato la estructura litografiada, pues tras el *lift-off* solo se mantiene el material que ha sido depositado directamente sobre el sustrato, gracias a la máscara de resina empleada.

Además de las características propias del tipo de resina utilizada, los parámetros de exposición afectan tanto al tamaño como a la resolución y definición de los motivos litografiados. Entre ellos, se encuentran el tamaño del haz incidente (*spot size*); su energía, que viene determinada por el voltaje aplicado; su intensidad de corriente; la dosis recibida por la resina; o la distancia entre los puntos de exposición que conformarán el área expuesta (*area*

step size). Una mala calibración de estos parámetros puede dar lugar a efectos de sobreexposición y proximidad, con el consiguiente ensanchamiento asociado de los motivos litografiados. Más detalles concretos sobre los procesos de recubrimiento de resina y litografiado electrónico se expondrán en los temas experimentales en los cuales se hayan llevado a cabo.

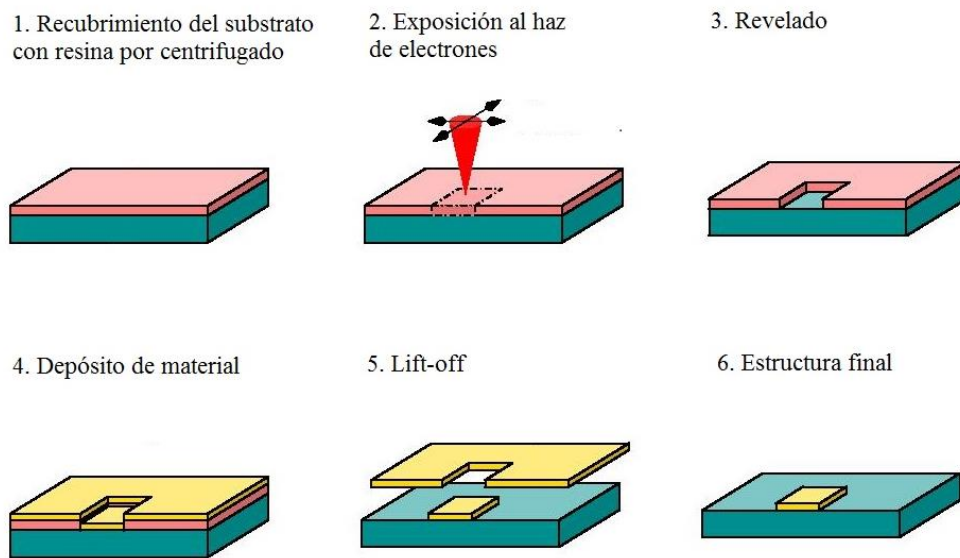


Figura 5. Pasos del procedimiento para el litografiado por haz de electrones [6].

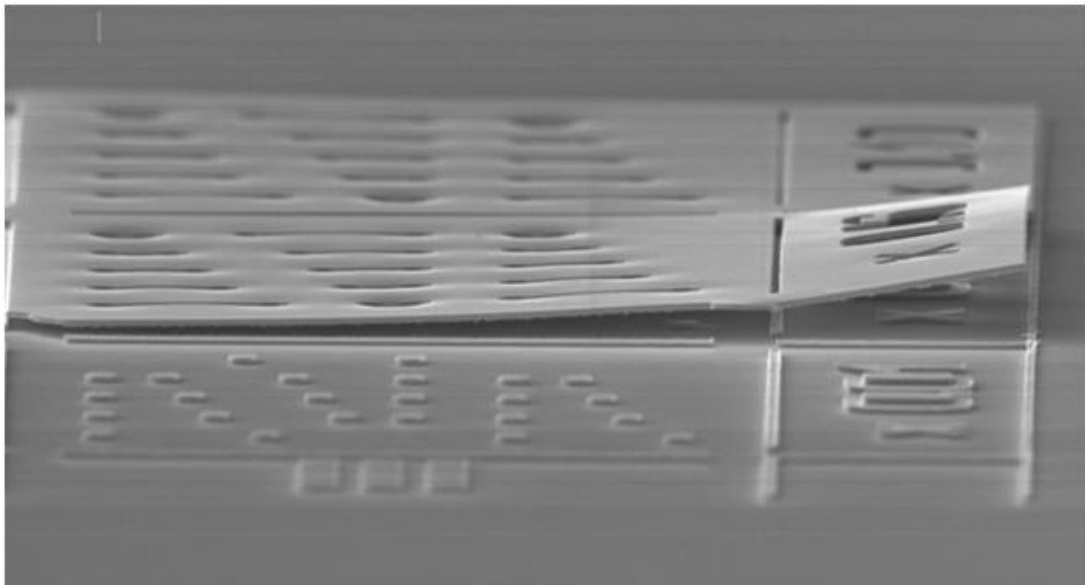


Figura 6. Imagen SEM de una litografía tras el proceso de lift-off, en la cual se aprecia una lámina continua de cobalto que no se ha desprendido por completo.

2.3. Efecto Kerr magneto-óptico

El efecto Kerr magneto-óptico [7] se manifiesta como un cambio en el estado de polarización y/o intensidad de la luz reflejada sobre un material imanado, resultando este efecto de gran interés en el estudio de muestras magnéticas, pues es proporcional a la imanación del material. A pesar de no ofrecer valores cuantitativos de la imanación, su empleo está ampliamente extendido en el estudio de láminas magnéticas delgadas, tanto por su sencillez como por la capacidad, no obstante, de proporcionar sus ciclos de histéresis y con ello información sobre sus procesos de inversión de la imanación.

Cuando la luz incidente sobre la muestra es linealmente polarizada, dependiendo de la orientación entre el plano de incidencia de la luz y la dirección de la imanación del material, se pueden distinguir tres configuraciones de efecto Kerr: polar, longitudinal y transversal (figura 7). En las configuraciones polar y longitudinal, la imanación de la muestra es paralela al plano de incidencia, ya sea apuntando en dirección perpendicular a la superficie (polar) o estando contenida en el plano. En ambos casos, la luz reflejada experimenta tanto una rotación θ de la polarización, como un cambio de su estado de polarización a elípticamente polarizada. En la configuración transversal, la imanación está contenida en el plano de la muestra y es a su vez perpendicular al plano de incidencia de la luz. En este caso, la luz reflejada experimenta una variación de intensidad, procedente de la componente de la luz contenida en el plano (componente P), y un desfase de onda.

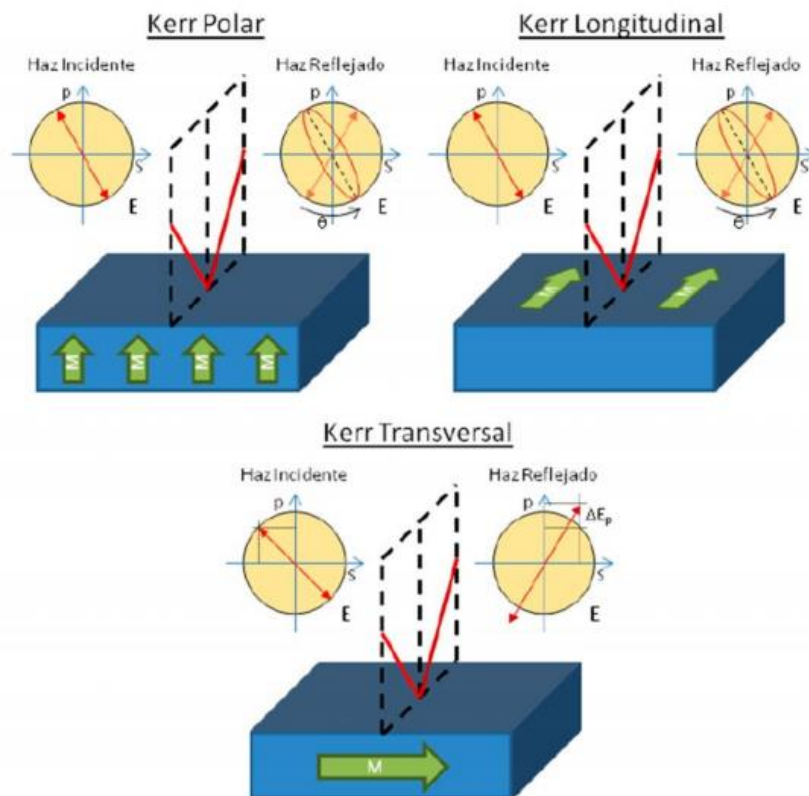


Figura 7. Esquema de las distintas configuraciones de efecto Kerr: polar, longitudinal y transversal [4].

Macroscópicamente, el efecto Kerr puede ser explicado a partir de la teoría clásica del electromagnetismo de Maxwell y atendiendo al tensor dieléctrico, que describe la respuesta óptica del medio. En presencia de un campo magnético el tensor dieléctrico se modifica, quedando descritos los efectos inducidos por la imanación en el mismo [4]:

$$\varepsilon = \varepsilon_R \begin{pmatrix} 1 & -iQm_z & iQm_y \\ iQm_z & 1 & -iQm_x \\ -iQm_y & iQm_x & 1 \end{pmatrix}$$

siendo ε_R la permitividad relativa; m_i las componentes del vector imanación normalizadas por el módulo del mismo; y Q la constante magneto-óptica del material, que depende en primera aproximación linealmente de la imanación del medio, y es causante de los efecto magneto-ópticos observados, además de depender de la longitud de onda de la luz incidente. Resolviendo las ecuaciones de Maxwell con este tensor dieléctrico, pueden obtenerse las componentes del campo paralela (E_P) y perpendicular (E_S) al plano de incidencia de la luz reflejada (r) en función de los correspondientes a la luz incidente (i), construyendo la matriz de reflexión de Fresnel [2]:

$$\begin{pmatrix} E_P \\ E_S \end{pmatrix}^r = \begin{pmatrix} r_{PP} & r_{PS} \\ r_{SP} & r_{SS} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} E_P \\ E_S \end{pmatrix}^i$$

cuyos elementos, r_{PP} , r_{SP} , r_{PS} y r_{SS} , dependen de las permeabilidades magnéticas de los medios que atraviesa la luz, sus índices de refracción, y los ángulos de incidencia y reflejado del haz. Por tanto, a partir de estas ecuaciones, se obtiene el comportamiento de la luz reflejada en cada una de las configuraciones Kerr, explicando los cambios en la polarización e intensidad observados en cada una de ellas.

Para la obtención de ciclos de histéresis de las muestras de esta tesis, ha sido empleado un equipo de efecto Kerr en geometría transversal (de ahora en adelante MOTKE, *magneto-optical transverse Kerr effect*) (figura 8) diseñado por José María Alameda y Rafael Morales [8]. Éste consta de un electroimán con el que se pueden aplicar campos en el plano de la muestra de hasta 3 kOe, sobre la que incide un haz de luz blanca con un ángulo de 45 grados con respecto a su superficie. La luz reflejada es dividida con un prisma polarizador en sus dos componentes P y S que son recogidas por sendos fotodiodos, con el fin de minimizar el ruido al restar la contribución de la componente S que no contiene información sobre el magnetismo de la muestra. La señal de reflectividad obtenida, proporcional a la imanación de la muestra, junto con el campo magnético aplicado medido con una sonda Hall colocada entre las dos bobinas del electroimán, conforman el ciclo de histéresis deseado. Además, el equipo cuenta con un criostato y un compresor con circuito cerrado de helio, y un sistema de vacío compuesto por una bomba rotatoria conectada a una bomba difusora, permitiendo la adquisición de ciclos de histéresis a bajas temperaturas hasta aproximadamente 10 K.

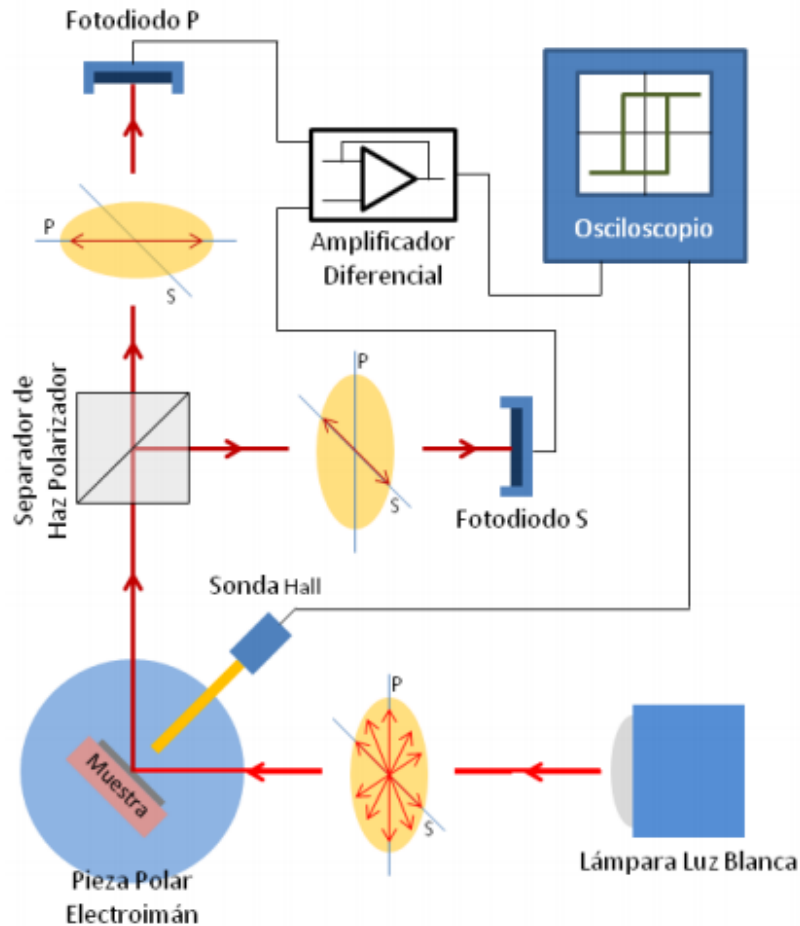


Figura 8. Esquema del sistema de caracterización por efecto Kerr transversal empleado [4].

2.4. Microscopía de dominios por efecto Kerr

Basado también en el efecto Kerr se encuentra el microscopio de dominios [9], el cual se vale de la luz reflejada por la muestra magnética para proporcionar una imagen de contraste de los dominios magnéticos presentes en la misma. Pueden alcanzarse con él resoluciones laterales por debajo de la micra, a la vez que permite la observación en directo del comportamiento, formación o aniquilación de los dominios magnéticos con el campo aplicado, además de proporcionar ciclos de histéresis en las regiones de muestra requeridas. Estas características lo convierten en una técnica de gran importancia para la visualización y caracterización de procesos de inversión de la imanación.

En comparación con un microscopio óptico convencional, un microscopio de dominios por efecto Kerr (figura 9) incorpora fundamentalmente tres elementos añadidos, como son un polarizador, un analizador, y una rendija de dimensiones variables con la que se acota el haz de luz incidente. El objetivo de esta última es seleccionar la dirección de la imanación a la cual se es sensible, permitiendo la toma de imágenes en las configuraciones de Kerr longitudinal, transversal, o polar.

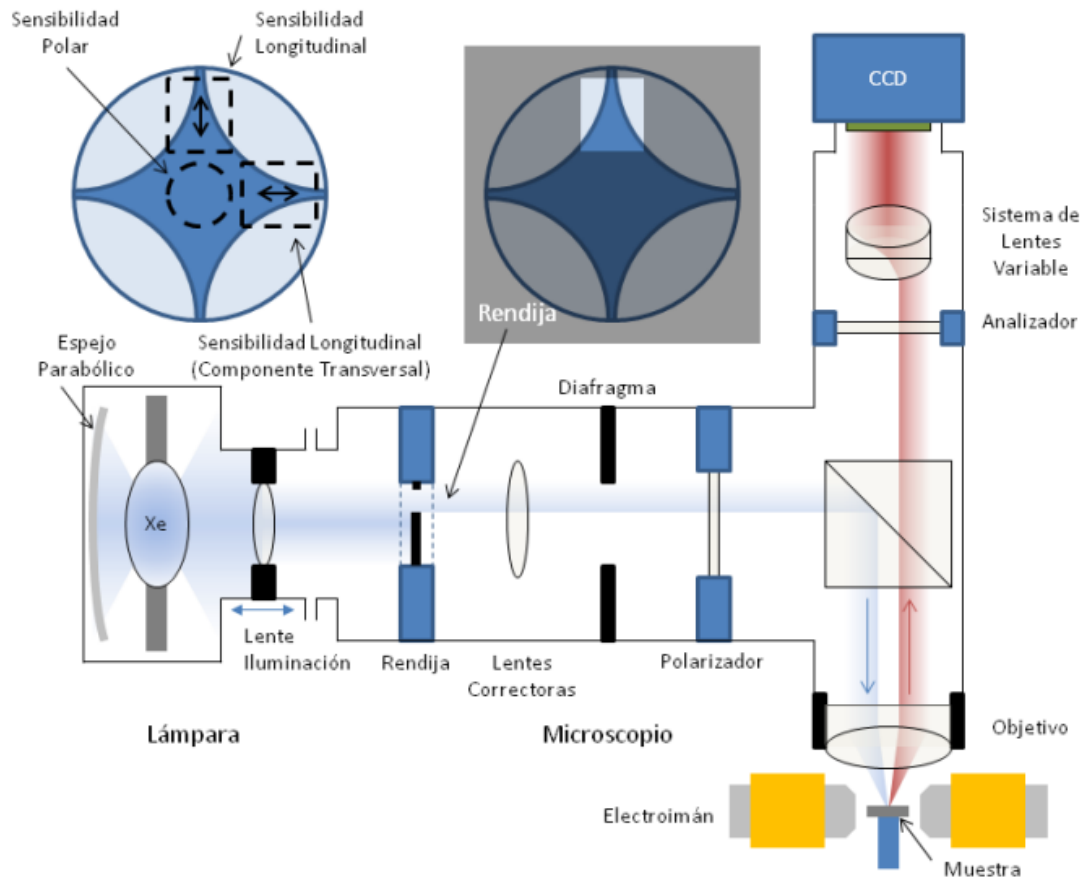


Figura 9. Esquema del sistema de microscopía por efecto Kerr empleado [4].

La luz reflejada sobre la muestra, tras su paso por el analizador, es recogida por una CCD. La imagen resultante presentará distintos contrastes, dependiendo de la orientación entre la dirección de sensibilidad magnética definida por la configuración Kerr elegida y la dirección de la imanación de la muestra. Si la imanación es paralela a la dirección de la sensibilidad, el contraste será claro u oscuro dependiendo de su sentido, mientras que los tonos grises intermedios se corresponderán con otras alineaciones diferentes de la imanación con respecto a la dirección de sensibilidad.

El equipo utilizado en esta tesis es un equipo de la empresa *Evico Magnetics GmbH*, que cuenta con un sistema de bobinas y varias piezas polares para generar campos magnéticos de hasta 7 kOe en el plano de la muestra. Este sistema puede rotar en torno a la muestra, permitiendo distintas geometrías entre el campo aplicado, la muestra, y la dirección de sensibilidad magnética seleccionada. En las medidas llevadas a cabo, se ha usado siempre la configuración de Kerr longitudinal.

2.5. Magnetometría de gradiente alterno (AGM)

La caracterización de la respuesta magnética de las láminas delgadas crecidas mediante la obtención de sus ciclos de histéresis por efecto Kerr transversal (MOTKE) resulta

una tarea rápida y sencilla. Sin embargo, presenta el gran inconveniente de arrojar tan sólo valores proporcionales a la imanación, impidiendo la caracterización de la imanación del material en las unidades habituales de $A \cdot m^{-1}$ ó $emu \cdot cm^{-3}$. Además, la configuración del dispositivo de medida impide la toma de medidas aplicando campos perpendiculares a la superficie de la muestra, a la vez que se tiene una penetración en el material limitada por la luz incidente que no refleja el comportamiento magnético de la totalidad de la muestra. Es por ello que también se ha empleado en la caracterización de las muestras preparadas en esta tesis la magnetometría por gradiente alterno, aprovechando la disponibilidad en el laboratorio de un equipo *MicroMag* (figura 10A), que permite la obtención de ciclos de histéresis tanto paralela como perpendicularmente al plano y aplicando campos magnéticos de hasta 1 T.

En un magnetómetro AGM (*alternating gradient field magnetometer*) [10], la muestra magnética es montada en el extremo de un hilo fino de cuarzo que a su vez está fijado por su extremo opuesto a una micropalanca o *cantilever* (figura 10B) compuesto por un elemento piezoeléctrico, y es imanada gracias al campo externo creado por un electroimán. Simultáneamente, una corriente alterna con una determinada frecuencia ω se hace pasar por un conjunto de bobinas de modo que originen un campo magnético variable en el tiempo $B(t)$ en la misma dirección del campo imanador. El gradiente de campo alterno generado por estas bobinas ejerce una fuerza $\vec{F}_\omega$ periódica sobre la muestra en dirección paralela a la imanación de la misma, que será proporcional al momento magnético de la muestra. La resultante deflexión del elemento piezoeléctrico que conforma el cantilever hará que éste genere un voltaje proporcional a la fuerza ejercida, cuya amplitud será por tanto proporcional al momento magnético de la muestra. Operando a la frecuencia de resonancia del cantilever, esta señal de salida se amplifica considerablemente, aumentado por consiguiente la sensibilidad a las variaciones de amplitud y con ello la precisión de las medidas.

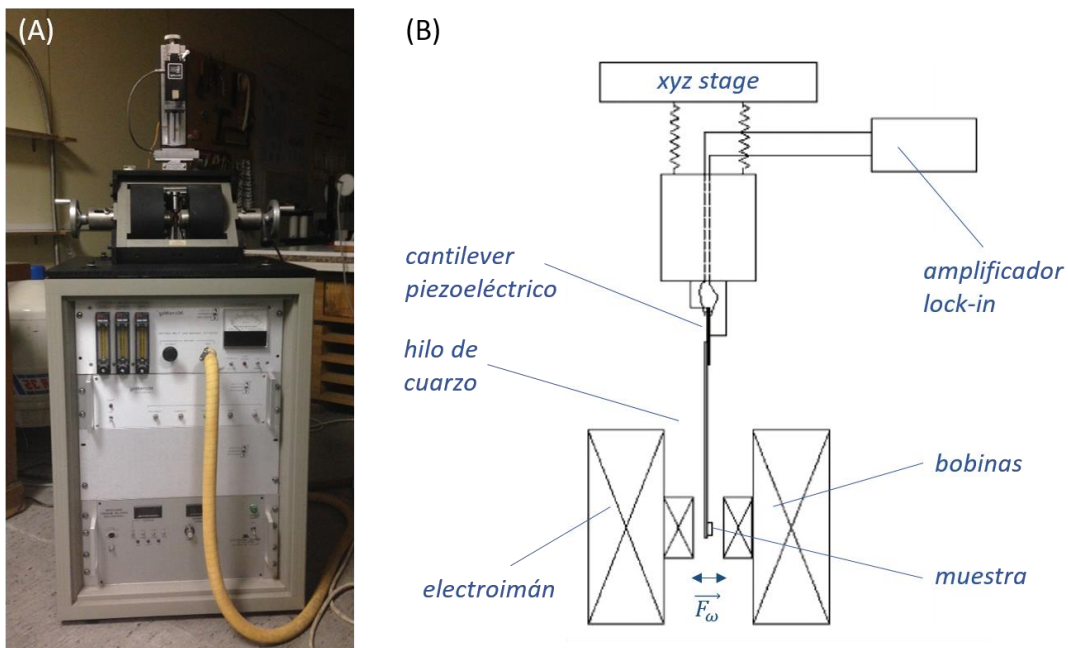


Figura 10. (A) Equipo AGM utilizado, modelo *MicroMag* (B) Esquema del dispositivo de medida [10].

2.6. Magnetometría de muestra vibrante (VSM)

Para la caracterización magnética de las muestras también ha sido empleada la técnica de magnetometría de muestra vibrante (VSM, *vibrating sample magnetometry*) [11], mediante el uso de un magnetómetro PPMS-14T (*Physical Property Measurement System*) de los Servicios Científico-Técnicos de la Universidad de Oviedo (figura 11A). Este magnetómetro permite la obtención de medidas a campos magnéticos hasta los 14 T, debido a la utilización de bobinas superconductoras, y en un amplio rango de temperaturas que va desde 1,8 K hasta 1000 K, gracias a la presencia tanto de un criostato como de un pequeño circuito de resistencias situado en el portamuestras. De los dos módulos de medición de propiedades físicas de los que dispone se ha empleado el VSM, cuyo principio de funcionamiento se basa en la inducción electromagnética. En este modo de medición, la muestra es montada en el extremo de una varilla rígida cuyo extremo opuesto está acoplado a un motor, de modo que haga a la muestra oscilar con un movimiento armónico simple en dirección vertical a una determinada frecuencia prefijada (figura 11B). Así, la muestra magnética se hace vibrar en el interior de un conjunto de bobinas, de modo que varíe el flujo magnético a través de las mismas, induciendo en éstas una corriente directamente proporcional a la imanación de la muestra, señal que posteriormente será amplificada y procesada. El campo imanador externo es producido por bobinas superconductoras, refrigeradas con un circuito cerrado de helio.

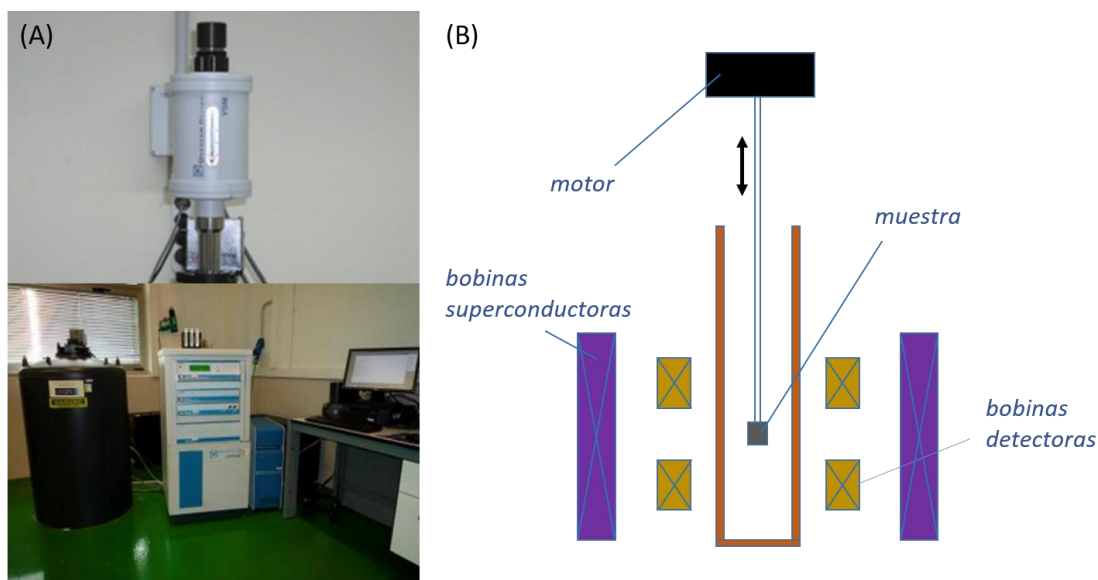


Figura 11. (A) Equipo PPMS utilizado y módulo VSM (imagen superior). (B) Esquema del dispositivo de medida.

2.7. Magnetometría SQUID

La última de las técnicas de magnetometría empleadas es la magnetometría SQUID (*superconducting quantum interference device*, dispositivo superconductor de interferencia cuántica) [12]. A diferencia de la magnetometría VSM, en esta técnica la muestra se hace

vibrar en dirección vertical atravesando un anillo formado por dos materiales superconductores separados por capas aislantes, constituyendo dos uniones Josephson paralelas (figura 12A). Al hacer pasar una corriente por el anillo SQUID, por efecto túnel pasan pares de Cooper de electrones a través de las uniones Josephson, que pueden ser representados en cada una de las uniones por una función de onda. Si a su vez el anillo experimenta un campo magnético, como es el producido por la muestra, la corriente se verá alterada al modificarse la diferencia de fase a lo largo de cada unión, produciéndose una oscilación de la misma a consecuencia de estos cambios de fase. Puesto que una de las propiedades del anillo superconductor es que únicamente puede contener flujo magnético en múltiplos de un cuanto de flujo, un incremento o disminución del campo magnético producirá que la intensidad oscile entre un valor máximo y un valor mínimo dependientes del número de cuantos de flujo administrado al SQUID. Si es un número entero de cuantos de flujo, la corriente alcanzará el valor máximo, mientras que si el flujo se corresponde a la mitad de un número entero de cuantos de flujo la corriente tomará el valor mínimo. La medición del voltaje, que experimenta la misma variación que la intensidad bajo un flujo de campo magnético variable, sirve entonces para calibrar el momento magnético de la muestra en función de los cuantos de flujo.

El equipo de magnetometría SQUID empleado para la caracterización magnética de parte de las muestras de esta tesis es un equipo Quantum Design MPMS-5S perteneciente al Instituto de Física Dos Materiais de la Universidad de Oporto (IFIMUP-IN), que permite la obtención de medidas a campos hasta 6 T y en un rango de temperaturas entre 1,9 K y 400 K (figura 12B).

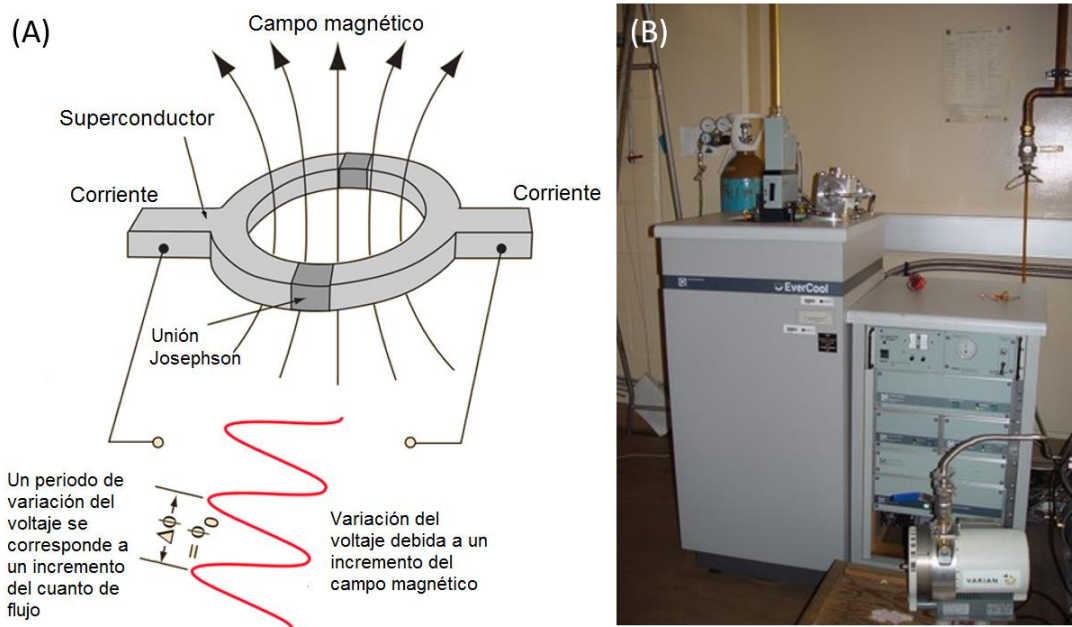


Figura 12. (A) Esquema y principio de funcionamiento del SQUID [13] (B) Equipo SQUID empleado [14].

2.8. Microscopía de fuerza atómica (AFM) y microscopía de fuerza magnética (MFM)

La microscopía de fuerza atómica (AFM, *atomic force microscopy*) [15] es una técnica basada en la construcción de imágenes de la superficie de una muestra a partir de la medición de las fuerzas de atracción y repulsión que tienen lugar entre los átomos de una punta y los de la superficie a analizar.

Así, el microscopio de fuerza atómica monitoriza la superficie de la muestra con una punta, la cual se localiza al final de un cantilever. Las fuerzas de Van der Waals entre la punta y la muestra provocan la deflexión del mismo, que es medida por un fotodiodo valiéndose de la señal de un láser que incide sobre el cantilever, mientras la muestra se mueve en direcciones X e Y bajo la punta gracias al material piezoeléctrico sobre el que está situada, que se expande y contrae como respuesta a un voltaje aplicado. Si se mantiene constante la deflexión del cantilever, y en consecuencia se mantiene constante la magnitud de la fuerza entre la punta y la muestra, a medida que se hace el barrido de la superficie el cantilever subirá o bajará verticalmente para mantener la deflexión constante (figura 13). De esta forma, el movimiento vertical del cantilever permite reconstruir la topografía de la superficie de la muestra analizada.

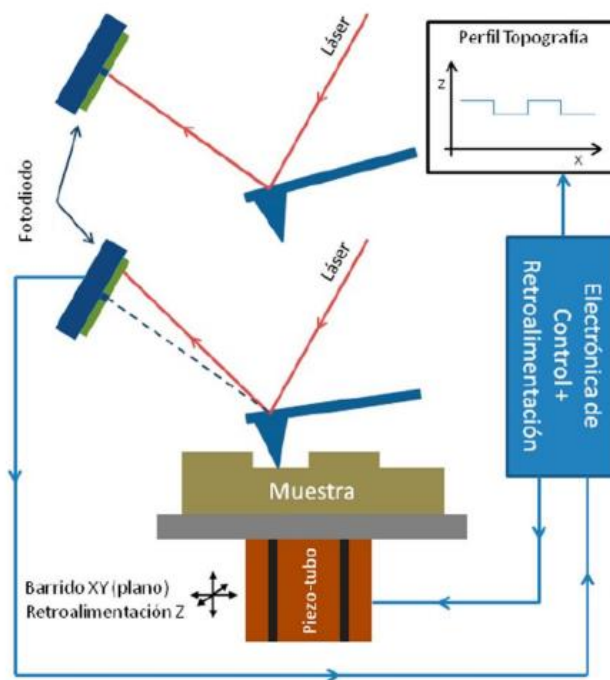


Figura 13. Esquema del funcionamiento de un microscopio AFM en modo contacto [4].

Al modo de operación anterior se le denomina modo de contacto. Sin embargo, también es posible sondear la superficie de la muestra en el denominado modo de contacto intermitente o *tapping*. En este último, el cantilever se hace oscilar con una frecuencia igual a su frecuencia de resonancia gracias a la presencia de un piezoeléctrico situado sobre el soporte de la punta. La interacción de Van der Waals entre la punta y la muestra producirá que la amplitud de esta oscilación disminuya a medida que la punta se acerque a la superficie, por lo que manteniendo esta amplitud constante con el movimiento vertical del cantilever se

garantiza mantener la distancia punta-muestra fija y con ello determinar la topografía superficial.

Una variación de la microscopía AFM es la microscopía de fuerza magnética (MFM, *magnetic force microscopy*) [4]. En ésta, la punta utilizada es una punta magnética, comúnmente una punta de silicio, sobre la cual ha sido depositada una capa de cobalto. La imanación de la punta, paralela a la misma dada su forma fina y alargada, interacciona con el magnetismo de la muestra proporcionando información acerca de su estado magnético, además de seguir ofreciendo información topográfica.

Para la extracción de la información magnética, se utiliza la técnica de retrazado magnético, consistente en llevar a cabo dos sondeos de la superficie de la muestra a dos distancias diferentes. En primer lugar, se realiza una pasada sobre la superficie a unos pocos nanómetros obteniendo la topografía del mismo modo que se haría con un AFM, en modo de contacto intermitente con amplitud modulada. A continuación, la punta es separada unas decenas de nanómetros, y nuevamente se repite el mismo perfil realizado en la primera pasada. De este modo, se elimina la interacción de corto alcance responsable del contraste estructural, mientras que permanece la interacción magnética, que decae más suavemente con la distancia, de manera que así aumente la resolución magnética. La imagen MFM de la muestra es finalmente obtenida a partir de los desfases de frecuencia en la oscilación del cantilever en este segundo barrido (figura 14), producidos por la interacción del magnetismo de la punta con el campo de fugas generado en la superficie de la muestra, dada la imanación de la punta orientada perpendicularmente a la superficie. Por tanto, cuando se sondean muestras con dominios magnéticos cuya imanación apunta en dirección perpendicular al plano, el contraste de la imagen provendrá de la presencia de estos dominios; sin embargo, si la imanación de los dominios está contenida en el plano, el contraste de la imagen MFM vendrá dado por las paredes de dominio, en las cuales la imanación diverge.

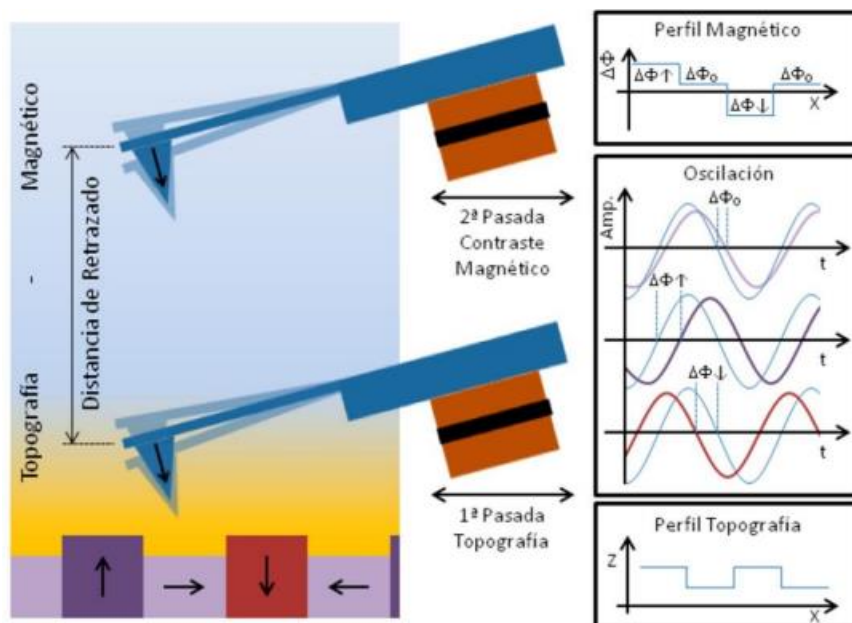


Figura 14. Esquema del funcionamiento de un microscopio MFM empleando la técnica de retrazado [4].

En la práctica, han sido empleados en el análisis de las muestras sendos equipos de *Nanotec Electrónica* implementados como microscopios AFM y MFM respectivamente, siendo *WSxM* el software de adquisición y tratamiento de imágenes utilizado.

2.9. Perfilometría

Para la estimación de la rugosidad superficial y los escalones micrométricos presentes en la resina de las muestras litografiadas por haz de electrones, se ha utilizado un perfilómetro de tipo *stylus*. En este tipo de perfilómetros, se utiliza una aguja o *stylus* para sondear por contacto la superficie de una muestra, obteniendo así un perfil de alturas (figura 15). El proceso se realiza mecánicamente, con un sistema de retroalimentación que monitoriza la fuerza establecida por la topografía de la muestra sobre la aguja a medida que ésta escanea la superficie, de manera que los cambios en la posición vertical de la aguja son usados para reconstruir el perfil superficial. Dado que este modo de uso por contacto puede acarrear cierto grado de erosión de la superficie, y dada su menor resolución en comparación con la técnica AFM, pero ofreciendo a cambio mayor simpleza y rapidez de uso, se ha empleado el perfilómetro disponible en el departamento de Física de la Universidad de Oviedo como método de determinación de los perfiles a escala micrométrica litografiados sobre la resina.

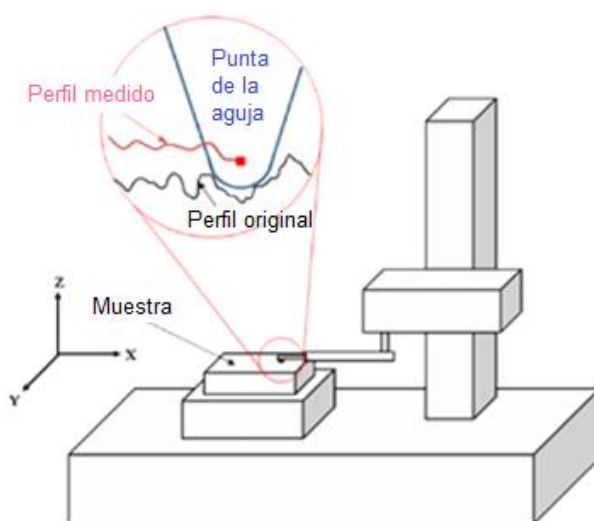


Figura 15. Esquema de un perfilómetro de tipo *stylus* [16].

2.10. Dicroísmo magnético circular de rayos x (XMCD)

El dicroísmo magnético circular de rayos x (XMCD, *x-ray magnetic circular dichroism*) es también un efecto magneto-óptico extendido al rango de los rayos x al igual que la técnica de dispersión magnética resonante vista en el apartado anterior. La técnica de XMCD se basa en la diferente absorción de rayos x por parte de un material magnético dependiendo de la helicidad del haz de rayos x circularmente polarizado incidente. En otras palabras, es un efecto

que depende de la interacción entre el momento angular de los fotones incidentes y el correspondiente a los electrones del material.

Entre las ventajas de esta técnica se encuentran la selectividad al elemento, pudiendo usar los rayos x de las fuentes de radiación sincrotrón para sondear diferentes elementos presentes en una muestra, sintonizando la radiación a la energía del borde de absorción de un elemento dado; la selectividad al orbital, pues es posible elegir la energía de diferentes bordes de absorción del mismo elemento; y la capacidad de obtener por separado las contribuciones orbital y de espín al momento magnético a través de las reglas de suma.

Stöhr explica de un modo sencillo la base del dicroísmo magnético en un metal de transición $3d$ en la referencia [17] (figura 16). En un metal $3d$ magnético, como es el caso del cobalto estudiado en esta tesis, su banda de valencia d se divide en dos estados de espín arriba y espín abajo con diferente ocupación. De este modo, el momento de espín de la capa d viene dado por la diferencia entre los electrones con espín arriba y espín abajo de los estados por debajo del nivel de Fermi, o equivalentemente, por la diferencia de vacantes/huecos de los estados por encima del nivel de Fermi. Esta diferencia se determina con las medidas de XMCD, haciendo incidir rayos x con polarización circular y por ello con un momento angular $+\hbar$ y $-\hbar$ de sus fotones bien definido, los cuales excitan los electrones del material magnético transfiriéndoles su momento angular. Si el fotoelectrón excitado se origina desde un nivel dividido por la interacción espín-órbita como puede ser el nivel $p_{3/2}$ (por tanto, correspondiéndose con la transición que da lugar al borde de absorción L_3), el momento angular del fotón puede ser transferido en parte al espín a través del acoplamiento espín-órbita. Los fotones circularmente polarizados a derechas transfieren un momento angular de sentido opuesto al de los fotones circularmente polarizados a izquierdas, creándose por tanto fotoelectrones con espines de distinto signo. Dado que los niveles $p_{3/2}$ (L_3) y $p_{1/2}$ (L_2) tienen diferente acoplamiento espín-órbita ($l + s$ y $l - s$, respectivamente), la polarización de espín es opuesta en estos dos bordes de absorción. Como los cambios de espín no están permitidos en las transiciones dipolares eléctricas que gobiernan el proceso de absorción de los rayos x, los fotoelectrones con espín para arriba de la capa p solo pueden ser excitados hacia estados vacantes con espín para arriba de la capa d . Asimismo, los fotoelectrones con espín para abajo solo podrán ser excitados hacia vacantes con espín para abajo en la capa d . Por tanto, la capa de valencia d dividida en espín actúa como un detector del espín del fotoelectrón excitado y la intensidad de la transición es proporcional al número de estados d de un espín determinado vacíos. Esta intensidad es medida a partir de la cuenta de electrones emitidos en los procesos de desexcitación que tienen lugar tras la excitación del fotoelectrón y creación de la vacante en la capa p . La magnitud del efecto de dicroísmo escala como $\cos\theta$, donde θ es el ángulo entre el espín del fotón y la dirección de la imanación. Por ello, el efecto de dicroísmo extremo se obtiene si las direcciones del espín del fotón y la imanación son paralelas o antiparalelas. Así, la diferencia de absorción producida por el efecto dicroico puede ser detectada o cambiando la helicidad de los rayos x o cambiando la dirección de la imanación de la muestra mediante la aplicación de un campo magnético. Cuando las direcciones del espín del fotón y de la imanación son perpendiculares, las intensidades de los bordes de absorción L_3 y L_2 toman valores intermedios a los obtenidos en los casos extremos anteriores.

Las diferencias en las intensidades de los bordes L_3 y L_2 para las orientaciones paralela y antiparalela entre la imanación y el espín del fotón están relacionadas cuantitativamente a través de las reglas de la suma (Thole, Carra, et al. [18]) con la magnitud de los momentos magnéticos angular y de espín. En el caso del cobalto, las reglas de la suma pueden escribirse como [19]:

$$m_{orb} = -\mu_B \frac{4q(10 - n_h)}{3r}$$

$$m_{espín} = -\mu_B \frac{(6p - 4q)(10 - n_h)}{r}$$

donde m_{orb} y $m_{espín}$ son los momentos magnéticos orbital y de espín, respectivamente; μ_B el magnetón de Böhr; n el número de huecos en la capa $3d$; y r , p y q valores adimensionales procedentes de la integración de la suma y diferencia de los espectros de dicroísmo obtenidos para las dos helicidades (figura 17).

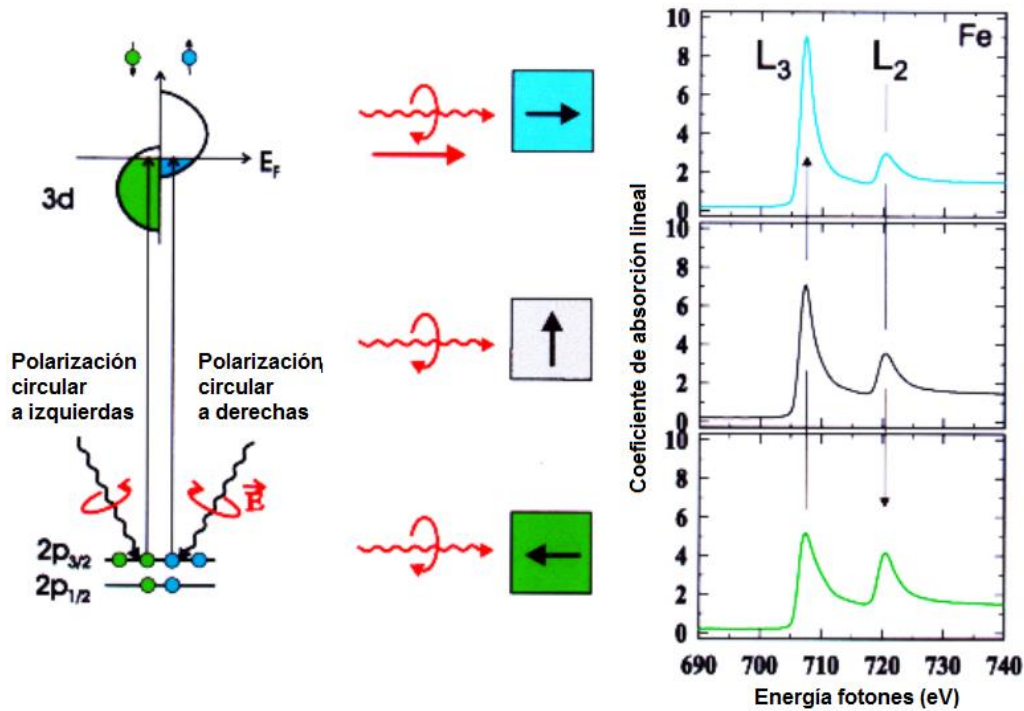


Figura 16. Esquema del principio del dicroísmo magnético circular: los estados de valencia en un material magnético se dividen según su espín, y la luz circularmente polarizada a derechas excita fundamentalmente electrones de espín para arriba hacia estados de valencia de espín para arriba, mientras que la luz circularmente polarizada a izquierdas excita electrones de espín hacia abajo hacia estados de espín para abajo. La magnitud del efecto escala como $\cos\theta$, donde θ es el ángulo entre el espín del fotón y la dirección de la imanación. El efecto dicroico extremo se obtiene si las direcciones del espín del fotón y la imanación son paralelas (absorción máxima) o antiparalelas (absorción mínima) [17].

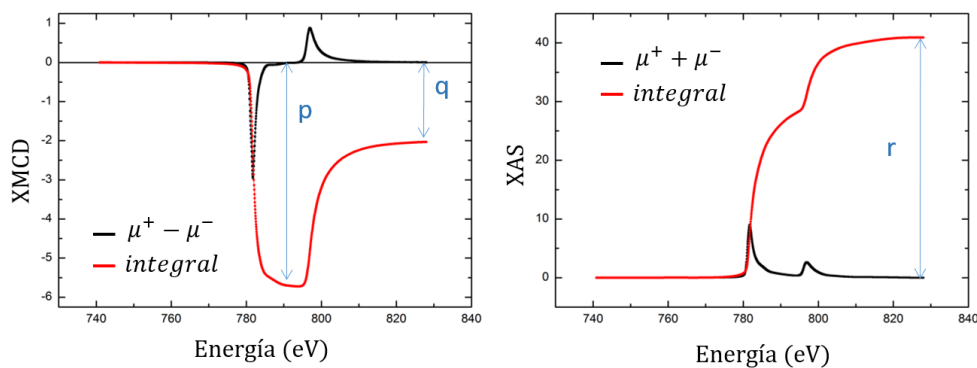


Figura 17. Determinación de los parámetros p , q y r de las reglas de la suma a partir de las integrales de los espectros de XMCD y XAS (resta y suma, respectivamente, de las absorciones obtenidas para ambas helicidades de los rayos x incidentes). Se muestra el caso de los bordes de absorción L_2 y L_3 correspondientes a una lámina de cobalto.

Así, la técnica de XMCD puede determinar la magnitud (discriminando entre contribución orbital y de espín), dirección y anisotropías de los momentos magnéticos presentes en una muestra.

Las medidas de dicroísmo magnético circular de esta tesis se han realizado en la línea BOREAS del sincrotrón ALBA (Barcelona). Esta línea (figura 18) cubre un rango de energías del haz entre 80 y 4000 eV y está dedicada a la obtención de medidas tanto de absorción y dicroísmo como de dispersión resonante, con la presencia de las estaciones HECTOR y MARES, respectivamente. La estación HECTOR está equipada con tres bobinas superconductoras que producen campos de hasta 6 T en el plano horizontal a lo largo de la dirección del haz de rayos x, y de 2 T en el plano horizontal y perpendicular al haz así como en el plano vertical. Además, dispone de un criostato de helio permitiendo la toma de medidas entre 2 K y 350 K.



Figura 18. Imagen de la línea BOREAS del sincrotrón ALBA, mostrando, de izquierda a derecha, la estación HECTOR para medidas de dicroísmo magnético circular y lineal, y la estación MARES para medidas de dispersión resonante [20].

2.11. Dispersión magnética resonante de rayos x (XRMS)

Desde hace más de un siglo es sabido que tanto la dispersión como la transmisión de luz por parte de un material contiene información acerca de su estructura electrónica y ordenamiento magnético, siendo esta la base de los efectos Kerr, Faraday y Voight [9]. Sin embargo, hasta los años 80 no se extendió el estudio al rango de los rayos x, época en la que se predeciría y demostraría experimentalmente que la señal magnética procedente de la dispersión por parte de los momentos magnéticos, muy débil en comparación con la contribución de carga derivada de los electrones, podía ser aumentada en varios órdenes de magnitud ajustando la energía de los fotones a la energía de un borde de absorción electrónico [21]. En este contexto surge la dispersión magnética resonante de rayos x, XRMS (*x-ray resonant magnetic scattering*). En particular, la reflectividad de rayos x es ampliamente usada para extraer perfiles de densidad de carga en multicapas. Sumar a estas medidas la condición de resonancia y medir la diferencia en la reflectividad entre los rayos x circularmente polarizados a izquierdas y derechas, implica obtener además sensibilidad al perfil de densidad magnético a lo largo de la dirección perpendicular a la estructura. De este modo, es posible determinar los perfiles de densidad química y magnética en profundidad, obteniendo información de las intercaras químicas y magnéticas como su posición, rugosidad, tamaño, u ordenamiento magnético, todo ello unido a la selectividad elemental dependiendo de la energía de los fotones escogida, que permite el sondeo de capas tanto superficiales como internas.

Es por ello que esta técnica constituye una herramienta de gran valor para la investigación de la estructura electrónica y, esencialmente, para la caracterización de perfiles magnéticos en muestras nanoestructuradas, láminas delgadas y multicapas, al combinar la resolución en profundidad de la reflectividad de rayos x convencional, con la sensibilidad elemental y magnética propia de los experimentos de dicroísmo magnético. En esta tesis, se ha empleado para el análisis de multicapas una de las configuraciones de XRMS más habituales, consistente en llevar a cabo medidas de reflectividad de bajo ángulo con rayos x circularmente polarizados, a izquierdas y a derechas, con una energía correspondiente a un borde de absorción de uno de los elementos presentes en la muestra imanada, aplicando un campo magnético longitudinal, del modo que se observa en la figura 19.

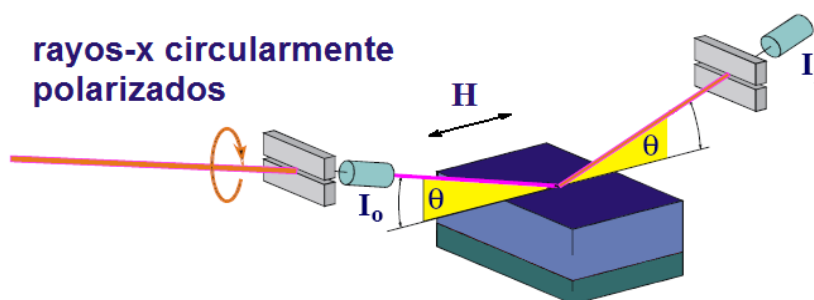


Figura 19. Configuración XRMS tomando medidas de reflectividad en geometría longitudinal.

Las contribuciones resonantes que dan lugar a una señal magnética conmensurable se reflejan en la expresión de la longitud de dispersión [22]:

$$f(\vec{k}, \vec{k}', \omega) = f_o(\vec{q}) + f_{espín}(\vec{k}, \vec{k}') + f'(\vec{k}, \vec{k}', \omega) + if''(\vec{k}, \vec{k}', \omega)$$

donde $\vec{k}$ y $\vec{k}'$ son los vectores de onda incidente y reflejado, ω es la frecuencia angular de los fotones, $\vec{q}$ el vector intercambio de momento, f_o procede del factor de dispersión atómica debida a la carga de los electrones, $f_{espín}$ de la dispersión correspondiente a su espín, y f' y f'' , dependientes de la energía, son las denominadas contribuciones anómalas o resonantes.

Como ha sido mencionado, la contribución a la dispersión por parte de la carga electrónica predomina sobre la contribución por parte de los momentos magnéticos, de modo que $f_{espín}$ es considerablemente menor que f_o , dado que, además de las diferentes secciones eficaces de los procesos de dispersión por cargas eléctricas o por momento magnéticos, únicamente son los electrones desapareados los que contribuyen a la señal magnética, lo que origina que la señal debida a la dispersión magnética no resonante pueda ser de hasta 5 a 6 órdenes de magnitud menor que la intensidad derivada de la dispersión de carga.

En cambio, cuando la energía de los rayos x incidentes es cercana a un borde de absorción, a la longitud de dispersión contribuyen los términos resonantes adicionales f' y f'' , provenientes de la excitación de electrones de niveles internos a estados intermedios por encima del nivel del Fermi, estados que en los materiales magnéticos son espín-polarizados, ocasionando un incremento en la sensibilidad al magnetismo del átomo en el fenómeno de dispersión [22].

En general, diferentes transiciones multipolares pueden contribuir a este proceso resonante. En la mayoría de los casos dominan las transiciones dipolares eléctricas, pudiendo aproximarse la expresión de la longitud de dispersión por [22]

$$f = (\vec{\varepsilon}_f^* \cdot \vec{\varepsilon}_i)(f_o + F^{(0)}) + i(\vec{\varepsilon}_f^* \times \vec{\varepsilon}_i) \cdot \vec{m} F^{(1)} + (\vec{\varepsilon}_f^* \cdot \vec{m})(\vec{\varepsilon}_i \cdot \vec{m}) F^{(2)}$$

donde la contribución magnética no resonante, mucho más débil, se ha despreciado; $\vec{\varepsilon}_i$ y $\vec{\varepsilon}_f$ son los vectores de polarización del campo eléctrico de la radiación incidente y dispersada, respectivamente; $\vec{m}$ es un vector unidad en la dirección del momento magnético del átomo, y $F^{(n)}$,

$$F^{(0)} = \frac{3\lambda}{8\pi} [F_{-1} + F_1]$$

$$F^{(1)} = \frac{3\lambda}{8\pi} [F_{-1} - F_1]$$

$$F^{(2)} = \frac{3\lambda}{8\pi} [2F_0 - F_{-1} - F_1]$$

son factores complejos relacionados con los elementos de matriz de la transición involucrada [23],

$$F_{\Delta M} \propto \frac{|\langle J'M' | Q_{1,p} | JM \rangle|^2}{E_{J'} - E_J - \hbar\omega - i\frac{\Gamma}{2}}$$

donde $\Delta M (= +1, 0, -1)$ representa el cambio en el número cuántico magnético, $|JM\rangle$ y $|J'M'\rangle$ son los estados inicial y final con energías E_J y $E_{J'}$, de la transición, $Q_{1,p}$ es el operador dipolar eléctrico, siendo $p = \Delta M = M' - M$, Γ la amplitud de la resonancia y $\hbar\omega$ la energía de la radiación incidente.

La expresión de la longitud de dispersión consiste ahora en tres términos. El primero, independiente de la dirección local de la imanación, representa la contribución debida a la carga. El segundo término, lineal en m , es causante de las diferencias en la dispersión y absorción de rayos x circularmente polarizados. El último término, de segundo orden en m , es responsable de efectos de dicroísmo lineal y es normalmente mucho más pequeño que los términos anteriores, pudiendo despreciarse a ángulos de dispersión bajos cuando el experimento se realiza en geometría longitudinal [24].

Aplicando esta simplificación, se llega a la expresión más sencilla y útil de la longitud de dispersión para un ion magnético en la aproximación dipolar, dada por la suma de un término de carga y un término magnético,

$$f = (f_o + f_e)(\vec{\varepsilon}_f^* \cdot \vec{\varepsilon}_i) + if_m(\vec{\varepsilon}_f^* \times \vec{\varepsilon}_i) \cdot \vec{m}$$

$$f_e = f_e' + if_e''$$

$$f_m = f_m' + if_m''$$

f_e y f_m , que sustituyen aquí a $F^{(0)}$ y $F^{(1)}$, son magnitudes complejas que representan las contribuciones anómalas de carga y magnética. Sus partes imaginarias se relacionan con el coeficiente de absorción, μ , que cuantifica el decrecimiento en la intensidad de un haz que atraviesa un material dado, $I(z) = I_o e^{-\mu z}$, a través del teorema óptico [22,25]:

$$f_{e,m}'' = \frac{\mu_{e,m}}{2\lambda\rho}$$

donde ρ es la densidad atómica, $\mu_e = (\mu^+ + \mu^-)/2$, $\mu_m = \mu^+ - \mu^-$, y μ^+ y μ^- son los coeficientes de absorción obtenidos al hacer incidir radiación circularmente polarizada a derechas y a izquierdas, respectivamente.

De este modo, f_e'' y f_m'' son hallados experimentalmente a partir de las absorciones medidas en un experimento de dicroísmo, y han de ser posteriormente escaladas tomando como referencia valores tabulados para el elemento resonante. A su vez, el valor de f_o para distintos elementos se encuentra tabulado en la literatura, en forma de factor de dispersión atómico, el cual ha de ser multiplicado por r_o , el radio clásico del electrón, para convertirlo en unidades de longitud de dispersión.

Las correspondientes partes reales de f_e y f_m son calculadas mediante la relación de Kramers-Krönig [26],

$$f'(\omega) = \frac{1}{\pi} \mathcal{P} \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{f''(\omega')}{(\omega' - \omega)} d\omega' = \frac{2}{\pi} \mathcal{P} \int_0^{+\infty} \frac{\omega' f''(\omega')}{(\omega'^2 - \omega^2)} d\omega'$$

que liga las partes real e imaginaria de ambas magnitudes.

Una vez determinada por completo la longitud de dispersión, ésta se relaciona con la señal dispersada mediante la suma a todas las posiciones $\vec{r}_n$ de la red con un factor de fase dependiente de la transferencia de momento $\vec{q}$,

$$I \propto \left| \sum_n f_n \exp(i\vec{q} \cdot \vec{r}_n) \right|^2.$$

Sin embargo, de cara a la implementación del cálculo de la reflectividad por parte de los programas de ajuste de medidas experimentales esta expresión no es utilizada, empleándose para ello un enfoque basado en el cálculo de coeficientes de Fresnel y el método de Parratt. Ello se verá detalladamente en el capítulo 3.

Finalmente, para enfatizar las contribuciones de carga y magnética a la intensidad medida, se representan la media $(I^+ + I^-)/2$ y la diferencia $I^+ - I^-$ o ratio de asimetría $(I^+ - I^-)/(I^+ + I^-)$ en función de $|\vec{q}|$ o del ángulo de dispersión, siendo I^+ e I^- las intensidades recogidas para ambas helicidades. Así, mientras que de la suma se obtiene la dispersión de carga, permitiendo la obtención de información estructural, la diferencia contiene la correlación carga-espín [27] y es por ello proporcional a la magnitud de los momentos magnéticos de la muestra.

Las medidas de dispersión magnética resonante de las muestras de esta tesis, presentadas en el capítulo 3, han sido llevadas a cabo en la línea 4-ID-D del sincrotrón Advance Photon Source (APS, *Argonne National Laboratory*), diseñada para la obtención de medidas de XRMS y XMCD. Esta línea cuenta con un difractómetro Huber (figura 20), capacidad para tomar medidas entre 2,5 y 30 keV de energía de los rayos x, posibilidad de alcanzar hasta 13 T con un imán superconductor, y disponibilidad de un criostato de helio para la toma de medidas a baja temperatura, entre otros. Además, también permite llevar a cabo medidas de absorción en fluorescencia.

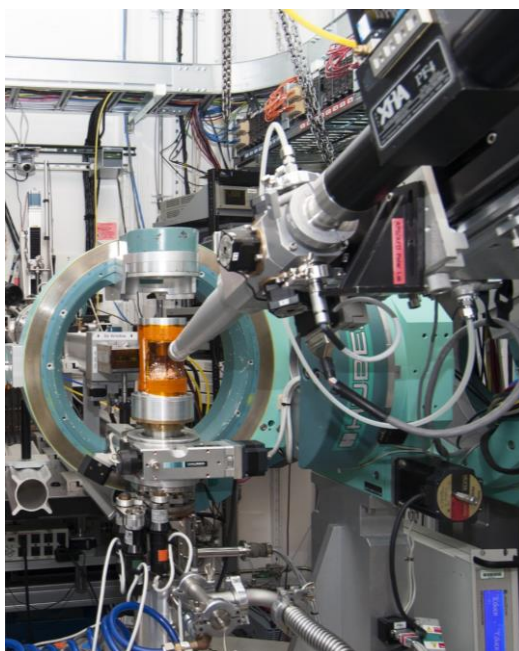


Figura 20. Imagen del difractómetro Huber de la línea 4-ID-D del sincrotrón APS [28].

2.12. Microscopía de transmisión de rayos x (TXM)

La microscopía de transmisión de rayos x (TXM, *transmission x-ray microscopy*) [29] es análoga a la microscopía de transmisión con luz visible. Sin embargo, el uso de rayos x, y especialmente en el caso de los producidos por las fuentes de radiación sincrotrón, confiere a esta técnica nuevas propiedades de gran atractivo en la caracterización de muestras, como son una resolución nanométrica, una alta penetración que permite estudiar muestras de mayor espesor, y la posibilidad de realizar tomografías tridimensionales. Además, cuando la energía de los rayos x se ajusta al borde de absorción de un elemento determinado presente en la muestra, puede ser empleada para sondear la imanación del mismo con un contraste proporcionado por el efecto de dicroísmo magnético circular, tras hacer incidir sobre la muestra radiación circularmente polarizada.

El esquema general de un microscopio de transmisión de rayos x como el empleado en el análisis de las muestras de esta tesis se observa en la figura 21. Los rayos x procedentes de la fuente de radiación sincrotrón, cuya energía ha sido ajustada tras su paso por un monocromador, son enfocados sobre la muestra con un capilar de cristal elíptico. Tras atravesar la muestra, la radiación se proyecta a través del objetivo, una zone plate de Fresnel, generando finalmente una imagen magnificada en el detector CCD.

Las medidas de microscopía de transmisión de rayos x se llevaron a cabo en la línea MISTRAL del Sincrotrón ALBA (Barcelona). El rango de energías a las que trabaja se encuentra entre los 270 y los 1200 eV, y dispone de la posibilidad de tomar medidas a bajas temperaturas así como de incluir pequeñas bobinas situadas a la altura de la muestra para la aplicación de campos magnéticos de pequeña intensidad durante las medidas. La resolución espacial

alcanzada es de unos 30 a 50 nm, dependiendo de si las imágenes tomadas son bidimensionales, tomografías, o imágenes magnéticas.

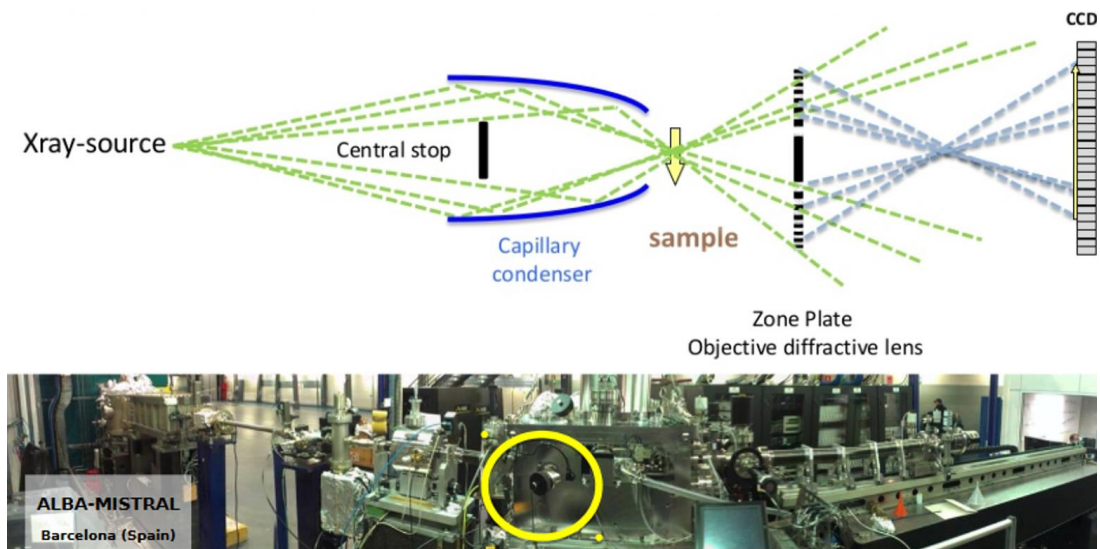


Figura 21. Esquema del microscopio de transmisión de rayos x de la línea MISTRAL del Sincrotrón ALBA, indicando la situación de la fuente de radiación, el capilar de enfoque, la muestra, el objetivo y la CCD; e imagen del mismo [30].

Capítulo 3

Caracterización de perfiles de profundidad de la imanación y del acoplamiento magnético en heteroestructuras de tipo multicapa mediante XRMS

En este capítulo se aborda el estudio de la competición entre la interacción Zeeman y las interacciones de canje en bicapas y tricapas de tierra rara – metal de transición. Como resultado de esta competición, en algunos rangos de campo magnético externo aplicado al sistema, se puede formar una pared de Bloch de intercara que ha sido caracterizada en detalle mediante medidas XRMS.

3.1. Introducción

Las particulares propiedades magnéticas de las láminas delgadas de aleaciones tierra rara-metal de transición han hecho que sean objeto de estudio desde los años 70 [1-5]. Las tierras raras se caracterizan por tener momentos magnéticos elevados pero bajas temperaturas de Curie, por lo que su aleación con un metal de transición posibilita aumentar esta temperatura y aprovechar los altos momentos magnéticos de la tierra rara a temperatura ambiente. Por otra parte, muchos de estos compuestos pueden presentar anisotropía magnética perpendicular, así como un acoplamiento ferromagnético o antiferromagnético (según la tierra rara empleada) entre los momentos magnéticos de ambos elementos. En el caso de las tierras raras pesadas como el gadolinio o el disprosio, el acoplamiento antiferromagnético que tiene lugar origina que la imanación neta de la aleación pueda anularse a una temperatura dada, denominada temperatura de compensación, dependiente de la composición de la aleación [6].

El almacenamiento de información es el campo más importante en el que encuentran aplicación directa este tipo de aleaciones [7,8]. En particular, determinadas aleaciones amorfas tierra rara-metal de transición son utilizadas como medio de almacenamiento magneto-óptico, puesto que pueden ser imanadas en dirección perpendicular al plano de la lámina, configuración geométrica caracterizada por una elevada relación señal/ruido. Además, a temperatura ambiente presentan una elevada coercitividad, propiedad esencial para asegurar la estabilidad de los dominios escritos, siendo de hecho el campo coercitivo un parámetro fácilmente controlable mediante el ajuste adecuado de la composición de las muestras. Por otro lado, la variación del campo coercitivo con la temperatura es muy acusada, disminuyendo

notablemente al calentar el material por encima de la temperatura de compensación. Por todo ello, estas aleaciones son muy útiles para llevar a cabo procesos de grabación magnética asistida térmicamente [7-9].

Por otra parte, dentro del campo de la grabación magnética, los sistemas multicomponente acoplados por canje que combinan materiales ferrimagnéticos y ferromagnéticos están a su vez en auge por la capacidad de modificar su respuesta magnética según se requiera [10]. Diferentes geometrías como multicapas de láminas delgadas [11], nanopartículas núcleo/corteza [12], o ciertos nanocompuestos [13] se emplean con el fin de optimizar las propiedades de dispositivos para adecuarlos a aplicaciones específicas. Una de las características principales de estas heteroestructuras magnéticas es el papel crucial que juega el acoplamiento en la intercara de las diferentes capas del sistema a la hora de determinar sus propiedades generales [14-21]. De este modo, una caracterización y entendimiento detallados del acoplamiento y de la configuración magnética en la intercara son esenciales en el diseño de materiales para estos fines. En particular, en el caso de las multicapas acopladas por canje, generalmente se tienen muelles de canje en el proceso de inversión de la imanación, es decir, paredes de dominio en la intercara entre los distintos materiales en los que la imanación rota gradualmente debido al efecto combinado entre el acoplamiento de canje en la intercara, las anisotropías magnéticas y el campo aplicado. Entender los muelles de canje y las paredes de dominio es esencial para determinar la magnitud del desplazamiento de canje en bicapas ferromagnéticas / antiferromagnéticas [14], para ajustar la magnetorresistencia gigante en válvulas de espín [15], para optimizar medios de grabación magnéticos [16,17], o para determinar las constantes de rigidez de canje en sistemas compuestos de láminas delgadas [22]. En este contexto por tanto hay una necesidad creciente de mejorar la caracterización microscópica de los perfiles de imanación de las paredes de dominio en muelles de canje, para los que se usan técnicas como la dispersión magnética resonante tanto de neutrones como de rayos x (XRMS) [17-19,23].

En particular, procesos de nucleación y aniquilación de paredes de dominio en intercargas de multicapas acopladas por canje compuestas de aleaciones amorfas metal de transición-tierra rara son empleadas para producir diferentes respuestas magnéticas, como son por ejemplo estados ferrimagnéticos macroscópicos [3], estados magnéticos macroscópicos de tipo *spin-flip* [24], o desplazamiento de canje gigante [11].

Dentro de esta familia de sistemas y materiales, en este capítulo nos hemos centrado en las multicapas de aleaciones amorfas de Gd-Co [24,25]. En particular, se han crecido mediante pulverización catódica multicapas constituidas por dos aleaciones amorfas de gadolinio-cobalto de distinta composición, $Gd_{11}Co_{89}/Gd_{35}Co_{65}$, de forma que en un rango de temperatura dado, sean los momentos magnéticos del cobalto los que dominen en la capa de $Gd_{11}Co_{89}$, mientras que en la capa de $Gd_{35}Co_{65}$ dominen los momentos del gadolinio. La aplicación de un campo magnético suficientemente elevado, unida al acoplamiento antiferromagnético entre los momentos de ambas subredes, ocasionará la creación de una pared de Bloch en la intercara entre aleaciones. También es explorada la pared de Bloch resultante de intercalar un espaciador de gadolinio entre ambas aleaciones de Gd-Co, desacoplando la interacción entre ambas capas.

Así, el objetivo central de este capítulo es caracterizar el perfil en profundidad magnético de estas multicapas, comprobando cómo varía el efecto de muelle de canje con la composición y acoplamientos de intercara, obteniendo información acerca de la pared magnética formada para campos aplicados de 10 kOe y 1,8 kOe, a una temperatura de 50 K. Estos perfiles se comparan además con el obtenido en ausencia de pared de dominio para un campo aplicado de 0,2 kOe. Para comprender mejor el comportamiento magnético de las muestras se ha realizado un análisis previo de sus ciclos de histéresis mediante efecto Kerr transversal (MOTKE), constituyendo la parte central de este capítulo el análisis mediante dispersión magnética resonante (XRMS), a partir del cual se reconstruye el modelo de pared que mejor representa los datos experimentales.

3.2. Preparación de muestras

La variación de la imanación neta con la temperatura de una de estas aleaciones Gd-Co, así como la tendencia seguida por las imanaciones correspondientes a las subredes de momentos de Gd y Co, se esquematizan en la figura 1. Debido a la distinta variación con la temperatura de los momentos magnéticos de cada elemento, y dado el carácter ferrimagnético de la aleación, puede existir, dependiente de la composición, una temperatura para la cual los momentos de ambas subredes se igualen en módulo, ocasionando que la imanación total de la aleación se anule [24]. Esta temperatura de compensación determinará, por tanto, dos rangos en los que dominarán momentos magnéticos diferentes: mientras que a temperaturas inferiores dominarán los momentos de la tierra rara, a temperaturas superiores serán los momentos correspondientes al metal de transición los que definirán el sentido de la imanación neta.

En este contexto, se han preparado una bicapa ($\text{Gd}_{11}\text{Co}_{88}/\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}$) y una tricapa ($\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}/\text{Gd}/\text{Gd}_{35}\text{Co}_{66}$) formadas por dos aleaciones amorfas de gadolinio-cobalto, $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}$ y $\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}$, que presentan anisotropía magnética uniáxica en el plano, y con unas concentraciones escogidas de modo que, en un intervalo de temperatura alcanzable experimentalmente, la imanación total de cada capa esté dominada por una subred de momentos diferente. La figura 2 muestra la variación de la imanación de saturación M_s para ambas aleaciones de Gd-Co en función de la temperatura, medida por SQUID [26]. La tendencia monótona de M_s observada en la gráfica para ambas aleaciones indica la ausencia de temperatura de compensación y el dominio de la misma subred de momentos en todo el rango de temperatura medido. La tendencia decreciente de M_s con la temperatura para la aleación $\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}$ muestra que la subred de momentos de gadolinio es la dominante, mientras que en el caso de la aleación de $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}$ la tendencia creciente de M_s indica el dominio de la subred de momentos del cobalto.

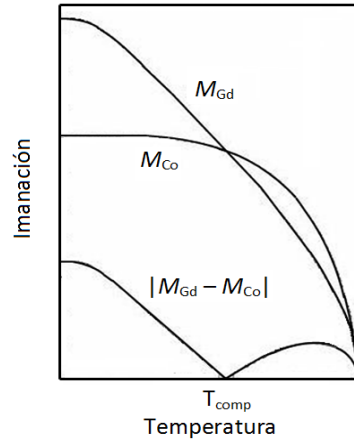


Figura 1. Variación de la imanación con la temperatura para una aleación de Gd-Co. Se muestra también la variación de las imanaciones correspondientes a las subredes de Co y Gd.

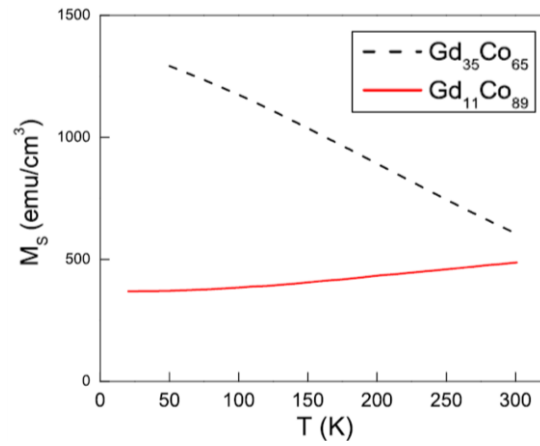


Figura 2. Dependencia de la imanación de saturación con la temperatura para las aleaciones de $Gd_{11}Co_{89}$ y $Gd_{35}Co_{65}$ obtenida mediante SQUID. La tendencia ascendente para la capa de $Gd_{11}Co_{89}$ y la tendencia descendente para la capa de $Gd_{35}Co_{65}$ indican que son los momentos del Co y los momentos del Gd los que dominan en cada capa, respectivamente.

De esta forma, al aplicar un campo magnético de suficiente intensidad, para el cual la energía Zeeman de ambas capas supere a la energía de canje, los momentos del cobalto se alinearán en el sentido del campo en la capa superior mientras que los momentos del gadolinio lo harán en la inferior (figura 3), creándose así en la intercara la pared de Bloch cuyas características se desea analizar. En esta pared, extendida uniformemente por toda la intercara, el sentido de los momentos magnéticos del Co y del Gd se invierte al pasar de una capa a otra, produciéndose una rotación de los mismos en el plano. Dentro del rango de campo estudiado, hasta los 10 kOe, es posible asumir el alineamiento antiparalelo entre los momentos del Co y del Gd, dado que el canje entre los espines del cobalto y del gadolinio (J_{AF}) es significativamente grande en comparación con la energía Zeeman ($J_{AF} = -2,1 \times 10^{-15}$ erg y $\mu_B H = 9,2 \times 10^{-17}$ erg, siendo μ_B el magnetón de Bohr, y $H = 10$ kOe) [25,27]. En general, un campo magnético suficientemente grande puede modificar el alineamiento antiparalelo inducido por el canje entre los momentos del cobalto y del gadolinio, y su efecto debería ser aún más intenso en la pared de dominio de la intercara en aquellos puntos donde la imanación

es perpendicular al campo aplicado y el torque inducido por el campo es máximo. En este caso, una estimación sencilla de θ , la rotación inducida por el campo de los espines del cobalto y del gadolinio (S_{Co} y S_{Gd}) hacia la dirección del campo magnético [28], da $\theta = g\mu_B H(S_{Co} + S_{Gd}) / (4J_{AF}S_{Co}S_{Gd})$. Para $g = 2$, $S_{Co} = 2$, $S_{Gd} = 7/2$ y $H = 10$ kOe (el máximo campo al que se ha medido), θ da un resultado de 0,017 rad. Por ello, en primera aproximación, esta desviación puede no ser tomada en cuenta, considerándose las imanaciones de las subredes de cobalto y gadolinio paralelas en el rango de campo estudiado.

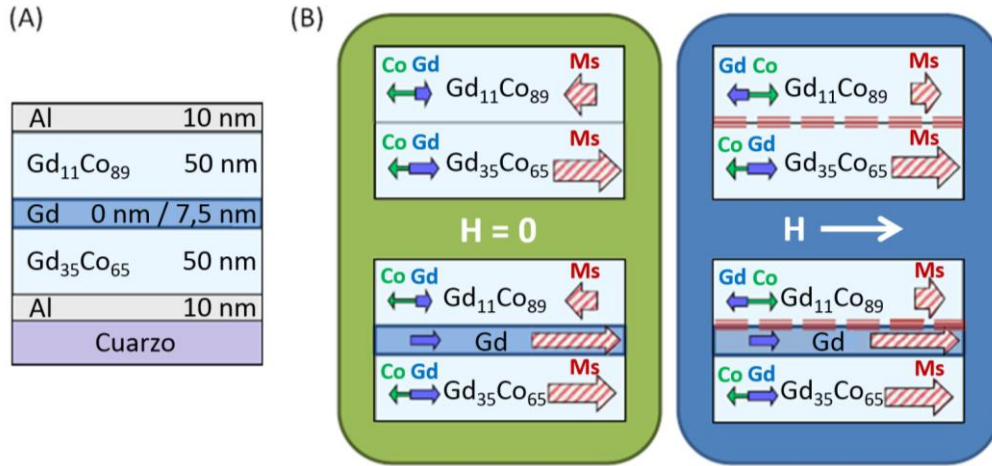


Figura 3. (A) Esquema de las multicapas (bicapa y tricapa) crecidas. (B) Configuraciones magnéticas establecidas en remanencia y cuando se les aplica un campo saturador, creándose la pared de Bloch en la intercara (línea discontinua roja).

Las muestras han sido crecidas mediante pulverización catódica sobre sustrato de cuarzo a una presión de argón de $2,9 \cdot 10^{-3}$ mbar. Una capa de 10 nm de aluminio se deposita en primer lugar a una potencia de 0,10 kW de un blanco de aluminio puro con el fin de evitar la interdifusión desde el sustrato [24]. A continuación se deposita una capa de 50 nm de Gd₃₅Co₆₅ y una capa de 50 nm de Gd₁₁Co₈₉, a partir de blancos de cobalto y gadolinio puros, situados a incidencia normal y a incidencia oblicua, respectivamente. Las diferentes composiciones de cada capa se consiguen regulando en la proporción adecuada las potencias de los blancos de gadolinio y cobalto. La primera capa depositada, Gd₃₅Co₆₅, se ha crecido con una potencia del blanco de cobalto de 0,08 kW y una potencia del blanco de gadolinio de 0,06 kW, mientras que la capa de Gd₁₁Co₈₉ ha sido crecida a una potencia del blanco de cobalto de 0,21 kW y una potencia del blanco de gadolinio de 0,04 kW. En el caso de la tricapa, se intercala entre ambas capas de Gd-Co una capa de 7,5 nm de gadolinio crecido a 0,06 kW de potencia del blanco. Finalmente se depositan 10 nm de aluminio para prevenir la oxidación ambiental.

Dos muestras consistentes en monocapas de Gd₁₁Co₈₉, Gd₃₅Co₆₅ y una lámina delgada de Gd han sido preparadas además como referencia, así como para obtener los factores de dispersión del gadolinio necesarios para los ajustes de la señal XRMS. También se ha crecido, del mismo modo, una tricapa adicional con espaciador de Gd de 15 nm para comprobar el efecto de la anchura del espaciador en la respuesta magnética de estos sistemas.

3.3. Caracterización Kerr

Aplicando un campo magnético en el plano y en la dirección del eje de fácil imanación determinado por la incidencia oblicua a la cual se produce el depósito del gadolinio, se han obtenido ciclos de histéresis, entre 50 K y 300 K, haciendo incidir luz blanca sobre la muestras. La señal Kerr del gadolinio para la luz visible es despreciable frente a la del cobalto [29], por lo que la señal Kerr medida refleja el comportamiento los momentos del cobalto con el campo.

En la figura 4 se presentan los ciclos obtenidos correspondientes a las monocapas de $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}$ y $\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}$, a 50 K y 300 K. Se puede comprobar cómo en el caso de la monocapa de $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}$ para ambas temperaturas los momentos del cobalto se orientan en el sentido del campo aplicado, mientras que para la monocapa de $\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}$ la señal Kerr en saturación positiva es negativa, lo cual denota que son los momentos del gadolinio los que se alinean con el campo, dado el acoplamiento antiferromagnético entre ambas subredes de momentos. De esta forma, una distinta subred de momentos domina en todo el rango de temperaturas entre 50 K y 300 K en cada capa de Gd-Co de distinta composición. Los ciclos obtenidos, prácticamente cuadrados, muestran un claro eje de fácil imanación en el plano, con campos coercitivos a 50 K de 100 Oe y de 13 Oe para la monocapa de $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}$ y para la monocapa de $\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}$, respectivamente.

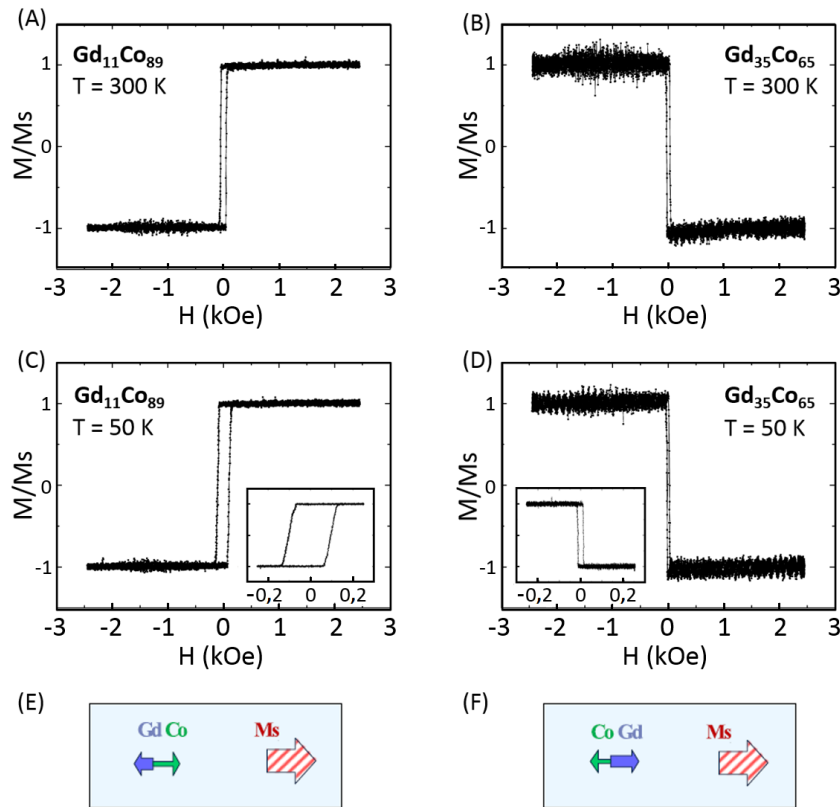


Figura 4. Ciclos de histéresis de la subred de cobalto de la monocapa de $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}$ obtenidos a 300 K (A) y a 50 K (C), y de la monocapa de $\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}$ obtenidos a 300 K (B) y 50 K (D). Los ciclos insertados a 50 K corresponden a mediciones con menor rango de campo para una correcta caracterización del campo coercitivo. Los ciclos se acompañan de un esquema de la orientación de los momentos magnéticos con respecto a la imanación en todo el rango de temperaturas entre 50 K y 300 K en la monocapa de $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}$ (E) y en la monocapa de $\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}$ (F).

Cuando las capas de Gd-Co se acoplan mediante canje en una multicapa, la inversión de la imanación del sistema tiene lugar a través de una serie de transiciones que son mediadas por la competición entre la energía Zeeman (que tiende a alinear el momento magnético neto de cada capa en la dirección del campo aplicado) y el canje en la intercara (que favorece el alineamiento paralelo de los momentos magnéticos del cobalto en la intercara, dada la intensa interacción de canje cobalto-cobalto, muy superior a las interacciones gadolinio-gadolinio y cobalto-gadolinio [27]). Dependiendo del momento magnético neto de cada capa y de la subred de momentos dominante en cada una de ellas, estas transiciones pueden involucrar la nucleación o aniquilación de paredes de dominio en la intercara.

El comportamiento histérico de cada una de las capas de Gd-Co en una bicapa de composición $\text{Gd}_{12}\text{Co}_{88}/\text{Gd}_{34}\text{Co}_{66}$ se muestra en la figura 5, medida a una temperatura de 59 K. Dada la luz blanca con la que se mide, la penetración en el Gd-Co está estimada en unos 40 nm [30], por lo que en el caso de la bicapa es posible obtener la respuesta magnética de cada capa de Gd-Co individualmente con tan solo voltear la muestra, habida cuenta de que el substrato de cuarzo es transparente a estas longitudes de onda, y de que el espesor de cada capa de Gd-Co es de 50 nm.

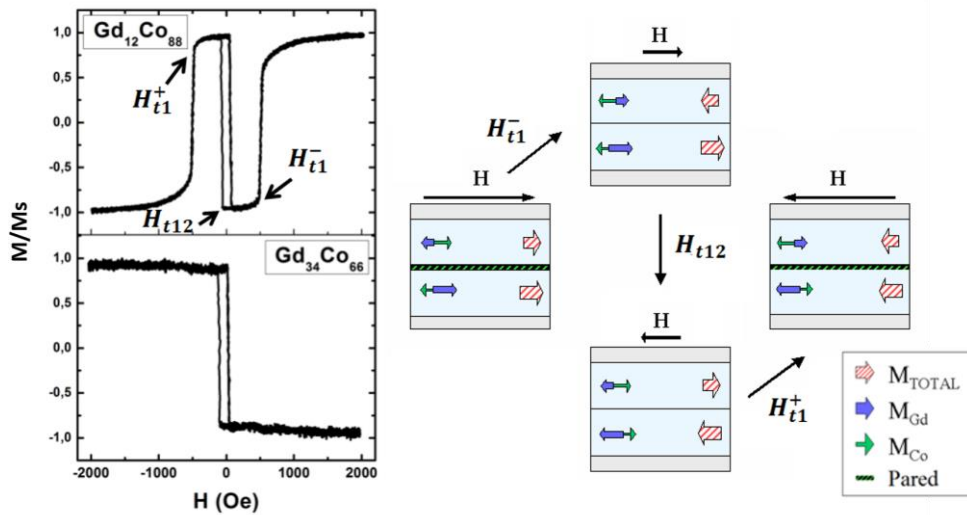


Figura 5. Ciclos de histéresis de la subred de cobalto correspondientes a las capas superior e inferior de una bicapa de 50 nm $\text{Gd}_{12}\text{Co}_{88}/50$ nm $\text{Gd}_{34}\text{Co}_{66}$ medida a 59 K. Se acompañan de un esquema ilustrativo de los procesos de inversión que tienen lugar en cada capa.

A campos elevados, la energía Zeeman domina, y la imanación neta de ambas capa 1 ($\text{Gd}_{34}\text{Co}_{66}$) y capa 2 ($\text{Gd}_{12}\text{Co}_{88}$) debería estar alineada con el campo. En vista de los ciclos de histéresis obtenidos, partiendo de la saturación a campo positivo, se comprueba que en la capa superior de $\text{Gd}_{12}\text{Co}_{88}$ los momentos magnéticos del cobalto se encuentran alineados en el sentido del campo, como demuestra el signo positivo de la señal Kerr. En cambio, en la capa de $\text{Gd}_{34}\text{Co}_{66}$ están alineados antiparalelamente, verificándose el dominio de los momentos del gadolinio en la capa inferior, y de los momentos del cobalto en la capa superior. Por tanto, esta configuración de una distinta subred de momentos dominante en cada capa a altos campos implica la presencia de una pared de dominio en la intercara, debido a la diferente alineación de las subredes de cobalto con la imanación neta en cada caso (antiparalela en la capa 1 y

paralela en la capa 2), comportándose la bicapa como un muelle de canje. La pared de dominio resultante es una pared de Bloch, a lo largo de la cual los momentos rotan en el plano de la intercara. Cuando la magnitud del campo aplicado decrece, esta pared de dominio se hace más ancha (siguiendo aproximadamente una tendencia del tipo $H^{-1/2}$) [31], y la señal Kerr decrece suavemente a la vez que el espesor de la pared de dominio se hace comparable al espesor de la capa. A medida que el campo se reduce, la energía Zeeman decrece y finalmente se hace comparable a la energía de la pared de dominio (σ_W) a un campo finito y positivo H_{t1} . Alcanzado este campo, la pared de dominio se hace inestable, y se produce una inversión de la imanación en la capa con menor momento magnético neto. Esta inversión trae consigo la aniquilación de la pared de dominio, de modo que se reduzca la energía de canje en la intercara, que vence en energía a la energía Zeeman, dada la configuración antiparalela de la imanación neta que resulta de la inversión de una de la capas. Para multicapas crecidas con estas composiciones de Gd-Co, la imanación neta de la capa 1 (M_1) siempre es mayor que la imanación neta de la capa 2 (M_2) (por ejemplo, a 50 K, para la bicapa $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}/\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}$, $M_1 = 1300 \text{ emu/cm}^3$ y $M_2 = 370 \text{ emu/cm}^3$, como se reflejaba en las medidas de SQUID de la figura 2). Por tanto, la desaparición de la pared a un campo H_{t1} se produce con la inversión de la imanación de la capa de $\text{Gd}_{12}\text{Co}_{88}$, pues es la que tiene una imanación menor. Cuando el campo aplicado se invierte en signo, la imanación de la capa 1 (la capa con el mayor momento magnético neto) también se invierte, invirtiendo consigo simultáneamente la imanación de la capa 2 debido a la fuerte interacción de canje en la intercara, a un campo H_{t12} . Este proceso queda de manifiesto en la misma histéresis orientada inversamente que se observa en ambos ciclos, el correspondiente a la capa superior y el correspondiente la capa inferior. A medida que el campo aplicado y de signo inverso aumenta en magnitud, la energía Zeeman de la capa 2 se hace suficientemente grande como para vencer el acoplamiento de canje en la intercara, y se produce una inversión de la imanación a un campo $-H_{t1}$ a la vez que M_2 se hace paralela a la dirección del campo aplicado, nucleándose así de nuevo una pared de dominio en la intercara del sistema. Ello es seguido de un descenso de la señal Kerr hacia la saturación negativa a medida que el espesor de la pared de dominio se estrecha por la acción de la creciente magnitud del campo aplicado.

Los ciclos de histéresis correspondientes a la capa superior de $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}$ de la bicapa 50 nm $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}/50 \text{ nm Gd}_{35}\text{Co}_{65}$ y la tricapa 50 nm $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}/7,5 \text{ nm Gd}/50 \text{ nm Gd}_{35}\text{Co}_{65}$ caracterizadas posteriormente mediante XRMS se observan en la figura 6, así como el correspondiente a la tricapa con un espaciador de gadolinio del doble de espesor (50 nm $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}/15 \text{ nm Gd}/50 \text{ nm Gd}_{35}\text{Co}_{65}$). El ciclo de histéresis correspondiente a la capa inferior de $\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}$ de estas multicapas no ha sido medido con el fin de preservar lo más limpia posible la superficie de la muestra para la posterior caracterización mediante XRMS, ya que se ensuciaría al voltear la muestra para medir el ciclo de la capa inferior haciendo incidir la luz a través del sustrato.

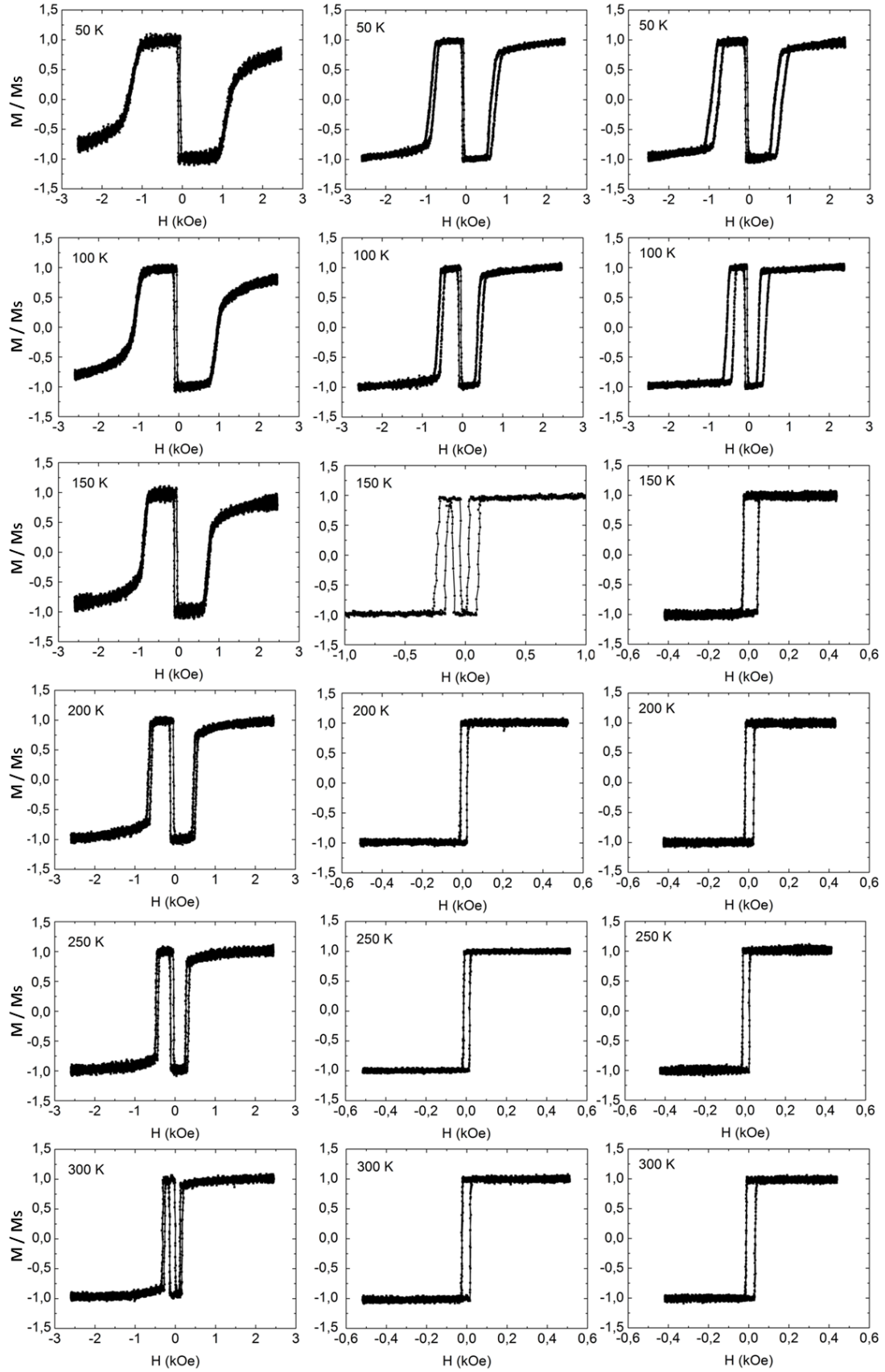


Figura 6. Ciclos de histéresis de la subred de cobalto de la capa de $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}$ entre 50 K y 300 K pertenecientes a la bicapa 50 nm $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}$ /50 nm $\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}$ (primera columna) y la tricapa 50 nm $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}$ /7,5 nm Gd/50 nm $\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}$ (segunda columna), que han sido medidas posteriormente mediante XRMS. La tercera columna se corresponde con los ciclos obtenidos para una tricapa con un espaciador de Gd del doble de espesor ($\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}$ /15 nm Gd/50 nm $\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}$).

El comportamiento seguido por la subred de momentos del cobalto de la capa de $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}$ es suficiente para constatar el acoplamiento de ambas capas de Gd-Co de diferente composición. Los ciclos de histéresis de la bicapa muestran cómo el acoplamiento se mantiene entre los 50 K y los 300 K, haciéndose más débil a medida que aumenta la temperatura. A su vez, el campo H_{t1} al cual se produce la transición entre la presencia o ausencia de la pared magnética en la intercara se reduce desde unos 1400 Oe a 50 K hasta los 200 Oe a 300 K. A baja temperatura, la variación reversible de M_2 a campos elevados antes de la transición al campo H_{t1} es relativamente grande (disminuyendo tras el estado saturado prácticamente en $0,25M_2$ justo antes de H_{t1}), lo que indica que al campo de transición la pared de dominio es comparable en espesor al espesor de la capa 2. De este modo, se puede estimar la energía de la pared de dominio, a partir del balance de energía entre la energía Zeeman y la energía de la pared de dominio en el momento de la transición como $\sigma_W = 2H_{t1}M_2t_2$ [24]. Así, a 50 K, H_{t1} es 1,4 kOe, $M_2 = 370 \text{ emu/cm}^3$ y $t_2 = 50 \text{ nm}$, por lo que $\sigma_W = 5 \text{ erg/cm}^2$. Sin embargo, a medida que la temperatura aumenta, esta inversión ocurre de un modo más abrupto desde una configuración casi saturada en la capa 2 (a 300 K, tras la saturación disminuye en $0,85M_2$ antes de alcanzar H_{t1}) y con una pequeña coercitividad de unos 40 Oe.

En cuanto a las tricapas, a bajas temperaturas su comportamiento cualitativo es similar al de la bicapa, con las mismas tres transiciones características. Comparando los ciclos MOTKE de la bicapa y tricapas medidos a la misma temperatura, las principales diferencias son los valores más bajos de los campos de transición H_{t1} y la mayor magnitud del salto de la imanación en la transición, lo que sugiere un menor espesor de la pared de dominio en la intercara de las tricapas. Sin embargo, a 300 K, tiene lugar un cambio cualitativo en las tricapas, observándose únicamente un ciclo de histéresis en el que la imanación de la capa 2 sigue la dirección del campo aplicado. Estas características se pueden ver con mayor detalle en la figura 7, donde se representa la dependencia con la temperatura del campo de transición H_{t1} para la bicapa y las tricapas. En comparación con la bicapa, la presencia del espaciador de gadolinio hace disminuir H_{t1} a todas las temperaturas. Además, a medida que la temperatura aumenta, H_{t1} decrece de un modo más abrupto en las tricapas, hasta que finalmente se hace comparable a la coercitividad del ciclo de histéresis a bajo campo. Esto ocurre para temperaturas por encima de los 160 K para la tricapa con espaciador de Gd de 7,5 nm y por encima de los 140 K para la tricapa con espaciador de 15 nm. Por encima de esta temperatura, la capa superior de $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}$ se desacopla de la capa inferior de $\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}$, y no tiene lugar la nucleación de la pared de dominio en la intercara durante la inversión de la imanación de la multicapa.

La menor contribución de la agitación térmica a bajas temperaturas, y el acoplamiento suficientemente intenso entre las capas de Gd-Co de las multicapas crecidas a 50 K, hacen de esta temperatura la elegida para las mediciones de XRMS. A 50 K, y dados los ciclos obtenidos, se eligen los campos magnéticos a los cuales estudiar el perfil de imanación en profundidad mediante esta técnica, en función del estado de la pared magnética en la intercara. Los campos magnéticos elegidos son de este modo 0,2 kOe, 1,8 kOe y 10 kOe, correspondientes a las configuraciones magnéticas en las cuales la pared de dominio no está formada (0,2 kOe), y cuando sí lo está pero tiene distinto espesor (el espesor de la pared de dominio disminuye con el campo aplicado), para ambas bicapa y tricapa.

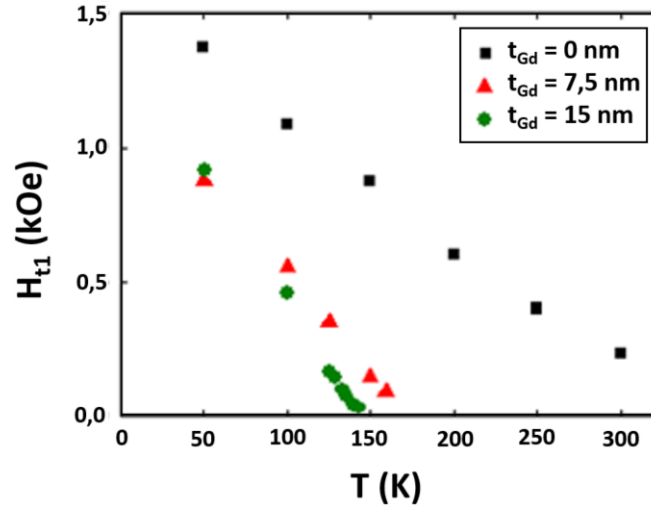


Figura 7. Dependencia con la temperatura del campo de transición H_{t1} para la bicapa $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}/\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}$ y tricapas $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}/\text{Gd}/\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}$ con espaciadores de Gd de 7,5 nm y 15 nm de espesor.

3.4. Caracterización XRMS

3.4.1. Experimento

Estudios anteriores de este tipo de sistemas han estimado a partir de medidas por efecto Kerr la dependencia del espesor de la pared con el campo magnético y la temperatura [26]. Estas estimaciones están sustentadas en modelos teóricos que parten de considerar una posición prefijada de la pared en la intercara y comparar cualitativamente la forma de los ciclos simulado y experimental, por lo que dadas las pequeñas variaciones que se observan en los ciclos, la caracterización de la pared no resulta demasiado precisa. La técnica de dispersión magnética resonante, XRMS, permite llevar a cabo análisis más finos con los que obtener información cuantitativa de mayor precisión acerca de los parámetros que definen la pared, fundamentalmente su espesor y posición en profundidad.

Esta capacidad para determinar perfiles magnéticos en profundidad motiva el uso de esta técnica para la caracterización de la estructura magnética de las multicapas, aportando una información más detallada y precisa a la obtenida a través del análisis por MOTKE. Para ello, han sido tomadas medidas de reflectividad a bajo ángulo y en geometría longitudinal en la línea 4-ID-D del sincrotrón Advance Photon Source (APS, *Argonne National Laboratory*) [32,33] usando rayos X duros circularmente polarizados con una energía ajustada al borde de absorción L_3 del Gd, 7245 eV; de modo que al hacer variar únicamente el módulo del vector de onda q en dirección perpendicular a la superficie de la muestra, se obtenga el perfil en profundidad que permita extraer los parámetros que caracterizan la pared de Bloch, como son su anchura y su posición dentro de la multicapa.

De este modo, las medidas, tomadas a una temperatura fija de 50 K, se han realizado aplicando campos magnéticos de 0,2 kOe, 1,8 kOe y 10 kOe a lo largo del eje de fácil imanación en el plano de las muestras, con el fin de modificar el perfil en profundidad de la imanación (con y sin pared de dominio en la intercara). Puesto que la energía se ha ajustado al borde de absorción del gadolinio, las medidas de XRMS reflejarán los cambios correspondientes en el perfil en profundidad de los momentos magnéticos del gadolinio. Los campos magnéticos, aplicados a lo largo del vector de onda de los rayos x, han sido proporcionados por un imán *split-coil* superconductor criogenizado montado en un difractómetro Huber. Por otro lado, la muestra fue enfriada independientemente con un criostato de ciclo cerrado insertado en el centro del imán. Los rayos x circularmente polarizados se han generado mediante ópticas retardadoras de fase, y las medidas de XRMS fueron realizadas alternando la helicidad de los rayos x a cada posición angular a lo largo de las curvas de reflectividad especular. Las mismas medidas se han repetido para campos de -0,2 kOe, -1,8 kOe y -10 kOe de modo que promediando con las medidas obtenidas para los campos positivos se eliminen artefactos experimentales.

Para obtener las contribuciones resonantes a la longitud de dispersión del Gd en el borde L_3 , necesarias para el análisis de los espectros de XRMS, se midió la absorción de los rayos x en fluorescencia por parte de las monocapas de $Gd_{11}Co_{89}$, $Gd_{35}Co_{65}$ y Gd, con el fin de obtener los valores correspondientes para el Gd de cada capa de distinta composición. Estas medidas de fluorescencia fueron tomadas para ambas helicidades, a 50 K y con las muestras saturadas mediante la aplicación de campos magnéticos de 1 kOe y -1 kOe.

3.4.2. Preparación del análisis y tratamiento previo de las medidas

Para llevar a cabo los ajustes de los datos XRMS medidos mediante cualquiera de los programas de análisis disponibles a tal efecto, es necesario aportar el índice de refracción de los elementos presentes en la muestra. A partir del índice de refracción, y utilizando otras entradas de datos como el espesor de las distintas capas de material, su rugosidad/interdifusión, su composición atómica o densidad de los elementos presentes, el programa calcula las curvas de reflectividad y la compara con las aportadas provenientes del experimento, realizando un proceso de ajuste de los distintos parámetros que finaliza cuando se alcanza el criterio de satisfacción determinado por el usuario.

Es por ello que en primer lugar, se hace necesario disponer de los datos correspondientes a los índices de refracción de los elementos constituyentes de la muestra analizada. En condiciones no resonantes, pueden ser empleados valores teóricos del índice de refracción, como pueden ser los tabulados por Henke et al. [34]. Sin embargo, en el caso que nos acomete, la condición de resonancia del Gd requerida hace necesario disponer de valores del índice de refracción del gadolinio en condiciones resonantes, para las cuales no se puede negligir las correcciones anómalas a la longitud de dispersión, $f_e = f_e' + if_e''$ y $f_m = f_m' + if_m''$, ligadas al índice de refracción según la relación

$$n = 1 - \delta + i\beta = 1 - \frac{\lambda^2}{2\pi} \sum_j \rho_j (f_{1,j} + if_{2,j})$$

$$f_1 = f_0 + f'_e + f'_m$$

$$f_2 = f''_e + f''_m$$

donde λ es la longitud de onda de los fotones incidentes, ρ la densidad atómica, y j el índice que numera las distintas especies que conforman el material magnético.

La manera de determinar f_e y f_m , y en consecuencia el índice de refracción resonante de un elemento dado, consiste en medir la absorción por parte de la muestra al hacer incidir sobre ella radiación circularmente polarizada a derechas y a izquierdas a una energía coincidente con un borde de absorción del elemento, dado que la absorción μ se relaciona con $f''_{e,m}$ a través del teorema óptico y $f'_{e,m}$ se puede obtener a partir de $f''_{e,m}$ mediante una transformación de Kramers-Krönig, como se vio en el capítulo 2.

De este modo, la situación se reduce entonces a disponer de los coeficientes de absorción μ^+ y μ^- , correspondientes a hacer incidir sobre la muestra radiación circularmente polarizada a derechas y a izquierdas, respectivamente. Las medidas de fluorescencia tomadas en este experimento haciendo incidir sobre las monocapas de referencia rayos x en un rango de energía coincidente con el borde de absorción L_3 del gadolinio sirven a tal efecto; habiéndose cerciorado de que la muestra está completamente saturada, aplicando un campo saturador (en vista de los ciclos MOTKE obtenidos (figura 5)) durante la toma de las medidas. Así, han sido tomadas medidas de absorción en fluorescencia haciendo incidir a 2° sobre la superficie rayos x levógiros y dextrógiros para dos campos saturadores de 1 kOe y -1 kOe aplicados en el eje de fácil imanación del plano, obteniendo cuatro combinaciones diferentes entre la polarización (C) y el signo del campo aplicado (H): H^+C^+ , H^+C^- , H^-C^+ y H^-C^- ; esto es, cuatro combinaciones diferentes entre el sentido del vector de onda incidente y el sentido de los momentos magnéticos de Gd saturados de la muestra. Una vez normalizadas las absorciones medidas correspondientes a estas cuatro configuraciones a la intensidad del anillo, se promedian entre sí cada conjunto de dos combinaciones para las cuales el vector de onda incidente y los momentos magnéticos son paralelos o antiparalelos, esto es H^+C^+ con H^-C^- , y H^+C^- con H^-C^+ . Al no ser una absorción medida en transmisión, para la cual es posible obtener directamente el valor de μ a partir de la fórmula $I(z) = I_0 e^{-\mu z}$, cada uno de estos promediados se corresponderá entonces con una señal proporcional al coeficiente de absorción, μ^{+*} y μ^{-*} . De este modo, para obtener los valores reales del coeficiente de absorción en sus unidades de $\text{\AA}^{-1}$, μ^{+*} y μ^{-*} son escalados a valores del coeficiente de absorción teóricos para el gadolinio en condiciones no resonantes, para lo cual se utilizan los ya mencionados valores de Henke et al. [34], obteniendo así finalmente los coeficientes de absorción μ^+ y μ^- para el gadolinio de las muestras medidas (figura 8).

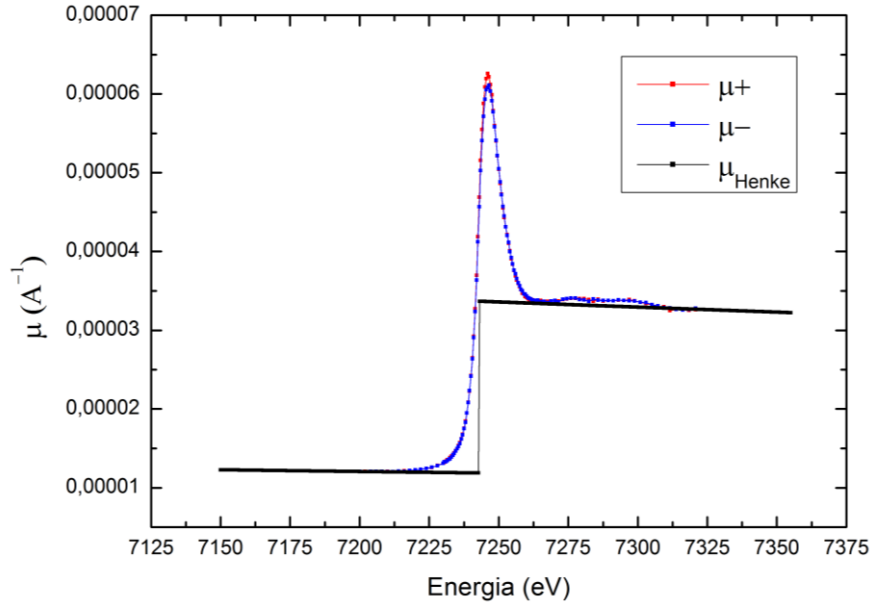


Figura 8. Coeficientes de absorción del Gd para ambas helicidades obtenidos tras el escalado al valor de μ teórico proporcionado por Henke et al. [34], para la monocapa de $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}$.

A partir de μ^+ y μ^- , es ahora posible determinar la parte imaginaria de las contribuciones anómalas de carga (f_e'') y magnética (f_m'') a través del teorema óptico, $f_{e,m}'' = \mu_{e,m}/(2\lambda\rho)$, siendo λ la longitud de onda de la radiación incidente ($\lambda[\text{\AA}] = 12398,52/E[\text{eV}]$), y ρ la densidad atómica, para el gadolinio de $0,03024$ átomos/ $\text{\AA}^3$. Una vez obtenidas f_e'' y f_m'' , mediante una transformación de Kramers-Krönig, se obtienen finalmente las partes reales f_e' y f_m' . En la figura 9 se muestran estos valores, expresados adimensionalmente en forma de factor de dispersión (divididos entre el radio clásico del electrón, $r_0 = 0,00002818$ $\text{\AA}$) como se suele encontrar en las tablas y usar por comodidad en la práctica, al no acarrear las dimensiones de longitud presentes en la fórmula de la longitud de dispersión.

Conocidas finalmente las correcciones resonantes a la longitud de dispersión para el gadolinio de las muestras a la energía del borde de absorción L_3 , estos datos son proporcionados al programa de ajuste, a partir de los cuales calcula el índice de refracción del Gd que usará en los cálculos de la reflectividad llevados a cabo. Cabe destacar que debido a problemas de autoabsorción en las medidas de fluorescencia de las monocapa de $\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}$ y de la lámina delgada de Gd, se decide emplear en el posterior análisis de las medidas XRMS únicamente las correcciones resonantes obtenidas a partir de la absorción de la monocapa de $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}$. Este hecho resulta asumible dada la pequeña diferencia esperada en la dispersión por átomo de gadolinio en cada capa de diferente composición, así como por la capacidad por parte del programa de análisis de permitir el ajuste de un factor de escala a los valores de las correcciones resonantes introducidas.

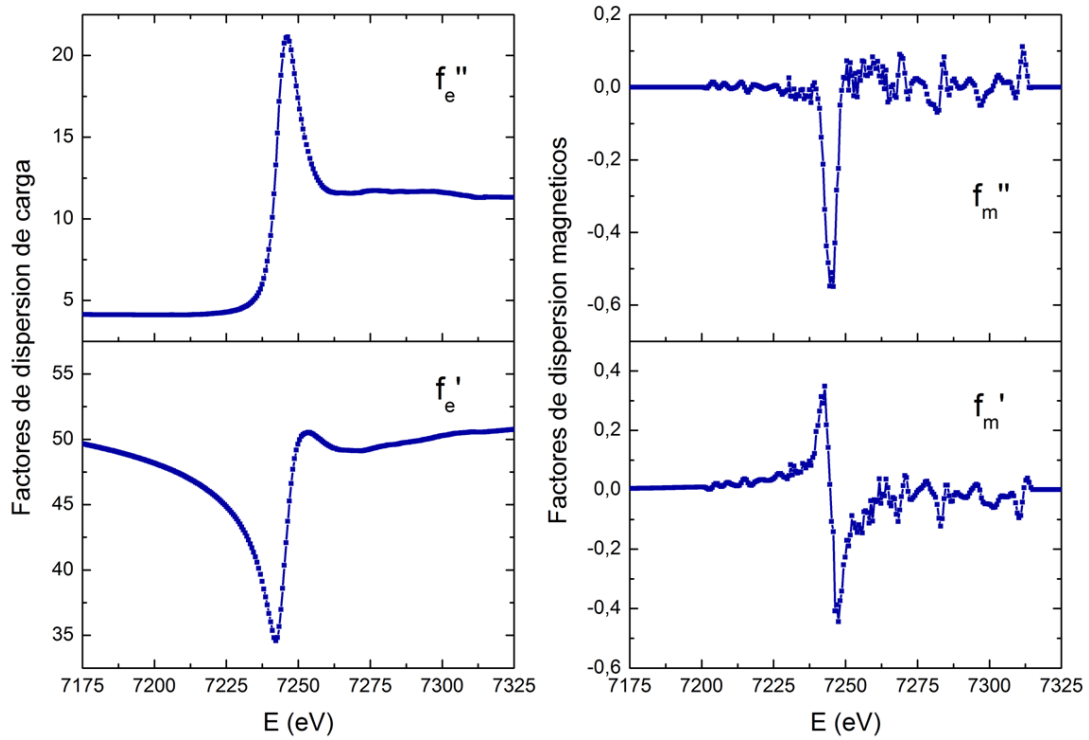


Figura 9. Partes real e imaginaria de los factores de dispersión de carga (f_e) y magnético (f_m) alrededor del borde L_3 del Gd calculados a partir de las medidas de absorción de la monocapa de $Gd_{11}Co_{89}$.

Por otra parte, antes de llevar a cabo el análisis con el programa de ajuste, las intensidades recogidas para ambas polarizaciones (I^+ , I^-) a cada campo magnético aplicado han de ser tratadas previamente calculando por un lado la reflectividad $(I^+ + I^-)/2$, que contiene la información de carga a partir de la cual se obtiene la estructura química de la muestra, y el ratio de asimetría $(I^+ - I^-)/(I^+ + I^-)$, proporcional a la imanación (figura 10). La información magnética también puede ser analizada a partir de la resta de intensidades $I^+ - I^-$, aunque es preferible el uso del ratio de asimetría pues la normalización entre la suma resalta la contribución a altos ángulos. Con el fin de eliminar errores instrumentales, se han promediado entre sí los ratios de asimetría de los campos de distinto signo, como se puede observar en la figura 10. Las reflectividades y ratios de asimetría así obtenidos se usarán de entrada en el programa, permitiendo así el ajuste químico y magnético de las muestras, respectivamente.

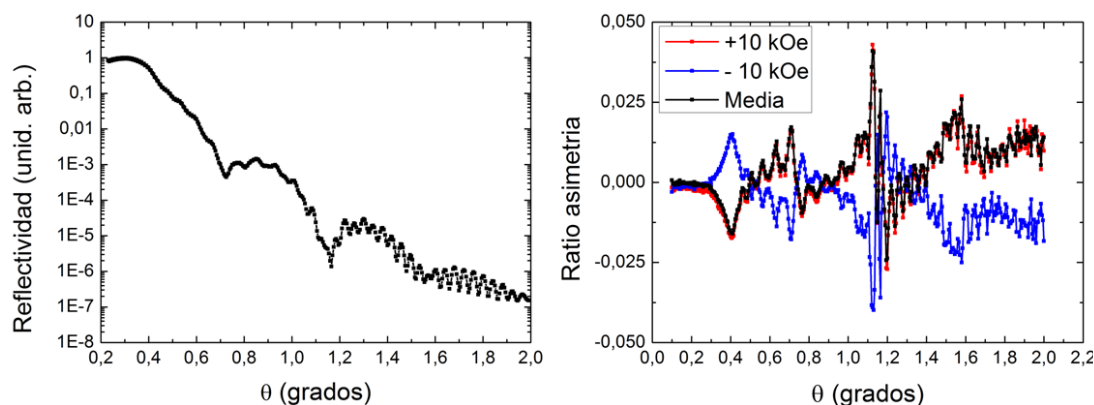


Figura 10. Curva de reflectividad para la bicapa 50 nm $Gd_{11}Co_{89}$ / 50 nm $Gd_{35}Co_{65}$ obtenida a partir de la media entre las intensidades medidas para ambas polarizaciones $((I^+ + I^-)/2)$ normalizada a 1; y ratios de asimetría $((I^+ - I^-)/(I^+ + I^-))$ para la misma bicapa obtenidos a 10 kOe, -10 kOe, y promediados para eliminar errores instrumentales.

3.4.3. El programa de ajuste PPM

El análisis de los espectros de XRMS medidos se ha realizado utilizando el código PPM (*Pythonic Programming for Multilayers*) [35] desarrollado por Alessandro Mirone, especialmente diseñado para el análisis de reflectividad en multicapas. El software PPM consta de dos programas de código abierto y descarga libre, *ppmguiScalar.exe* y *ppmguiTensorial.exe*; el primero destinado al ajuste de los parámetros estructurales a partir de las medidas de reflectividad $(I^+ + I^-)/2$, mientras que el segundo está concebido para el ajuste de la señal magnética (ratio de asimetría, o resta de intensidades) ya que considera la contribución magnética a las curvas XRMS. Ambos programas se ejecutan del mismo modo. El programa lee los espectros de XRMS experimentales y un archivo *.xml* que contiene el modelo estructural de la multicapa suministrado por el usuario, con los parámetros que definen cada capa y sus rangos de variación para el ajuste. A partir de esta información introducida, el programa calcula el índice de refracción de los materiales de la muestra, teniendo en cuenta las contribuciones resonantes si también le son aportados dos archivos extra correspondientes a las absorciones con polarización circular dextrógira y levógira del elemento resonante. Con estos valores calcula la reflectividad y la compara con la medida experimental, junto con la figura de mérito [36]. El algoritmo de minimización, de tipo ameba, implementado junto a una función de recocido o *annealing*, varía los parámetros de las capas dentro de los límites fijados por el usuario, calculándose en cada uno de estos ciclos la figura de mérito, hasta que se identifica el conjunto de parámetros que producen el mínimo valor de la figura de mérito. Este conjunto de valores será el que mejor reproduzca la curva experimental, dándose así por finalizado el ajuste.

Desde el punto de vista físico, el programa está basado en calcular la intensidad dispersada en la dirección especular resolviendo para cada capa ecuaciones de Maxwell de la forma [37]:

$$\det \left| k_0^2 \varepsilon - (k_x^2 + k_z^2) I + \begin{pmatrix} k_x^2 & 0 & k_x k_z \\ 0 & 0 & 0 \\ k_x k_z & 0 & k_z^2 \end{pmatrix} \right| = 0$$

a partir del tensor dieléctrico ε , relacionado con el índice de refracción a través de $\varepsilon^\pm = (n^\pm)^2 = (1 - \delta^\pm + i\beta^\pm)^2$ para cada polarización C^+ y C^- incidente, y cuyas componentes son, asumiendo la ausencia de dicroísmo lineal,

$$\varepsilon_{y'z'} = -\varepsilon_{z'y'} = -\frac{1}{2}(\varepsilon^+ - \varepsilon^-)$$

$$\varepsilon_{x'x'} = \varepsilon_{y'y'} = \varepsilon_{z'z'} = \frac{1}{2}(\varepsilon^+ + \varepsilon^-)$$

$$\varepsilon_{x'z'} = \varepsilon_{z'x'} = \varepsilon_{x'y'} = \varepsilon_{y'x'} = 0$$

donde x' identifica el eje de imanación. I es la matriz identidad; x, y, z refieren el sistema de coordenadas de la muestra, siendo z la normal a la superficie de la muestra, x la intersección entre la superficie y el plano de dispersión, e y la dirección perpendicular al plano de dispersión; $k_x (= k_0 \cos \theta)$ y k_z son las componentes en x y en z del vector de onda en el material, k_0 el módulo del vector de onda en el vacío, y θ el ángulo incidente.

Este determinante genera un polinomio de cuarto grado en k_z , cuyas cuatro soluciones se dividen en dos parejas según el signo de la parte real de k_z : positiva para las ondas que se propagan en la dirección de z negativa (hacia el interior de la muestra), y negativa para las que se propagan en la dirección de z positiva (hacia el vacío). Estas soluciones constituyen el campo electromagnético generado en la muestra, construido como una combinación lineal de las cuatro con coeficientes determinados imponiendo la condición de continuidad de las componentes paralelas del campo eléctrico E y el campo magnético B en la intercara con el vacío.

Imponiendo la condición de que las ondas salgan desde el substrato, y a partir de la ecuación de Fresnel para la reflectividad definida para la intercara entre dos capas m y $m+1$ como [38,39]:

$$r_{m,m+1} = \frac{k_{z,m} - k_{z,m+1}}{k_{z,m} + k_{z,m+1}}$$

se calcula la reflectividad de la multicapa compuesta por $2N$ capas de espesores t_i e índices de refracción n_i siguiendo un método recursivo como es el método de Parratt [40,41]:

$$R_{m+1} = \frac{r_{m,m+1} + R_m \exp(-i\Delta\phi_m)}{1 + r_{m,m+1} R_m \exp(-i\Delta\phi_m)}$$

donde R_m es la reflectividad de las primeras m capas; $\Delta\phi_m = 4\pi n_m t_m \sin \theta_m / \lambda$ es el cambio de fase entre los rayos reflejados en la intercara $m, m+1$ y λ es la longitud de onda de los rayos incidentes. La reflectividad final de la multicapa será por tanto $|R_{2N+1}|^2$.

Finalmente, el efecto de la rugosidad y la posible interdifusión entre capas se introduce en el modelo a través de la fórmula de Névot-Croce, que reduce exponencialmente la reflectividad R_o debido la presencia de estos efectos [42,41],

$$R_{\sigma} = R_o \exp\left(-\frac{16\pi^2 \sigma^2 n_h n_i \sin\theta_h \sin\theta_i}{\lambda^2}\right)$$

donde $\sigma^2 = \sigma_r^2 + \sigma_d^2$ es el espesor total de la intercara, el cual puede ser calculado como la suma cuadrática de la rugosidad σ_r y la interdifusión σ_d cuando ambos parámetros son independientes; y n_i , n_h , θ_i y θ_h son los índices de refracción y ángulos de incidencia de las capas i y h que conforman la intercara.

Cabe destacar que este modelo, que constituye una aproximación semiclásica a la dispersión, es complementado eficientemente desde el punto de vista cuántico a través del índice de refracción, que incluye las contribuciones resonantes (y no resonantes) a las amplitudes de dispersión y absorción por parte del material.

Con esta base, las dos curvas $(I^+ + I^-)/2$ experimentales para la bicapa y la tricapa (que al contener solo la información de carga son invariables con el campo aplicado) son analizadas con el programa *ppmguiScalar*, que tras haberlas normalizado a 1, permite ajustar parámetros estructurales como son el espesor de las capas, su rugosidad/interdifusión y densidad de los elementos constituyentes. Los parámetros así ajustados son a continuación usados en el ajuste del ratio de asimetría obtenido para cada campo magnético con el programa *ppmguiTensorial*, utilizándolos como punto de partida y manteniéndolos casi inalterables mientras se hacen variar parámetros magnéticos como la dirección de los momentos magnéticos del gadolinio a lo largo del perfil en profundidad de la multicapa (introduciéndolos al programa en forma de vector de tres componentes) y su magnitud, hasta encontrar el modelo de pared magnética que mejor describa los datos experimentales.

Como se ha mencionado, además de los datos medidos, para ejecutar los ajustes es necesario aportar a los programas un archivo de entrada de extensión *.xml* que contenga el modelo de la multicapa y los límites de los diferentes parámetros a ajustar. Ejemplos de archivos de entrada para el ajuste de carga y para el ajuste magnético de la tricapa se ofrecen en el apéndice. Por otro lado, también ha de ser aportada la contribución resonante al índice de refracción del gadolinio, pues el programa solo cuenta con bases de datos para cada elemento en condiciones no resonantes. Esta información se introduce al programa mediante dos archivos que deben incluir cada uno las absorciones μ^+ y μ^- obtenidas a partir de las medidas de absorción (fluorescencia o corriente de drenaje) pero reconstruidas en forma de β como $\beta^{\pm} = \frac{\lambda}{4\pi} \mu^{\pm}$ (figura 11) y normalizadas a una densidad de 1 g/cm³. Esto es así debido a que el programa tiene la opción de ajustar la densidad del gadolinio en unidades de g/cm³, valor que tras introducirlo el usuario se multiplica directamente a estos valores de β aportados, que como ya dependen intrínsecamente de la densidad del gadolinio a través de la absorción, han de ser divididos entonces entre la densidad nominal del gadolinio de 0,03024 átomos/cm³ (correspondiente a la densidad del Gd de 7,898 g/cm³) y multiplicados por una densidad de 0,00383 átomos/cm³ (correspondientes a una densidad de 1 g/cm³). Los datos de β^+ y β^- así obtenidos se guardan en un archivo de texto en el que la primera columna se

corresponde con las energías en eV y la segunda columna con dichos valores. Al haberlos obtenido a partir de las medidas de absorción en fluorescencia para el Gd de la monocapa de $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}$, utilizarlos en el ajuste magnético (en el cual tienen relevancia) de todas las capas de la multicapa implicará considerar que los momentos magnéticos del Gd de cada una de estas capas se corresponden en magnitud con los momentos del Gd en la monocapa saturada de $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}$. Sin embargo, la flexibilidad del programa PPM permite introducir un factor de escala ajustable para corregir la magnitud así generada, usando así como punto de partida los valores promedio de absorción pero permitiendo un ajuste para encontrar sus variaciones en la muestra.

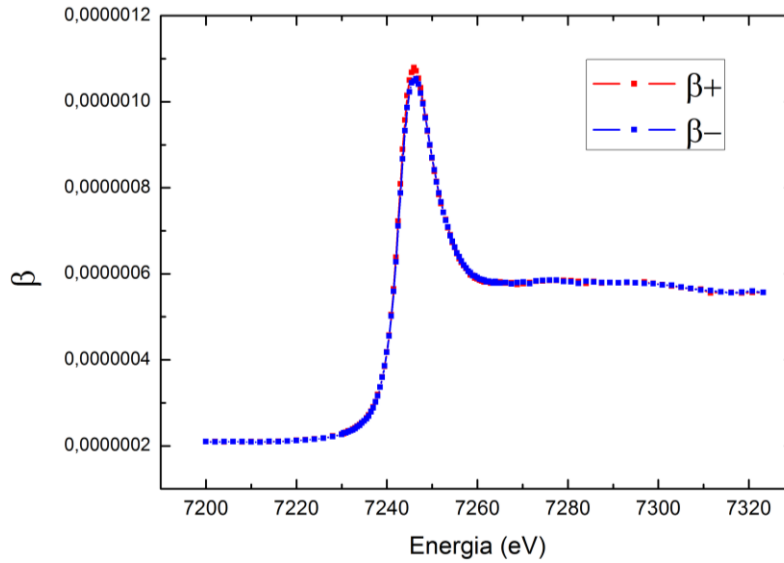


Figura 11. Valores de $\beta^\pm$ contruidos a partir de las medidas de absorción como $\beta^\pm = \frac{\lambda}{4\pi} \mu^\pm$ para la monocapa de $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}$.

3.4.4. Análisis de resultados

En primer lugar han sido ajustadas las curvas de reflectividad $(I^+ + I^-)/2$ obtenidas a partir de los datos medidos a 0,2 kOe, 50 K y 7245 eV para la bicapa 50 nm $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}/50$ nm $\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}$ y la tricapa 50 nm $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}/7,5$ nm $\text{Gd}/50$ nm $\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}$. Los parámetros que definen el perfil de densidad de las multicapas, obtenidos a partir de estos ajustes de carga, se utilizarán como valores estructurales de partida durante el ajuste de las curvas del ratio de asimetría de las cuales se obtienen los perfiles de imanación en profundidad.

Las curvas de reflectividad han sido ajustadas con el software *ppmguiScalar* habiendo fijado los valores nominales de densidad a excepción del correspondiente al aluminio y haciendo variar el espesor y rugosidad de las capas. La densidad de las aleaciones de gadolinio y cobalto se ha calculado a partir del promedio entre las densidades de cobalto y gadolinio puros teniendo en cuenta la composición atómica de la aleación. De este modo, se han fijado los valores de densidad de $\rho_{\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}} = 8,55 \text{ g/cm}^3$, $\rho_{\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}} = 8,79 \text{ g/cm}^3$, $\rho_{\text{Gd}} = 8,38 \text{ g/cm}^3$ y $\rho_{\text{cuarzo}} = 2,20 \text{ g/cm}^3$. La densidad del aluminio de las capas de recubrimiento y buffer hubo de dejarse variar para ajustar eficientemente las curvas en un entorno que no supera el 18% de su valor

nominal, $2,7 \text{ g/cm}^3$, lo cual puede justificarse debido a fenómenos de interdifusión en la capa de buffer y oxidación ambiental en la capa de recubrimiento. La figura 12 muestra el mejor ajuste obtenido para la bicapa, del cual se han obtenido unos valores de espesor de $t_{\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}} = 51,4 \text{ nm}$, $t_{\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}} = 49,3 \text{ nm}$, $t_{\text{Al}_{\text{buffer}}} = 11,9 \text{ nm}$ y $t_{\text{Al}_{\text{recubrimiento}}} = 11,1 \text{ nm}$, de acuerdo con los 50 nm nominales de las capas de Gd-Co y los 10 nm nominales de las capas de aluminio. Los valores de rugosidad obtenidos para cada capa son $r_{\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}} = 1,4 \text{ nm}$, $r_{\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}} = 1,3 \text{ nm}$, $r_{\text{Al}_{\text{buffer}}} = 2,5 \text{ nm}$, $r_{\text{Al}_{\text{recubrimiento}}} = 1,1 \text{ nm}$ y $r_{\text{cuarzo}} = 0,5 \text{ nm}$. Las densidades ajustadas para las capas de aluminio son $\rho_{\text{Al}_{\text{buffer}}} = 3,10 \text{ g/cm}^3$ y $\rho_{\text{Al}_{\text{recubrimiento}}} = 2,54 \text{ g/cm}^3$. Del mismo modo se ha realizado el ajuste de la tricapa (figura 13), del cual se han obtenido unos valores de espesor para cada capa de $t_{\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}} = 52,5 \text{ nm}$, $t_{\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}} = 48,5 \text{ nm}$, $t_{\text{Gd}} = 8,3 \text{ nm}$, $t_{\text{Al}_{\text{buffer}}} = 12,1 \text{ nm}$, $t_{\text{Al}_{\text{recubrimiento}}} = 11,2 \text{ nm}$ y rugosidades de $r_{\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}} = 2,1 \text{ nm}$, $r_{\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}} = 1,3 \text{ nm}$, $r_{\text{Gd}} = 1,5 \text{ nm}$, $r_{\text{Al}_{\text{buffer}}} = 2,4 \text{ nm}$, $r_{\text{Al}_{\text{recubrimiento}}} = 1,2 \text{ nm}$ y $r_{\text{cuarzo}} = 0,6 \text{ nm}$. Las densidades de las capas de aluminio obtenidos son $\rho_{\text{Al}_{\text{buffer}}} = 3,20 \text{ g/cm}^3$ y $\rho_{\text{Al}_{\text{recubrimiento}}} = 2,62 \text{ g/cm}^3$.

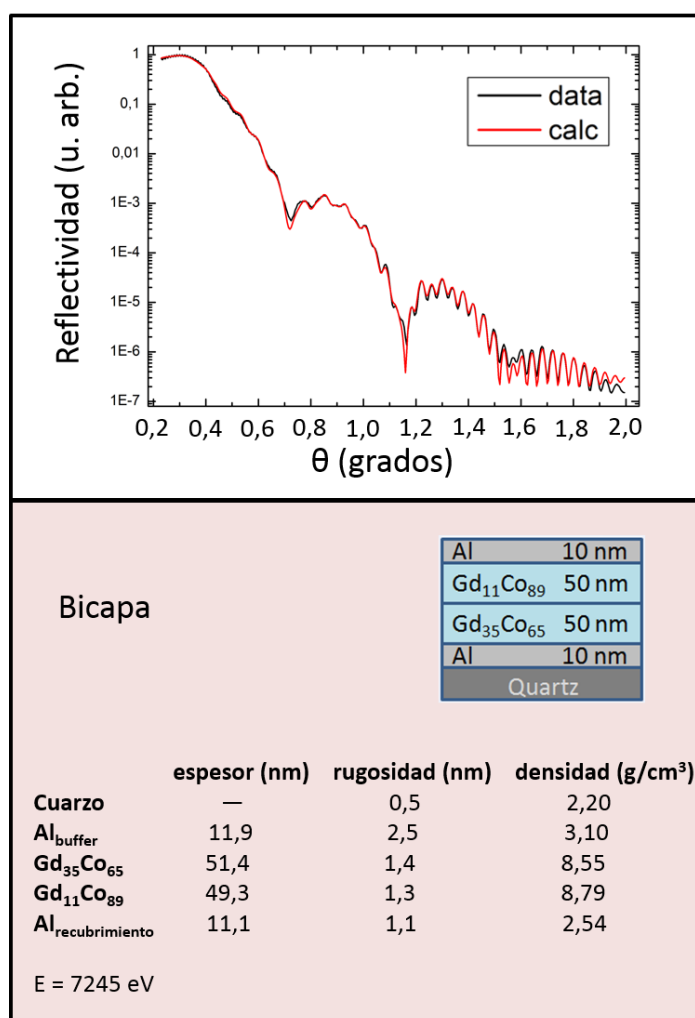


Figura 12. Reflectividad a bajo ángulo para la bicapa 50 nm Gd₁₁Co₈₉/50 nm Gd₃₅Co₆₅. La línea roja se corresponde con el ajuste llevado a cabo; los parámetros estructurales obtenidos se muestran en el cuadro inferior.

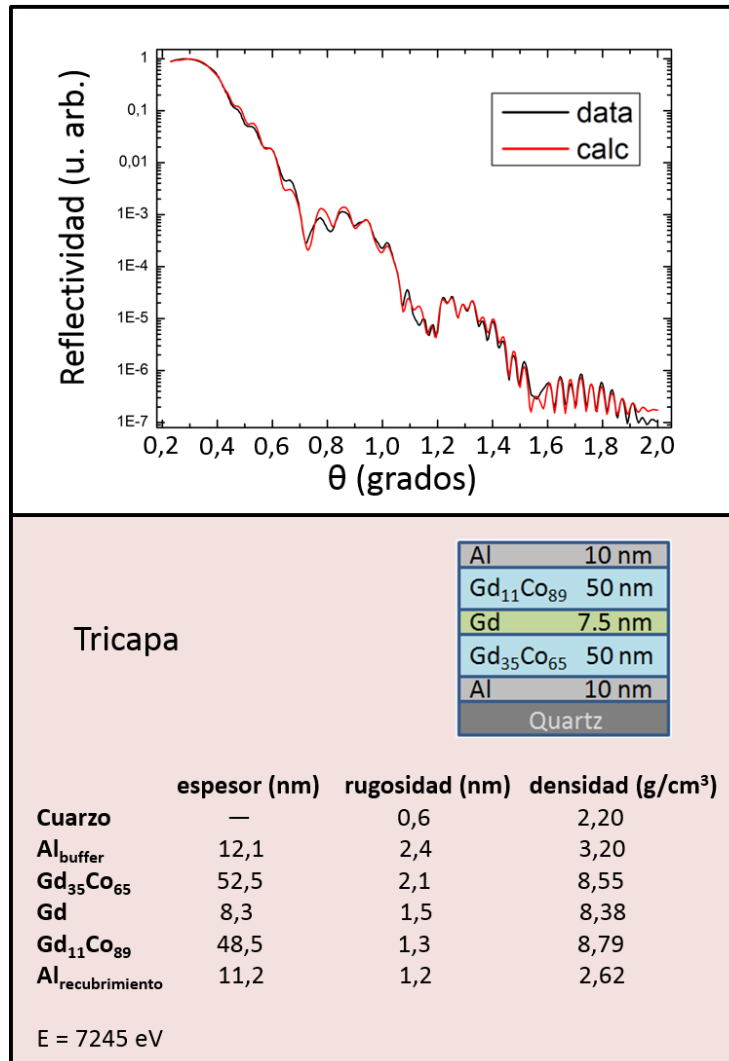


Figura 13. Ajuste de reflectividad a bajo ángulo para la tricapa 50 nm Gd₁₁Co₈₉/7,5 nm Gd/50 nm Gd₃₅Co₆₅. La línea roja se corresponde con el ajuste llevado a cabo; los parámetros estructurales obtenidos se muestran en el cuadro inferior.

Para el estudio de las paredes de dominio en estas multicapas de Gd-Co se han tomado medidas de XRMS a 50 K aplicando diferentes campos magnéticos, de 0,2 kOe, 1,8 kOe y 10 kOe, correspondientes a distintas configuraciones del perfil de imanación en profundidad, con y sin la presencia de la pared de dominio. La condición de resonancia fijando la energía de medida al borde L₃ del gadolinio posibilita la caracterización de los perfiles de la subred de momentos del gadolinio, que debería cambiar de una imanación uniforme a campos bajos a una pared de dominio de 180° a campo elevados, como quedó patente en las medidas por efecto Kerr.

En las figuras 14 y 15 se muestran los ratios de asimetría obtenidos para la bicapa y la tricapa a los tres campos magnéticos de medida, por debajo y por encima de H_{tl} , el campo de transición que determina la presencia o ausencia de pared de dominio. A primera vista, la principal diferencia cualitativa que destaca en estas curvas, que presentan oscilaciones bien definidas, es el cambio de signo del ratio de asimetría que tiene lugar en el rango de bajo

ángulo ($\theta < 1,1^\circ$) entre la curva medida a 0,2 kOe y las curvas medidas a 1,8 kOe y 10 kOe, esto es, entre la curva medida a un campo por debajo de H_{t1} y las medidas a campos mayores que H_{t1} . Las simulaciones realizadas usando el código *PPMxmITens* para las dos multicapas muestran que este cambio de signo es un indicativo directo de la orientación inversa de la subred de momentos del gadolinio en la capa de $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}$, y por tanto, indicativo de la presencia de una pared de dominio, verificando la caracterización llevada a cabo mediante efecto Kerr.

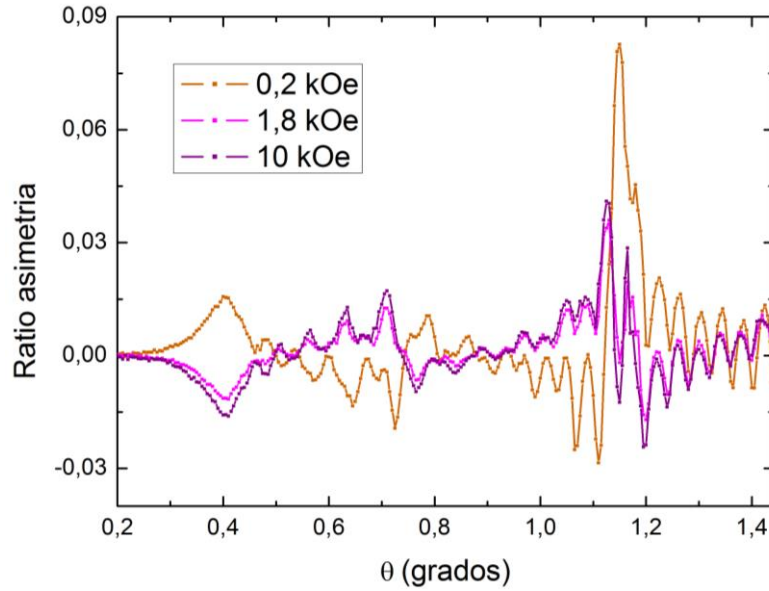


Figura 14. Ratio de asimetría medido para la bicapa 50 nm $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}$ /50 nm $\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}$ con campos magnéticos aplicados de 0,2 kOe (sin presencia de pared de dominio), 1,8 kOe y 10 kOe (con presencia de pared de dominio).

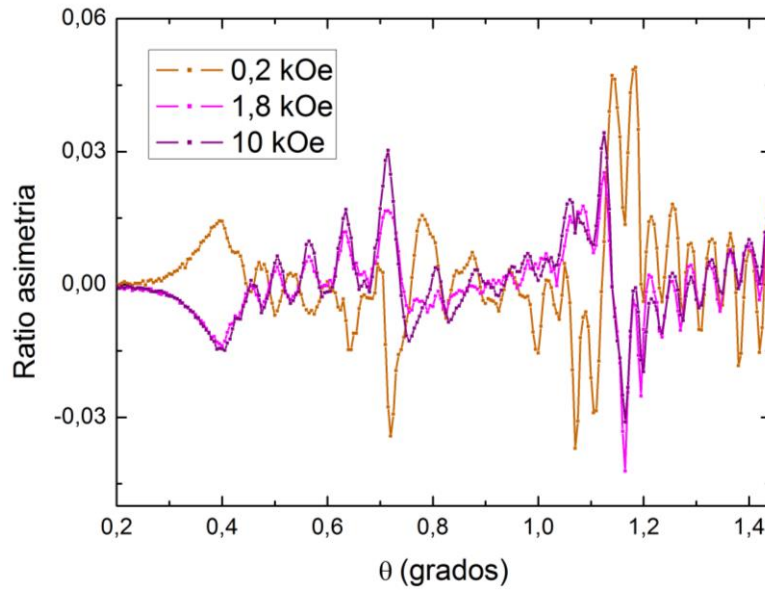


Figura 15. Ratio de asimetría medido para la tricapa 50 nm $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}$ /7,5 nm Gd /50 nm $\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}$ con campos magnéticos aplicados de 0,2 kOe (sin presencia de pared de dominio), 1,8 kOe y 10 kOe (con presencia de pared de dominio).

Del mismo modo, a altos ángulos, las oscilaciones de las curvas para todos los campos tienen el mismo signo, en concordancia con el hecho de que el estado magnético de la capa de $\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}$, la más profunda, no varía en todo el rango de campo. Por otra parte, atendiendo a la oscilación localizada a aproximadamente 0,4 grados, y cuya procedencia es exclusivamente producto de la imanación de la capa de $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}$ como se ha visto en las simulaciones llevadas a cabo, puede comprobarse cómo crece en amplitud entre los campos de 1,8 kOe y 10 kOe del mismo modo que lo hace el ciclo de histéresis en este rango de campo hasta alcanzar un estado prácticamente saturado a 10 kOe. A su vez, también se observa cómo su amplitud es la misma para los campos de 0,2 kOe y 10 kOe pero con signo opuesto, correspondiéndose adecuadamente con la equivalencia de ambos estados magnéticos de la capa de $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}$ en cuanto a la dirección de la imanación del gadolinio, pero opuestos en sentido.

El ajuste de estas curvas del ratio de asimetría de ambas muestras para obtener una descripción cuantitativa del perfil de imanación en profundidad y caracterizar así la pared de dominio formada a campos elevados se ha realizado utilizando el programa *ppmguiTensorial*. El procedimiento de ajuste ha constado de tres pasos. En primer lugar, los datos medidos a 0,2 kOe (por lo que no hay presencia de pared de dominio) se han ajustado usando como valores de partida estructurales los obtenidos del ajuste de las curvas de reflectividad, y asumiendo una imanación uniforme y positiva a lo largo de todo el espesor de la muestra, caracterizada en el programa como un vector $M/M_S = [+1,0,0]$ aplicado a todas las capas magnéticas, que indica una componente máxima y positiva de la imanación del Gd en la dirección del campo. De este ajuste se han obtenido unos nuevos valores estructurales refinados para las capas de Gd-Co de $t_{\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}} = 50,77 \pm 0,4$ nm, $t_{\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}} = 49,7 \pm 0,4$ nm, $r_{\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}} = 1,4$ nm y $r_{\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}} = 1,3$ nm, muy cercanos a los determinados a partir del ajuste de carga.

En un segundo paso, los datos medidos a los dos campos por encima de H_{t1} (para los cuales se forma la pared de dominio), 1,8 kOe y 10 kOe, se han ajustado fijando como valores estructurales los obtenidos previamente para el campo de 0,2 kOe, a la vez que se ha hecho variar el perfil de imanación en profundidad. Con el fin de reducir el número de parámetros libres, se ha utilizado para modelar la variación de la imanación del gadolinio (M_{Gd}) a lo largo del espesor un perfil típico de pared de Bloch de la forma

$$M_{\parallel} = M_S \tanh[(z - z_0)/D]$$

$$M_{\perp} = [M_S^2 - M_{\parallel}^2]^{1/2},$$

donde $M_{\parallel}$ y $M_{\perp}$ son las componentes de M_{Gd} en el plano paralelo y perpendicular a la dirección de campo, respectivamente; z la coordenada espacial a lo largo del espesor (correspondiendo $z=0$ a la parte más cercana al sustrato de la multicapa de Gd-Co), D la anchura de la pared de dominio, y z_0 el valor de z en el centro de la pared.

Para implementar este tipo de pared de dominio en el programa, este perfil de imanación gradual se ha discretizado en 30 subcapas, a cada una de las cuales les corresponde una dirección de imanación constante $M/M_S = [M_{\parallel}, M_{\perp}, 0]$ dada por las ecuaciones

$$M_{||}/M_S = \tanh(x/D)$$

$$M_{\perp}/M_S = \left[1 - (M_{||}/M_S)^2\right]^{1/2}$$

donde $x = z - z_0$. El módulo de los momentos magnéticos se mantiene constante para las subcapas que pertenecen a capas de Gd-Co de la misma composición, y es definido mediante un factor corrector ajustable (m_{sat}) aplicado sobre las medidas de absorción de la monocapa de $Gd_{11}Co_{89}$ introducidas al programa.

La pared así discretizada se puede observar en la figura 16. Utilizando este modelo, los ratios de asimetría experimentales se han ajustado por tanto usando como parámetros independientes D , la escala espacial de la variación de la pared de dominio, y z_0 , el centro de la pared de dominio. Para describir la variación más abrupta en el centro de la pared y más lenta hacia sus extremos, se han establecido dos regiones con distinto valor de D pero ligado entre sí, de modo que la discretización espacial en los extremos de la pared es D , y la correspondiente a la zona central, más fina, es $0,2 \cdot D$. A su vez, D se ha permitido variar a ambos lados de la intercara química, para dar cuenta de asimetrías en la extensión de la pared dependiendo de la composición química de cada capa. En cuanto a z_0 , se ha ajustado mediante sucesivos análisis en los que se ha ido desplazando la pared a lo largo de las diferentes capas de la muestra hasta encontrar la posición que mejor describe los datos experimentales.

En resumen, los valores ajustados se traducen entonces en la anchura de la pared de dominio en cada capa ($D_{Gd35Co65}$, $D_{Gd11Co88}$ y D_{Gd}); el centro de la pared, ubicándolo en distintas posiciones a lo largo de las capas ($z_{0,Gd35Co65}$, $z_{0,Gd11Co89}$ y $z_{0,Gd}$), y el factor corrector al momento magnético del Gd de la monocapa de $Gd_{11}Co_{89}$ ($m_{sat,Gd35Co65}$, $m_{sat,Gd11Co89}$ y $m_{sat,Gd}$).

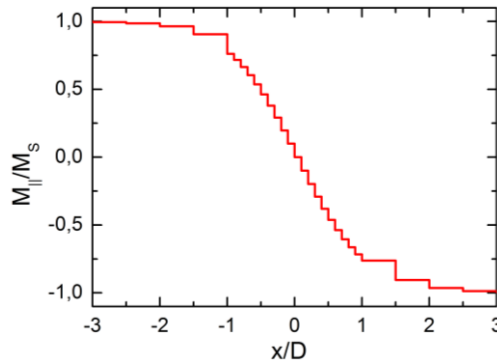


Figura 16. Discretización de la pared de dominio en 30 subcapas siguiendo una variación de la imanación de tipo Bloch a lo largo del perfil en profundidad.

En tercer y último lugar, como comprobación final de la consistencia del procedimiento, se ha simulado el ratio de asimetría para el campo de 0,2 kOe utilizando la discretización empleada para describir la pared de dominio, pero considerando la imanación uniforme a lo largo de todo el espesor. Se ha comprobado así que la calidad del ajuste con el perfil discretizado es prácticamente similar al obtenido en primer lugar habiendo considerado solamente las dos capas de Gd-Co en el caso de la bicapa, y las tres capas de Gd-Co y Gd en el caso de la tricapa.

Por tanto, se han llevado a cabo los ajustes de los ratios de asimetría correspondientes a los tres diferentes campos, tanto para la bicapa como para la tricapa, empleando los mismos parámetros estructurales y la misma discretización. Los cambios en las curvas procederán entonces exclusivamente de los distintos perfiles de imanación en profundidad, uniforme en el caso del campo de 0,2 kOe, y con presencia de pared de dominio de distinta anchura para los campos de 1,8 kOe y 10 kOe.

Los ajustes del ratio de asimetría de la bicapa 50 nm $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}$ /50 nm $\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}$ correspondientes a los tres campos aplicados a 50 K se muestran en la figura 17, reproduciendo adecuadamente los datos experimentales. Los perfiles de pared magnética derivados de estos ajustes a 1,8 kOe y 10 kOe se muestran en la figura 18. Como se puede observar, para ambos campos la pared magnética resultante del ajuste está centrada en la intercara estructural entre las capas de Gd-Co de distinta composición (posición a la que $M_{||}$ se hace cero), con un margen de precisión de menos de 2 nm. El resultado por tanto está en concordancia con el hecho de que la imanación neta es paralela a M_{Gd} en la capa de $\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}$ y antiparalela en la capa de $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}$, por lo que el cambio de signo de M_{Gd} en la intercara implica que la imanación neta es siempre positiva a lo largo de todo el espesor, minimizando la energía Zeeman. Esta configuración también minimiza el canje en la intercara pues no produce un salto en la imanación en la intercara.

Por otro lado, la anchura de la pared resulta asimétrica en ambos lados de la intercara estructural, extendiéndose más a lo largo de la capa de $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}$. A 1,8 kOe, M_{Gd} se mantiene prácticamente paralela al campo aplicado a lo largo de la capa de $\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}$, a excepción de unos pocos nanómetros cerca de la intercara donde rota de 0 a 90 grados. La anchura de la pared en esta capa, entendida como la variación de $M_{||}/M_s$ desde -0,76 a 0,76, resulta de $D_{\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}} = 3,4$ nm. En la capa superior de $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}$, donde $D_{\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}} = 24$ nm, la pared de dominio se extiende a lo largo de todo su espesor, variando M_{Gd} desde los 90 grados en la intercara a 150 grados en la superficie de la muestra, no llegando a ser por completo paralela al campo aplicado. Ello es consistente con el ciclo de histéresis medido a 50 K (figura 7), que muestra cómo a 1,8 kOe la imanación de la capa de $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}$ no está completamente saturada. Esta asimetría de la pared puede atribuirse a la distinta imanación neta de cada capa (a 50 K, $M_{\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}} = 1300$ emu/cm³ y $M_{\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}} = 370$ emu/cm³, como se refleja en la figura 2), por lo que el peso relativo de la energía Zeeman en comparación con el canje es diferente en cada capa, resultando en una variación espacial de M_{Gd} más gradual en la capa de Gd-Co con menor imanación neta, en este caso, la capa de $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}$. Cuando el campo aplicado aumenta a 10 kOe, la pared de dominio se hace más estrecha en ambas capas, siendo $D_{\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}} = 2,2$ nm y $D_{\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}} = 9,4$ nm, de acuerdo con el comportamiento cualitativo esperado en la multicapa [31], y produciéndose una rotación completa de 0 a 180 grados de M_{Gd} a lo largo de su espesor. Los valores de anchura de pared de dominio (D_i) ajustados tienen un margen de error de $\pm 0,8$ nm.

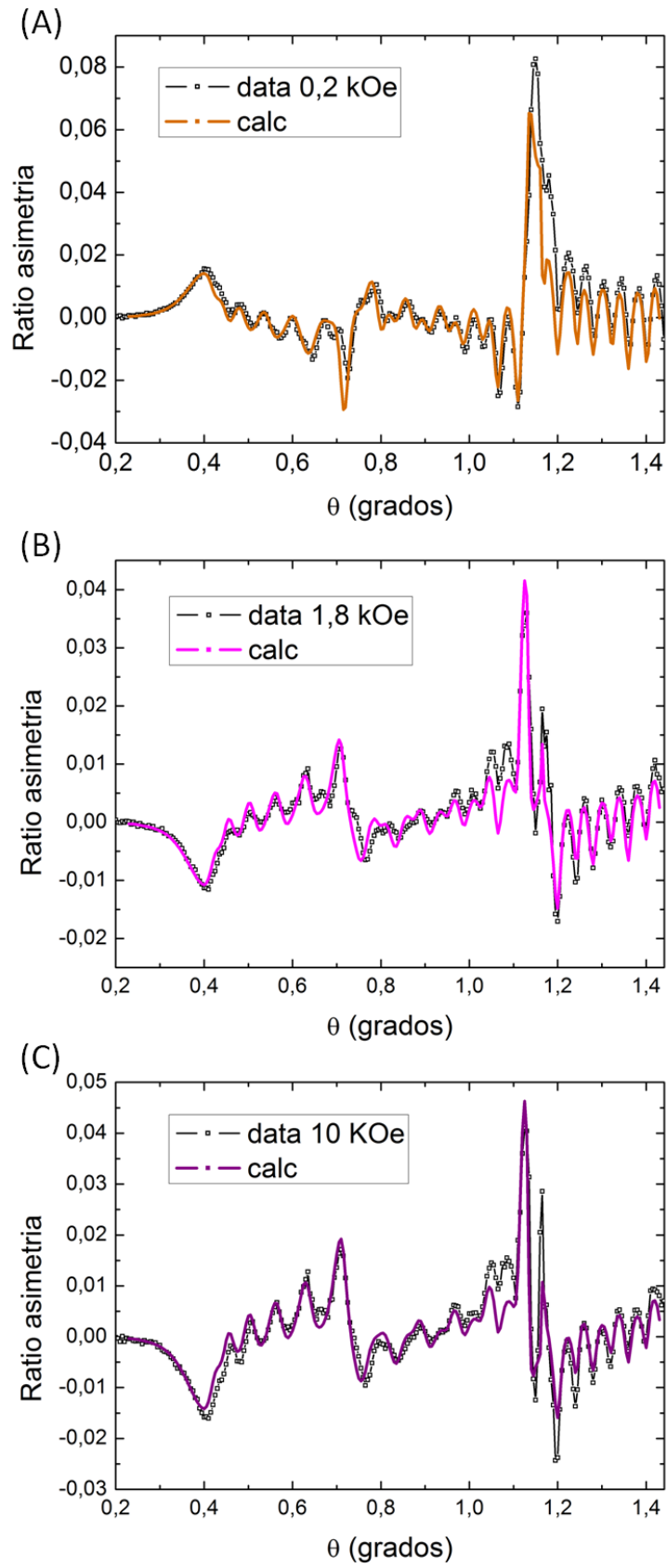


Figura 17. Ajustes del ratio de asimetría medido a 50 K y en el borde L_3 del Gd para la bicapa 50 nm $Gd_{11}Co_{89}/50$ nm $Gd_{35}Co_{65}$ a campos aplicados de (A) 0,2 kOe, (B) 1,8 kOe y (C) 10 kOe.

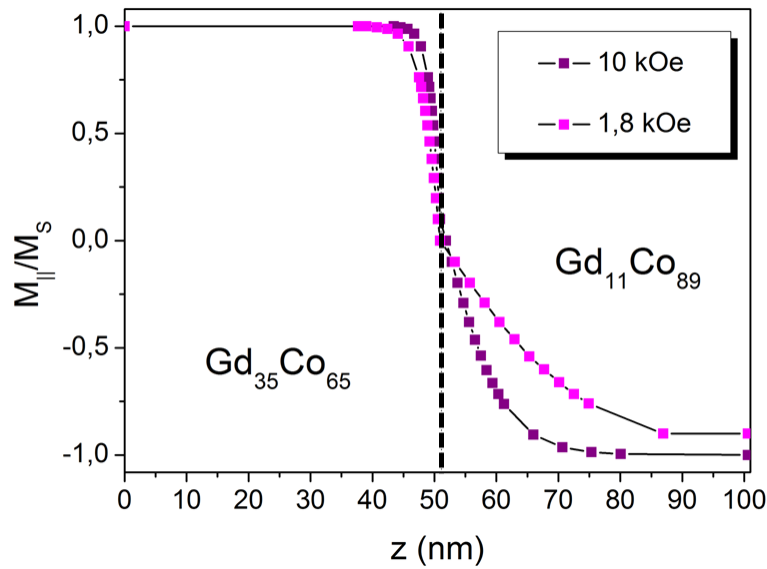


Figura 18. Ajustes de los perfiles de imanación a 10 kOe y 1,8 kOe para la bicapa 50 nm $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}$ /50 nm $\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}$. La línea discontinua indica la intercara entre las capas de Gd-Co de distinta composición.

En cuanto a la tricapa 50 nm $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}$ /7,5 nm Gd/50 nm $\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}$, los ajustes del ratio de asimetría medido a 50 K y campos aplicados de 0,2 kOe, 1,8 kOe y 10 kOe se muestran en la figura 19. En el análisis de la tricapa se ha podido observar una especialmente mayor sensibilidad del ratio de asimetría a la estructura del espaciador de Gd en comparación con los datos de reflectividad, que ha quedado de manifiesto en el análisis del ratio de asimetría a 0,2 kOe, el campo por debajo de H_{t1} para el cual no hay presencia de pared y la imanación es uniforme a lo largo del espesor. Mientras que los espesores promedio coinciden con los obtenidos del ajuste de carga, como ocurría en el caso de la bicapa, un ajuste adecuado del ratio de asimetría a 0,2 kOe implica permitir un cierto grado de interdifusión entre las intercaras de las aleaciones de Gd-Co y el espaciador de Gd. En la figura 20 se muestra la variación en la densidad de Gd a lo largo del espesor de la tricapa obtenido del mejor ajuste logrado para los datos del ratio de asimetría a 0,2 kOe, del que se extrae la presencia de una capa interdifundida de 5 nm de espesor en la intercara $\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}$ /Gd y una capa interdifundida de 1 nm de espesor en la intercara Gd/ $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}$. Este hecho es consistente con otros trabajos sobre láminas continuas y multicapas de Gd-Co, que han reportado un cierto grado de aleación en las intercaras entre diferentes composiciones debido a la distinta difusión del gadolinio en el cobalto en comparación con la difusión del cobalto en gadolinio [27, 43]. Una simulación de la reflectividad utilizando este nuevo perfil químico de densidad se ha llevado a cabo para comprobar su consistencia, obteniendo una señal que ajusta adecuadamente los datos experimentales (figura 21) y apenas se diferencia de la obtenida con el perfil nominal de densidad.

El ajuste de los ratios de asimetría a los campos de 1,8 kOe y 10 kOe, por encima del campo de transición H_{t1} , se ha realizado utilizando este nuevo perfil de densidad del gadolinio, proporcionando los perfiles de M_{Gd} presentados en la figura 20. Para ambos campos, la pared de dominio está centrada en la intercara entre la capa de Gd y la capa de $Gd_{11}Co_{89}$, satisfaciendo nuevamente la condición de que la imanación neta sea positiva a lo largo de todo el espesor de la tricapa, minimizando la energía Zeeman. Para los dos campos se obtienen perfiles de pared cualitativamente similares, en los cuales la primera rotación de 0 a 90 grados tiene lugar fundamentalmente en el espaciador de Gd, seguido de una rotación más gradual a lo largo de la capa de $Gd_{11}Co_{89}$. Para el campo de 1,8 kOe, la primera rotación de 0 a 90 grados se produce en un espesor de 10 nm que incluye las capas de Gd puro y la intercara interdifundida de $Gd_{35}Co_{65}/Gd$. $M_{||}/M_s$ se reduce en primer lugar desde 1 a 0,76 en un margen de 5 nm cerca de la intercara en la capa de $Gd_{35}Co_{65}$, decreciendo a continuación gradualmente hasta 0,5 en la región interdifundida de $Gd_{35}Co_{65}/Gd$. A lo largo de la región de Gd puro, $M_{||}/M_s$ disminuye abruptamente llegando a cero en la intercara de $Gd/Gd_{11}Co_{89}$. Finalmente, M_{Gd} rota de 90 grados a 150 grados a lo largo de la capa de $Gd_{11}Co_{89}$.

Al campo de 10 kOe, la pared se reduce significativamente. M_{Gd} se mantiene paralela al campo aplicado prácticamente a lo largo de toda la capa de $Gd_{35}Co_{65}$ y el espaciador de Gd, produciéndose a continuación un salto abrupto hacia 90 grados en la intercara de $Gd/Gd_{11}Co_{89}$, seguido de una rápida rotación hacia 130 grados a lo largo del espesor de 1 nm de intercara difundida. Finalmente, en la capa de $Gd_{11}Co_{89}$ homogénea, se produce una rotación de la imanación más gradual hasta alcanzar los 180 grados, siguiendo el perfil de Bloch de la figura 16 con una anchura de pared efectiva de 9,4 nm, la misma que en la bicapa en las mismas condiciones. La anchura total de la pared de dominio es de unos 5 nm, en comparación con los 12 nm de la bicapa para el mismo campo y temperatura. La rápida rotación de la imanación en la región de Gd puro observada para ambos campos de 1,8 kOe y 10 kOe es consecuencia de la menor rigidez de canje del Gd, a su vez relacionado directamente con la tendencia de desacoplo magnético de las multicapas al introducir el espaciador de Gd, observada en la caracterización por efecto Kerr.

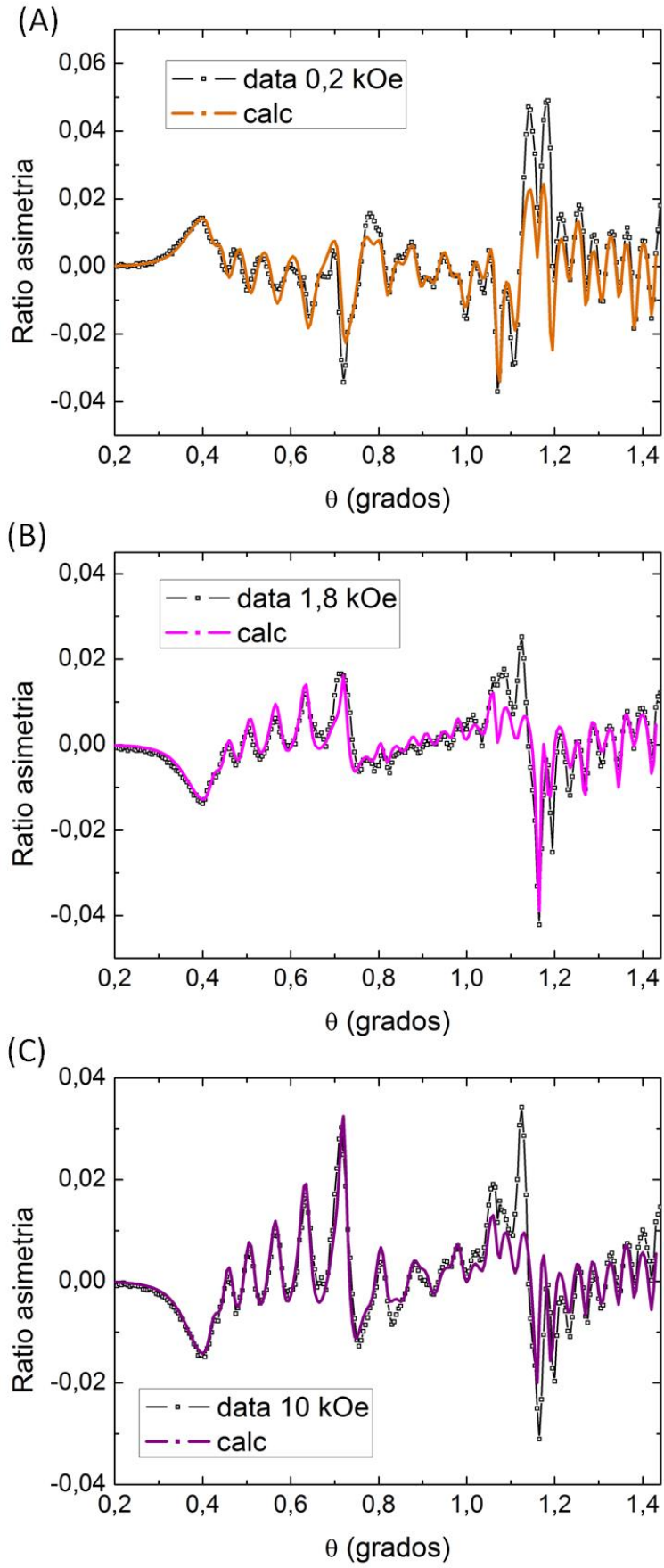


Figura 19. Ajustes del ratio de asimetría medido a 50 K y en el borde L_3 del Gd para la tricama 50 nm $Gd_{11}Co_{89}/7,5$ nm Gd/50 nm $Gd_{35}Co_{65}$ a campos aplicados de (A) 0,2 kOe, (B) 1,8 kOe y (C) 10 kOe.

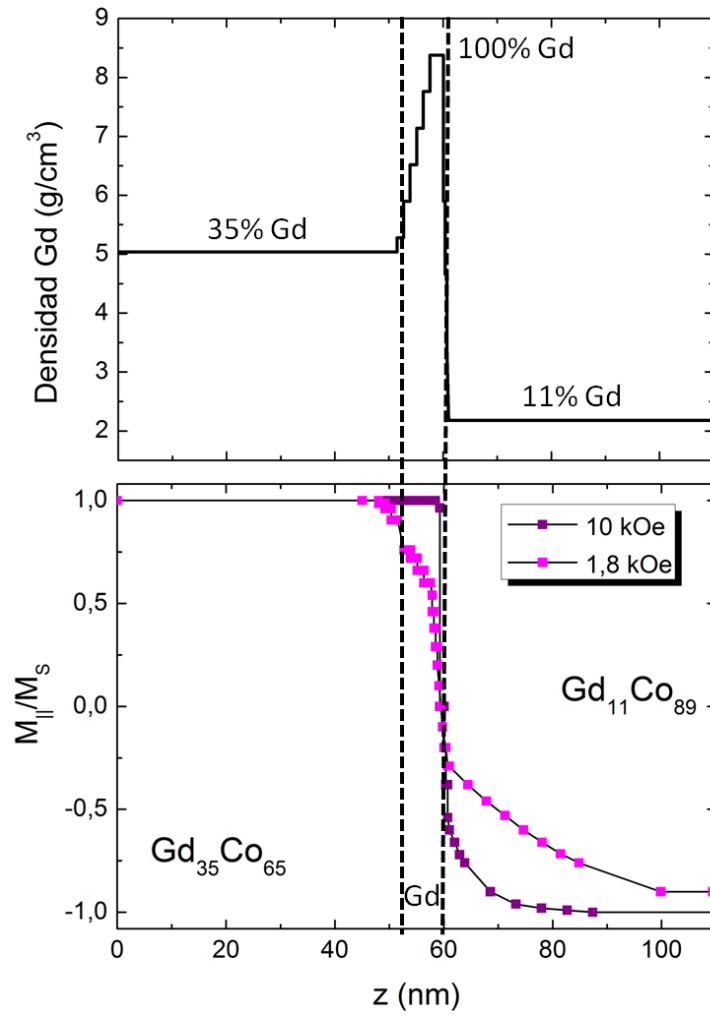


Figura 20. Variación en profundidad de la densidad de Gd obtenida del ajuste del ratio de asimetría a 0,2 kOe; y ajustes de los perfiles de imanación a 10 kOe y 1,8 kOe para la tricapa 50 nm $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}$ /7,5 nm Gd/50 nm $\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}$. Las líneas discontinuas indican las intercaras entre las capas de Gd-Co y Gd.

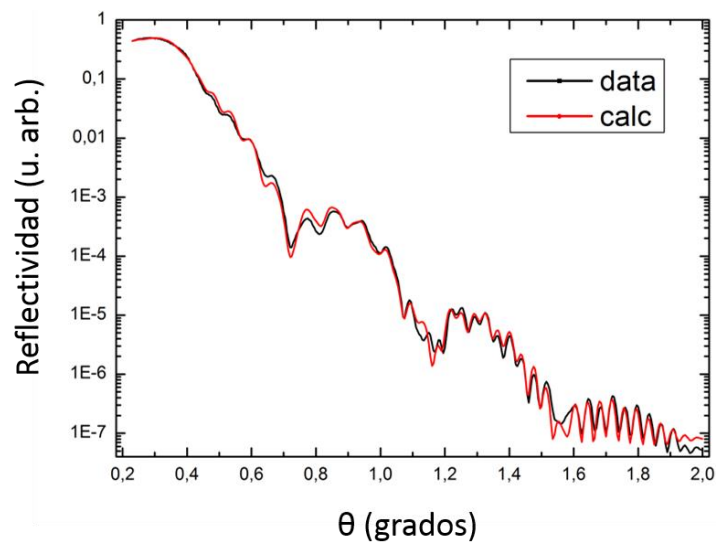


Figura 21. Simulación de la reflectividad a bajo ángulo de la tricapa 50 nm $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}$ /7,5 nm Gd/50 nm $\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}$ empleando el perfil de densidad de Gd de la figura 20.

Cabe mencionar, como anotación final, que los ajustes del ratio de asimetría tanto para la bicapa como para la tricapa hubieron de ser realizados, para obtener una buena adecuación a las amplitudes de las oscilaciones de los datos experimentales, permitiendo a los parámetros $m_{sat,Gd35Co65}$, $m_{sat,Gd11Co89}$ y $m_{sat,Gd}$ tomar valores cercanos a 2. Aunque a priori no resulte esperable que la magnitud de los momentos magnéticos de Gd en las capas de las multicapas sea el doble de la que tendrían en la monocapa de $Gd_{11}Co_{89}$, el hecho de que en todas ellas se produzca la misma tendencia apunta a un mismo origen, que no resta veracidad a los ajustes de perfil magnético en profundidad caracterizados, y que hasta el momento no se ha podido determinar.

3.5. Modelo teórico de la pared de dominio

Los perfiles de imanación en las paredes de dominio en intercara vienen determinados por la competición entre la interacción de canje y la energía Zeeman, dada la condición de equilibrio local [31]

$$2A \frac{d^2\theta}{dz^2} = M_i H \sen\theta ,$$

donde A es la constante de rigidez de canje, θ el ángulo entre la imanación local y el campo aplicado, y M_i la imanación de saturación de cada capa. Este modelo analítico sencillo puede ser empleado para obtener el perfil de imanación en profundidad de la pared de dominio [31], dependiendo solo de parámetros relativos al material que conforma cada capa del sistema y del ángulo de las imanaciones a cada lado de la intercara, esto es, $\theta_{1,int}$ y $\theta_{2,int}$ definidos a $z = z_{int}$.

En el modelo analítico original [31], $\theta_{i,int}$ se calculaba asumiendo que $d\theta/dz$ es constante en la intercara de modo que $\theta_{i,int}$ era función de M_i y de H . Sin embargo, teniendo en cuenta los resultados del análisis de las curvas del ratio de asimetría de la bicapa (figura 18), es posible considerar la condición experimental $\theta_{1,int} = \theta_{2,int} = 90^\circ$. En este caso, la anchura de la pared de dominio (δ_i) en la intercara puede ser calculada como

$$\delta_i = \frac{\pi}{2} \cdot \frac{1}{\left[\frac{d\theta}{dz}\right]_{z,int}} = \frac{\pi}{2} \cdot \left(\frac{A}{M_i H}\right)^{1/2} ,$$

valor que es diferente a cada lado de la intercara, de acuerdo con los perfiles de imanación ajustados.

Además, la energía de la pared de dominio (σ_W) puede ser calculada usando, como punto de partida, el modelo analítico de la referencia [31], pero tomando una configuración más general de pared de dominio de 180° con una rotación de 0 a $\theta_{1,int}$ grados en la primera capa y de $\theta_{2,int}$ a 180 grados en la segunda capa, de modo que

$$\sigma_W = 2(2AH)^{1/2} \left[\sen(\theta_{1,int}) M_1^{1/2} + \sen(\theta_{2,int}) M_2^{1/2} \right].$$

De esta forma, la ecuación anterior puede usarse para estimar la constante de rigidez de canje A_{GdCo} en las multicapas de Gd-Co, y comparar los valores experimentales de σ_W (obtenidos de los ciclos Kerr como $\sigma_W = 2H_t M_2 t_2$), con los valores predichos analíticamente en términos de H y M_i , usando $\sin(\theta_{1,int})$ y $\sin(\theta_{2,int})$ como parámetros ajustables en el modelo.

La figura 22 muestra una gráfica de σ_W frente a $H_t^{1/2} [1 \cdot M_1^{1/2} + 1 \cdot M_2^{1/2}]$ para la bicapa $Gd_{11}Co_{89}/Gd_{35}Co_{65}$ en la que se ha considerado la condición experimental de $\theta_{1,int} = \theta_{2,int} = 90^\circ$ extraída del análisis por XRMS ($\sin(\theta_{1,int}) = \sin(\theta_{2,int}) = \sin 90^\circ = 1$). La tendencia entre ambas magnitudes resulta claramente lineal (línea discontinua) con una pendiente $a = (2,96 \pm 0,06) \times 10^{-3} \text{ (erg/cm)}^{1/2}$ y ordenada en el origen $b = -1,02 \pm 0,08 \text{ erg/cm}^2$. De acuerdo a la ecuación para σ_W , $a = 2(2A)^{1/2}$, de modo que $A_{GdCo} = 1,05 \times 10^{-6} \text{ erg/cm}$. Este valor está solo ligeramente por debajo del correspondiente al cobalto puro ($A_{Co} = 1,55 \times 10^{-6} \text{ erg/cm}$ [22]), lo que indica que el canje en la subred del cobalto, que es el término de canje más fuerte en la aleación de Gd-Co, determina la configuración de la pared de dominio. La anchura de la pared δ_i en cada capa de Gd-Co de la bicapa calculada con este valor de A_{GdCo} resulta para un campo de 1,8 kOe de $\delta_{Gd35Co65} = 10,5 \text{ nm}$ y $\delta_{Gd11Co89} = 20 \text{ nm}$ (frente a $D_1 = 3,4 \pm 0,8 \text{ nm}$ y $D_2 = 24,0 \pm 0,8$ obtenidos del ajuste de la señal XRMS). Para un campo de 10 kOe los valores calculados resultan $\delta_{Gd35Co65} = 4,5 \text{ nm}$ y $\delta_{Gd11Co89} = 8,4 \text{ nm}$ (frente a $D_1 = 2,2 \pm 0,8 \text{ nm}$ y $D_2 = 9,4 \pm 0,8 \text{ nm}$ obtenidos del ajuste de la señal XRMS). El acuerdo entre los valores experimentales y estimados es particularmente bueno para la capa de $Gd_{11}Co_{89}$, en la que la pared de dominio se extiende a lo largo de una mayor fracción de espesor, permitiendo una determinación más precisa del perfil de imanación a partir de las curvas de XRMS.

Un resultado no esperado del ajuste lineal de la figura 22 es el valor bajo y negativo de la ordenada en el origen b , que sugiere una energía de canje en la intercara negativa. Este valor tiene el mismo orden de magnitud que el obtenido en otras multicapas compuestas por aleaciones tierra rara-metal de transición como Gd-Fe [44] y puede estar relacionado con el cambio de composición en la intercara y el largo alcance de las interacciones de canje en los sistemas tierra rara-metal de transición [45].

Un análisis similar de la dependencia con el campo de la energía de la pared de dominio se ha llevado a cabo también para los casos de dos tricapas con diferente espesor de espaciador t_{Gd} (figura 22). Como se puede comprobar, los datos de las tricapas pueden ser escalados con la dependencia lineal obtenida para la bicapa con la misma pendiente (y por tanto la misma constante de canje A_{GdCo}) tan solo cambiando los ángulos de la imanación en la intercara, $\theta_{i,int}$. En particular, el escalado presentado en la figura 22 se corresponde con una rotación de la imanación reducida en la capa de $Gd_{35}Co_{65}$, $\sin\theta_{1,int} = 0,8$, a la vez que se mantiene $\sin\theta_{2,int} = 1$. Este resultado es consistente con los perfiles de imanación obtenidos de los ajustes de las curvas XRMS de la tricapa (figura 20) en los que se observa una reducción del ángulo de rotación de la imanación en la intercara en la capa de $Gd_{35}Co_{65}$ pero no en la capa de $Gd_{11}Co_{89}$. Por ejemplo, para el campo de 1,8 kOe, $M_{II}/M_S = \cos\theta_1$ varía entre 0,76 y 0,5 en la intercara de $Gd_{35}Co_{65}/Gd$ (por lo que $\sin\theta_{1,int}$ debería estar en el rango 0,65 a 0,85), mientras que en la intercara $Gd/Gd_{11}Co_{89}$ $\theta_{2,int}$ se mantiene en 90° .

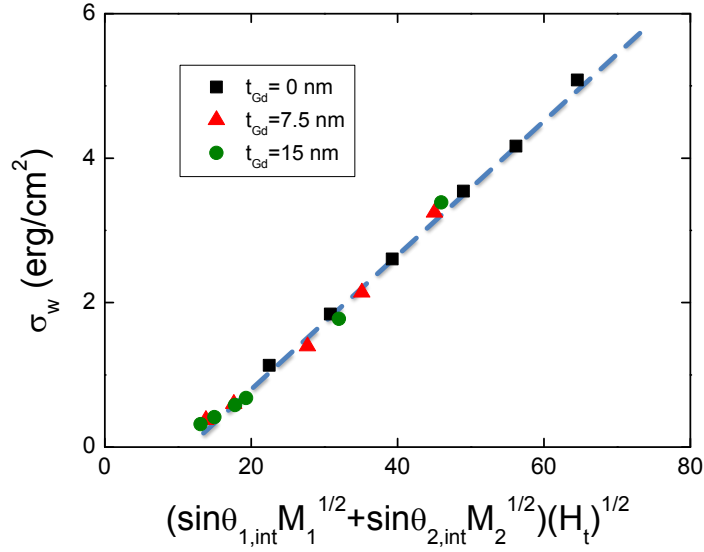


Figura 22. Energía de la pared de dominio calculada como $\sigma_W = 2H_t M_2 t_2$ a partir de los ciclos Kerr en comparación con el modelo analítico. Diferentes valores de $\theta_{i,int}$ fueron usados para cada muestra para obtener el escalado de los datos experimentales a una línea: $\sin\theta_{1,int} = \sin\theta_{2,int} = 1$ en la bicapa $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}/\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}$, y $\sin\theta_{1,int} = 0,8$, $\sin\theta_{2,int} = 1$ en las tricapas $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}/\text{Gd}/\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}$. La línea discontinua es un ajuste lineal de σ_W frente a $H_t^{1/2} [\sin(\theta_{1,int}) \cdot M_1^{1/2} + \sin(\theta_{2,int}) \cdot M_2^{1/2}]$, cuya pendiente se corresponde con una constante de rigidez de canje $A_{\text{GdCo}} = 1,05 \times 10^{-6} \text{ erg/cm}$.

Además, el escalado entre las energías de pared de la bicapa y la tricapa mediante la ecuación precedente, sin incluir ningún término adicional para el espaciador de Gd, sugiere que para un campo dado, la contribución a la energía total de la pared σ_W derivada de la rotación de la imanación en la capa de Gd puro es despreciable, de acuerdo con la mucha menor interacción de canje en el gadolinio que en el cobalto [27].

Por tanto, el principal papel del espaciador de Gd en el comportamiento magnético de la tricapa es añadir una región de bajo canje ferromagnéticamente acoplada a la capa de $\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}$, hacia la cual se desplaza la parte central de la pared de dominio. Ello reduce la cantidad de rotación de la imanación en la capa de $\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}$ y, en consecuencia, su contribución a la energía total de la pared (proporcional a $\sin\theta_{1,int} M_1^{1/2}$) sin añadir ninguna contribución significativa a la energía de la pared procedente de la rotación que tiene lugar en la capa de Gd puro. Esta reducción de σ_W se traduce en campos de transición H_t más bajos para la nucleación de la configuración de muelles de canje.

Capítulo 4

Caracterización de dominios magnéticos nanométricos en láminas y multicapas TR-MT con anisotropía perpendicular débil mediante TXM cuantitativo

El balance entre la energía magnetostática, las interacciones de canje y la energía de anisotropía en láminas delgadas de materiales con anisotropía magnética perpendicular débil da como resultado la formación de dominios de bandas magnéticas que han sido estudiados mediante TXM cuantitativo. Además, debido a efectos de interacción Zeeman, se ha observado la formación de texturas magnéticas con carga skyrmiónica 1/2.

4.1. Introducción

Muchos son los materiales magnéticos que exhiben configuraciones magnéticas peculiares. Los dominios magnéticos y singularidades pueden ser encontrados en una gran variedad de morfologías, como pueden ser dominios de bandas, dominios de tipo laberinto, puntos y burbujas magnéticas, líneas de Bloch, vórtices o skyrmiones [1]. La dependencia de los mismos en la respuesta magnética de los materiales, otorga interés tanto a la mejora de las técnicas de caracterización presentes, como a la búsqueda de nuevas técnicas, con el fin de lograr una cada vez más precisa y completa descripción de estas estructuras. Entre las técnicas usuales de caracterización se encuentran métodos de microscopía óptica como son la microscopía por efecto Kerr y por efecto Faraday; métodos de microscopía empleando un haz de electrones como la microscopía Lorentz y las microscopías por fotoemisión]; o la microscopía de fuerza magnética, que se vale de una punta imanada que actúa como sonda del magnetismo de la muestra [1-3]. En la actualidad, estas técnicas ofrecen imágenes de una buena resolución tanto de la imanación contenida en el plano como fuera de él, además de permitir la toma de imágenes en presencia de campo, empleándose en la caracterización de estos defectos topológicos y paredes magnéticas que son de especial relevancia especialmente en el diseño de memorias magnéticas y dispositivos lógicos.

Sin embargo, por sus características intrínsecas, estos métodos presentan limitaciones o simplemente no son capaces de aportar información cuantitativa acerca de los ángulos formados por la imanación de la muestra. La capacidad de cuantificar este ángulo podría ser

de gran utilidad para completar la caracterización de los vórtices [4,5] y skyrmiones presentes en una muestra [6,12], o para la fabricación y diseño de medios de grabación en geometría oblicua [13]. En este contexto, surge la idea de emplear la microscopía de transmisión de rayos x (TXM), aprovechando la dependencia del contraste magnético de las imágenes obtenidas con el ángulo formado entre la imanación y la dirección de los rayos x incidentes, mediado por la función coseno. Esta característica, combinada con la sensibilidad a un elemento dado fijada la condición de resonancia de la energía, permitiendo sondear la imanación de un elemento específico, permite determinar la dirección y sentido (y por tanto, ángulo) de la imanación de un elemento en particular con respecto a la superficie de la muestra a partir de la toma de imágenes a distintos ángulos. Por tanto, también es posible obtener información relativa al magnetismo de elementos en capas enterradas, ampliando la utilidad de la técnica hacia estudios de magnetismo en profundidad como pueden ser los estudios sobre fenómenos de replicación de dominios [14-16], desplazamiento por canje isoterma [17], o control de la propagación de defectos topológicos entre capas [18,19].

Desde los años 90, el uso de TXM se ha extendido desde el campo de las aplicaciones en biología [20] a la obtención de imágenes magnéticas [2,21,22]. Para ello, se ha aprovechado la existencia de absorción dicroica en los materiales magnéticos [23] al tiempo que los avances en la fabricación de lentes de Fresnel adaptadas al rango de longitudes onda de los rayos X blandos han permitido mejorar las resoluciones laterales alcanzables [3]. Sin embargo, la mayoría de los trabajos previos se han llevado a cabo a un ángulo fijo entre el haz incidente y la muestra [3, 24-27], mayoritariamente a incidencia normal, aunque en algunos casos también han aprovechado las ventajas de la incidencia oblicua para estudiar las componentes de la imanación en el plano [28].

La funcionalidad y adecuación de esta técnica para estimar el ángulo formado por la imanación se ha comprobado llevando a cabo el estudio de la variación angular de la imanación con el espesor de muestras constituidas por una aleación amorfa de NdCo_5 , caracterizadas por presentar anisotropía magnética perpendicular y la aparición de dominios de bandas magnéticas [29-32]. A su vez, también se ha estudiado cómo cambia este ángulo con la adición de una capa extra de Permalloy, permitiendo además verificar la capacidad de la técnica TXM para caracterizar la imanación de capas enterradas, así como comprobar las configuraciones magnéticas que tienen lugar en ambas capas de distinta composición.

A pesar de haber sido estos sistemas compuestos por NdCo_5 ampliamente estudiados en el grupo [29-32], los estudios realizados hasta el momento adolecían de la capacidad de extraer cuantitativamente la información sobre el ángulo de la imanación, únicamente pudiendo ser estimado mediante simulaciones micromagnéticas. De este modo, este capítulo tiene una doble finalidad: mostrar un método para la determinación cuantitativa del ángulo formado por la imanación a partir de la técnica TXM, y completar la caracterización llevada a cabo en el grupo sobre este tipo de aleaciones TR-MT aportando detalles sobre el papel jugado por defectos topológicos de tipo merón [33] en el proceso de inversión de la imanación.

4.2. Propiedades magnéticas del NdCo₅ y preparación de muestras

Dos son las propiedades magnéticas más características de las aleaciones NdCo₅. La primera, es el acoplamiento ferromagnético entre el Nd y el Co, distribuyéndose los momentos magnéticos del Nd en forma de cono cuyo eje es la dirección de los momentos del Co (figura 1A). Este tipo de acoplamiento, denominado esperimagnético, es fruto de la competición entre el canje 3d-4f de la TR con el MT, que tiende a alinear los momentos de la TR paralelamente a los del MT, y el campo cristalino aleatorio que intenta alinear el momento de la TR según su eje local [34-36]. La segunda, y que motiva el uso de estas muestras en este estudio, es la presencia de anisotropía magnética perpendicular débil, de modo que al preparar láminas delgadas de este material, se origina la formación de dominios magnéticos de tipo banda [29-32]. Estos dominios se caracterizan por presentar una componente de la imanación en la dirección perpendicular al plano de la muestra que se va invirtiendo en sentido alternativamente a lo largo de su extensión, a la vez que se mantiene la componente en el plano paralela a la imanación neta (figura 1B). Por tanto, la imanación en dominios contiguos formará ángulos de $\emptyset$ y $\pi - \emptyset$ con respecto a la normal a la superficie de la muestra.

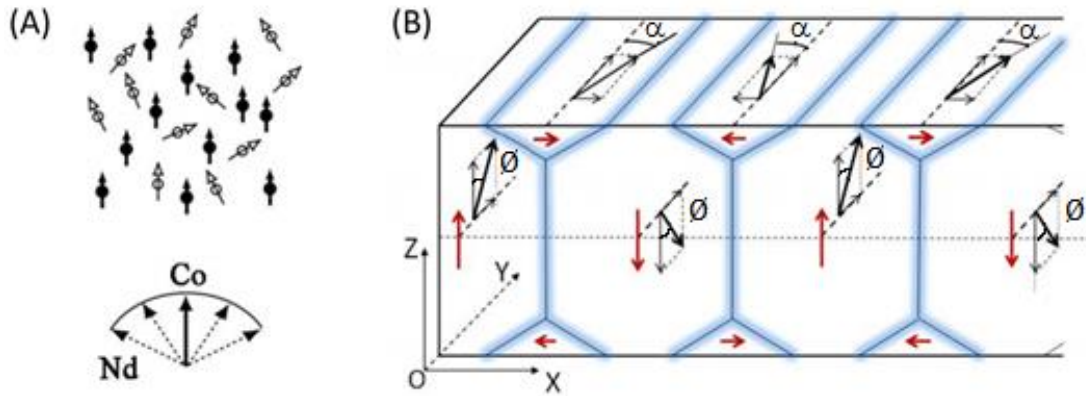


Figura 1. (A) Acoplamiento entre los momentos magnéticos de Nd y Co en una aleación Nd-Co [34] (B) Configuración local de la imanación en la estructura de dominios magnéticos de banda formada en láminas delgadas de NdCo₅.

La aparición de este tipo de dominios tiene lugar por encima de un espesor crítico, a partir del cual el balance entre las energías del sistema (canje, magnetostática, anisotropía perpendicular y Zeeman) favorece su surgimiento, como consecuencia directa de la competición entre la anisotropía magnética perpendicular y la energía magnetostática, esta última ligada a la anisotropía de forma y que por tanto se minimiza al alinear la imanación en el plano de modo que disminuyan el número de polos en la superficie. El equilibrio entre ambas energías se consigue con la ruptura de la muestra en los dominios de bandas, cuya alternancia de sentido de la componente de la imanación en la dirección perpendicular trae consigo la aparición de dominios de cierre en la superficie, que cierran las líneas de campo disminuyendo la densidad de polos superficial y con ello la energía magnetostática. Aunque esta situación es desfavorable de cara a la energía de canje, la energía total del sistema se reduce con esta configuración que minimiza las energías de anisotropía perpendicular y magnetostática. Si el espesor de la muestra se reduce, el término magnetostático empezará a

tener más peso que el término correspondiente a la anisotropía perpendicular, por lo que aumentará el ángulo θ , la imanación de los dominios no estará tan forzada a apuntar en la dirección perpendicular, y en consecuencia los dominios de cierre se irán haciendo más grandes, disminuyendo a su vez el periodo de las bandas magnéticas. El espesor crítico se alcanza cuando la anisotropía de forma vence por completo a la anisotropía perpendicular.

Sin embargo, pese a que las propiedades magnéticas de láminas delgadas amorfas de NdCo_5 ha sido ampliamente estudiado, una magnitud tan particular y definitoria del sistema como es el ángulo que forma la imanación con la superficie, no había sido cuantificado de modo experimental hasta el momento presente debido a las limitaciones de los métodos de caracterización disponibles. Por ello, se ha preparado un conjunto de láminas delgadas de NdCo_5 con el fin de conseguir aportar una descripción cuantitativa de los ángulos de imanación en función del espesor, mediante su estudio por TXM.

Por otra parte, el estudio mediante TXM de muestras de NdCo_5 recubiertas de Permalloy también resulta de especial interés. La adición de una capa extra de este material no solo constituye una prueba de la capacidad de la técnica para sondear la imanación de la capa enterrada de NdCo_5 , sino que además modifica las propiedades magnéticas del sistema. Por un lado, es posible realizar estudios del acoplamiento y configuraciones magnéticas que se dan en ambas capas por separado, sintonizando la energía de los rayos x al borde de absorción del cobalto del NdCo_5 o al borde de absorción del hierro presente en el Permalloy. Por otro, el recubrimiento con este material produce cambios en la estructura de dominio de bandas. Al ser el Permalloy un material magnéticamente blando, éste tiende a canalizar la imanación de la capa de NdCo_5 , ayudando a cerrar el flujo magnético en el interior de la muestra del modo en que lo harían los dominios de cierre superficiales. Este hecho origina una reducción de la contribución magnetostática, cuyo efecto es análogo a un incremento del espesor efectivo de la muestra, con las consecuencias que de ello devienen: el aumento del ángulo entre la imanación y la superficie de la muestra, el aumento del periodo de las bandas, y la disminución del espesor crítico de NdCo_5 que es compensado con el espesor extra de Permalloy.

De este modo, se han crecido mediante pulverización catódica varias muestras de distintos espesores de NdCo_5 , comprendidos entre los 50 nm y los 120 nm, por encima del espesor crítico al cual se forman las bandas [32], sin y con recubrimiento de distintos espesores de Permalloy (figura 2). El depósito del NdCo_5 se realiza simultáneamente sobre un sustrato de silicio (1 0 0) y una membrana de Si_3N_4 de 100 nm de espesor (preparada específicamente para este experimento por el grupo de Microsystems Technology en el Centro Nacional de Microelectrónica IMB-CNM CSIC de Barcelona), a partir del empleo conjunto de blancos de Co y Nd puros cuyas potencias han sido reguladas para obtener la composición deseada. El cobalto se deposita a incidencia normal a una potencia de 0,11 kW, mientras que el Nd se deposita oblicuamente a una potencia de 0,03 kW. El depósito oblicuo del Nd predefine un eje de fácil imanación en el plano [31]. Las muestras sin recubrimiento de Permalloy son a continuación recubiertas con una capa de 3 nm de espesor de aluminio crecido a incidencia oblicua a 0,04 kW con el fin de evitar la oxidación de la aleación. En cuanto a las muestras recubiertas de Permalloy, se crecen espesores de este material de entre 20 nm y 80 nm sobre la aleación de NdCo_5 , a partir de un blanco de Permalloy de composición Ni 80%

- Fe 20% a 0,05 kW situado a incidencia oblicua. La presión base durante todo el crecimiento es $2,9 \cdot 10^{-3}$ mbar.

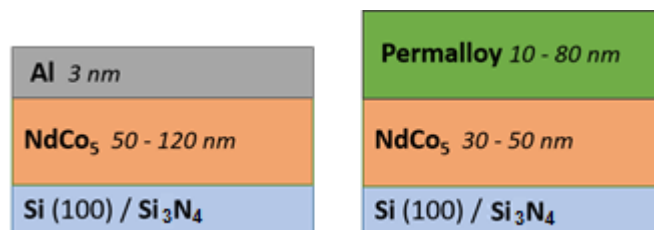


Figura 2. Esquema de las muestras de NdCo₅ y NdCo₅/Permalloy crecidas.

4.3. Caracterización magnética: MFM y AGM

El magnetismo de las muestras crecidas se ha caracterizado mediante las técnicas de microscopía de fuerza magnética (MFM), permitiendo la observación de su estructura de dominios de banda en remanencia; y por magnetometría de gradiente alterno (AGM), para la obtención de sus ciclos magnéticos que aportarán información de su comportamiento con el campo magnético aplicado.

Tras aplicar con un conjunto de bobinas conectadas a una fuente de voltaje externa tres ciclos de campo de 0,53 T de amplitud en el eje de fácil imanación en el plano de las muestras, se consigue generar sobre las mismas la estructura de dominios de banda alineados en la dirección del campo aplicado. Tras ello, las muestras sobre sustrato de silicio son medidas por MFM, obteniendo las imágenes mostradas en la figura 3, correspondientes a diferentes muestras crecidas con distintos espesores de NdCo₅ y Permalloy.

Como se puede apreciar en las imágenes adquiridas, tanto las muestras sin recubrimiento como las recubiertas por Permalloy muestran patrones de bandas muy bien definidos, los cuales apenas presentan dislocaciones debido a la gradual y lenta variación de campo de los ciclos de histéresis aplicados. A simple vista, puede comprobarse que el periodo de las bandas sigue el comportamiento esperado de aumentar con los espesores de NdCo₅ y de Permalloy. Por otra parte, también se comprueba que la adición de Permalloy produce un descenso del espesor crítico del NdCo₅ a partir del cual se generan las bandas, estimado en unos 40 nm a partir de pruebas realizadas con anterioridad en el grupo. Este hecho se manifiesta en la aparición de dominios de bandas para un espesor de 30 nm de NdCo₅ en las muestras recubiertas de 20 nm de Permalloy.

El periodo de las bandas de las muestras preparadas, obtenido a partir de la transformada de Fourier de las imágenes MFM, se resume en las gráficas de la figura 4, donde los cuadrados de distinto color denotan los valores obtenidos para muestras crecidas en dos tandas diferentes. Los cuadrados rojos se corresponden con la tanda de muestras mostradas en la figura 3.

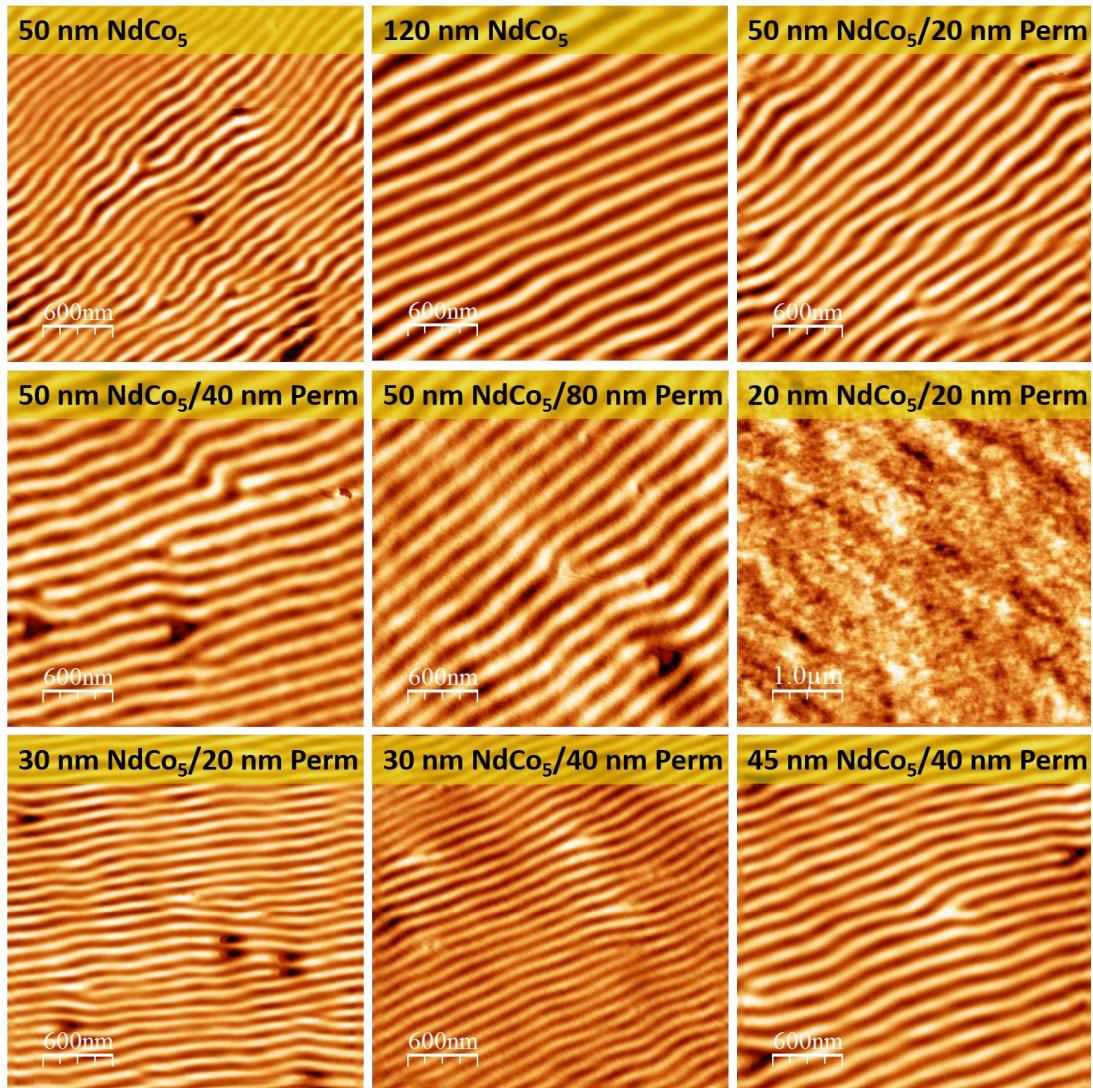


Figura 3. Imágenes MFM de muestras de NdCo_5 y NdCo_5 /Permalloy de distintos espesores. Nótese el incremento del periodo de las bandas al aumentar los espesores de NdCo_5 y de Permalloy, así como la aparición de bandas a espesores más bajos del espesor crítico (alrededor de 40 nm) tras la adición de la capa de Permalloy.

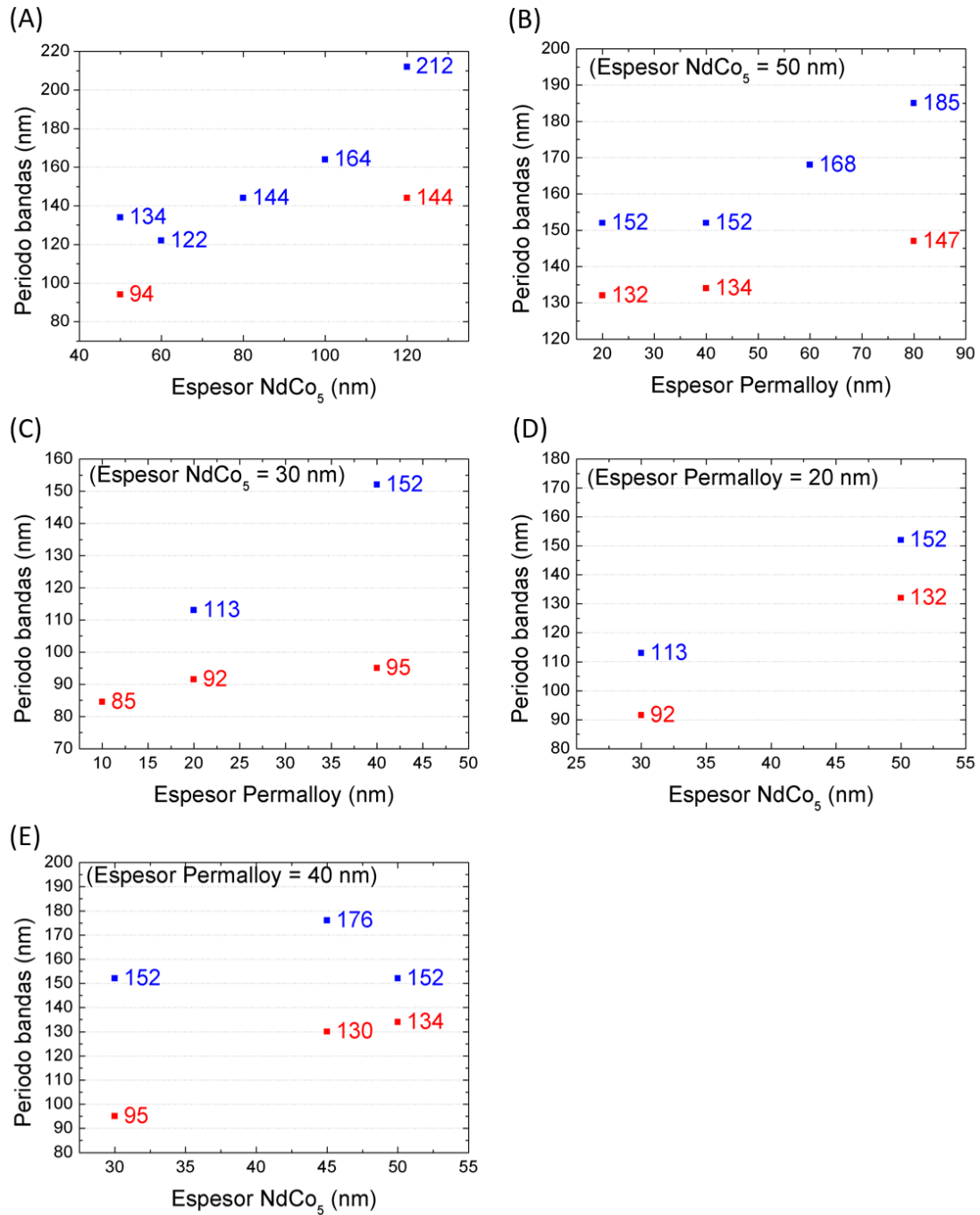


Figura 4. Variación del periodo de las bandas magnéticas de las muestras de NdCo₅ y NdCo₅/Permalloy con el espesor de cada capa. Los cuadrados rojos y azules denotan medidas obtenidas de muestras crecidas en dos tandas diferentes. (A) Variación del periodo de las bandas con el espesor de las muestras de NdCo₅. (B) Variación del periodo de las bandas con el espesor de Permalloy para un espesor de NdCo₅ fijo de 50 nm. (C) Variación del periodo de las bandas con el espesor de Permalloy para un espesor de NdCo₅ fijo de 30 nm. (D) Variación del periodo de las bandas con el espesor de NdCo₅ para un espesor de Permalloy fijo de 20 nm. (E) Variación del periodo de las bandas con el espesor de NdCo₅ para un espesor de Permalloy fijo de 40 nm.

En la figura 4 puede verse cómo la tendencia entre el periodo de las bandas con el espesor tanto de NdCo₅ como de Permalloy es de tipo lineal, resultado esperado por la literatura [1,31], a pesar de que algunos puntos de la serie de muestras representadas por el color azul se escapan de este comportamiento esperado. Ello pudo haberse debido a problemas con la punta y el piezoeléctrico del microscopio MFM durante la medición. El hecho de que el periodo de las bandas aumente con el espesor está de acuerdo con la disminución ya comentada en el apartado anterior de la energía magnetostática, produciendo que la imanación tenga una mayor componente en la dirección perpendicular a la superficie de la muestra, lo que implica un menor ángulo entre la imanación y la perpendicular a la superficie. Manteniéndose el parámetro de canje fijo, el sistema minimiza su energía aumentando la separación entre bandas, originándose así el aumento de periodo observado.

El comportamiento de las láminas continuas de NdCo₅ y las bicapas 50 nm NdCo₅/Permalloy con el campo aplicado se observa en los ciclos de histéresis obtenidos mediante AGM y mostrados en la figura 5, correspondientes a ciclos medidos aplicando el campo en el eje de fácil imanación en el plano inducido mediante el crecimiento, y en la dirección perpendicular al plano. Los ciclos obtenidos cuando el campo magnético se aplica en el plano dan cuenta de la formación de los dominios de banda, al tener la forma característica de ciclo transcrito, caracterizado por una imanación de remanencia reducida debido al efecto de las componentes perpendiculares de la imanación. Esta imanación de remanencia resulta de $M_r/M_s=0,35$ para la lámina continua de 120 nm de NdCo₅ y de $M_r/M_s=0,65$ para la lámina de 50 nm de NdCo₅, confirmándose el comportamiento esperado de incremento de la remanencia en el plano al reducir el espesor [32]. El valor desciende a $M_r/M_s=0,5$ cuando a esta última se le añaden 40 nm de Permalloy, lo que, como ya se ha mencionado, apunta a que la adición de Permalloy actúa como un incremento del espesor efectivo de las láminas que hace que la componente neta de la imanación fuera del plano se incremente. Sin embargo, cabe destacar que el comportamiento de la imanación remanente con el espesor tanto de NdCo₅ como de Permalloy no resulta monótono, impidiendo establecer una relación sencilla entre ambas magnitudes, al igual que ocurre con los valores del campo coercitivo y la imanación de saturación, cuya variación con el espesor no sigue una tendencia gradual (figura 6). El valor del campo coercitivo de estas muestras oscila entre los 165 Oe y los 230 Oe para las láminas continuas de NdCo₅, y entre 70 Oe y 220 Oe para las recubiertas con Permalloy. En cuanto al campo de saturación, éste oscila entre 1070 Oe y 2350 Oe para las muestras sin recubrimiento de Permalloy, y entre 1010 Oe y 2670 Oe para las recubiertas. En los ciclos obtenidos aplicando el campo en la dirección perpendicular al plano de la muestra, se puede comprobar cómo no se aprecia apenas coercitividad y la ausencia de remanencia, decayendo progresivamente la imanación tras la saturación a medida que disminuye el campo y la componente perpendicular al plano está cada vez menos forzada en la dirección del campo.

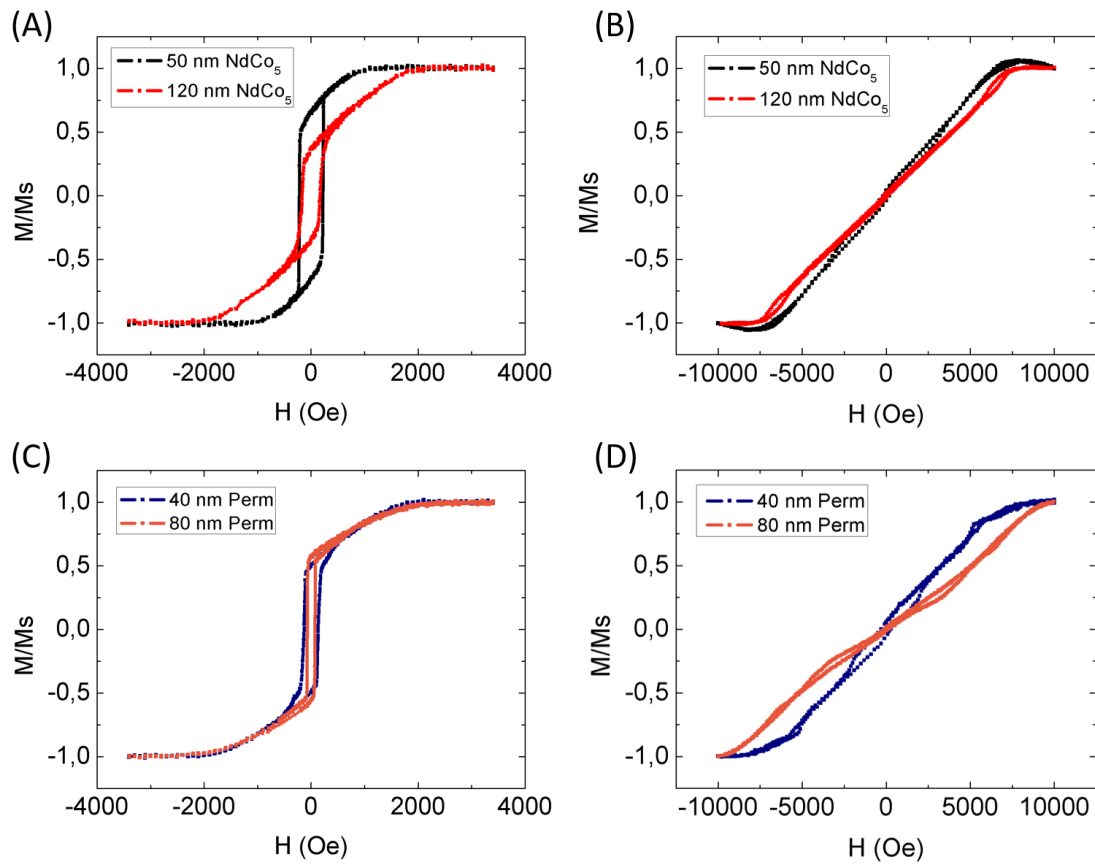


Figura 5. Ciclos de histéresis medidos por AGM de las láminas continuas de 50 nm y 120 nm de NdCo_5 (A, B) y de las bicapas 50 nm NdCo_5 /40 nm Permalloy y 50 nm NdCo_5 /80 nm Permalloy (C, D) aplicando el campo (A, C) en la dirección de fácil imanación del plano (B, D) en dirección perpendicular al plano.

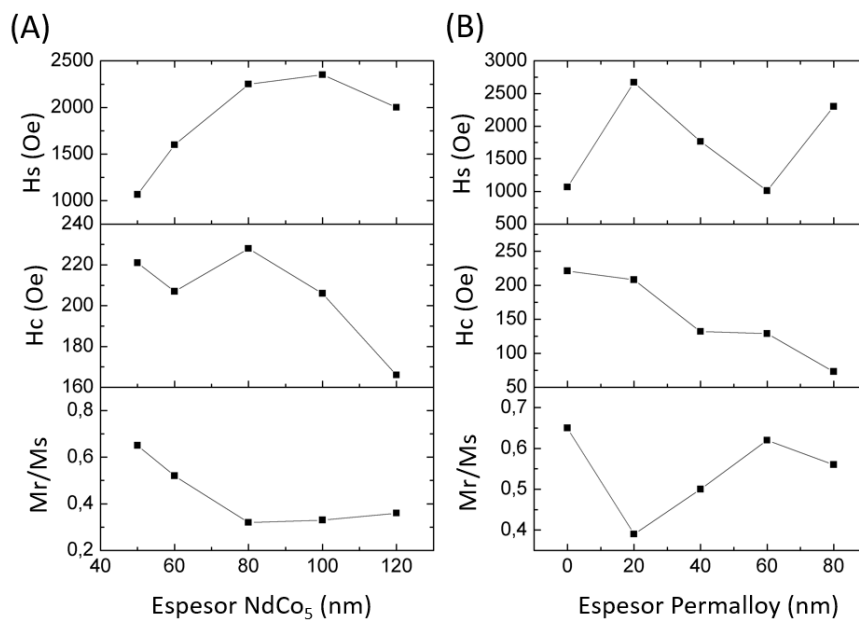


Figura 6. Variación del campo de saturación, campo coercitivo e imanación de remanencia de los ciclos en el plano con el espesor (A) de NdCo_5 en las muestras sin recubrimiento de Permalloy (B) de Permalloy en las bicapas con espesor de NdCo_5 constante de 50 nm.

4.4. Determinación del ángulo de la imanación mediante TXM

La técnica de microscopía de transmisión por rayos x se emplea para completar el análisis de las muestras de NdCo_5 y $\text{NdCo}_5/\text{Permalloy}$. Aprovechando la dependencia del contraste de las imágenes tomadas con el coseno del ángulo formado entre el haz incidente y la imanación de la muestra, resulta posible mediante esta técnica obtener información acerca del ángulo formado por la imanación de los dominios de bandas, comprobando la variación del contraste al hacer variar el ángulo entre el haz de rayos x y la superficie de la muestra al hacerla rotar. De este modo, las muestras son estudiadas con el microscopio de transmisión de rayos x de la línea MISTRAL del Sincrotrón ALBA (Barcelona) [37,38], que presenta una resolución de alrededor de 45 nm para este tipo de muestras magnéticas. Los rayos x procedentes de un imán de curvatura pueden ser sintonizados con el monocromador a los bordes L_3 del cobalto y del hierro, siendo el ratio de polarización circular del 96%. Asimismo, fundamental para este estudio, el microscopio dispone de un eje de rotación sobre el cual se monta el portamuestras, con una desviación de menos de 0,5 micras.

Las muestras sobre sustratos de Si_3N_4 se preparan antes del experimento imanándolas en el eje de fácil imanación en el plano con el conjunto de bobinas externas aplicando tres ciclos de histéresis de 0,53 T de amplitud, generando los patrones de bandas característicos. Resulta importante utilizar sustratos con ventanas de grandes dimensiones, cantos de ventana biselados y el menor espesor posible (buscando un compromiso entre un espesor suficientemente amplio como para que el manejo de estas sustratos sea sencillo y evitar rupturas) para conseguir un mayor rango angular. Las muestras así preparadas son montadas sobre el portamuestras de manera que las bandas queden situadas perpendicularmente al eje de rotación del microscopio (figura 7), con el fin de que al rotar la muestra vaya variando la proyección de la imanación con respecto al haz de rayos x, ya que la imanación tiene como componentes M_z en dirección perpendicular a la superficie y M_x en la dirección de las bandas. Dados los sustratos y el montaje experimental usados, es posible rotar la muestra hasta que la normal de la misma forme ángulos θ de +55 y -55 grados con la dirección de los rayos x, cuya energía se fija al borde de absorción L_3 del cobalto para obtener sensibilidad a estos momentos magnéticos. Así, para láminas continuas de 55 nm, 75 nm y 120 nm de NdCo_5 y una bicapa de 55 nm $\text{NdCo}_5/40$ nm Permalloy, se llevan a cabo series angulares entre $\theta = -55$ y $\theta = 55$ grados tomando imágenes cada 5 grados, siempre procurando centrar la misma zona de la muestra. En el caso de la bicapa, estas mismas medidas se llevan a cabo también en el borde L_3 del hierro. El tiempo de exposición de estas imágenes oscila entre 10 y 20 segundos, para mantener el número de cuentas medidas las cuales se reducen al aumentar el ángulo y por tanto el espesor de muestra sondeado, asegurando así el mismo ratio señal/ruido en todas las imágenes de la serie angular. Las imágenes medidas han sido normalizadas restándoles un fondo correspondiente a la imagen medida en ausencia de muestra. Posteriormente, utilizando el programa *ctStackAlign* desarrollado por el personal del Sincrotrón ALBA, se han alineado las imágenes para corregir la ligera desviación producida por el movimiento del eje de rotación para comparar exactamente el mismo área en cada muestra.

En la figura 8 se muestran las imágenes obtenidas a incidencia normal ($\theta = 0^\circ$) en el borde del Co para las láminas continuas de NdCo_5 y la bicapa $\text{NdCo}_5/\text{Permalloy}$.

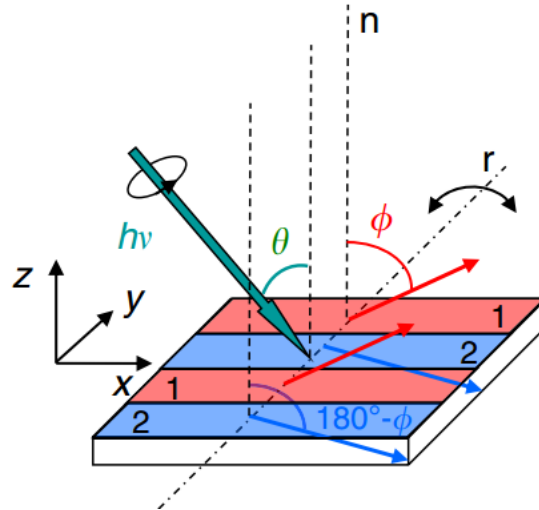


Figura 7. Esquema de la configuración de medida. El haz de rayos x circularmente polarizado y energía $h\nu$ incide sobre la muestra formando un ángulo θ con respecto a su normal (n). Las bandas alternas, denotadas por 1 y 2 y de colores rojo y azul respectivamente, tienen componentes de la imitación M_z de diferente signo pero igual componente M_x (flechas rojas y azules), y se posicionan en dirección perpendicular al eje de rotación (r). La imitación de bandas contiguas forma ángulos ϕ y $180^\circ - \phi$ con respecto a la normal. La rotación de la muestra en torno al eje de rotación r paralelo al eje y permite la variación del ángulo θ .

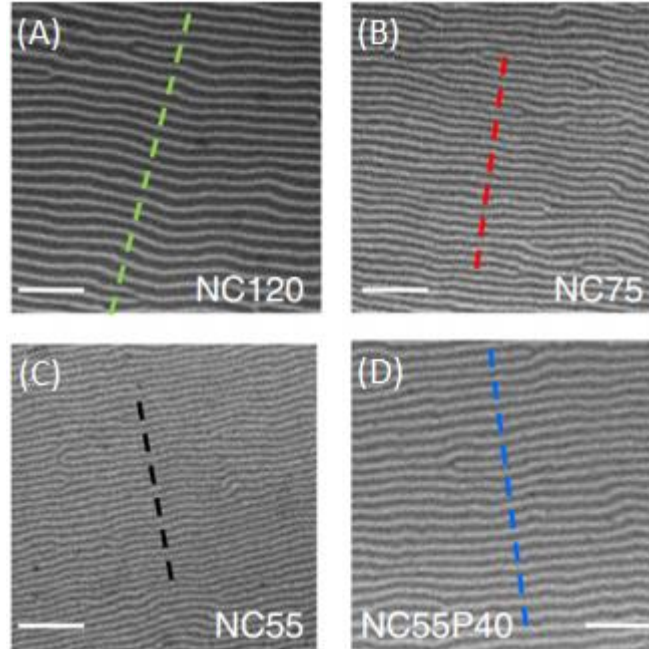


Figura 8. Imágenes TXM a incidencia normal ($\theta = 0^\circ$) en el borde del Co de las muestras 55 nm NdCo_5 (A), 75 nm NdCo_5 (B), 120 nm NdCo_5 (C) y 55 nm NdCo_5 /40 nm Permalloy (D). Las líneas discontinuas indican los perfiles usados para evaluar el contraste magnético. La barra de escala es de $1 \mu\text{m}$.

Las imágenes medidas muestran las bandas perfectamente definidas, dada la resolución del microscopio, adecuada para la caracterización de estas estructuras magnéticas. Los periodos obtenidos a partir de estas imágenes a incidencia normal están comprendidos entre los 115 nm para la muestra de 55 nm de NdCo₅ y los 187 nm para la muestra de 120 nm de NdCo₅, estando en concordancia con los periodos acotados a partir de las imágenes por MFM.

Para evaluar el contraste magnético correspondiente a cada imagen de la serie angular, pueden emplearse varios métodos (figura 9). En primera aproximación, emplear la transformada de Fourier de las imágenes parece una buen método para extraer la magnitud del contraste, ya sea mediante áreas de dimensiones fijas que abarquen la zona central de uno de los spots correspondientes a la periodicidad de las bandas (figura 9A) o a través de perfiles trazados barriendo uno o ambos spots (figura 9B). Sin embargo, el tratamiento de las imágenes (para lo cual se emplea el programa de descarga gratuita *ImageJ* [39]) utilizando estos dos métodos a través de la FFT no resulta tan fácilmente reproducible de cara a fijar para todas las imágenes de la serie angular el mismo área dentro del spot de difracción o la recta que atravesase los mismos puntos dentro de los spots, produciendo un cierto grado de incertidumbre en las intensidades así medidas. A pesar de que el programa dispone de la opción de sincronización entre imágenes, de modo que la misma recta o área pueda ser tomada entre los mismos píxeles de todas las imágenes seleccionadas, la ligera desviación de las bandas al rotar la muestra produce la desviación correspondiente en los spots de la FFT, restando precisión a las intensidades así adquiridas. Por simplicidad y un mayor grado de fiabilidad, se decide evaluar entonces el contraste magnético a partir de la imagen directamente medida, tras normalizar su intensidad considerando la intensidad transmitida por las propias membranas en ambos bordes del Co y del Fe, mediante perfiles de intensidad obtenidos atravesando perpendicularmente el patrón de bandas (figura 9C). La diferencia entre los máximos y los mínimos del perfil así adquirido, correspondientes a la intensidad de las bandas con distinto signo de M_z , da cuenta del contraste magnético de la imagen; y la desviación estadística de estas amplitudes se emplea como estimación del error. Para cada una de las muestras se ha fijado un mismo segmento del cual extraer el perfil (figura 8), obteniendo los perfiles correspondientes a cada imagen para distinto ángulo θ , y por consiguiente, un valor de contraste para cada ángulo medido. Así se obtienen curvas de contraste magnético frente al ángulo θ para cada muestra.

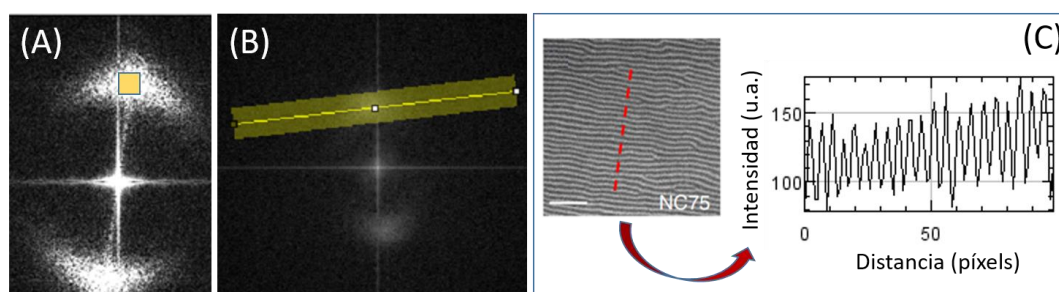


Figura 9. Métodos de evaluación del contraste de los tomogramas: A partir de la FFT de cada imagen (A) considerando áreas dentro de uno de los spots y (B) considerando rectas de determinada anchura que atravesen uno de los spots, y (C) a partir de la imagen directa tomando un perfil de intensidad que atravesase perpendicularmente el patrón de bandas.

Para determinar el ángulo formado por la imanación de cada muestra a partir de su curva de contraste magnético frente al ángulo, se establece un modelo teórico que sirve de base para llevar a cabo un posterior ajuste de la misma. Este consiste en calcular la intensidad de cada dominio de distinto signo de M_z , obtenida a partir de los coeficientes de absorción correspondientes, dependientes del ángulo. La resta de las intensidades calculadas para cada dominio será el contraste que se ha de ajustar.

En vista de la configuración del experimento, esquematizada de un modo más simple en la figura 10, podemos definir los vectores

$$\vec{b}(\theta) := \begin{pmatrix} -\text{sen}\theta \\ -\text{cos}\theta \end{pmatrix}$$

$$\vec{m}_1(\phi) := \begin{pmatrix} \text{sen}\phi \\ \text{cos}\phi \end{pmatrix}$$

$$\vec{m}_2(\phi) := \begin{pmatrix} \text{sen}\phi \\ -\text{cos}\phi \end{pmatrix}$$

correspondientes al haz de rayos x ($\vec{b}$) que forma un ángulo θ con respecto a la normal a la superficie de la muestra, y a las imanaciones de los dominios contiguos 1 ($\vec{m}_1$) y 2 ($\vec{m}_2$), que forman ángulos con la normal de $\phi_1 = \phi$ y $\phi_2 = 180 - \phi_1$.

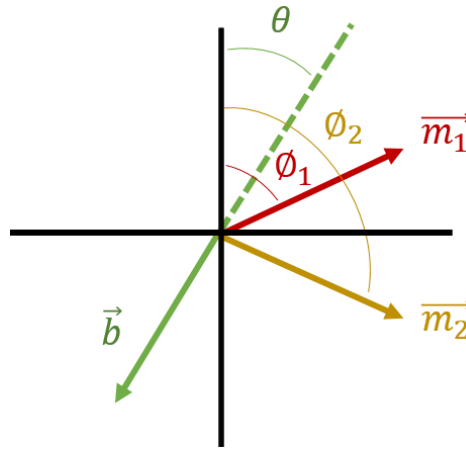


Figura 10. Esquema simplificado de la geometría de medida, donde $\vec{b}$ es el vector que indica la dirección de los rayos x y que forma un ángulo θ con respecto a la normal a la muestra, y $\vec{m}_1$ y $\vec{m}_2$ son las imanaciones correspondientes a dominios contiguos y que forman ángulos con la normal de $\phi_1 = \phi$ y $\phi_2 = 180 - \phi_1$.

Por otro lado, el coeficiente de absorción lineal μ_l puede definirse a partir de la longitud de atenuación L como $\mu_l = L^{-1}$, siendo L un valor dependiente del material y la energía del fotón. Si los rayos x sintonizados al borde L_3 del cobalto atraviesan el dominio de imanación $\vec{m}_i$, el coeficiente de absorción lineal puede escribirse como

$$\mu_l^i(\theta, \phi) := [L^{-1} (1 + d \vec{b}(\theta) \cdot \vec{m}_i(\phi))],$$

donde se ha incluido el término corrector a la longitud de atenuación del cobalto $(1 + d \vec{b} \cdot \vec{m}_i)$ para dar cuenta del dicroísmo del cobalto en el borde L_3 en el cual se realizan las medidas, siendo d la magnitud de la absorción dicroica.

Tomando como valor de la longitud de atenuación a la energía del borde L_3 del Co en NdCo_5 $L = 22 \text{ nm}$ [40] y como magnitud del dicroísmo escalado al grado de polarización de los rayos x $d = 0,27$ [23], el coeficiente de absorción lineal de un haz que atraviesa el dominio i resulta

$$\mu_i^i(\theta, \phi) [nm^{-1}] := [22^{-1} (1 + 0,27 \vec{b}(\theta) \cdot \vec{m}_i(\phi))],$$

de modo que la intensidad transmitida por el domino tendrá por tanto la forma:

$$I_i(\theta, \phi) := \exp\left(\frac{-\mu_i^i(\theta, \phi) \cdot T}{\cos\theta}\right)$$

donde T es el espesor de la capa de NdCo_5 y $T/\cos\theta$ es el espesor efectivo que recorre el haz de rayos x.

Por tanto, el contraste se obtiene finalmente como:

$$C(\theta, \phi) := |I_1 - I_2| = \left| \exp\left(\frac{-\mu_1^1(\theta, \phi) \cdot T}{\cos\theta}\right) - \exp\left(\frac{-\mu_2^2(\theta, \phi) \cdot T}{\cos\theta}\right) \right|.$$

En la figura 11 se muestra la dependencia del contraste $C(\theta, \phi)$ así calculado con el ángulo θ , para diferentes valores del ángulo de la imanación, ϕ . Las curvas calculadas muestran cómo el valor de θ para el cual el contraste es máximo se desplaza a medida que ϕ aumenta, desplazándose hacia valores negativos cuando ϕ toma valores negativos, y hacia valores positivos cuando ϕ es positivo. El signo de ϕ resulta entonces un indicativo directo del signo de la componente M_x .

El ajuste del contraste se realiza entonces a partir de esta fórmula, permitiendo la variación del ángulo ϕ así como de un factor de escala S aplicado sobre los valores calculados con este modelo, para poder correlacionarlos eficazmente con los datos experimentales. Estos parámetros ϕ y S son ajustados buscando el mínimo de una superficie 2D cuyos ejes horizontales son el ángulo de la imanación ϕ y el factor de escala S , mientras que su eje vertical se corresponde con el residuo obtenido del sumatorio de las diferencias entre los valores de contraste calculados y los experimentales,

$$R(\phi, S) := \sum_i |D_{i,1} - S \cdot C(D_{i,0}, \phi)|$$

donde el primer término se corresponde con los datos experimentales, y el segundo con los valores provenientes del modelo, que toma los valores de θ experimentales y deja el parámetro ϕ libre para su ajuste junto con el factor de escala.

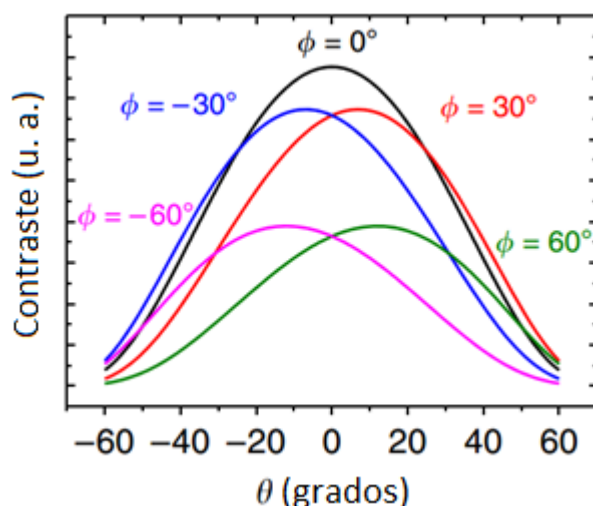


Figura 11. Curvas del contraste calculado $C(\theta, \phi)$ en función del ángulo θ entre el haz de rayos x y la normal a la muestra, para diferentes valores del ángulo ϕ de la imanación con la normal.

Empleando este modelo, se han conseguido ajustar las curvas de contraste frente a ángulo θ para cada una de las muestras en el borde del cobalto. La figura 12 muestra las curvas medidas y las calculadas junto a los valores del ángulo de la imanación ϕ obtenidos del ajuste. Los datos correspondientes a la lámina de NdCo_5 de 120 nm de espesor muestran la modulación absoluta del contraste con respecto a la referencia de contraste cero, mientras que los datos correspondientes a las demás muestras, 55 nm y 75 nm de espesor de NdCo_5 y la bicapa 55 nm NdCo_5 /40 nm Permalloy, se presentan en la gráfica desplazados verticalmente para una mejor observación. En promedio, el contraste magnético varía entre un 11% a un 29% en relación a la intensidad media total medida a incidencia normal. Cuando el espesor de la capa de NdCo_5 decrece de 120 nm a 55 nm, las curvas se hacen más asimétricas, y el ángulo de la imanación ϕ con respecto a la normal a la muestra aumenta, siendo éste de 22 grados para la muestra de 120 nm de espesor, de 30 grados para la muestra de 75 nm y de 60 grados para la muestra de 55 nm de espesor, con una incertidumbre experimental de ± 2 grados. El aumento de este ángulo indica que la imanación tiende más hacia el plano a medida que disminuye el espesor de NdCo_5 , siguiendo la tendencia esperada. En cuanto a la bicapa 55 nm NdCo_5 /40 nm Permalloy, el ángulo de la imanación del cobalto en la misma resulta de 22 grados, comprobándose cómo con la adición de los 40 nm de Permalloy se consigue reducir este ángulo desde los 65 grados obtenidos para la monocapa de 55 nm de NdCo_5 , de modo que la imanación se acerca más a la normal a la muestra. A su vez, a la vista de los tomogramas medidos, este cambio viene acompañado de un incremento en el periodo de las bandas de los 150 nm (figura 8C) a 179 nm (figura 8D), encontrándose nuevamente ambos resultados dentro del comportamiento esperado. De esta forma, el efecto de la capa de Permalloy es el de incrementar el espesor efectivo de la muestra de NdCo_5 , conllevando un aumento del periodo de las bandas y una disminución del ángulo ϕ haciendo la imanación más perpendicular, del mismo modo que el efecto producido al incrementar el espesor de NdCo_5 de las monocapas desde 55 nm a 120 nm.

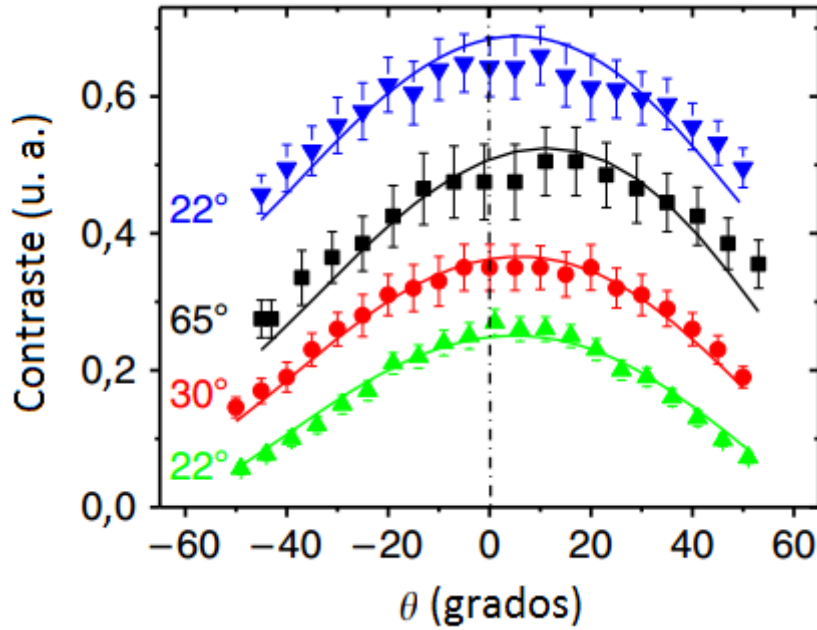


Figura 12. Contrastes medidos (símbolos) y calculados (líneas continuas) a diferentes ángulos θ en el borde de absorción del Co, correspondientes a las cuatro muestras estudiadas: lámina de 120 nm de NdCo₅ (verde), lámina de 75 nm de NdCo₅ (rojo), lámina de 55 nm de NdCo₅ (negro) y bicapa 55 nm NdCo₅/40 nm Permalloy (azul). Los valores de ϕ ajustados se muestran al lado de las curvas para cada muestra.

4.5. Estudio de singularidades topológicas tipo dislocación y merón con TXM.

Por otra parte, también ha sido caracterizada la bicapa de 55 nm NdCo₅/40 nm Permalloy tras haberle sido aplicados previamente ex-situ ciclos de histéresis menores a lo largo de la dirección x en el plano, originando un estado intermedio de la inversión de la imanación en el plano. La figura 13 muestra dos series de imágenes obtenidas a ángulos θ de -50, 0 y 50 grados fijados el borde de absorción del cobalto (figuras 13A – 13C) y a continuación en las mismas condiciones el borde de absorción del hierro (figuras 13D – 13F), con el fin de visualizar la imanación tanto de la capa de NdCo₅ como de la capa de Permalloy. A incidencia normal (figuras 13B y 13E), cuando el contraste magnético solo es sensible a M_z , se puede comprobar cómo ambas capas exhiben un patrón de dominios de banda idéntico, de manera que la capa de Permalloy replica la imanación perpendicular de la capa de NdCo₅, en acuerdo con otros trabajos [14]. Sin embargo, las imágenes adquiridas a $\theta = 50$ grados y $\theta = -50$ grados (figuras 13A, 13C, 13D y 13E), sensibles a la componente de la imanación en el plano M_x , muestran claras diferencias entre la imanación de ambas capas, así como presentan patrones de bandas de contraste inhomogéneo. Esta inhomogeneidad queda patente en la presencia de agrupaciones de bandas de contraste más claro y más oscuro y no siempre equivalentes entre las imágenes en el borde del cobalto y en el borde del hierro. Fijando la atención en las bandas atravesadas perpendicularmente por la línea discontinua en la figura 13A, a $\theta = -50$ grados y correspondientes al cobalto, pueden observarse dos regiones diferentes en las cuales el contraste es más oscuro y más claro, denotadas por Z_1 y Z_2 . La región

Z_1 está comprendida por un grupo de seis bandas oscuras con una intensidad promedio baja en comparación con la región Z_2 , que comprende tres bandas más brillantes; estando ambas regiones separadas por una banda de contraste intermedio. Esta secuencia en cambio se invierte cuando el ángulo θ es de 50 grados, como se puede ver en la figura 14C. A su vez, también se observa esta inversión del contraste oscuro/claro entre las imágenes del hierro para ambos ángulos, comparando las imágenes obtenidas para $\theta = -50$ grados (figura 13D) y $\theta = 50$ grados (figura 13F). Sin embargo, esta inhomogeneidad en el contraste se presenta de igual modo entre las imágenes del cobalto y del hierro, manteniéndose la réplica por parte del Permalloy del comportamiento magnético de la capa inferior de NdCo_5 .

Esta inversión del contraste observada cuando el ángulo θ cambia de signo sugiere la coexistencia de dos familias de dominios a las cuales corresponde un diferente signo de M_x . Ello es debido a que cuando θ es un ángulo distinto de cero, la proyección de M_x sobre la dirección del haz de rayos x puede contribuir restando o sumando, dependiendo de su signo, al contraste dado por la proyección de M_z . Este hecho es además cuantitativamente confirmado a partir del análisis de los perfiles de intensidad a lo largo de Z_1 y Z_2 (figura 13G), los cuales muestran cómo las amplitudes de las oscilaciones son diferentes en cada región. Al igual que en el apartado anterior, midiendo la magnitud del contraste en cada una de estas dos regiones en función del ángulo θ obteniendo así las curvas de contraste frente a ángulo, puede realizarse un ajuste que permita la estimación del ángulo formado por la imanación en estas regiones Z_1 y Z_2 . La figura 13H muestra las curvas de contraste frente al ángulo θ correspondientes a ambas regiones, revelando dos distribuciones bien diferenciadas y centradas una en valores negativos de θ y la otra en valores positivos. Las líneas continuas correspondientes al ajuste de las curvas experimentales proporcionan un valor del ángulo de la imanación de $\emptyset = 31$ grados para las bandas de la región Z_1 y de $\emptyset = -9$ grados para las bandas de la región Z_2 , confirmando el cambio de signo de M_x , como se indica con las flechas dibujadas en la figura 13A. Atendiendo al periodo de las bandas de ambas regiones, puede comprobarse que el periodo de las bandas de la región Z_2 es de unos 195 nm, mientras que en Z_1 es de unos 173 nm, manteniéndose la correlación esperada entre ángulo $\emptyset$ y periodo mencionada en el apartado 7.2..

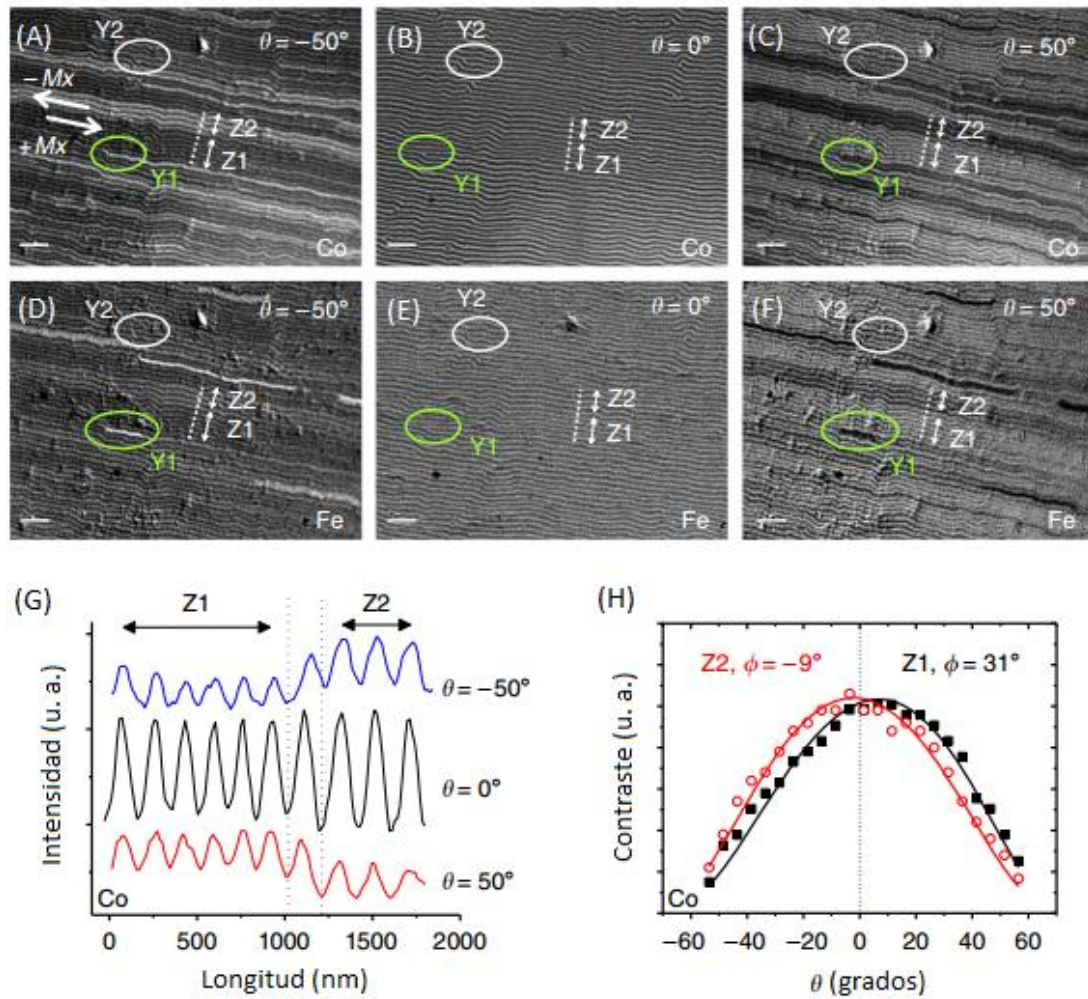


Figura 13. Caracterización de la estructura de dominios fuera del plano y en el plano de la bicapa 55 nm NdCo₅/40 nm Permalloy. Imágenes de $12 \times 9 \mu\text{m}^2$ del patrón de bandas de la bicapa: Imanación del Co (A) a $\theta = -50^\circ$, (B) $\theta = 0^\circ$ y (C) $\theta = 50^\circ$; y del Fe a (D) $\theta = -50^\circ$, (E) $\theta = 0^\circ$ y (F) $\theta = 50^\circ$. Se señalan además dos dislocaciones, denotadas como Y_1 e Y_2 ; las barras de escala se corresponden con 1 μm . (G) Perfiles de intensidad obtenidos a lo largo de las líneas discontinuas de los paneles (A-C) correspondientes al cobalto. (H) Dependencia angular de las curvas de contraste en las regiones Z_1 y Z_2 y ajuste indicado por las líneas continuas (valores ajustados de $\phi = 31^\circ$ para Z_1 y $\phi = -9^\circ$ para Z_2); la inversión de M_x se indica con las flechas dibujadas en el panel A.

Por otro lado, se ha podido observar en estos sistemas una peculiaridad ligada a las dislocaciones presentes en el patrón de dominios de banda. En la figura 13 se muestran dos de estas dislocaciones denotadas como Y_1 e Y_2 , las cuales, visionadas a incidencia normal, se pueden definir por dos parámetros: su vector de Burgers, b , y su cambio de polaridad, que resultan ser los mismos para ambas dislocaciones. Tanto Y_1 como Y_2 consisten en una bifurcación de bandas blancas (y por tanto M_z positiva) rodeando a una banda negra (M_z negativa), de modo que se produce un cambio de la componente de la imanación M_z desde la banda negra que conforma el núcleo de la dislocación hacia las bandas blancas que la rodean, correspondiendo a un cambio de la polaridad de signo positivo ($\Delta M_z > 0$). A su vez, ambas

pueden ser definidas con el mismo vector de Burgers, indicado en la figura 14, en la que se muestra una imagen aumentada de la bifurcación Y_1 .

Sin embargo, al observar estas dos dislocaciones a ángulos $\theta \neq 0$, cuando se es sensible a la componente de la imanación en el plano M_x , queda de manifiesto una nueva propiedad topológica de las mismas. Algunas dislocaciones, como es el caso de Y_2 , no presentan cambios de contraste en las proximidades de su núcleo, siendo su morfología idéntica tanto a incidencia normal como a los ángulos θ extremos de 50 y -50 grados, indicando una imanación en el plano uniforme, como se esquematiza en la figura 15A. Por el contrario, como es el caso de Y_1 , algunas de las dislocaciones presentes exhiben diferente contraste entre la rama inferior y superior, denotadas como A_1 y A_2 en la figura 14A correspondiente al borde del cobalto a $\theta = -50$ grados, de manera que una de las ramas se hace más clara y la otra más oscura. Este comportamiento se invierte a $\theta = 50$ grados (figura 14B), siendo en este caso la rama A_2 la que se hace más clara frente a A_1 . Este hecho queda patente en los perfiles mostrados en la figura 14E, sugiriendo por tanto un cambio en el signo de M_x en la bifurcación. Ajustadas las curvas de contraste frente a ángulo a θ para cada una de estas ramas, se confirma un diferente ángulo de la imanación para cada una, de $\phi = -46$ grados y $\phi = 21$ grados para las ramas A_1 y A_2 respectivamente, corroborando el cambio de signo de M_x .

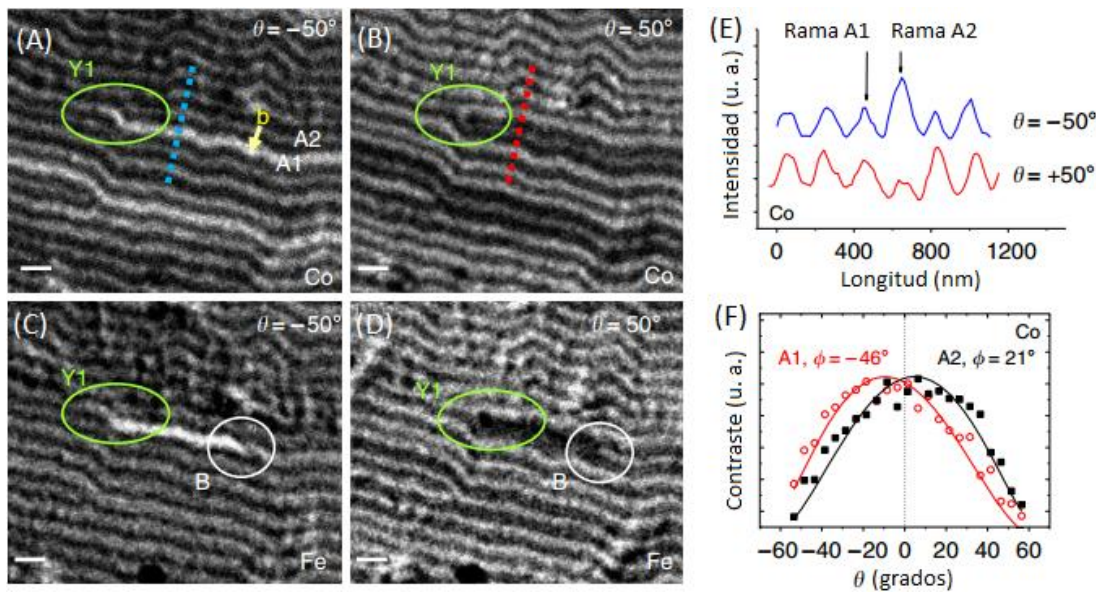


Figura 14. Imágenes de $3,3 \times 2,8 \mu\text{m}^2$ de la dislocación Y_1 de la bicapa 55 nm NdCo₅/40 nm Permalloy (A, B) tomadas en el borde de absorción del cobalto a $\theta = -50^\circ$ y a $\theta = 50^\circ$, respectivamente, y (C, D) tomadas en el borde del hierro a $\theta = -50^\circ$ y a $\theta = 50^\circ$, respectivamente. Nótese el diferente contraste entre las ramas A_1 y A_2 de la dislocación que indica una inversión de M_x , el vector de Burgers b que comienza en la rama A_2 y termina en la rama A_1 , y el punto de Bloch B presente en las imágenes correspondientes al hierro. Las barras de escala se corresponden con 300 nm. (E) Perfiles de intensidad de la imanación del cobalto a lo largo de las líneas discontinuas de los paneles (A) y (B) que cruzan las ramas A_1 y A_2 . (F) Curvas experimentales del contraste frente al ángulo θ correspondientes a las ramas A_1 y A_2 y ajustes (líneas continuas) que ofrecen valores de los ángulos de la imanación de ambas ramas de $\phi_{A1} = -46^\circ$ y $\phi_{A2} = 21^\circ$.

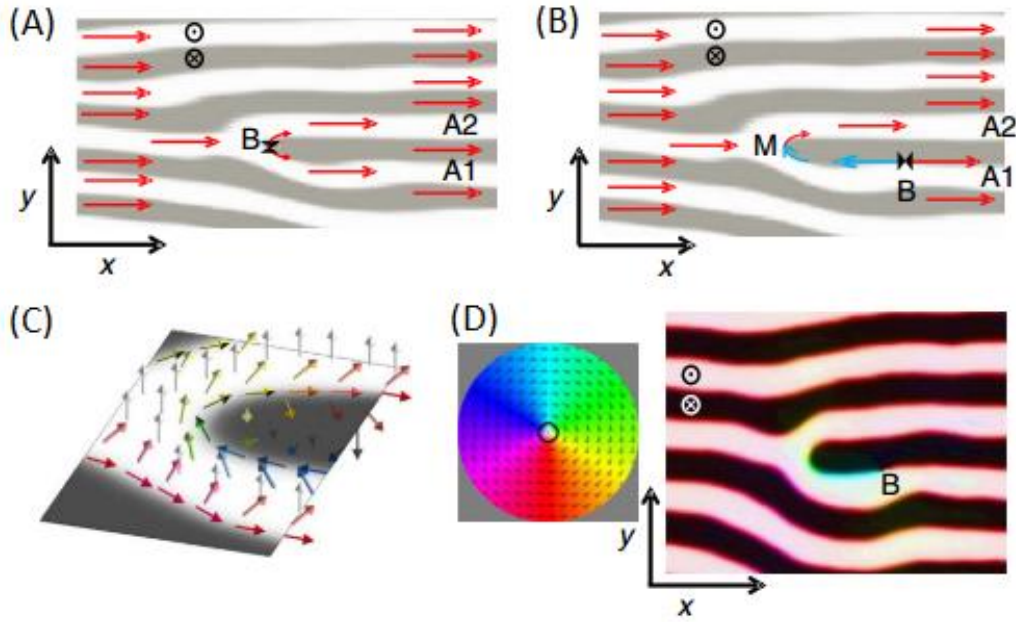


Figura 15. Configuración de la imanación en una dislocación durante la inversión de la imanación en el plano. (A) Esquema en remanencia con componente de M_x positiva (flechas rojas) a lo largo de todo el patrón de bandas, incluyendo las ramas A_1 y A_2 de la dislocación. La topología del sistema indica la aparición de un punto de Bloch (B) en el núcleo de la dislocación donde ambas ramas, de igual imanación, convergen. Se han indicado los ejes x y y , así como el sentido de z . (B) Esquema con un dominio con componente M_x invertida (flechas azules) delimitado por un par merón (M)–punto de Bloch (B). (C) Esquema en tres dimensiones de la imanación (flechas de colores) alrededor de un núcleo de dislocación con merón. (D) Simulación micromagnética en tres dimensiones de un plano central de la capa de NdCo_5 , el cual muestra un par merón (M)–punto de Bloch (B). El código de colores empleado para describir la dirección de la imanación se muestra en el círculo izquierdo.

Esta configuración magnética puede ser descrita como una textura de tipo merón (M) localizada en el núcleo de la dislocación [33]. Esta textura magnética puede visualizarse como la mitad de un *skyrmion*, correspondiéndole una carga *skyrmiónica* de $1/2$ [33]. Como se muestra en los esquemas de las figuras 15B y 15C, el cambio de signo de M_x en la bifurcación de bandas blancas implica una rotación de M_x de 180 grados alrededor del extremo de la banda negra, de modo que se tiene un vórtice de 180 grados de la imanación en el plano a la vez que tiene lugar el cambio de polaridad de M_z en el núcleo de la dislocación. En el caso concreto de Y_1 , esta textura de tipo merón se corresponde con una rotación de quiralidad en sentido horario y cambio de polaridad positivo.

Este merón da lugar además a la presencia del dominio invertido en el plano más estrecho del sistema, consistente en una sola banda confinada lateralmente por las bandas con periodicidad en M_z , como es el caso de la rama A_1 . Fijando de nuevo la atención en la figura 14, puede comprobarse cómo los cambios de contraste a lo largo de la línea discontinua que atraviesa las ramas A_1 y A_2 en los paneles A y B describen estos cambios de signo de las componentes M_x y M_z perpendicularmente a la dislocación: La imanación cambia de M_z positiva y M_x positiva (rama A_2), a M_z negativa (dominio de banda negro en el centro de la bifurcación), y finalmente a M_z positiva y M_x negativa (rama A_1). Este comportamiento se esquematiza para una mayor claridad en la figura 15C, donde empezando desde la esquina

superior derecha de la imagen hasta la esquina inferior derecha, puede verse cómo la imanación cambia de M_z positiva (flecha blanca), a M_x positiva (flecha roja), luego a M_z negativa (flecha negra), a M_x negativa (flecha azul), y finalmente de nuevo a M_z positiva (flecha blanca) y a M_x positiva (flecha roja).

Esta configuración queda además respaldada mediante la simulación micromagnética de la capa de NdCo₅, cuya plano central se muestra en la figura 15D, mediante el programa MuMax3 [41]. La simulación se ha realizado con celdas de $4 \times 4 \times 2 \text{ nm}^3$ para un total de $1024 \times 1024 \times 56 \text{ nm}^3$ y utilizando como parámetros del material valores de $M_s \approx 10^3 \text{ emu/cm}^3$, $K_N \approx 10^6 \text{ erg/cm}^3$ y $A_{\text{ex}} \approx 4 \times 10^{-7} \text{ erg/cm}$. La simulación confirma que estas estructuras de tipo merón formadas en las dislocaciones juegan un papel significativo en el proceso de inversión de la imanación de los dominios de bandas. En la figura 15A se mostraba un esquema de la configuración de la imanación en situación de equilibrio energético para una dislocación sin inversión de la componente M_x , en la que se tiene la presencia de un punto de Bloch (B) [1] en el centro de la bifurcación. Las simulaciones indican que la inversión de la imanación en el plano empieza con un desplazamiento de B hacia la derecha a lo largo del contorno entre la banda negra central y una de las bandas blancas que la rodean, en este caso A_1 . Este movimiento de B es el causante de la aparición de un merón (M) en el centro de la bifurcación, a la vez que se origina entre M y B el dominio de componente M_x invertida, como se muestra en la figura 15B y en la simulación de la figura 15D. De esta forma, a la rama A_1 que se podía ver en las figuras 13A y 13B le correspondería un punto de Bloch que quedaría fuera de la imagen TXM tomada.

Comparando estas imágenes de la bifurcación Y_1 medidas en el borde de absorción del cobalto con las obtenidas en el borde de absorción del hierro (figuras 14C y 14D) puede observarse cómo en este caso sí es posible observar la presencia del punto de Bloch en las imágenes, mostrándose el segmento de la rama A_1 entre el centro de la bifurcación donde se forma el merón y el punto de Bloch más claro en la imagen a $\theta = -50$ grados y más oscuro en la imagen a $\theta = 50$ grados. Varios de estos dominios de componente M_x invertida ligados a un par meron-punto de Bloch han podido ser observados en las imágenes completas tomadas en el borde del hierro (figuras 13D y 13F), con una longitud significativamente menor que los dominios invertidos correspondientes en la capa de NdCo₅ (figuras 13A y 13C). El hecho de que estos dominios sean más cortos en el Permalloy que en la capa de NdCo₅ indica que su energía por unidad de longitud tiene que ser relativamente alta, puesto que la capa de Permalloy prefiere tener dominios cortos en contraposición a los dominios largos de la capa inferior de NdCo₅ sacrificando el acoplamiento paralelo entre los momentos magnéticos del hierro y el cobalto.

Capítulo 5

Control y manipulación de dominios magnéticos en sistemas artificiales mediante litografías 2D y 3D

En este capítulo se discute cómo la microestructuración por métodos litográficos de diversos sistemas 2D y 3D permite aprovechar las interacciones magnetostática y Zeeman para controlar la propagación de dominios. El estudio de estos procesos se ha llevado a cabo mediante TXM y medidas magneto-ópticas.

5.1. Manipulación de dominios y propagación con bifurcaciones en forma de “Y” 2D.

La micro- y nano- estructuración de materiales en sistemas con geometrías específicas, permitiendo el control y ajuste de los parámetros espaciales, resulta una técnica ampliamente utilizada tanto por la creciente necesidad y tendencia a la miniaturización de dispositivos, como por la capacidad de alterar y modificar las propiedades intrínsecas del material, así como desencadenar nuevas respuestas del mismo [1]. Es por ello que los sistemas artificialmente estructurados son extensamente investigados en diversos campos, constituyendo memorias y dispositivos lógicos, sensores, elementos ópticos, o biomateriales, entre otros.

Siguiendo este enfoque y con el conocimiento previamente adquirido de las propiedades magnéticas del NdCo_5 , caracterizado principalmente por presentar anisotropía magnética perpendicular y la generación de dominios de bandas magnéticas, resulta entonces de especial interés estudiar el comportamiento de estos dominios cuando son frustrados dada una disposición geométrica espacial distinta de la ya estudiada lámina continua.

De este modo, han sido preparadas mediante litografía por haz de electrones y crecidas mediante pulverización catódica diferentes estructuras en forma de bifurcación tipo “Y” (figura 1), con el fin de observar cómo se modifican las bandas magnéticas en la intersección de la estructura y estudiar sus posibles finalidades tecnológicas en el campo de los circuitos de lógica magnética [2]. Para ello, se han recubierto sustratos de silicio y membranas de nitruro de silicio con polimetilmetacrilato (PMMA) centrifugado durante 1 minuto a 4800 revoluciones por minuto, obteniendo así una capa de resina de 200 nm de espesor, que posteriormente es curada durante 80 segundos a 180°C en una placa térmica. La muestra resultante es posteriormente litografiada con un patrón de bifurcaciones de 20 μm de

longitud, 1 μm de anchura y ángulo de unos 25° , de modo que solo unas pocas bandas magnéticas puedan acomodarse a lo largo de su ancho para un espesor de NdCo_5 superior al crítico a partir del cual se forman. Los parámetros empleados durante la exposición con el microscopio SEM han sido 25 kV, una dosis de área de $150 \mu\text{A}\cdot\text{s}/\text{cm}^2$, *area step size* de 0,036 micras, distancia de trabajo de 12 mm, distancia desde la fuente de electrones a la muestra de 12 mm, *spot size* de 375 y 21,5 pA de corriente del haz. Una vez llevada a cabo la exposición, la resina expuesta es disuelta sumergiendo la muestra durante 50 segundos en un baño de 1:3 metil-isobutil-cetona (MIBK)/alcohol isopropílico (IPA) y sometiéndola al mismo tiempo a ultrasonidos, finalizando el proceso de revelado con un baño en IPA. Posteriormente se crece por pulverización catódica una capa de 100 nm de NdCo_5 mediante el depósito simultáneo de un blanco de Co a 0,11 kW situado a incidencia normal y un blanco de Nd a 0,03 kW situado oblicuamente a 32 grados con respecto a la normal a la superficie. Finalmente se depositan 5 nm de aluminio de un blanco de Al puro a 0,04 kW orientado oblicuamente a 32 grados y cuya finalidad es evitar la oxidación, siendo la presión de argón durante todo el proceso de $2,9\cdot 10^{-3}$ mbar.

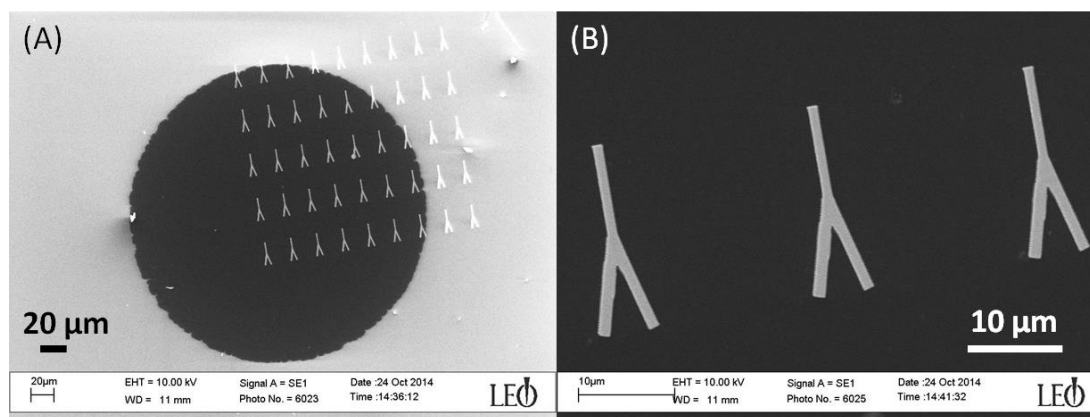


Figura 1. (A) Imagen SEM del patrón de bifurcaciones litografiado sobre membrana de Si_3N_4 (B) Detalle de las bifurcaciones.

Además de estas microestructuras con una sola capa de NdCo_5 , también se han preparado microestructuras de bifurcaciones de NdCo_5 , esta vez recubiertas de Permalloy ($\text{Fe}_{20}\text{Ni}_{80}$). Este material ha sido elegido por ser magnéticamente blando así como por la posibilidad de observar cómo es su imanación en el microscopio de transmisión de rayos X, cuyo monocromador puede fijar fácilmente la energía al borde L_3 del hierro (706 eV). La preparación de muestras se ha llevado a cabo siguiendo los mismos pasos y con los mismos parámetros de aplicación de resina y exposición que en las muestras anteriores. En primer lugar, se litografian las bifurcaciones, de 15 μm de longitud, unos 700 nm de anchura y ángulo de unos 25° , a las cuales se les ha añadido un centro de nucleación en un extremo constituido por un óvalo de $3 \times 2 \mu\text{m}$ y bordes afilados en las dos ramas opuestas, con el fin de definir el sentido de la propagación de los dominios magnéticos a lo largo de las mismas. Se litografian además en el mismo patrón bifurcaciones de menor tamaño aplicando factores de escala de 0,75 y 0,5. Una vez expuesta y revelada la litografía, se crece mediante pulverización catódica una capa de 80 nm de un blanco de NdCo_5 a 0,10 kW situado a incidencia normal, seguido de 20 nm de Permalloy de un blanco orientado oblicuamente a 32 grados a 0,05 kW. La presión

de Ar durante todo el proceso es de $2,9 \cdot 10^{-3}$ mbar. Las estructuras resultantes pueden observarse en la imagen de la figura 2 obtenida mediante microscopía electrónica.

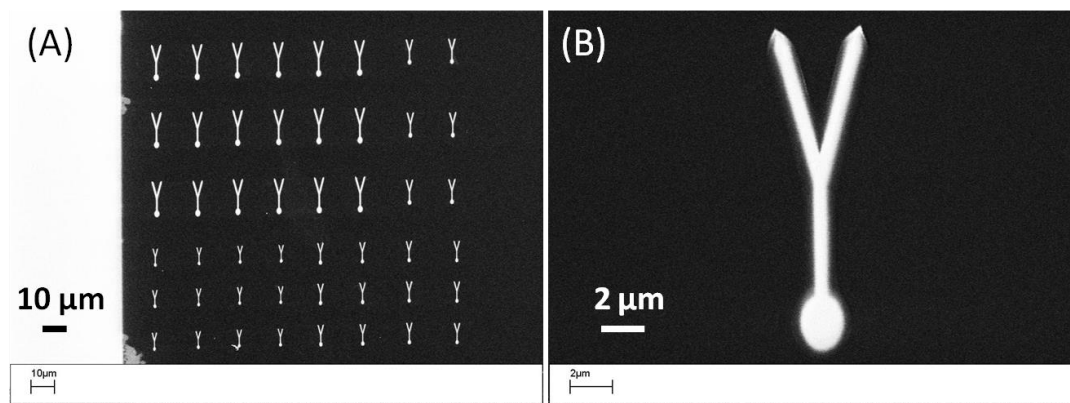


Figura 2. (A) Imagen SEM del patrón de bifurcaciones litografiado sobre una membrana de Si_3N_4 . (B) Detalle de la bifurcación de mayor tamaño fabricada.

Las bifurcaciones de NdCo_5 obtenidas sobre sustrato de silicio han sido caracterizadas en primer lugar mediante Microscopía de Fuerza Magnética (MFM) (figura 3). Tras haber sido realizados tres ciclos de campo en dirección longitudinal a la estructura mediante un sistema de bobinas cuyo campo máximo generado es de 0,53 T, puede observarse cómo la presencia de la bifurcación no influye en la disposición de las bandas, de unos 200 nm de periodo, perfectamente alineadas en el sentido del campo magnético aplicado. En este caso, el campo magnético de una intensidad suficiente y aplicado progresivamente es capaz de vencer la anisotropía de forma derivada de la estructura.

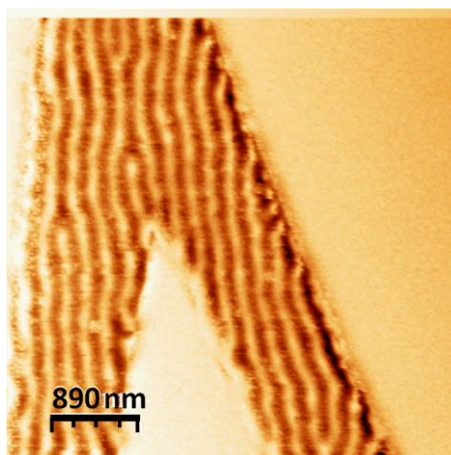


Figura 3. Imagen MFM de una bifurcación en remanencia tras tres ciclos de imanación de 0,53 T de amplitud aplicados en dirección longitudinal a la estructura.

Tras haber sido realizados tres ciclos de campo en dirección longitudinal a la estructura de 0,53 T de amplitud máxima, se procede a estudiar las estructuras mediante microscopía de transmisión de rayos x. Para ello se ha empleado diseño de portamuestras que consta de dos

pares de bobinas (figura 4), con las cuales poder aplicar pulsos de campo tanto en dirección longitudinal como transversal a las microestructuras. Estas bobinas generan pulsos del orden de 10-20 microsegundos de duración y hasta 475 G en el eje horizontal y 2700 G en el eje vertical.

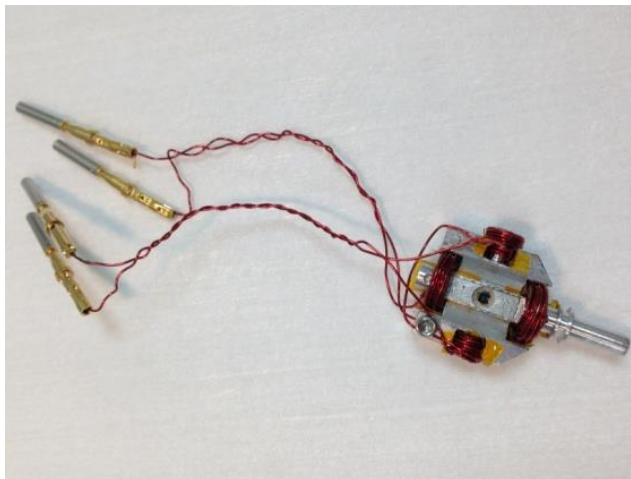


Figura 4. Portamuestras empleado para la toma de medidas de TXRM aplicando pulsos de campo magnético en dos direcciones. Nótese la situación de la membrana de Si_3N_4 en el centro del conjunto de 2x2 bobinas.

Metida la muestra en la cámara de vacío del microscopio y fijado un ángulo oblicuo de -38 grados entre la dirección del haz de rayos X y la normal a la muestra, se lleva a cabo una rampa de pulsos de campo de intensidad creciente hasta 475 G en dirección longitudinal a las bandas. Las figuras 5 y 6 muestran la secuencia de imágenes tomada de la bifurcación de 15 μm de longitud en remanencia tras los pulsos de campo magnético aplicados, visualizada en el borde L_3 del cobalto y en el borde L_3 del hierro. La figura 5 contiene las imágenes correspondientes al rango de campos de 0 a 54 G y la figura 6 el rango siguiente, de 64 a 475 G. En el estado inicial las bandas magnéticas se presentan longitudinales a lo largo de toda la bifurcación, como consecuencia de los ciclos de campo realizados previamente. Asimismo, se observa cómo los momentos magnéticos del hierro presente en la capa de Permalloy reproducen en su totalidad la estructura de bandas de la capa inferior de NdCo_5 (figura 5).

Comenzada la secuencia de pulsos, el estado magnético inicial se mantiene hasta un pulso aplicado de 48 G (figura 5). Mientras que los momentos magnéticos del cobalto se presentan casi inalterables a excepción de ligeros movimientos en las bandas que conllevan la aparición de una dislocación localizada, en la imagen obtenida en el borde del hierro se aprecia nítidamente una variación del contraste en una de las bandas visualizadas, la cual se hace más clara. Dada la incidencia oblicua del haz sobre la muestra y la consiguiente sensibilidad a la componente de los momentos magnéticos sobre el plano y paralela a la dirección de las bandas (m_x), este cambio de contraste en las bandas hacia un contraste más brillante implica una reorientación de los momentos magnéticos del hierro hacia la dirección del campo magnético aplicado, la cual tiene lugar con un cambio de signo de la componente m_x de los momentos, que al formar ahora un menor ángulo con la dirección del haz (de 128 a 38 grados), contribuye aportando a la imagen un contraste más claro.

Tras los sucesivos pulsos de amplitud creciente, se puede observar cómo más bandas formadas por los momentos del hierro se van haciendo más claras, habiéndose invertido el signo de la componente m_x de los momentos de la totalidad de las bandas de la rama inferior y del tronco principal tras el pulso de 64 G (figura 6), y finalmente en la rama superior tras el pulso de 133 G (figura 6). Esta configuración magnética se mantiene hasta los 475 G de campo aplicado (figura 6). Al mismo tiempo, los momentos magnéticos del cobalto no sufren ningún cambio de contraste durante toda la secuencia de pulsos, experimentando únicamente leves reordenamientos, y un mayor grado de linealidad de las bandas tras el campo aplicado de mayor intensidad. Esta ausencia de cambios de contraste apreciables en la capa de NdCo_5 podría deberse a una configuración de la imanación de esta capa cercana a la polar, con una componente muy pequeña en el plano de la estructura, de modo que su inversión apenas afectase al contraste.

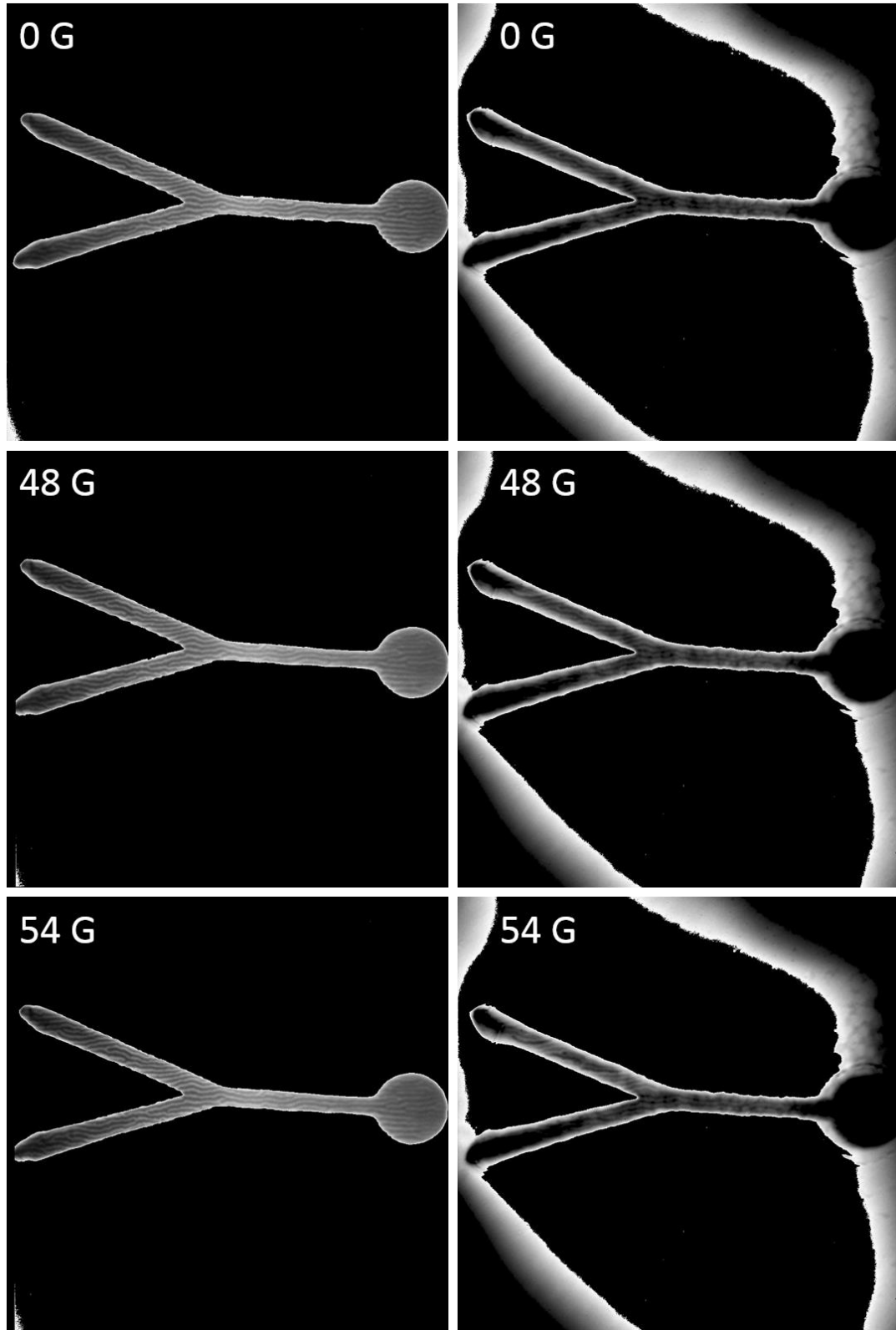


Figura 5. Secuencia de imágenes TXRM de la bifurcación en forma de bicapa Permalloy / NdCo_5 de $15\ \mu\text{m}$ de longitud y $700\ \text{nm}$ de anchura en estado de remanencia tras la aplicación de pulsos de campo en dirección longitudinal (0-54 G); visualizada en el borde de absorción del cobalto (columna izquierda) y en el borde de absorción del hierro (columna derecha). El contraste ha sido modificado para una mejor observación de las bandas.

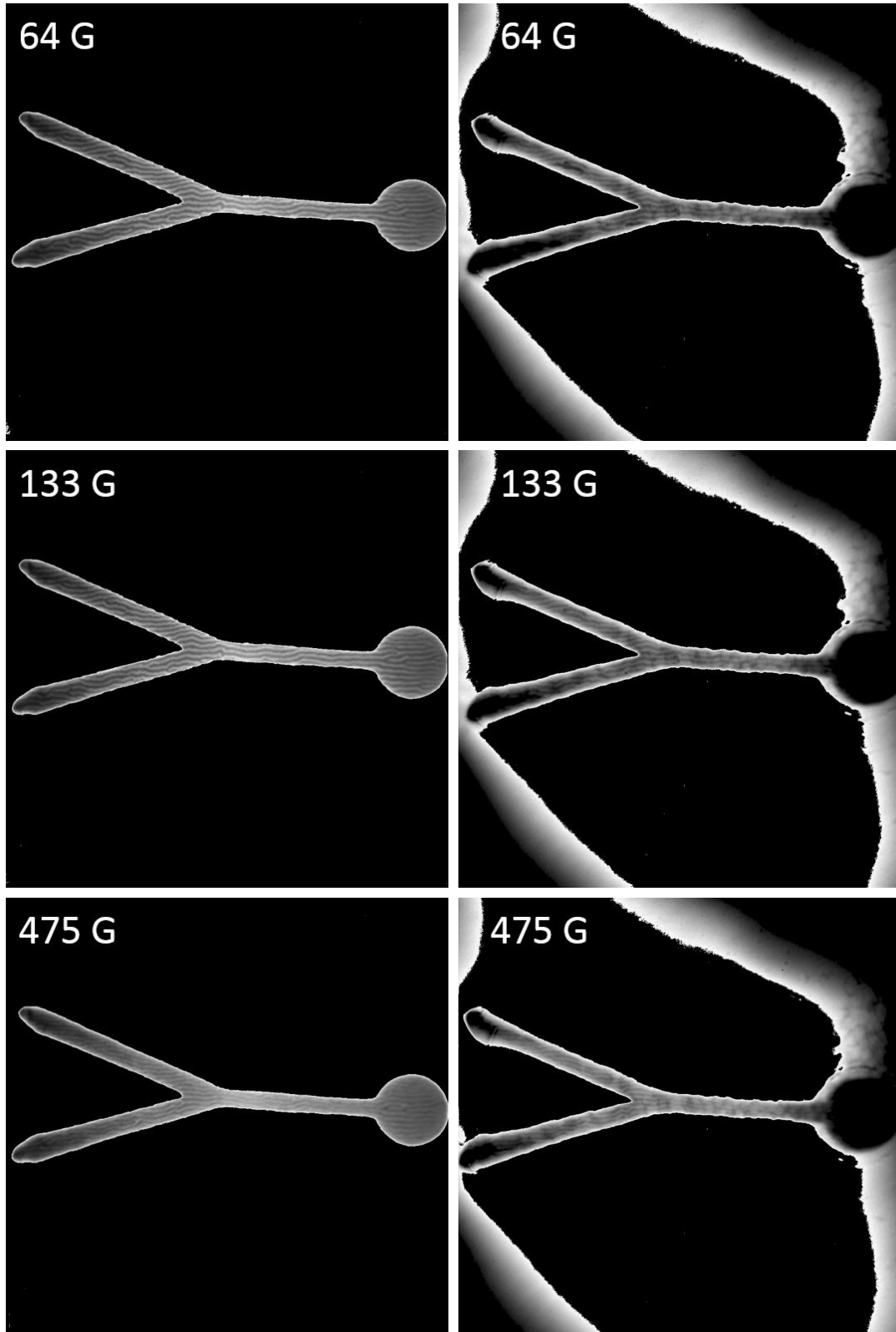


Figura 6. Secuencia de imágenes TXRM de la bifurcación en forma de bicapa Permalloy / NdCo_5 de $15\text{ }\mu\text{m}$ de longitud y 700 nm de anchura en estado de remanencia tras la aplicación de pulsos de campo en dirección longitudinal (64-475 G); visualizada en el borde de absorción del cobalto (columna izquierda) y en el borde de absorción del hierro (columna derecha). El contraste ha sido modificado para una mejor observación de las bandas.

Posteriormente, se aplica a la muestra un pulso máximo de 2700 G en dirección vertical al eje de la bifurcación, transversalmente por tanto a la dirección de las bandas magnéticas. El efecto de este pulso de campo es una configuración magnética en remanencia en la cual las bandas se han alineado en la dirección del campo aplicado, venciendo la anisotropía de forma propia de la microestructura, como se puede apreciar en las dos primeras imágenes de la figura 7, correspondientes a los bordes del cobalto y del hierro. Además, también conlleva una reducción del periodo de las bandas como consecuencia del nuevo balance energético debido a los efectos magnetostáticos crecientes debidos a la forma de las estructuras. Dada esta configuración, las figura 7, 8 y 9 muestran el efecto sobre las bandas producido por la aplicación de sucesivos pulsos de amplitud creciente en la dirección longitudinal al eje de la bifurcación. Los primeros cambios significativos en la estructura de bandas se producen tras un pulso aplicado de 167 G (figura 7), que afecta a las bandas presentes en la rama superior de la bifurcación y en la rama principal, modificándolas hacia una estructura de tipo laberinto; un pulso de 188 G (figura 7) consigue empezar a alterar también la estructura de bandas de la rama inferior de la bifurcación; en cambio, la zona situada entre la rama principal y la bifurcación permanece estable, sin reorientarse, durante un rango de campos mayor debido a que la anisotropía de forma en esta zona, más ancha, es menos acusada que en las dos ramas de la bifurcación y en la rama principal. Se observa, además, que la imagen en el borde de absorción del hierro muestra nuevamente cómo los momentos del hierro replican la dirección de los momentos del cobalto. La aplicación de sucesivos pulsos crecientes en amplitud (figuras 8 y 9) produce en la configuración de bandas una tendencia progresiva a la orientación de las mismas en dirección longitudinal a la microestructura, de acuerdo con la dirección de los pulsos de campo aplicados, a través de una marcada presencia de dislocaciones. Tras un pulso de 270 G (figura 8) se consiguen finalmente modificar las bandas del extremo ovalado, más difíciles de alterar que las ramas cuya geometría favorece la alineación longitudinal de las bandas. La reorientación de las mismas a lo largo de toda la bifurcación prosigue hasta los 475 G máximos de campo (figura 9), tras los cuales las bandas ya se presentan completamente longitudinales con un alto grado de linealidad a lo largo de toda la microestructura. De este modo, se ha comprobado que los dominios de bandas pueden rotar en el interior de la estructura y pueden orientarse tanto longitudinal como transversalmente al eje de la microestructura.

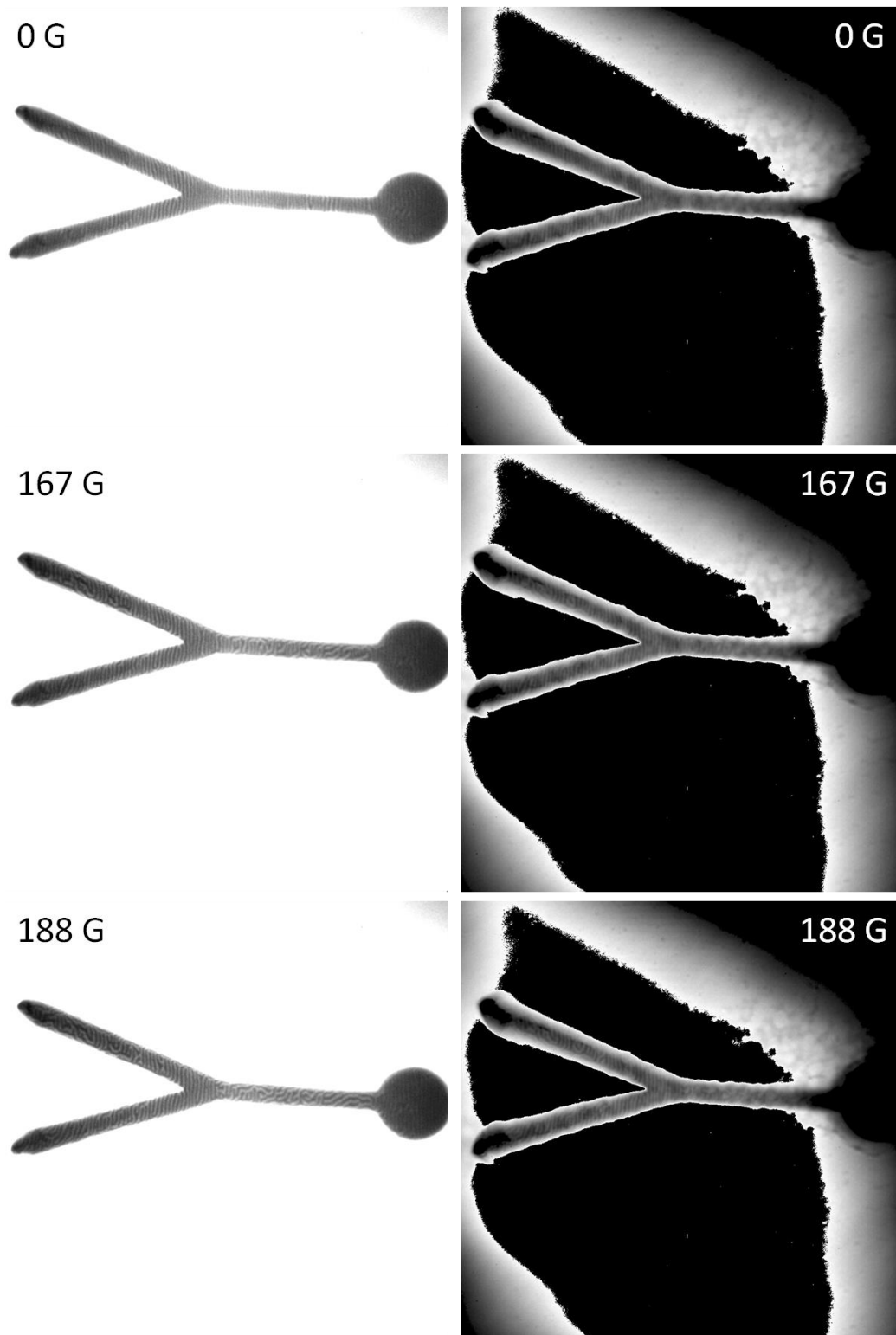


Figura 7. Secuencia de imágenes TXRM de la bifurcación en forma de bicapa Permalloy / NdCo_5 de $15\ \mu\text{m}$ de longitud y $700\ \text{nm}$ de anchura en estado de remanencia tras la aplicación de pulsos de campo en dirección longitudinal a la estructura (0-188 G), visualizada en el borde del cobalto (columna izquierda) y en el borde del hierro (columna derecha). La configuración magnética inicial se caracteriza por tener las bandas orientadas perpendicularmente al eje geométrico de la estructura.

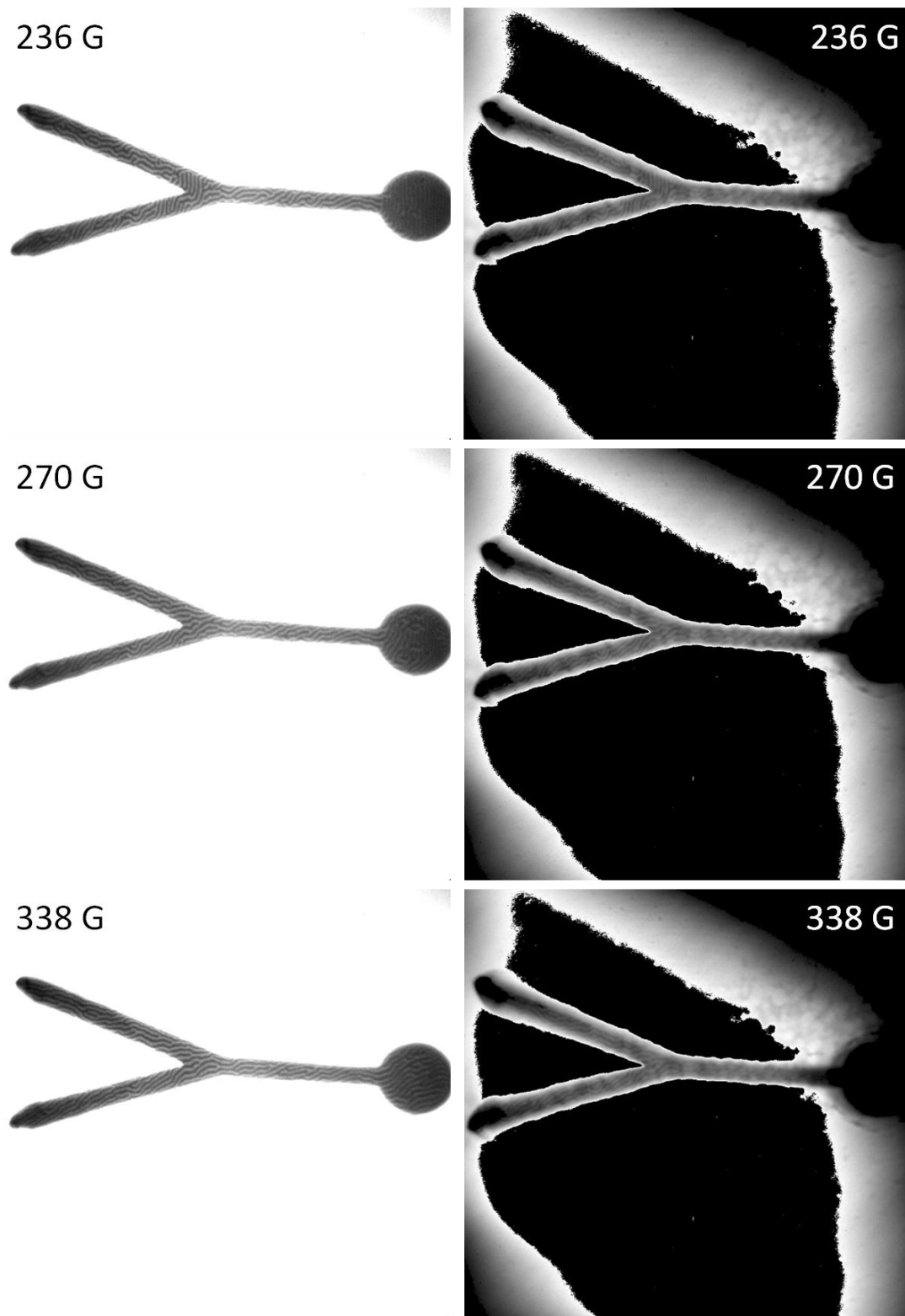


Figura 8. Secuencia de imágenes TXRM de la bifurcación en forma de bicapa Permalloy / NdCo_5 de 15 μm de longitud y 700 nm de anchura en estado de remanencia tras la aplicación de pulsos de campo en dirección longitudinal a la estructura (236-338 G), visualizada en el borde del cobalto (columna izquierda) y en el borde del hierro (columna derecha). La configuración magnética inicial se caracteriza por tener las bandas orientadas perpendicularmente al eje geométrico de la estructura.

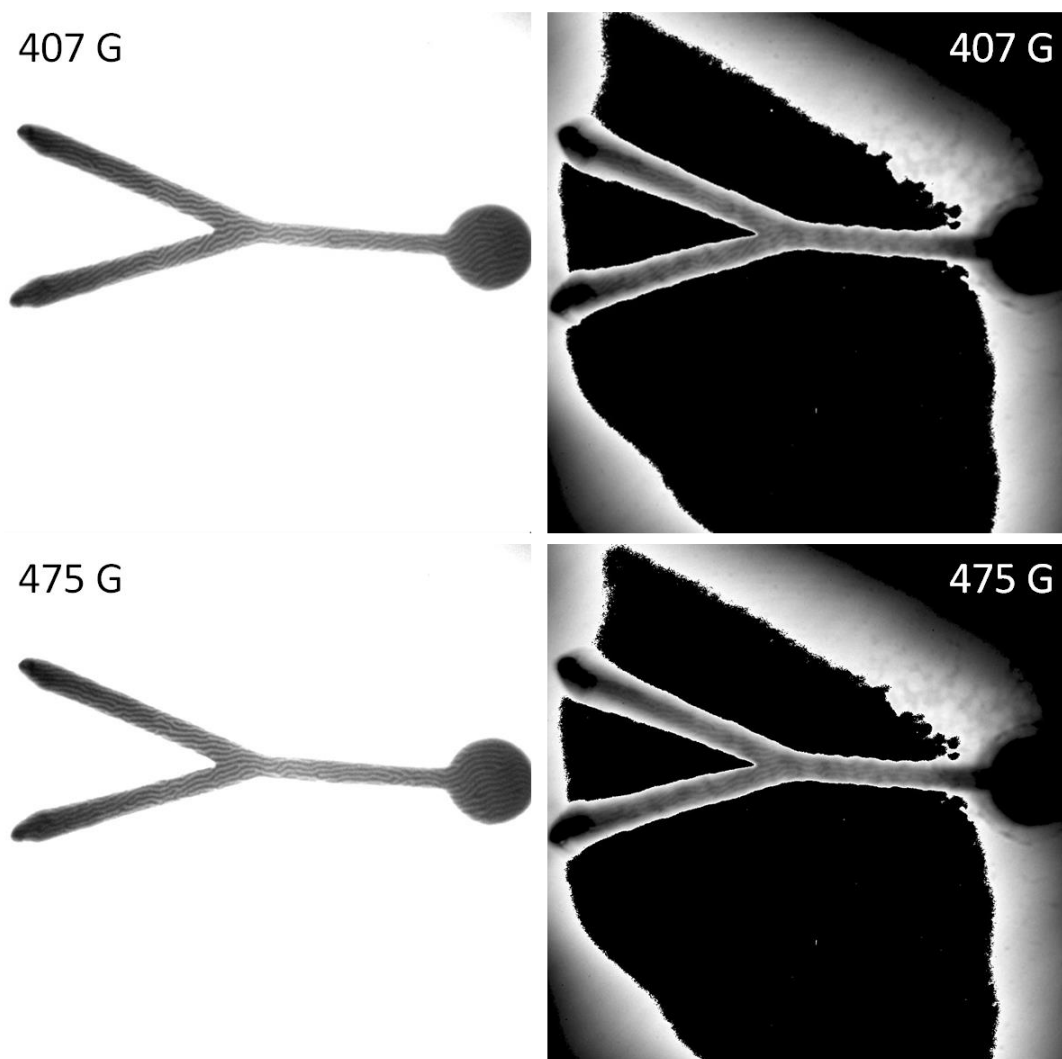


Figura 9. Secuencia de imágenes TXRM de la bifurcación en forma de bicapa Permalloy / NdCo_5 de $15\text{ }\mu\text{m}$ de longitud y 700 nm de anchura en estado de remanencia tras la aplicación de pulsos de campo en dirección longitudinal a la estructura ($407\text{--}475\text{ G}$), visualizada en el borde del cobalto (columna izquierda) y en el borde del hierro (columna derecha). La configuración magnética inicial se caracteriza por tener las bandas orientadas perpendicularmente al eje geométrico de la estructura.

El mismo comportamiento de rotación de las bandas a través de configuraciones tipo laberinto y dislocaciones puede observarse para el resto de bifurcaciones de fabricadas, tanto para las de mayor como las de menor tamaño. De hecho, en el caso de la bifurcación de $20\text{ }\mu\text{m}$ de longitud, $1\text{ }\mu\text{m}$ de anchura y 100 nm de espesor NdCo_5 mostrado en la figura 10 se ha conseguido una configuración magnética interesante. Una vez saturada la muestra longitudinalmente (figura 10 A), se han aplicado pulsos de amplitud creciente en dirección transversal a las bandas. Los primeros cambios en la estructura de dominios aparecen tras un pulso de 200 G , estando localizados fundamentalmente en el vértice de la bifurcación, en el cual el patrón de bandas rompe su previa alineación longitudinal para dar lugar a un patrón de

dislocaciones y bandas de tipo laberinto (figura 10 B), que se mantendrán apenas invariables con los sucesivos pulsos crecientes aplicados. Esta recolocación de los dominios magnéticos se produce de tal manera que las bandas magnéticas, longitudinales a lo largo del primer segmento de la “Y” antes de la bifurcación, se propaguen con continuidad a lo largo de una de las dos ramas en las cuales se divide (la rama superior en la figura 10B), encontrándose en consecuencia las bandas de la rama opuesta (rama inferior de la figura 10B) frustradas a la altura del vértice. Podemos comprobar entonces que la aplicación de un pulso magnético transversal es capaz de definir en el sistema de dominios una dirección preferencial para la cual las bandas magnéticas se extienden continuamente, en contraposición al truncamiento en una estructura de dominios laberíntica que tiene lugar en la dirección alternativa.

Esta preferencia direccional de la continuidad de las bandas por una de las dos ramas de la microestructura otorga al sistema interés como posible dispositivo lógico. La propagación de defectos, dislocaciones o paredes magnéticas, esencial en los sistemas de transmisión de información, podría ser de este modo modificada por el usuario utilizando esta microestructura como sustrato, al dotarle de la capacidad de predefinir una dirección de transmisión de entre las dos posibles tan solo mediante la aplicación de un pulso magnético.

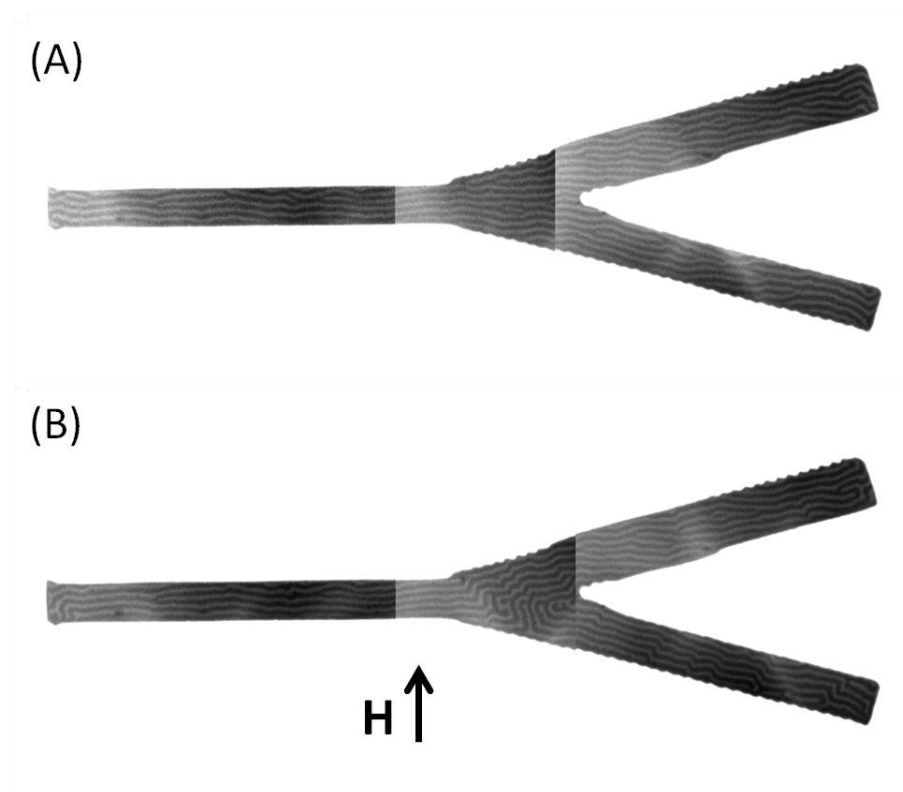


Figura 10. Imagen TXRM de la bifurcación, 20 μm de longitud, 1 μm de anchura y 100 nm de espesor NdCo_5 , (A) en su estado magnético inicial (B) tras un pulso de campo de 200 G aplicado en el plano y perpendicularmente al eje geométrico de la bifurcación. Cada imagen se corresponde con un montaje de tres imágenes TXRM para mostrar la totalidad de la estructura.

5.2. Litografías 3D

Dentro del campo de la transmisión y almacenamiento de datos, la ya mencionada tendencia a la miniaturización con el fin de reducir las dimensiones de los dispositivos tecnológicos comúnmente usados ha llevado progresivamente a explorar nuevas configuraciones magnéticas que aprovechen la tercera dimensión espacial. Así, desde la aparición de los soportes de almacenamiento basados en memorias magnéticas bidimensionales, han surgido en la última década diferentes corrientes de estudio todas ellas conducidas a la optimización del espacio físico a través del apilamiento perpendicular de estructuras [3]. Algunos de estos estudios involucran multicapas [4], como las ya tratadas en esta tesis, o estructuras tridimensionales artificialmente modeladas [5]. En este último enfoque se centra este apartado, que pretende ir un paso más allá en la litografía de microestructuras mediante la inclusión de estructuras voladizas sobre pistas bidimensionales, de forma que sirvan como elementos de interacción con las mismas, o conformen circuitos magnéticos 3D (figura 11).

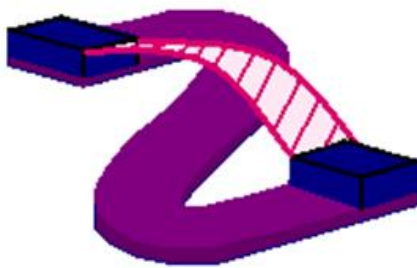


Figura 11. Esquema de posible circuito magnético en dos niveles.

De este modo, nos centraremos en la preparación mediante litografía por haz de electrones de una estructura voladiza prototípica como es un puente. El proceso litográfico detrás de la preparación de estas estructuras tridimensionales resulta arduo en comparación con su contraparte 2D. En primer lugar, es necesario llevar a cabo más de una calibración del tiempo de exposición al haz de electrones, una por cada nivel en altura presente en la estructura. En el caso de las estructuras que nos atañen, con forma de puente, se ha de jugar con la relación entre las dosis de los pilares y las pasarelas. La dosis de los pilares ha de ser suficiente como para exponer la totalidad de la resina en profundidad hasta el sustrato. Por otro lado, la dosis correspondiente a la pasarela ha de ser menor, de modo que un pequeño espesor de resina limítrofe con el sustrato no resulte expuesto y posteriormente revelado, ya que ha de conformar la base donde se asiente el elemento a depositar para conectar ambos pilares. Esta resina será a continuación eliminada en el baño final de acetona, creando así la separación entre la estructura y el sustrato.

Sin embargo, un proceso de fabricación satisfactorio involucra además una relación adecuada entre el espesor total de la capa de resina aplicada sobre el sustrato, el perfil en profundidad de resina revelado y el espesor del elemento que se quiere depositar (figura 12). Un proceso de litografiado y posterior crecimiento apropiado es aquel que cumple los siguientes puntos:

- El espesor del material depositado ha de exceder el espesor de la resina sobre la que se asentará la pasarela, en cantidad suficiente para que conecten en una unión sólida y firme ambos pilar y pasarela.
- El espesor del material depositado nunca ha de ser ni superior, ni cercano al espesor total de la capa de resina. A medida que se igualan ambos espesores, disminuye la probabilidad de obtener las estructuras, ya que una ligera dispersión lateral en el proceso de crecimiento tiende a conectar los puentes con la lámina continua depositada sobre la resina sin exponer, al depositarse una pequeña cantidad de material en los bordes del perfil revelado. Es por ello que una mayor diferencia entre los espesores del depósito y de resina total favorece la ruptura de esta unión en el proceso de lift-off y en consecuencia la obtención de las estructuras.
- El espesor de la resina sobre la que se crece la pasarela ha de ser lo suficientemente amplio para facilitar la disolución de la misma durante el lift-off, ya que un espesor insuficiente puede acarrear que permanezcan restos sin disolver bajo el puente crecido.

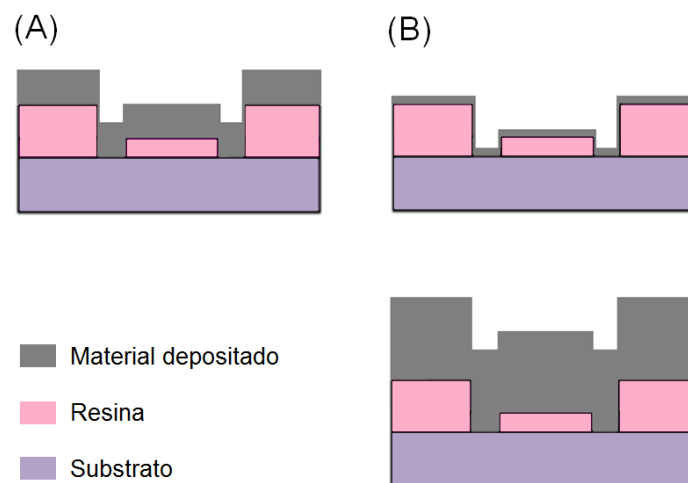


Figura 12. (A) Ejemplo de relación adecuada entre el espesor total de resina, el perfil litografiado y el espesor de material depositado. (B) Un proceso de fabricación incorrecto puede involucrar haber depositado un espesor de material superior o inferior al requerido dado el perfil de resina.

Otros factores importantes a tener en cuenta durante el proceso de fabricación en comparación con las estructuras bidimensionales involucran aspectos tales como comprobar antes de litografiar el aspecto y color de la resina (directamente relacionado con su espesor), o cuidar el modo en que se realiza el lift-off. El hecho de que las estructuras queden suspendidas sobre el sustrato las hace más delicadas durante este procedimiento, que puede llegar a arrancar la estructura por completo, por lo que resulta inadecuado el uso de ultrasonidos en este paso.

Por todo ello, en la realización de estructuras tridimensionales no solo se hace necesaria una mayor minuciosidad en los métodos sino que además es indispensable llevar a

cabo un estudio previo en el que se identifique lo que se pretende hacer, los medios a disposición, y establecer las directrices a seguir para su logro.

El método de la doble resina, explicado en el capítulo 2, resulta de gran interés en el desarrollo de este tipo de estructuras. La distinta sensibilidad electrónica de dos resinas diferentes, curadas encima del sustrato de modo que la más sensible sea la capa más externa, generará un perfil de tipo “T” al contacto con el haz de electrones que facilitará la consecución de estructuras con voladizo. Basándonos en ello, se han recubierto sustratos de silicio (100) con PMMA seguido de una capa de MMA, resina esta última más sensible a los electrones. La resina PMMA ha sido dispersada sobre el sustrato durante 1 minuto a 4800 r.p.m. y curada durante 80 segundos a 180°C en una placa térmica. A continuación, se ha dispersado la capa de MMA durante 1 minuto a 2500 r.p.m., que posteriormente ha sido curada en la placa térmica durante 80 segundos a 150°C. La muestra resultante es de este modo una bicapa de resina de 200 nm de espesor de PMMA y 400 nm de espesor de MMA (figura 13), según indicaciones del fabricante.



Figura 13. Esquema de la muestra resultante tras el recubrimiento con resina.

Como se ha mencionado previamente, el espesor de resina total, suma de ambas, es un elemento clave en el proceso y ha de guardar una relación de equilibrio con el perfil que se va a exponer y con el espesor de material que se va a depositar. Durante el proceso de enresinado de los sustratos, se ha podido comprobar que el color de las muestras recubiertas de resina varía en una gama de colores que va desde el azul al granate (figura 14), que a su vez no es homogéneo en toda su superficie. Esta dispersión de espesores según la muestra, que puede deberse en parte a la temperatura alcanzada por el centrifugador en cada tanda afectando a la viscosidad de la resina, puede suponer una diferencia de hasta 87 nm de variación en el espesor total, como se verá más adelante en diferentes medidas tomadas en un perfilómetro. Por ello, una identificación previa al litografiado del color de la resina llevada a cabo en este punto, resulta un método rápido y apropiado de asegurar en primera instancia una fabricación reproducible y exitosa.

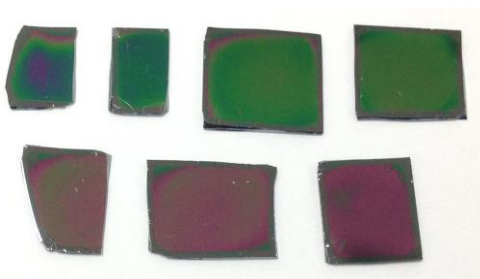


Figura 14. Variedad de sustratos recubiertos por PMMA + MMA. Las diferencias de color indican variaciones en el espesor de la resina depositada.

Una vez recubiertos los substratos con resina, se procede a litografiar los puentes mediante litografía electrónica, siempre fijando el haz sobre una zona de la muestra de aspecto homogéneo. El patrón litografiado se observa en la figura 15, el cual consta de dos zonas de distinta dosis aplicada para la consecución de los pilares y la pasarela de unión. La región rayada se corresponde con la dosis necesaria para la obtención de las pasarelas (de ahora en adelante, “dosis de pasarela”). Las zonas azules, incluidas en los extremos de esta región, se corresponden con la dosis extra (de ahora en adelante “dosis de pilar parcial”) necesaria para la obtención de los pilares, que ha de exponer la totalidad del espesor de resina hasta el substrato. El litografiado de los pilares realizado de este modo y como suma de las dos dosis (dosis de pilar total = dosis de pasarela + dosis de pilar parcial) conlleva una mayor homogeneidad del puente en la unión entre los pilares y la pasarela.

Estos puentes, con dimensiones que van desde las 2 a las 8 micras de longitud, y pilares de 1 x 1 micra a 4 x 3 micras, son reproducidos a lo largo de plantillas de 200 x 200 micras en las que se va variando la dosis de área de las pasarelas y de pilar parcial, con el fin de calibrar la dosis idónea. Los parámetros de exposición empleados son 25 kV, un *area step size* de 0,036 micras, distancia de trabajo de 12 mm, distancia de la muestra a la fuente de electrones de 12 mm, corriente del haz de 50 pA a 130 pA (según el estado del haz), *spot size* de 375, corriente del filamento de tungsteno de 2,15~2,75 A, y diafragma de 20 micras.

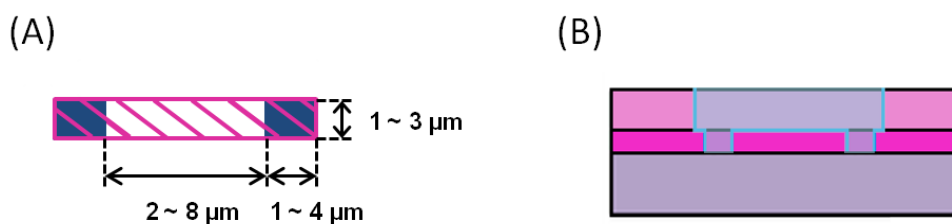


Figura 15. (A) Patrón de litografiado de los puentes. La zona azul y la región rayada indican las dos capas de distinta dosis empleada para exponer los pilares y las pasarelas. (B) Vista del perfil en resina esperado tras la exposición del patrón.

Tras la exposición, la resina expuesta es revelada sumergiendo la muestra durante 55 segundos en una solución 1:1 metilisobutilcetona (MIBK)/alcohol isopropílico (IPA), proceso que es detenido con un consecutivo baño en alcohol isopropílico y posterior secado con nitrógeno.

Para comprobar cómo ha resultado el proceso de litografiado, una inspección visual con un microscopio óptico resulta un método no invasivo de gran utilidad para descartar dosis inadecuadas (figura 16). De este modo, es fácilmente apreciable cuándo una dosis es insuficiente, o en qué grado están afectando los efectos de proximidad. Minimizar en la medida de lo posible este efecto de dispersión de electrones, mediante una minuciosa calibración de las dosis, es importante para asegurar unas estructuras de perfiles abruptos, uniformes y de las dimensiones deseadas.

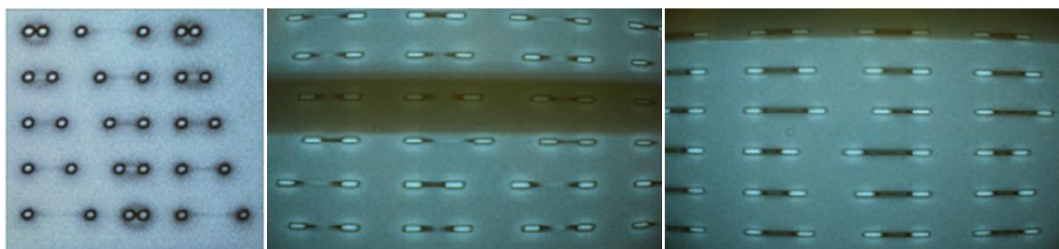


Figura 16. Imágenes de microscopía óptica de distintas muestras tras el revelado.

Una vez identificado un rango de dosis en el cual se aprecia una exposición homogénea, de dosis aparentemente suficiente, y poca contribución del efecto de proximidad, se litografían con estas dosis áreas cuadradas en nuevas muestras con resina (figura 17), que posteriormente son analizadas mediante un perfilómetro.

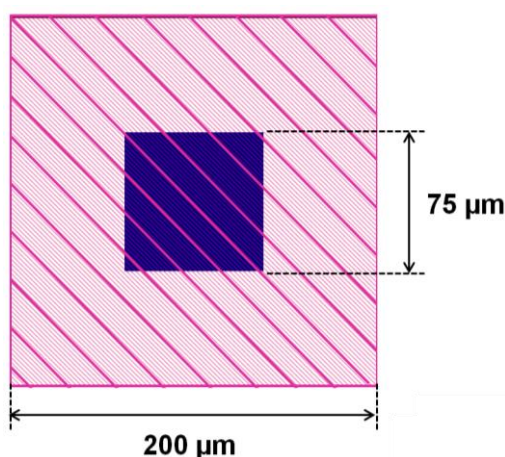


Figura 17. Patrón litografiado compuesto por un marco expuesto con la dosis correspondiente a la pasarela del puente, y un cuadrado central expuesto con la dosis recibida por los pilares (dosis pasarela + dosis pilar parcial).

Estos patrones, compuestos por un cuadrado central de 75 micras de lado expuesto con la dosis total recibida por los pilares, y un marco externo de 62,5 micras expuesto a la dosis de las pasarelas, tienen como finalidad:

- Comprobar que la dosis de los pilares es suficiente para exponer la totalidad del espesor de la resina y calar hasta el sustrato.
- Comprobar que la exposición y el tiempo de revelado son adecuados de modo que no queden restos de resina, impidiendo la adherencia de la estructura sobre el sustrato.
- Caracterizar cómo es el perfil resultante de la exposición en la resina. El perfil resultante de la combinación de ambas dosis definirá las dimensiones del contorno de los puentes que se van a crecer. Por otra parte, independientemente de la apariencia estética del propio puente, un perfil abrupto facilitará su obtención al favorecer

durante el lift-off la ruptura de la unión entre estas estructuras y la lámina continua de material depositado sobre la superficie de la muestra enresinada.

- En vista del perfil obtenido, fijar de acuerdo a éste el espesor del material que se va a crecer.

En la figura 18 se observan dos de estos patrones, litografiados sobre la misma muestra, con diferentes dosis correspondientes a la pasarela de 30 y 50 $\mu\text{A}\cdot\text{s}/\text{cm}^2$, y la misma dosis de pilar parcial de 450 $\mu\text{A}\cdot\text{s}/\text{cm}^2$ aplicada a posteriori sobre el cuadrado central. Los perfiles de los mismos se han obtenido mediante un perfilómetro realizando varios barridos longitudinales tanto en la zona central como en el marco. Se puede observar cómo para el patrón de dosis de pasarela 30 $\mu\text{A}\cdot\text{s}/\text{cm}^2$ (figura 18A) se tiene un perfil abrupto de 500 nm de profundidad total, en el que la dosis de 30 $\mu\text{A}\cdot\text{s}/\text{cm}^2$ ha expuesto alrededor de 300 nm de resina, mientras que la dosis total recibida por el cuadrado central de 30 + 450 $\mu\text{A}\cdot\text{s}/\text{cm}^2$ ha servido para calar hasta el sustrato, a tenor de la baja rugosidad registrada en esta zona del orden de las unidades de nanómetro. Con estas características, este perfil resulta compatible con un espesor de material depositado de alrededor de 250 nm. Por otra parte, se observa que la resina expuesta tiene una rugosidad del orden de los 30 nm. En cuanto al patrón expuesto con dosis de pasarela de 50 $\mu\text{A}\cdot\text{s}/\text{cm}^2$ (Figura 18D), se comprueba que esta dosis ya es suficiente para exponer todo el espesor de resina, al no observarse presencia de escalón.

Asimismo, también se ha observado que para dos muestras preparadas en la misma tanda, expuestas con los mismos parámetros, con un espesor total de resina similar y reveladas durante el mismo tiempo, el escalón resultante en el perfil medido puede variar en unos 50 nm (figuras 19B y 19C). Por otra parte, revelar la muestra durante 20 segundos más (figura 19A) no influye significativamente en el contorno del perfil litografiado, al no apreciarse signos de suavizado ni de ensanchamiento en los perfiles, aunque sí es posible que contribuya a reducir la altura del escalón litografiado.

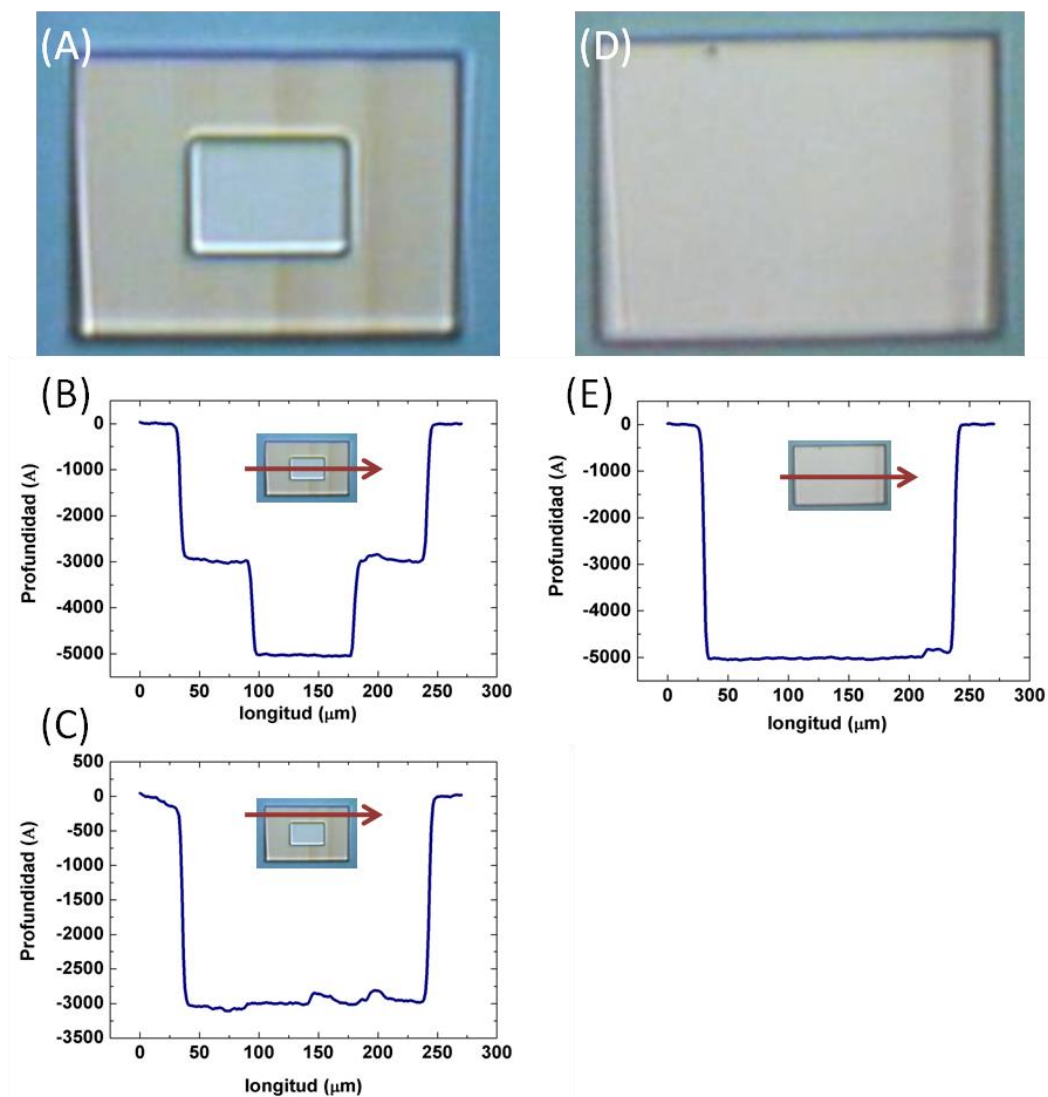


Figura 18. (A) Imagen de microscopio óptico del patrón expuesto con dosis de pasarela de $30 \mu\text{A}\cdot\text{s}/\text{cm}^2$ y posterior dosis de pilar parcial sobre el cuadrado central de $450 \mu\text{A}\cdot\text{s}/\text{cm}^2$. (B) Perfil obtenido tras un barrido longitudinal de la zona central del patrón expuesto de la imagen (A). (C) Perfil obtenido tras un barrido longitudinal a lo largo del marco del patrón expuesto de la imagen (A). (D) Imagen de microscopio óptico del patrón expuesto con dosis de pasarela de $50 \mu\text{A}\cdot\text{s}/\text{cm}^2$ y posterior dosis de pilar parcial sobre el cuadrado central de $450 \mu\text{A}\cdot\text{s}/\text{cm}^2$. (E) Perfil obtenido tras un barrido longitudinal de la zona central del patrón expuesto de la imagen (D).

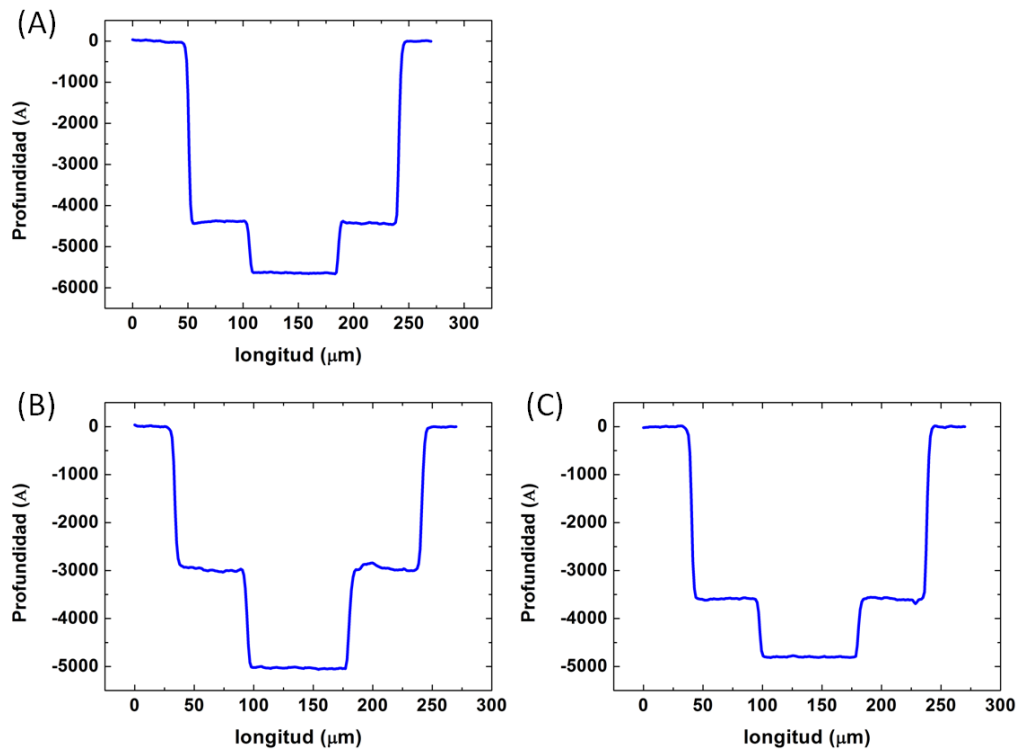


Figura 19. Perfiles obtenidos para tres muestras preparadas en la misma tanda con dosis de pasarela de $30 \mu\text{A}\cdot\text{s}/\text{cm}^2$, dosis de pilar parcial de $450 \mu\text{A}\cdot\text{s}/\text{cm}^2$ y (A) 75 segundos de revelado (B, C) 55 segundos de revelado.

Esta variación en el espesor expuesto habiendo aplicado la misma dosis y fijado el mismo tiempo de revelado, a pesar de restar precisión a la fabricación y resultado final, es no obstante asumible dentro de los amplios espesores de material que hemos de depositar dados estos perfiles, de centenares de nanómetros. Aun así, una comprobación más fina y precisa puede ser llevada a cabo antes de realizar el crecimiento mediante microscopía de fuerza atómica. La figura 20 muestra el negativo de un puente de 6 micras de longitud sobre la resina una vez revelado, obtenido mediante AFM. Este puente ha sido expuesto con dosis de pasarela de $35 \mu\text{A}\cdot\text{s}/\text{cm}^2$ y dosis de pilar parcial de $60 \mu\text{A}\cdot\text{s}/\text{cm}^2$. Los perfiles adquiridos muestran un espesor total de la resina de 560 nm y la presencia de un escalón de unos 200 nm, cuya rugosidad superficial alcanza los 45 nm y en el cual se aprecia la huella de los barridos longitudinales del haz de electrones durante la exposición. A su vez, resulta adecuado y compatible con un espesor de material depositado de al menos unos 250 nm.

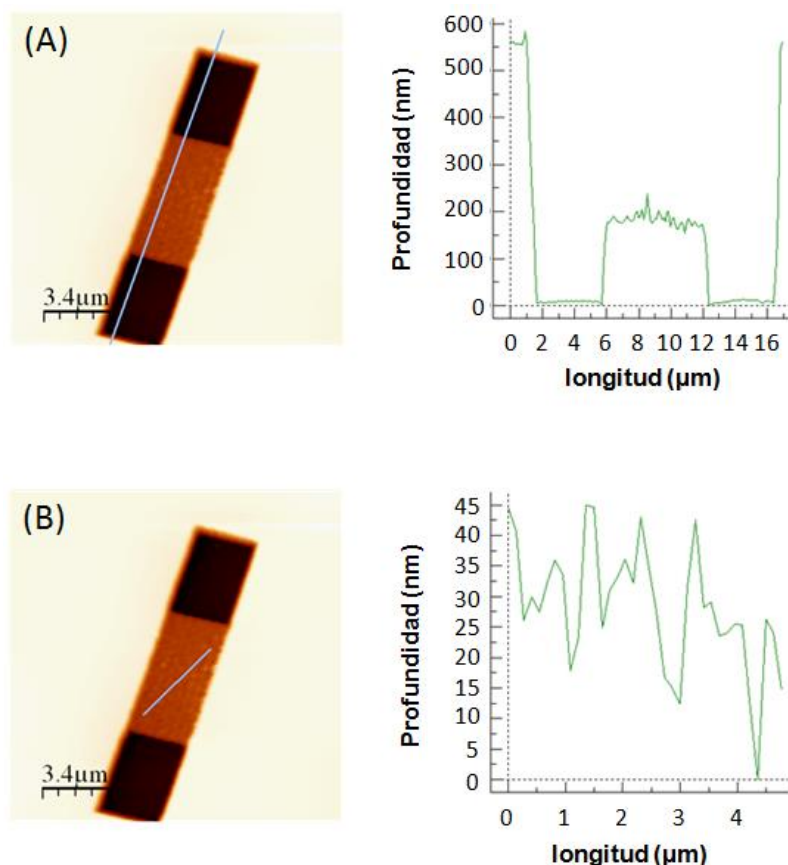


Figura 20. Imagen AFM de la resina tras el revelado de un puente de 6 micras de longitud de levadizo. (A) Perfil correspondiente a un barrido longitudinal. (B) Perfil correspondiente a un barrido sobre la zona de resina parcialmente expuesta que conforma la pasarela.

De este modo, una vez caracterizadas las dosis y perfiles resultantes, se depositan mediante pulverización catódica 250 nm de cobalto de un blanco situado a incidencia normal sobre las muestras litografiadas con puentes de diferentes dimensiones. El crecimiento se realiza en una posición del portamuestras más cercana al blanco, de modo que éste se efectúe en menor tiempo ahorrando material. La potencia del blanco de cobalto se fija en 0,16 kW, y la presión de Ar durante todo el proceso es de $2,9 \cdot 10^{-3}$ mbar. La calibración de espesor a una posición diferente a la estándar (impidiendo el uso de la balanza de cuarzo) se ha realizado mediante un depósito previo sobre un sustrato parcialmente recubierto con cinta de nitruro de carbono. Tras la retirada del trozo de cinta, el escalón de material resultante se ha medido con un perfilómetro, estimando así la relación entre tiempo de depósito y espesor a una potencia dada.

Tras el crecimiento se deja reposar la muestra durante 15 minutos en la cámara de pulverización, para minimizar efectos de oxidación al exponer directamente la muestra aún caliente al aire. A continuación se extrae y se realiza el proceso de lift-off sumergiéndola en un baño de acetona. Debido a la complejidad de estas estructuras únicamente ancladas al sustrato por sus extremos, no es aconsejable el uso de ultrasonidos en este paso, bastando con agitar enérgicamente la muestra en el recipiente con acetona. Se ha podido comprobar que dejar en reposo la muestra durante horas en el disolvente no constituye una especial

mejora en la facilidad con la que se lleva a cabo el lift-off. Sin embargo, resulta efectivo emplear un utensilio puntiagudo con el que tocar suavemente los bordes del substrato para propiciar que se desprenda la lámina continua de material depositado, como puede ser un palillo de madera. Los restos de acetona sobre la muestra son limpiados posteriormente tras un baño de la muestra en IPA.

Algunos de los puentes obtenidos aplicando este método se observan en la figura 21, estando la dosis de pasarela comprendida entre 30 y 55 $\mu\text{A}\cdot\text{s}/\text{cm}^2$ y la dosis de pilar parcial entre 50 y 75 $\mu\text{A}\cdot\text{s}/\text{cm}^2$, con los parámetros de exposición y crecimiento mencionados anteriormente. Se ha logrado obtener puentes de 3 micras de anchura y pilares de 4x3 micras, de espesor en torno a los 250 nm, con levadizos de hasta 8 micras de longitud levantados hasta 260 nm sobre la superficie del substrato.

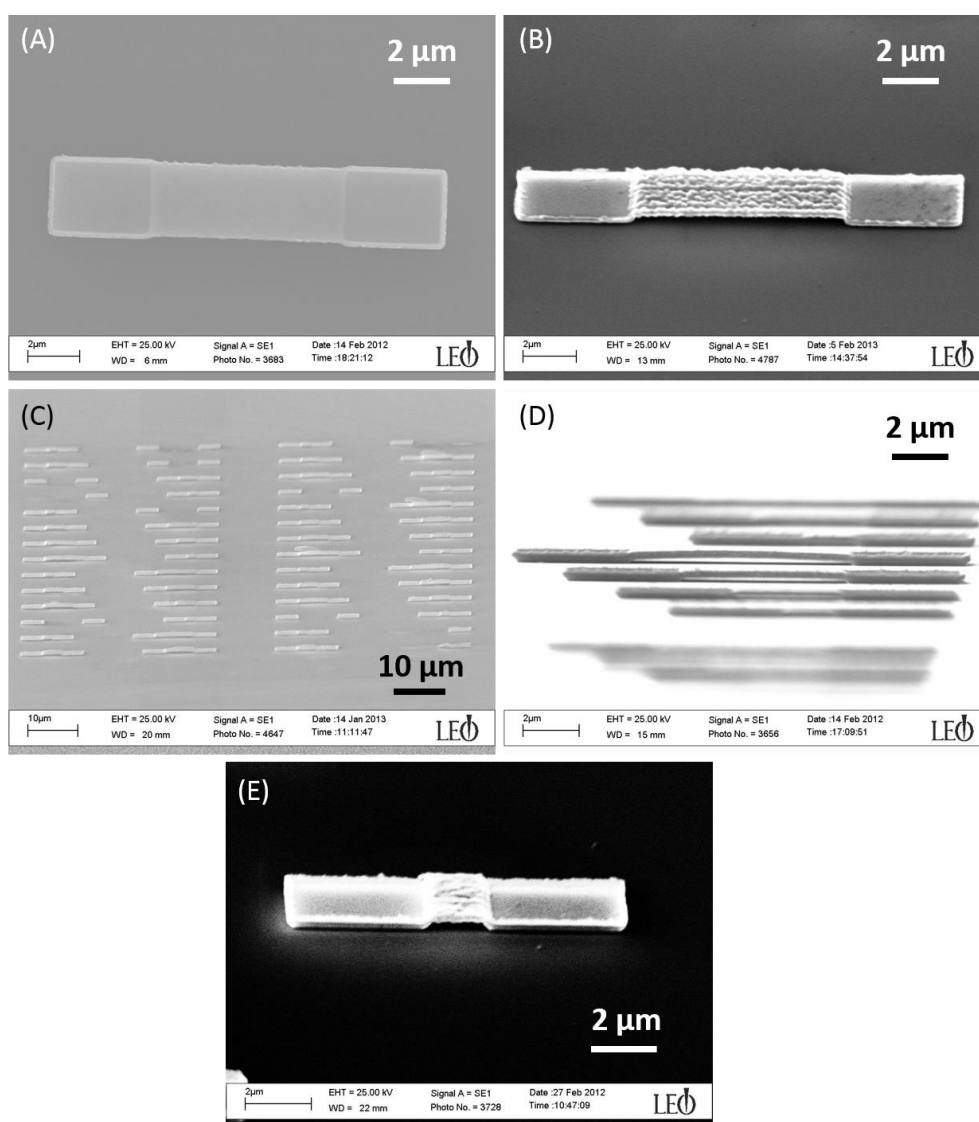


Figura 21. (A) Vista a incidencia normal de un puente de 7 μm de longitud de levadizo. (B) Vista a incidencia oblicua de un puente de 7 μm de longitud de levadizo. (C) Vista oblicua de un patrón de puentes de diferentes longitudes de levadizo entre 2 y 8 μm . (D) Vista a 90 grados de incidencia de un conjunto de puentes. Se observa claramente la elevación de los puentes sobre la superficie del substrato, de unos 260 nm. (E) Vista oblicua de un puente de 2 μm de longitud de levadizo.

La reproducibilidad en la obtención así como la tasa de supervivencia resultan razonables, como muestran las imágenes de la figura 22, correspondientes a muestras preparadas en diferentes tandas, con los mismos parámetros de exposición, y con distintos métodos de curación de resina. La resina de las muestras de la figura 22B y la figura 22C ha sido curada mediante horno siguiendo los tiempos y temperaturas establecidos por el fabricante (curado de la resina PMMA durante 30 minutos a 170°C y posterior curado de la capa de doble resina PMMA+MMA durante 30 minutos a 140°C). Los resultados obtenidos no muestran una diferencia significativa entre las muestras cuya resina ha sido curada mediante placa térmica, en comparación con el curado mediante horno siguiendo los tiempos y temperaturas especificados por el fabricante. Es por ello que se prefiere el empleo de la placa térmica, debido a la mayor rapidez de este método de curado.

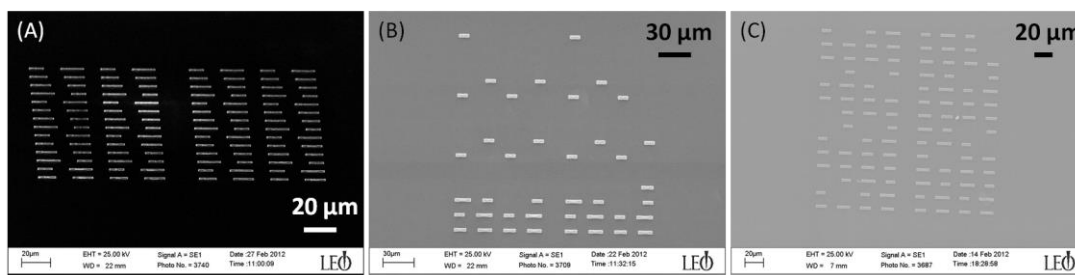


Figura 22. Mismo patrón de puentes litografiado sobre tres muestras distintas con los mismos parámetros de exposición y resina curada mediante (A) placa térmica (B, C) horno.

Por otra parte, cabe resaltar el pequeño grado de variabilidad en la dosis de pasarela a la cual se obtienen los puentes, comprendida entre 30 y 55 $\mu\text{A}\cdot\text{s}/\text{cm}^2$. Según la muestra, la dosis crítica a la cual empiezan a sobrevivir los puentes varía ligeramente dentro de este rango. Este hecho puede provenir de la variación de espesor de la resina, así como, en menor grado, de una ligera imprecisión en la dosis aplicada durante la exposición debida a variaciones de la corriente del haz, y podría explicar la especialmente baja supervivencia en algunas muestras como la mostrada en la figura 22B. Por esta razón es recomendable llevar un control previo al crecimiento del espesor de resina dispersado en el caso de que se desee afinar la fabricación de estas estructuras. En cualquier caso, es posible asegurar prácticamente al 100% la supervivencia de puentes sobre una muestra litografiando varios patrones con diferentes dosis dentro del rango mencionado (figura 23). Ha de tenerse en cuenta por otro lado que dosis mayores implican mayor supervivencia pero voladizos menos elevados, lo cual puede hacer interesante explorar también de esta manera el límite inferior de dosis particular de las muestras enresinadas. A pesar de que la supervivencia sea menor para estas dosis más bajas, al dificultar la ruptura de la estructura de la lámina continua de material depositado, este barrido de dosis resulta especialmente indicado en el caso en que se requiera como mínimo 1 puente suficientemente elevado para un estudio determinado.

En cuanto a la dosis de pilar parcial, resulta una dosis menos crítica, pues dentro del rango 50 - 75 $\mu\text{A}\cdot\text{s}/\text{cm}^2$ en el que se ha trabajado apenas se aprecia una diferencia significativa en cuanto a efectos de proximidad que alteren significativamente la zona de unión con las pasarelas ni el contorno de los pilares de los puentes.

De este modo, dada una muestra cuyo espesor de resina no ha sido calibrado previamente, es posible asegurar la obtención de puentes fijando una misma dosis de pilar parcial situada en el rango $50 - 75 \mu\text{A}\cdot\text{s}/\text{cm}^2$, y haciendo variar la dosis de pasarela entre 30 y $55 \mu\text{A}\cdot\text{s}/\text{cm}^2$ a lo largo de varios patrones. Las pequeñas dimensiones de los puentes hacen que su exposición sea muy rápida, por lo que esta manera de proceder, litografiando como mínimo unos tres patrones de distinta dosis de pasarela por muestra, resulta una manera cómoda y rápida para la fabricación de estas estructuras, aun no teniendo el dato del espesor concreto de la resina de la muestra, pero sabido su rango de variación que es compensado con este barrido de dosis de pasarela.

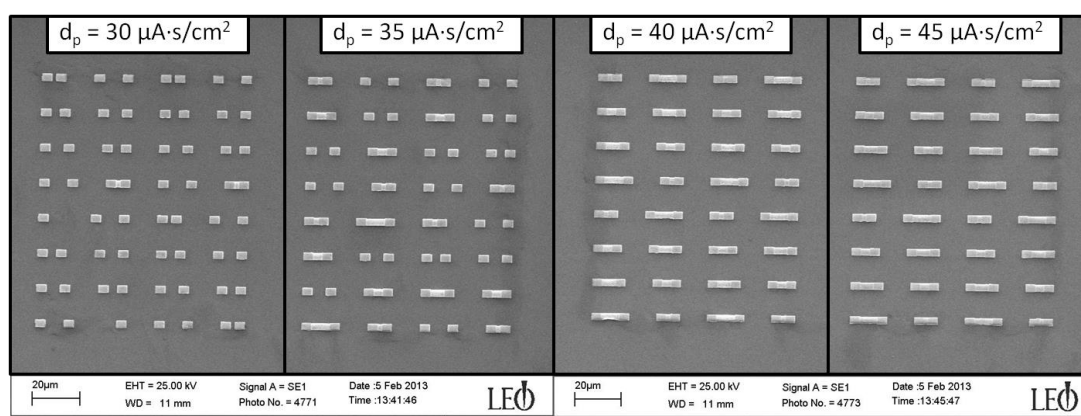


Figura 23. Supervivencia de los puentes de una misma muestra en función de la dosis de pasarela (d_p), fijada la misma dosis de pilar parcial de $60 \mu\text{A}\cdot\text{s}/\text{cm}^2$.

En un segundo plano, también se ha conseguido, en las primeras pruebas de fabricación y optimización del método, la obtención de puentes de 1 micra de anchura y pilares de 1×1 micras, de 400 nm de espesor, con levadizos de hasta 5 micras de longitud y levantados hasta 200 nm sobre el substrato (figura 24).

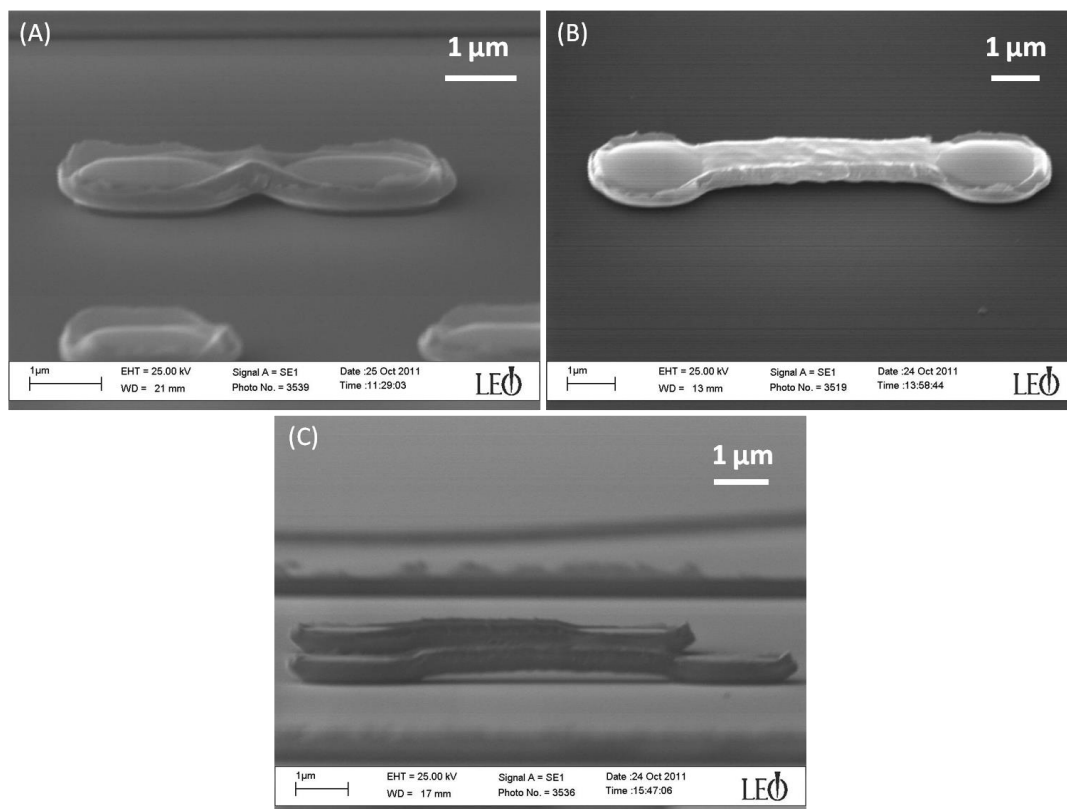


Figura 24. Imagen SEM a incidencia oblicua de un puente de 1 μm de anchura y (A) 1 μm de longitud de levadizo. (B) 5 μm de longitud de levadizo. (C) La imagen SEM a 80° de incidencia de dos puentes de 1 μm de anchura y 4,5 y 2,5 μm de longitud de levadizo muestra una elevación de los mismos de unos 200 nm sobre la superficie del sustrato.

Como se observa en las imágenes de SEM, la rugosidad presente en la resina sobre la que se asienta el levadizo (caracterizada en la figura 20) es transferida al material originando puentes cuyos levadizos tienen una alta rugosidad en comparación con los pilares. A su vez, las estructuras fabricadas mediante este método presentan unos bordes elevados debido al depósito de material en las paredes de los perfiles modelados en la resina. Una caracterización mediante AFM muestra la magnitud de estos dos efectos (figura 25). El barrido transversal de un pilar de uno de estos puentes muestra unos bordes que se elevan hasta los 500 nm, en consonancia con el espesor total de la resina empleada. Un barrido sobre la pasarela levadiza proporciona un valor de la rugosidad superficial del orden de decenas de nanómetros, compatible con la rugosidad de la resina sobre la cual se depositó, a la vez que conserva la huella de las exposiciones longitudinales del haz.

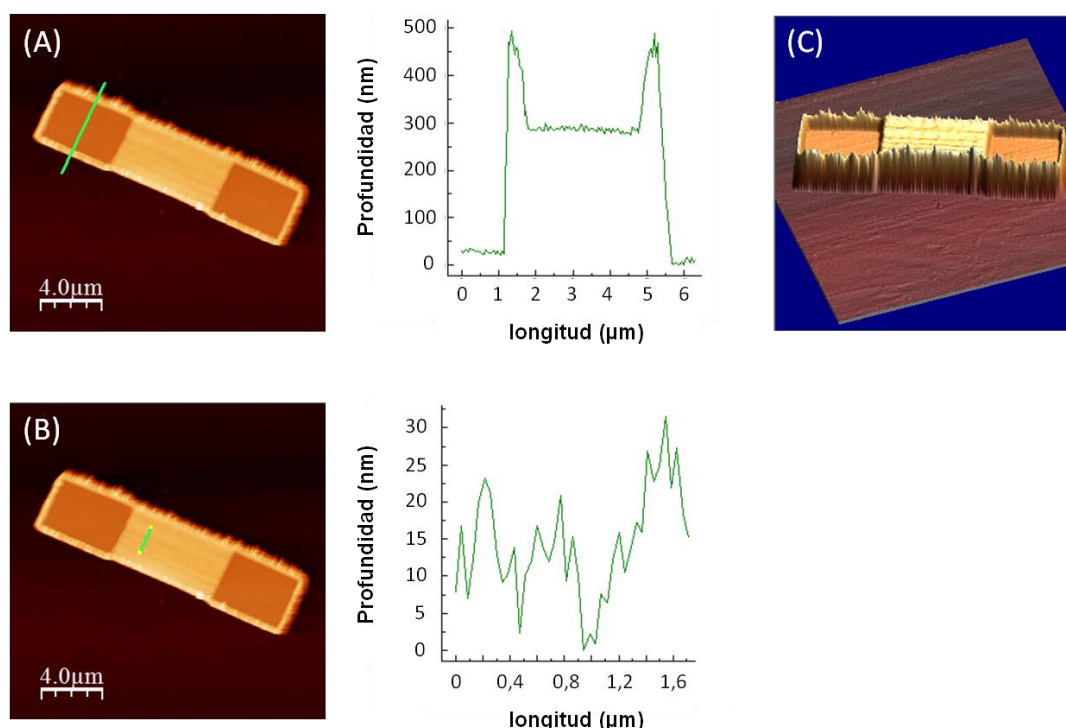


Figura 25. Imagen AFM de un puente de 6 μm de longitud de levadizo. (A) Perfil correspondiente a un barrido transversal al pilar. (B) Perfil correspondiente a un barrido sobre la pasarela levadiza. (C) Representación 3D de la morfología del puente.

La presencia de estos bordes dificulta la caracterización del magnetismo de estas estructuras mediante microscopía magneto-óptica de efecto Kerr, debido a su alta reflectividad que afecta a la toma de mediciones. Es por ello que para el estudio magnético mediante microscopía Kerr se hace no solo necesario atender a la resolución propia del microscopio, sino tener en cuenta además cuánta es la influencia de este efecto. A pesar de que la resolución del microscopio permite la caracterización de estructuras de 1 micra, los bordes impiden la correcta medición de los puentes de estas dimensiones. Una anchura de puente de 3 micras resulta adecuada para comprobar la respuesta magnética a través de este medio (figura 26). El ciclo de histéresis obtenido en la zona de la pasarela aplicando un campo magnético en dirección longitudinal muestra una estructura magnéticamente blanda y de fácil imanación, con un campo de saturación en torno a los 10 mT y un campo coercitivo del orden de los 3 mT. Una caracterización adicional mediante microscopía de fuerza magnética (MFM) revela una distribución uniforme y aleatoria de los momentos magnéticos en remanencia (figura 26C) y la polarización del puente tras aplicarse un campo magnético longitudinal (figura 26D).

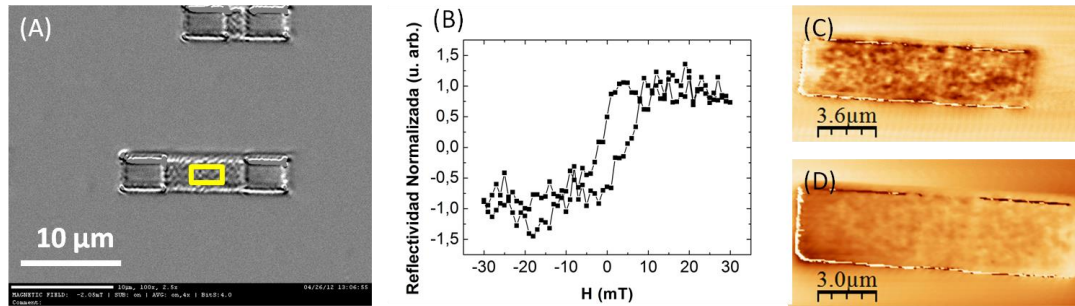


Figura 26. (A) Imagen de microscopía óptica de un puente de 6 μm de longitud de levadizo y 3 μm de ancho. El recuadro de la imagen se corresponde con la zona seleccionada para la medición del ciclo de histéresis mostrado en (B). (B) Ciclo de histéresis obtenido sobre la pasarela del puente aplicando un campo magnético longitudinalmente a la estructura. (C) Imagen MFM del estado de remanencia magnética de un puente de 4 μm de longitud de levadizo y 3 μm de ancho. (D) Imagen MFM del puente de 4 μm de longitud de levadizo y 3 μm de ancho aplicado un campo magnético longitudinal.

Una vez establecido y optimizado el método de fabricación de los puentes, es posible ir un paso más allá conectando uno de estos puentes por sus extremos a una pista inferior previamente litografiada, conformando así un circuito magnético en dos niveles. La fabricación de este tipo de circuitos constituye una tarea más laboriosa que involucra llevar a cabo dos procesos litográficos y de crecimiento consecutivos. En un primer paso se litografían las pistas sobre los substratos recubiertos de resina, junto con cruces que servirán para asegurar el posterior alineado de los puentes sobre las mismas. Tras el revelado y posterior depósito de material mediante pulverización catódica, se obtienen estos motivos mediante lift-off. A continuación la muestra resultante es de nuevo recubierta de resina, sobre la cual, y utilizando las cruces de alineamiento estampadas en el paso anterior, se litografían los puentes, que son finalmente obtenidos tras el revelado, crecimiento, y lift-off.

De este modo, ha sido preparado el patrón de exposición de la figura 27. Los circuitos constan de una pista inferior en forma de "S", de manera que su magnetismo pueda ser caracterizado con los métodos de microscopía habituales (efecto Kerr, MFM), sin obstaculización por parte del puente superior. Los extremos de estas pistas son solapados por los pilares de los puentes, cuyo voladizo sobrevuela transversalmente el tramo central de las mismas. Por otra parte, los extremos de las pistas han sido ensanchados para favorecer un correcto solapamiento con los puentes. Tres cruces de alineación se establecen en las esquinas del área de exposición de 200 x 200 micras.

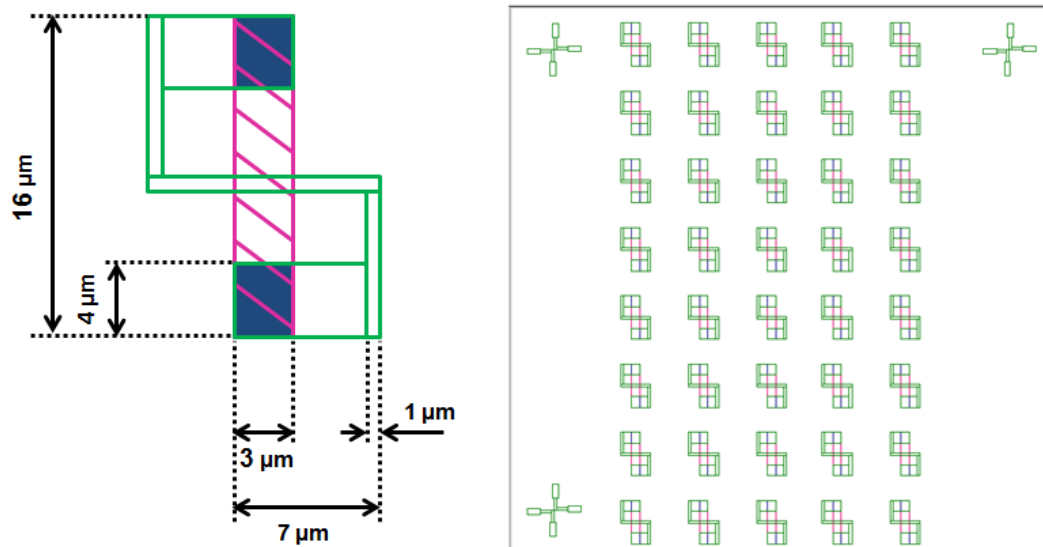


Figura 27. Patrón de circuitos expuesto y detalle del circuito. En una primera exposición se litografían las pistas y cruces de alineamiento (áreas verdes), y en una segunda exposición se litografían los puentes (áreas azules y áreas rosas).

Para la fabricación de las pistas y cruces de alineamiento, se recubren substratos de silicio (100) con resina PMMA en un centrifugador a 4800 r.p.m. durante 1 minuto; la capa de resina resultante es curada durante 80 segundos en una placa térmica a 180°C. A continuación se litografían las pistas cuyas dimensiones totales son de 16 x 11 micras, y las cruces de alineamiento de 10 micras de radio. Los parámetros de exposición son 25 kV, dosis de área de 250 $\mu\text{A}\cdot\text{s}/\text{cm}^2$, *area step size* de 0,036 micras, distancia de trabajo de 12 mm, distancia de la muestra a la fuente de electrones de 12 mm, corriente del haz de 135,7 pA, *spot size* de 375, corriente del filamento de tungsteno de 2,65 A, y el diafragma empleado es de 20 micras. El revelado de la resina expuesta se realiza sumergiendo la muestra durante 50 segundos en una solución 1:3 MIBK/IPA, seguido de un baño en IPA.

Seguidamente, se crecen mediante pulverización catódica 40 nm de espesor de cobalto de un blanco de Co puro situado a incidencia normal. El espesor ha sido calibrado previamente con el uso de una balanza de cuarzo. La potencia del blanco de cobalto durante el crecimiento es de 0,12 kW, y la presión de Ar se mantiene en $2,9\cdot 10^{-3}$ mbar. Se deja reposar la muestra durante 15 minutos antes de extraerla de la cámara de pulverización, y finalmente se obtienen los motivos litografiados mediante lift-off en acetona con ultrasonidos. Los restos de acetona son limpiados mediante un sucesivo baño en IPA. Imágenes SEM de la muestra resultante pueden ser observadas en la figura 28.

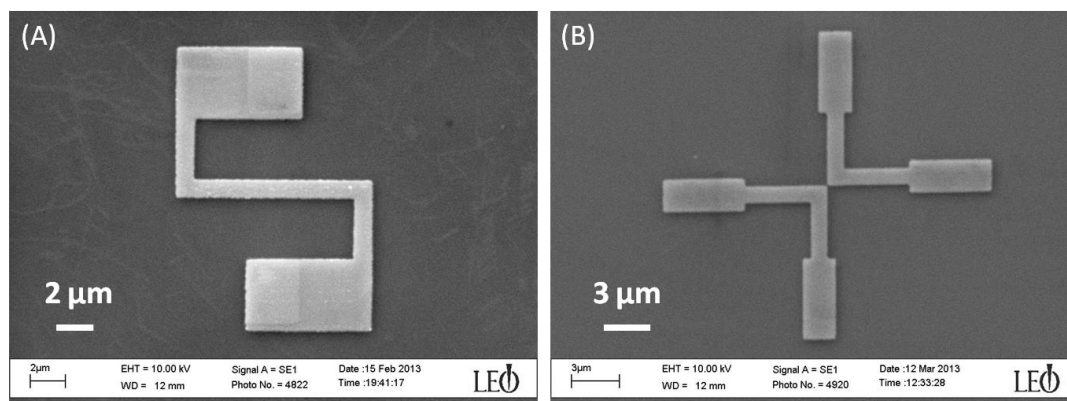


Figura 28. (A) Imagen SEM de la pista inferior del circuito. (B) Imagen SEM de una cruz de alineamiento.

El método de fabricación de los circuitos prosigue con el recubrimiento de resina de la muestra litografiada. Esta vez se utilizan ambas resinas PMMA y MMA, siguiendo el proceso previamente establecido para la obtención de puentes. El litografiado de los puentes, de 8 micras de levadizo y pilares de 4 x 3 micras, se realiza de igual modo, a excepción de un procedimiento previo de alineado tomando como referencia las cruces crecidas en el paso anterior. El espesor de resina empleado, así como su contraste electrónico y el correspondiente al cobalto, hacen posible la visión mediante SEM de estas cruces enterradas bajo la capa de resina. Con el fin de no sobreexponer la resina que recubre las pistas intentando alinear directamente los puentes sobre las mismas, así como aumentar la precisión del alineado, estas tres cruces son fijadas como referencia de coordenadas mediante el software del microscopio. De este modo, el propio software establece las coordenadas exactas donde ha de realizar la exposición, dirigiendo el cañón de electrones hacia la posición requerida. Los parámetros de exposición empleados son 25 kV, dosis de pilar parcial de 60 $\mu\text{A}\cdot\text{s}/\text{cm}^2$, varias dosis de pasarela de entre 30 a 55 $\mu\text{A}\cdot\text{s}/\text{cm}^2$ barridas a lo largo del mismo patrón, *area step size* de 0,036 micras, distancia de trabajo de 12 mm, distancia de la muestra a la fuente de electrones de 12 mm, corriente del haz de 117,7 pA, *spot size* de 375, corriente del filamento de tungsteno de 2,65 A, y diafragma de 20 micras. La resina expuesta es revelada tras un baño de 55 segundos en 1:1 MIBK/IPA y posterior baño en IPA.

El crecimiento de los puentes se lleva a cabo con el depósito de 250 nm de espesor de cobalto mediante pulverización catódica. La muestra se sitúa en posición cercana al blanco de Co puro, situado a incidencia normal. La potencia del blanco es de 0,16 kW durante el crecimiento y la presión de argón de $2,9\cdot 10^{-3}$ mbar. Tras el depósito la muestra se deja reposar durante 15 minutos en la cámara de pulverización antes de extraerla. Las estructuras se obtienen tras lift-off en acetona agitando firmemente la muestra dentro del recipiente y con la ayuda de un palillo de madera.

El sistema fabricado siguiendo este procedimiento se muestra en la figura 29A. Como se puede observar en la imagen SEM, el puente obtenido está correctamente suspendido sobre la pista, conectando ambos extremos. Además, la rugosidad superficial del voladizo, homogénea a lo largo del mismo, sugiere que ambas estructuras no están en contacto entre sí.

El resultado es por tanto satisfactorio; sin embargo, de cara a la fabricación de circuitos magnéticos, aún es necesario un mayor grado de perfección en la obtención de estos sistemas, garantizando unos extremos perfectamente alineados y conectados por una unión completamente limpia y lo más uniforme posible. Por otro lado, resultaría conveniente la reducción de la rugosidad del puente. Este camino queda abierto y pendiente de continuación, a la vez que abre paso a la fabricación y estudio de otro tipo de motivos y estructuras tridimensionales que pueden ser modelados siguiendo el mismo método (figura 29).

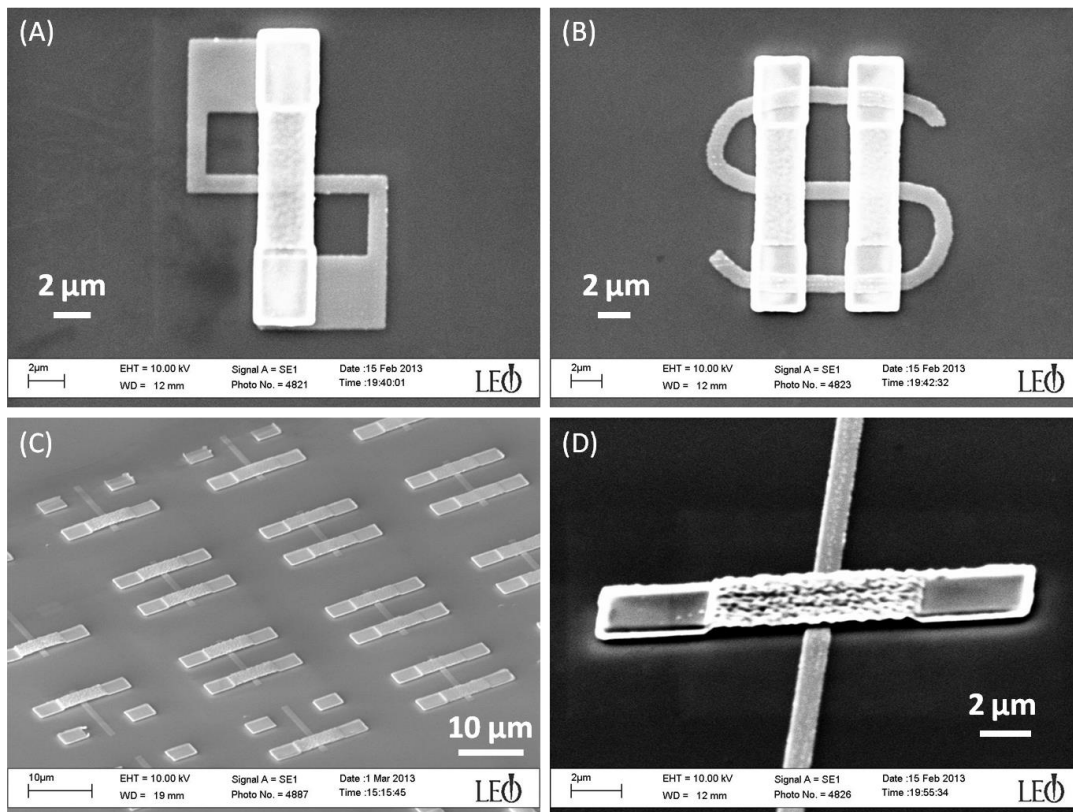


Figura 29. (A) Imagen SEM del circuito litografiado. (B, C, D) Distintos sistemas tridimensionales que pueden ser diseñados aplicando el mismo procedimiento de fabricación.

5.3. Control de anclaje con los puentes 3D

Dentro del campo de la transmisión de información por medios magnéticos, múltiples estudios centran su atención en el desarrollo de dispositivos lógicos basados en el desplazamiento de paredes magnéticas [2,3]. En la implementación de este tipo de dispositivos, un total control de la dinámica de la pared es necesario para asegurar la reproducibilidad y con ello la fiabilidad de los mismos. Siguiendo este enfoque y aprovechando los conocimientos adquiridos en la fabricación de estructuras tridimensionales, este apartado se centra en explorar la interacción magnética que los puentes 3D producen sobre microhilos, así como la posibilidad de que constituyan una opción a tener en cuenta en la creación de dispositivos lógicos de modo que se pueda controlar el anclaje de las paredes de dominio del microhilo. Este anclaje basado en estructuras 3D sería una alternativa a los métodos de anclaje más tradicionales, basados en el uso de estrechamientos [6], agujeros [7], modulaciones de

espesor [8] o nanoimanes de proximidad [9] y se enmarca en la tendencia actual a añadir más grados de libertad a los dispositivos bidimensionales [2,5].

Con este fin, han sido litografiados sistemas compuestos de un puente de cobalto que cruza perpendicularmente sobre una pista de cobalto, ambos sin contacto entre sí (figura 30). Estos sistemas son fabricados mediante una doble exposición. Primeramente se litografían parejas de microhilos de 50×3 micras junto con las cruces de alineado, y una vez llevado a cabo el crecimiento de estas estructuras, se litografían puentes de 8 micras de longitud de voladizo y pilares de 4×3 micras sobre un microhilo de cada par, con la finalidad de mantener una pista sin puente como referencia. Para una mejor caracterización por microscopía Kerr, en este estudio se ha elegido una anchura de los microhilos de 3 micras, puesto que microhilos de menores dimensiones (como el mostrado en la figura 29D) se ha comprobado que hacen difícil la correcta visualización de los procesos de inversión de imanación de los mismos.

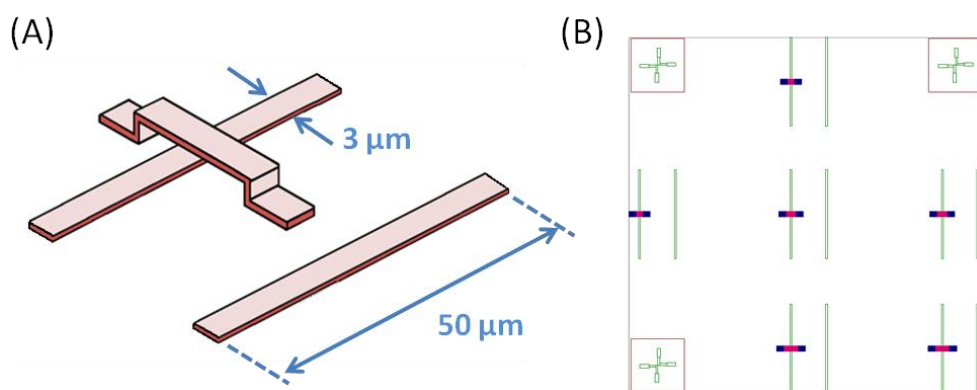


Figura 30. (A) Esquema del sistema litografiado (B) Patrón de exposición.

De este modo, se lleva a cabo el procedimiento establecido en el apartado anterior para la fabricación de este tipo de sistemas en dos pasos litográficos. Substratos de silicio son recubiertos con resina PMMA, sobre los cuales se exponen las pistas y cruces con los mismos parámetros reflejados anteriormente. Tras el revelado, se crecen 40 nm de cobalto mediante pulverización catódica con un blanco de Co puro a incidencia normal y a $0,12 \text{ kW}$, siendo la presión de Ar de $2,9 \cdot 10^{-3} \text{ mbar}$. La muestra obtenida tras el lift-off se enresina nuevamente con sendas capas de PMMA y MMA, y es a continuación litografiada con los puentes empleando los parámetros de exposición ya mencionados en el anterior apartado. Se realiza el revelado y se crecen 250 nm de cobalto mediante pulverización catódica a $0,16 \text{ kW}$ y $2,9 \cdot 10^{-3} \text{ mbar}$ de presión de Ar, tras lo cual se lleva a cabo finalmente el lift-off. Imágenes SEM de la muestra resultante se observan en la figura 31. La perspectiva de la figura 31B, tomada inclinando el portamuestras del SEM 85 grados, revela puentes completamente suspendidos y separados de las pistas. Como referencia de dosis, cabe mencionar que la dosis de pasarela correspondiente a los puentes de las imágenes es de $35 \mu\text{A} \cdot \text{s}/\text{cm}^2$.

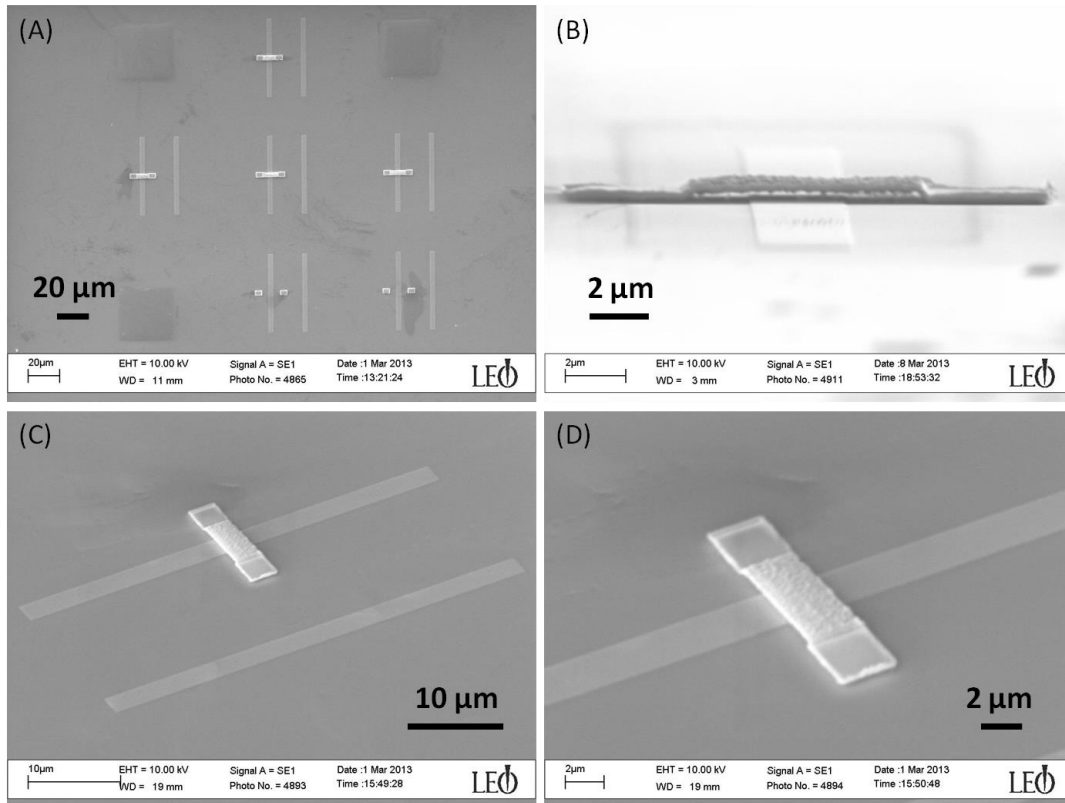


Figura 31. (A) Imagen SEM del patrón litografiado. (B) Vista a 85 grados del sistema microhilo + puente. (C, D) Vista a 60 grados del sistema.

El proceso de inversión de la imanación en la pista de uno de estos sistemas se caracteriza posteriormente mediante microscopía Kerr. El ciclo de histéresis correspondiente a uno de estos microhilos, aplicado el campo magnético longitudinalmente, demuestra la presencia de un eje de fácil imanación con campos coercitivos del orden de 5 mT (figura 32).

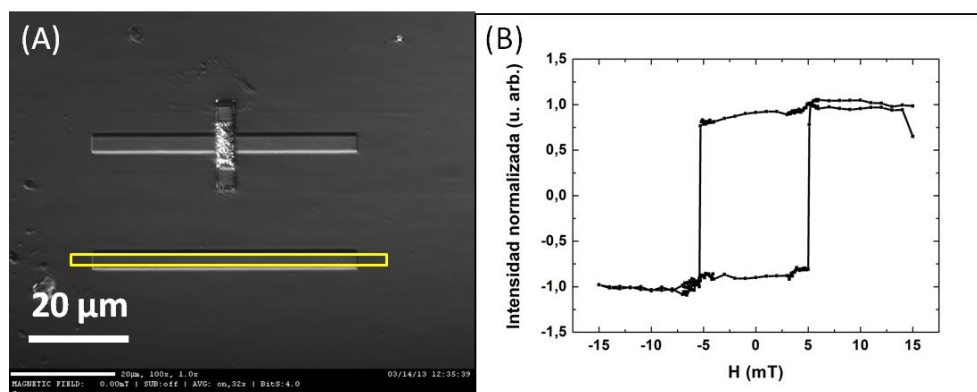


Figura 32. (A) Imagen de microscopio óptico de uno de los sistemas litografiados. El recuadro de la imagen se corresponde con la zona donde se ha medido el ciclo de histéresis mostrado en (B), correspondiente a la totalidad del microhilo sin puente. (B) Ciclo de histéresis de un microhilo obtenido aplicando el campo magnético en dirección longitudinal al mismo.

A continuación, se realizan sobre este sistema varios ciclos de histéresis para distintas configuraciones entre la dirección del campo magnético aplicado, los microhilos, y la

sensibilidad magnética del microscopio (figura 33). Dos son las configuraciones para las que se aprecia un comportamiento relevante e inusual en la inversión de la imanación de las pistas: cuando el campo es aplicado longitudinalmente al microhilo, y cuando forma un ángulo de 45 grados con las pistas.

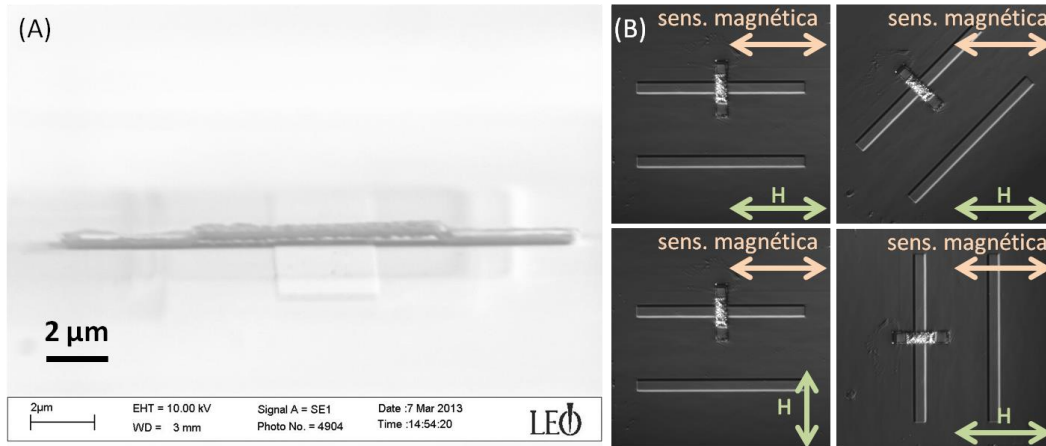


Figura 33. (A) Imagen SEM a incidencia rasante del sistema cuyo microhilo ha sido caracterizado mediante efecto Kerr. Se puede observar la pequeña separación entre puente y microhilo. (B) Esquema de las distintas configuraciones medidas.

Cuando el campo es aplicado longitudinalmente, y coincidiendo con la dirección de sensibilidad magnética del microscopio, los cambios de contraste presentes en las imágenes de microscopía se corresponden con los cambios en el sentido de la imanación de dominios longitudinales. Este contraste es obtenido restando a la imagen medida para cada valor del campo magnético una imagen realizada a un campo para el cual el sistema está saturado. Tomada una imagen a saturación positiva, una región de contraste oscuro se corresponderá entonces con dominios magnéticos orientados en el eje positivo. En contraposición, una región con un contraste claro se corresponderá con dominios orientados en sentido negativo. Se han tomado en esta geometría 13 ciclos de histéresis variando el campo en pasos de 0,2 mT en el intervalo entre 6 mT y -6 mT, y en pasos de 1,0 mT entre 6 mT a 15 mT y -6 mT a -15 mT, con un promediado de 16 imágenes. De las imágenes de los ciclos obtenidas, es posible observar cómo la propagación de la pared magnética a lo largo del hilo puede ser anclada en la posición donde se encuentra el puente (figura 34A). Sin embargo, este fenómeno no es reproducible en todos los ciclos medidos, y se ha observado únicamente en las ramas ascendentes de los ciclos. De esta forma, se tiene que el proceso de inversión de la imanación de las pistas no es constante, ya que no se produce de igual modo en todos los ciclos de histéresis medidos, y dentro de un mismo ciclo la inversión puede ser diferente en cada rama (tabla 1).

El mismo fenómeno de anclaje puede ser observado cuando el campo magnético aplicado forma un ángulo de 45 grados con el eje geométrico de las pistas (figura 34B). En este caso, de los siete ciclos medidos, puede comprobarse que la frecuencia de anclaje es menor. A su vez, también se observa una menor frecuencia de anclaje cuanto más elevado se encuentra el puente sobre el microhilo, como se demuestra de las medidas tomadas para el sistema de la Figura 31B.

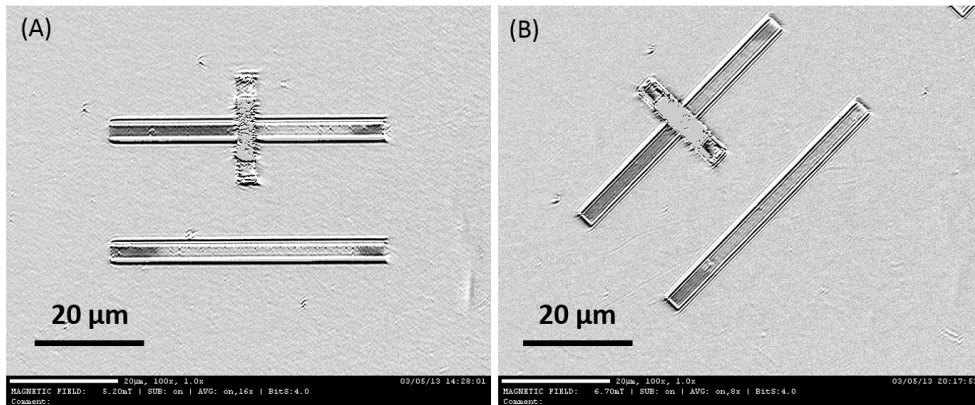


Figura 34. Anclaje de la pared de dominio (A) cuando el campo magnético se aplica en dirección longitudinal a los microhilos (B) cuando el campo magnético forma un ángulo de 45 grados con los microhilos.

	Hc Rama Descendente	Hc Rama Ascendente
Ciclo 1	 1º -5,3 mT 2º -7,0 mT	 1º 4,5 mT 2º 5,3 mT 3º 5,8 mT
Ciclo 2	 1º -4,6 mT 2º -5,0 mT	 1º 4,6 mT 2º 5,7 mT
Ciclo 3	 1º -5,3 mT 2º -5,5 mT	 1º 4,2 mT 2º 4,9 mT 3º 6,2 mT
Ciclo 4	 1º -5,2 mT 2º -5,5 mT	 1º 4,7 mT 2º 4,9 mT

Tabla 1. Casuística de los procesos de inversión de los microhilos para cuatro ciclos medidos en la configuración en la cual el campo se aplica en dirección longitudinal a los mismos. El color rojo indica la zona cuya imanación se invierte primero y el campo al que se produce la inversión. El color naranja y el verde se corresponden con las zonas que se invierten en segundo y tercer lugar.

En vista de los resultados obtenidos, resulta intuitivo apuntar al campo de fugas generado por la imanación del puente como causante del fenómeno de anclaje en los hilos. Es por ello que para un estudio completo del sistema habría de tenerse en cuenta además el estado magnético del puente, así como tener la capacidad de identificar y controlar el mismo. Por otra parte, también se hace patente la necesidad de un mayor control del proceso de inversión de la imanación de los microhilos. Un modelado de los mismos en forma de “aguja”, consistente en añadir en un extremo un óvalo de dimensiones ligeramente mayores que la pista y acabar el extremo opuesto en ángulo agudo, permite predefinir el lugar de nucleación de los dominios y el sentido de propagación de la pared magnética [10]. La imanación en esta región ovalada añadida se invierte a campo más bajos que el resto de la pista, propiciando que los dominios empiecen a nuclearse en esta zona y que la pared magnética se desplace desde la misma a lo largo de toda la pista. El extremo acabado en punta supone a su vez un garante extra para asegurar que los dominios se comiencen a nuclear en el extremo contrario.

Dadas estas consideraciones, se procede a fabricar nuevas muestras siguiendo los pasos habituales. Se utilizan los mismos parámetros de litografiado y de crecimiento del caso anterior. El sistema crecido (figura 35A) consta de parejas de microhilos de cobalto de 40 nm de espesor modelados en forma de aguja de 68 micras de longitud total, óvalos de 10 x 14 micras y punta de 6 micras de longitud formando un ángulo de aproximadamente 25 grados. Un puente de cobalto de 8 micras de longitud de voladizo, 3 micras de anchura, pilares de 4 x 3 micras y espesor de 250 nm cruza sobre una de las pistas. Las imágenes de SEM de la muestra resultante (figura 35B) confirman la ausencia de contacto entre ambas estructuras, situándose el puente unos 200 nm por encima de la superficie del microhilo.

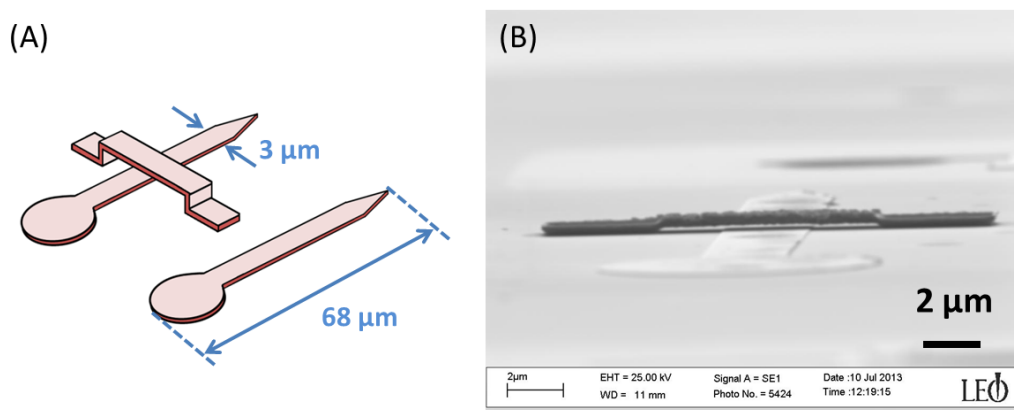


Figura 35. (A) Esquema del sistema puente + microhilo con extremos asimétricos. (B) Imagen SEM a incidencia rasante del sistema. Puede comprobarse la ausencia de contacto entre el microhilo y el puente.

A diferencia del caso anterior, en esta ocasión se considera y hace variar el estado magnético del puente, estudiando cuál es su efecto sobre la inversión de la imanación de los microhilos. Para ello, se aplica un campo magnético de $H_0=0,53$ T en diferentes orientaciones con el fin de inducir distintas configuraciones magnéticas en el puente una vez en remanencia. Las orientaciones de H_0 que se han considerado son seis (Figura 36A): en el plano longitudinal (denotado por L) y transversal (denotado por T) al microhilo, y perpendicular al microhilo (denotado por P), teniendo en cuenta ambos sentidos (denotados por los signos + y -).

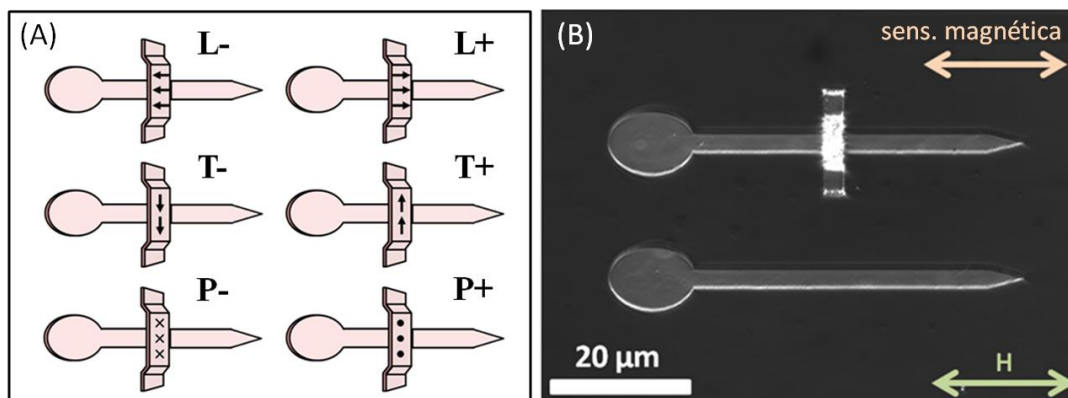


Figura 36. (A) Esquema de las seis configuraciones de imanación del puente medidas: en el plano paralelo al eje del microhilo (L), en el plano perpendicular al eje del microhilo (T) y fuera del plano (P), para ambos signo positivo y negativo. (B) Imagen de microscopía óptica del sistema. Las flechas indican la dirección del campo magnético aplicado y la dirección de sensibilidad magnética.

A continuación, para cada una de estas configuraciones magnéticas del puente en remanencia, se toman nuevamente una serie de imágenes mediante microscopía Kerr correspondientes a un ciclo de histéresis entre -15 mT y 15 mT aplicado en la dirección longitudinal a las pistas (figura 36B). Al igual que en el caso anterior, las variaciones de contraste de las imágenes medidas se corresponden con la variación de orientación de dominios magnéticos longitudinales, al ser la sensibilidad magnética paralela a la dirección del campo aplicado. Las imágenes se toman variando el campo en pasos de 0,1 mT en el intervalo entre 13 mT y -13 mT, y en pasos de 1,0 mT entre 13 mT a 15 mT y -13 mT a -15 mT, con un promediado de 8 y 2 imágenes en cada intervalo, respectivamente. La imagen en saturación restada a la imagen medida para obtener el contraste requerido se obtiene a -15 mT, de manera que un contraste claro (oscuro) de la pista se corresponde con dominios orientados en el eje positivo (negativo).

Fijando primeramente la atención sobre uno de los microhilos sin puente, se puede observar en las imágenes medidas cómo la inversión de su imanación tiene lugar con la nucleación de los dominios en la zona ovalada del mismo, y la posterior propagación de la pared magnética desde esta región, que en un solo paso de 0,1 mT consigue revertir por completo la imanación del hilo. El ciclo de histéresis obtenido en esta geometría (figura 37) muestra un eje de fácil imanación con campos coercitivos entre 6 y 10 mT.

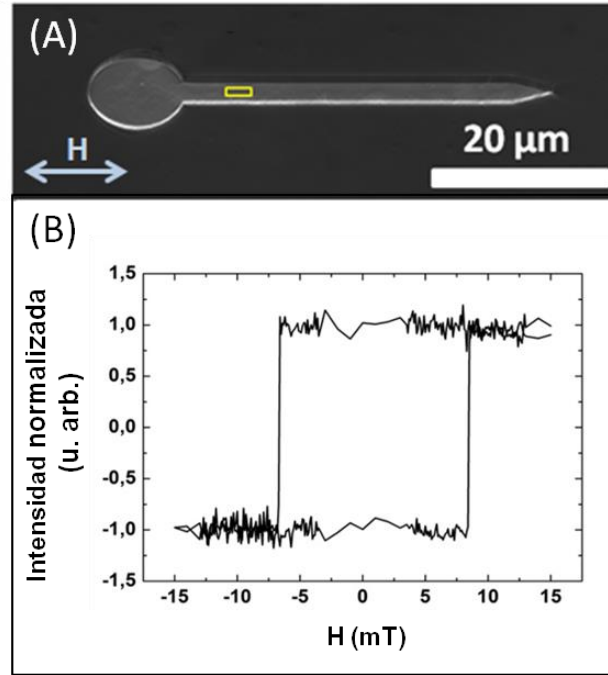


Figura 37. (A) Imagen de microscopía óptica de un microhilo de cobalto. (B) Ciclo de histéresis medido por microscopía Kerr en el recuadro amarillo del microhilo mostrado en (A). El campo magnético se aplica en la dirección del eje del microhilo.

Nos centramos ahora en un microhilo cruzado por un puente preparado previamente en el estado de remanencia L+. La inversión de la imanación del microhilo a lo largo de la rama ascendente del ciclo de histéresis aplicado se puede observar en la figura 38. Dado que se ha tomado la imagen de referencia a saturación negativa, las regiones de contraste claro se corresponden con dominios magnéticos longitudinales orientados en el eje positivo, mientras que las regiones oscuras se corresponden con dominios orientados en sentido negativo. El proceso comienza en -15 mT con el hilo saturado negativamente, y progresivamente se va aumentando el campo hasta alcanzar la remanencia. A 0 mT el contraste uniforme de la imagen indica que la imanación aún se mantiene en la misma orientación que en el estado saturado de partida. Alcanzados los 2 mT, se empiezan a nuclear dominios en la región ovalada del microhilo, como demuestran las zonas de contraste claro presentes en la imagen. Estos dominios crecen a medida que aumenta el campo hasta llegar a 6,6 mT, campo a partir del cual se produce la propagación de la pared de dominio desde el extremo de nucleación hasta la posición del puente, instantáneamente en un solo paso de campo. Este fenómeno de anclaje por parte del puente que deriva en una inversión parcial de la imanación a lo largo del microhilo se mantiene hasta los 10 mT de campo aplicado. Alcanzados los 10 mT la imanación del microhilo se revierte completamente, encontrándose ya saturado positivamente en su totalidad, como se deviene del contraste claro y homogéneo observado a lo largo de todo el hilo. La imanación del otro microhilo de la pareja, sin presencia de puente, se invierte por completo a un campo de 11,40 mT, dejando de manifiesto cierta variabilidad en el campo coercitivo al que se invierten los microhilos.

Al hacer decrecer el campo desde +15 mT hasta -15 mT, por el contrario, no se aprecia ningún efecto de anclaje en la propagación de la pared, revertiéndose la imanación de todo el

microhilo atravesado por el puente en un solo paso de campo de 0,1 mT a -7,60 mT, equiparándose al comportamiento del microhilo sin puente. El hecho de que no se observen cambios de contraste sobre los puentes sirve de indicativo para asegurar que el estado magnético L+ del mismo se mantiene a lo largo de todo el ciclo aplicado.

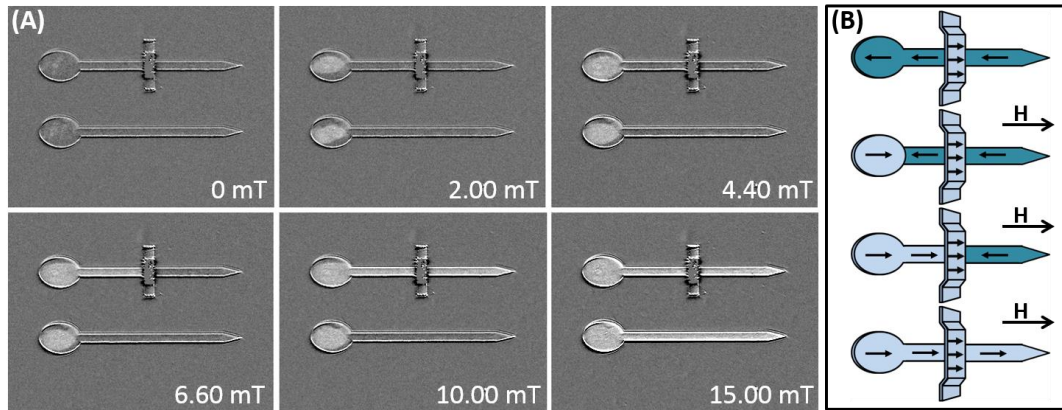


Figura 38. (A) Secuencia de imágenes de microscopía Kerr del proceso de inversión de la imanación de un microhilo de cobalto con el puente en configuración L+. El campo se ha ido incrementando desde -15 mT hasta 15 mT. Nótese el efecto de anclaje de la pared magnética en la posición del puente a 6,60 mT. (B) Esquema del proceso de inversión de la imanación en el microhilo.

Este fenómeno de anclaje de la pared magnética en el microhilo puede ser también observado cuando el puente se prepara en el estado de remanencia L-. En este caso, por el contrario, el anclaje se produce en la rama descendente del ciclo de histéresis (figura 35A).

Medidos más de 80 ciclos para cada una de estas dos configuraciones L, se observa que cuando la muestra es preparada en el estado de remanencia L+, tras haber aplicado el campo previo de $H_0=0,53$ T longitudinalmente en sentido positivo, el anclaje de la pared magnética tiene lugar en la rama ascendente del ciclo de histéresis del microhilo con una probabilidad del 94%, mientras que en la rama descendente la probabilidad de anclaje es del 0%. Por el contrario, cuando la muestra se prepara en el estado de remanencia L-, habiendo aplicado el campo H_0 longitudinalmente en sentido negativo, el anclaje de la pared se produce en la rama descendente del ciclo con un 83% de probabilidad, frente al 0% de probabilidad en la rama ascendente (figura 39).

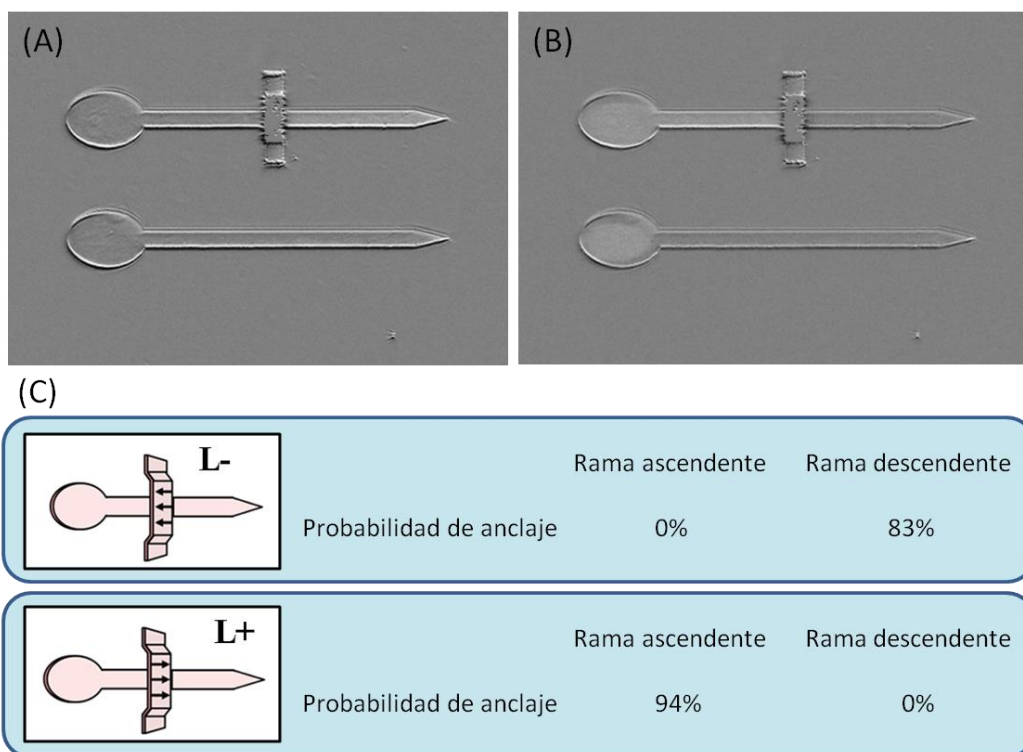


Figura 39. Anclaje de la pared de dominio en la posición del puente para el puente en configuración L- (A) y L+ (B). (C) Probabilidades de anclaje para las configuraciones L- y L+ de imanación del puente.

Las estadísticas del efecto de anclaje en ambas configuraciones L se muestran en la figura 40. La propagación de la pared desde la zona de nucleación hasta la posición del puente tiene lugar de media a un campo de $7,5 \pm 0,6$ mT con el puente en estado de remanencia L+, y a un campo de $-7,4 \pm 0,6$ mT con el puente en estado de remanencia L-. En cuanto a la duración del anclaje, este se mantiene durante una media de $\Delta H = 2,6 \pm 0,8$ mT en el caso del puente en el estado L+, y durante una media de $\Delta H = 2,6 \pm 1,2$ mT con el puente en estado L-.

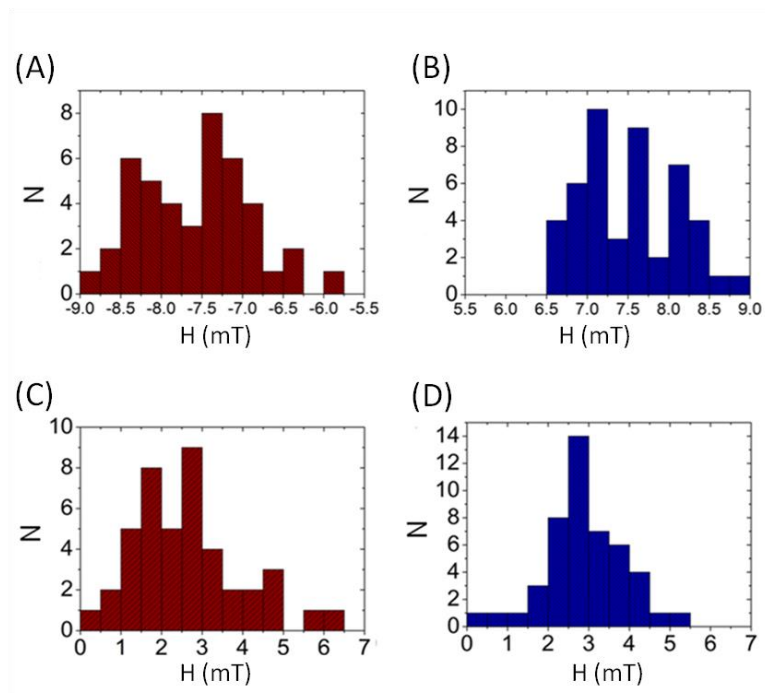


Figura 40. Histogramas de número de eventos: Campo de propagación de la pared desde la zona de nucleación hasta la posición del puente para el puente en configuración L- (A) y L+ (B). Intervalo de campo durante el cual se mantiene anclada la pared para el puente en configuración L- (C) y L+ (D).

Para las demás configuraciones de remanencia del puente estudiadas, correspondientes a los estados T y P, apenas se observa efecto de anclaje (figura 41). Medidos más de 30 ciclos de histéresis, los resultados obtenidos muestran no solo una bajísima probabilidad de anclaje, sino además una probabilidad similar en ambas ramas del ciclo del microhilo. En la configuración T-, hay una probabilidad de anclaje de la pared del 6% en la rama descendente, frente a un 3% en la rama ascendente. En la configuración T+ no se observa fenómeno de anclaje. Por otro lado, en la configuración P-, la probabilidad de anclaje en la rama descendente es del 9%, mientras que en la rama ascendente es del 16%. Finalmente, en la configuración P+, la probabilidad de anclaje en la rama descendente es del 12%, frente al 9% de la rama ascendente.

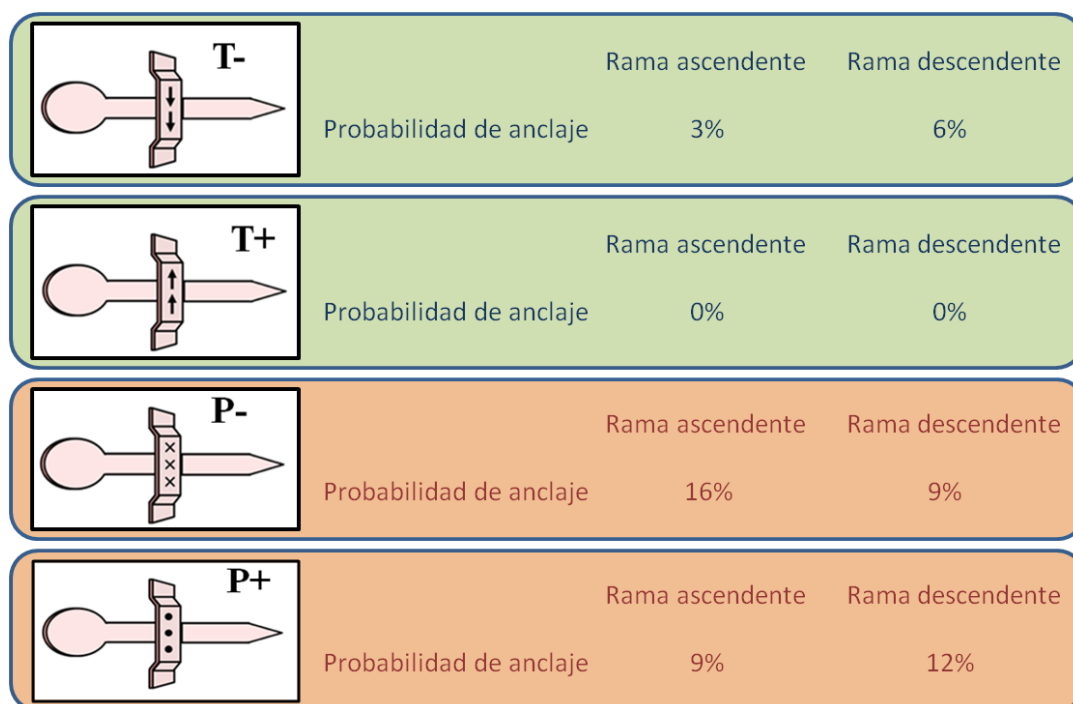


Figura 41. Probabilidades del efecto de anclaje para las configuraciones T y P de imanación del puente.

En vista de los comportamientos y estadísticas observados para las distintas configuraciones de remanencia del puente, no queda duda en apuntar directamente al campo de fugas generado por su estado de imanación como el origen de los procesos de anclaje en el microhilo. Como se infiere de la estadística llevada a cabo, la configuración de remanencia para la cual el anclaje es óptimo se corresponde con los estados L, para los cuales se tiene la máxima amplitud de la componente del campo de fugas a lo largo del eje geométrico del hilo.

En el estado de remanencia L+, donde la imanación del puente es positiva y paralela al eje del microhilo, el campo de fugas local en la posición del microhilo, unos 200 nm por debajo del puente, es igualmente paralelo al microhilo pero de signo negativo. Es por ello que la propagación de la pared de dominio a lo largo del hilo es frenada para los campos positivos de la rama de ascenso del ciclo de histéresis, debido a la reducción del campo local, originando el fenómeno de anclaje observado. Por el contrario, durante la rama de descenso del ciclo, el campo de fugas local refuerza los campos negativos aplicados que impulsan el movimiento de la pared de dominio a lo largo del microhilo, de manera que en esta situación no se aprecian efectos de anclaje.

Del mismo modo, en el estado de remanencia L- para el cual el signo del campo de fugas en la posición del microhilo es positivo, el proceso de anclaje es favorecido a lo largo de la rama de descenso del ciclo de histéresis, como así demuestran las medidas experimentales.

Para el resto de estados de remanencia, el campo de fugas generado por el puente en la posición del hilo no es suficientemente elevado (en el caso de los estados P) ni tiene una componente en la dirección del eje del microhilo (en el caso de los estados T) como para favorecer el anclaje de la pared de dominio.

Por tanto, aplicar al sistema un campo magnético suficientemente elevado en la dirección del eje de los microhilos (caso de los estados de remanencia L) permite un control in-situ de la propagación de la pared de dominio, posibilitando la selección entre anclar la pared a campos negativos o positivos tantas veces como se desee. Es por ello que estas estructuras tridimensionales representan una buena alternativa a tener en cuenta para su uso como mecanismo de anclaje de paredes de dominio.

Capítulo 6

Caracterización magnética de láminas continuas y multicapas TR-MT mediante magnetometría y dicroísmo magnético circular

En este capítulo se estudia cómo la interacción de canje, junto a la interacción spin-órbita, combinadas con la existencia de entornos de anisotropía aleatoria, dan lugar a distintas configuraciones magnéticas en sistemas amorfos tierra rara – metal de transición que son analizadas mediante una combinación de medidas XMCD y de magnetometría.

6.1. Introducción

Tras los estudios realizados y expuestos en capítulos anteriores en torno a las aleaciones amorfas tierra rara-metal de transición como son NdCo_5 , $\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}$ y $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}$, resulta interesante llevar a cabo el comienzo de un estudio fundamental y teórico acerca del magnetismo de este tipo de sistemas amorfos. Como se ha comentado y puesto de manifiesto a lo largo de esta tesis, la diferente tierra rara empleada da lugar a configuraciones magnéticas específicas que originan diferentes propiedades y comportamientos de la aleación con el campo aplicado. Por un lado, la distinción entre tierra rara pesada y ligera, dependiendo de si su capa 4f está más o menos que semillena, produce que el momento orbital se acople antiparalelamente ($J=L-S$, en el caso de TR pesada) o paralelamente a su espín ($J=L+S$, en el caso de TR ligera), de acuerdo a las reglas de Hund [1,2]. Dado que el momento de espín de las TR tiende a acoplarse antiparalelamente al espín del cobalto debido al canje indirecto, esta situación hace que el acoplamiento entre el momento total de la TR y del Co (interacción 3d-4f) sea ferromagnético en las TR ligeras y antiferromagnético en las pesadas. Además, en el caso de aleaciones amorfas de TRCo, es de esperar que el fuerte canje ferromagnético 3d-3d haga que todos los espines del cobalto estén alineados entre sí paralelamente, mientras que el efecto del campo cristalino aleatorio, tenderá a orientar el momento de la TR (con $L \neq 0$) según su eje de anisotropía local. Todo esto, unido a la interacción indirecta 3d-4f anteriormente mencionada, producirá la aparición de acoplamientos esperimagnéticos entre el Co y la TR, orientándose los momentos de la TR en forma de cono alrededor de la dirección de los momentos del Co (figura 1). En el caso del Nd ($L \neq 0$), al ser una tierra rara ligera, sus momentos forman un cono paralelamente acoplado en torno a los momentos del Co. De forma similar, un cono de Dy ($L \neq 0$) antiparalelamente acoplado con la subred del Co se producirá en las aleaciones de DyCo. En cuanto al Gd, dado que su momento angular orbital L es nulo, la

orientación de su momento magnético no se ve afectada por los campos cristalinos locales, y por lo tanto la aleación de GdCo constituye un típico ferrimagnético colineal.

Pretendiendo comparar en este capítulo las propiedades magnéticas de estas aleaciones amorfas de TRCo, y siguiendo el camino del amplio estudio de las propiedades magnéticas de láminas y multicapas de NdCo, que presentan anisotropía perpendicular llevado a cabo por la Dr. Rosalía Cid en el marco de su tesis doctoral [3], se ha decidido estudiar las otras aleaciones de TRCo representadas en la figura 1, es decir: DyCo₅ (que de forma similar a las láminas de NdCo₅ presentan anisotropía perpendicular [4]) y GdCo₅ (que no la presentan [5]). Además, con el fin de comparar el efecto de la tierra rara sobre el cobalto, también se ha decidido estudiar la aleación YCo₅, puesto que el ytrio es en todos los aspectos (químico y estructural) similar a una tierra rara no magnética. Además, con el fin de observar las diferencias en el magnetismo derivadas de una ligera estructuración, se han fabricado y estudiado las correspondientes muestras de TRCo₅ en forma de multicapa, en las que el espesor de las capas ha sido ajustado de modo que se mantenga una composición lo más cercana posible a TRCo₅, y siendo el espesor teórico de las capas de TR del orden de una monocapa atómica, por lo que pueden considerarse por ello fundamentalmente amorfas habida cuenta de la tendencia a la interdifusión atómica en las intercaras.

Para comparar el magnetismo de estas aleaciones, se han empleado tanto magnetometría VSM y SQUID como dicroísmo magnético circular de rayos x. Mientras que con las técnicas de magnetometría se obtiene su imanación y comportamiento global con el campo aplicado, el dicroísmo magnético circular permite complementar el análisis aportando la posibilidad de conocer el comportamiento particular de cada subred de momentos mediante la obtención de ciclos de histéresis selectivos al elemento. Asimismo, permite también conocer la magnitud de los momentos magnéticos orbital y de espín de los elementos de la aleación. A este último respecto, y dado el carácter iniciático de este estudio, se ha centrado la atención en la diferencia de las contribuciones orbital y de espín al momento del cobalto en cada una de las aleaciones de diferente tierra rara, dejando para trabajos posteriores el estudio de los momentos magnéticos de las tierras raras correspondientes.

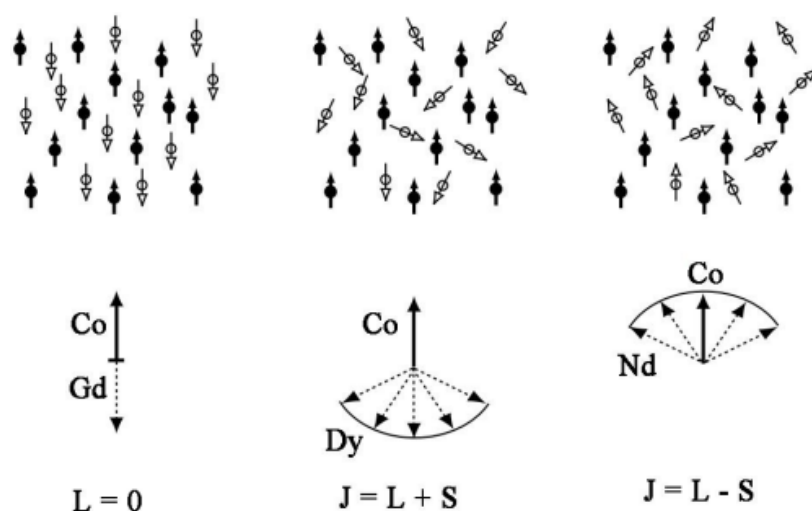


Figura 1. Diferentes acoplamientos posibles entre los momentos magnéticos de la tierra rara y del cobalto [3].

6.2. Preparación de muestras

Se han preparado mediante pulverización catódica láminas continuas de aleaciones de GdCo_5 , DyCo_5 , e YCo_5 , así como multicapas de composición equivalente, y una lámina continua de referencia de cobalto puro (figura 2). Para el crecimiento de las muestras, en primer lugar, se ha depositado una capa de aluminio de 5 nm sobre sustrato de silicio (100) de 525 μm de espesor, a partir de un blanco de aluminio puro a 0,04 kW, con la finalidad de evitar la interdifusión desde el sustrato. A continuación, se deposita una capa de 35 nm de la aleación TR- Co_5 , en el caso de las láminas continuas a partir del depósito conjunto de sendos blancos de cobalto y gadolinio/disprobio/ytrio puros, situados a incidencia normal y a incidencia oblicua, respectivamente. La disposición oblicua del blanco de la TR confiere, como ya se ha mencionado previamente, una dirección de anisotropía en el plano. La composición se consigue regulando en la proporción adecuada las potencias de los blancos de Co y TR durante el depósito, habiendo sido las potencias de los blancos de cobalto, gadolinio, disprobio e ytrio de 0,10/0,11 kW, 0,03 kW, 0,02 kW, y 0,04 kW, respectivamente. En el caso de las multicapas, su crecimiento se ha llevado a cabo alternando el depósito de ambos blancos de TR y Co y empleando las mismas potencias que en el caso de las láminas continuas, manteniendo la estequiometría deseada al fijar el mismo tiempo de depósito con ambos blancos, de 4 segundos. De esta forma, se han crecido multicapas de 35 nm de espesor total, correspondientes a 45 periodos Dy/Co (2,8 Å de espesor de las capas de Dy y 4,9 Å de espesor de las capas de Co), a 40 periodos Gd/Co (3,3 Å de espesor de las capas de Gd y 5,5 Å de espesor de las capas de Co) y a 40 periodos Y/Co (3,3 Å de espesor de la capa de Y y 5,5 Å de espesor de la capa de Co), comenzando el proceso con el depósito de la capa de TR. La lámina de referencia de cobalto puro ha sido crecida también a la misma potencia de cobalto y con el mismo espesor de 35 nm. Finalmente, se depositan 3 nm de aluminio para prevenir la oxidación ambiental. La presión de argón durante el crecimiento de las muestras se ha fijado en $2,9 \cdot 10^{-3}$ mbar.

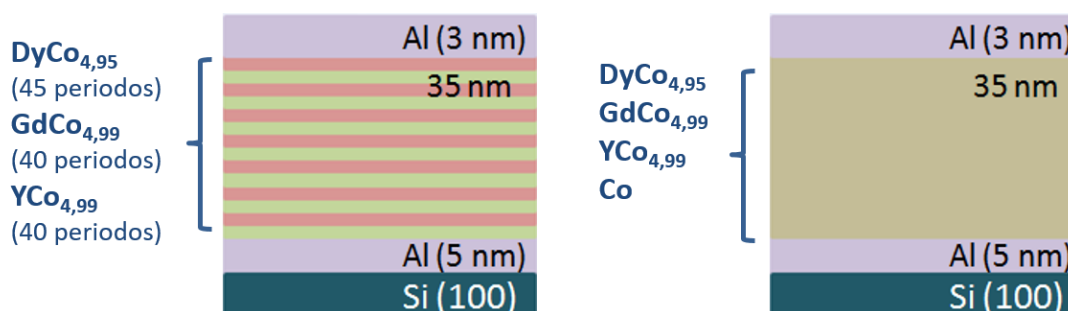


Figura 2. Esquema de las láminas continuas y multicapas crecidas.

La estequiometría de las muestras se verifica mediante microsonda electrónica. Por ejemplo, en el caso de la lámina continua y la multicapa de DyCo_5 , los análisis se muestran en la figura 3. Las medidas de composición química obtenidas en 10 puntos repartidos a lo largo de las diagonales de cada muestra proporcionan una fracción atómica promedio de Dy de $18,3 \pm 0,5\%$ y de Co de $81,7 \pm 0,5\%$ para la lámina continua, y de Dy $17,8 \pm 0,3\%$ y Co $82,4 \pm 0,3\%$ para la multicapa, resultando tener la lámina continua una mayor concentración de disprobio.

Estas fracciones atómicas se corresponden con una aleación $\text{DyCo}_{4,46}$ o $\text{Dy}_{1,12}\text{Co}_5$ en el caso de la lámina continua, y $\text{DyCo}_{4,68}$ o $\text{Dy}_{1,07}\text{Co}_5$ en el caso de la multicapa.

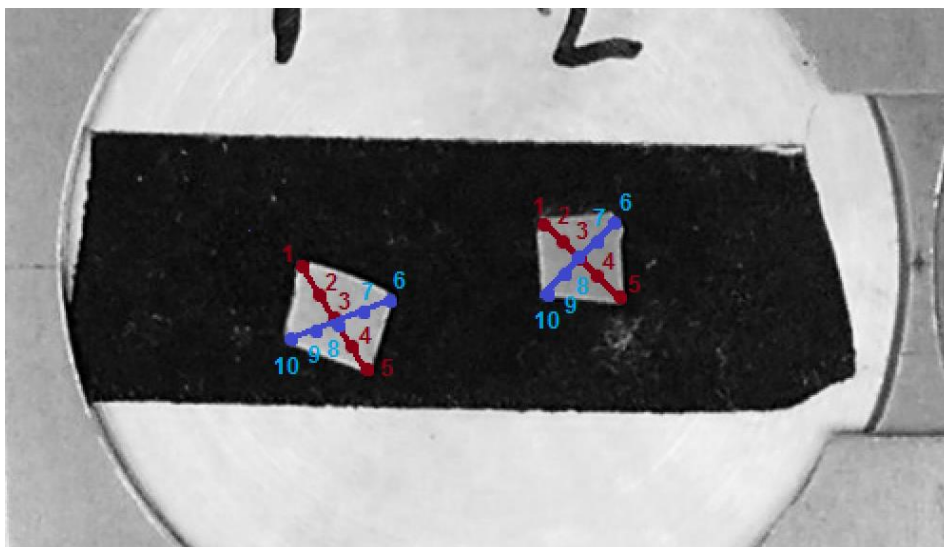


Figura 3. Fotografía de la lámina continua (izquierda) y la multicapa (derecha) de DyCo_5 sobre el portamuestras de la microsonda. Las medidas de composición química se han tomado en cinco puntos equispaciados a lo largo de ambas diagonales de la muestra, como se representa en la imagen, resultando en un total de 10 medidas de composición por muestra.

6.3. Caracterización por magnetometría VSM y SQUID

6.3.1. Láminas de YCo_5

En la figura 3 se presentan las ramas de los ciclos de histéresis obtenidas a distintas temperaturas correspondientes a la lámina continua y la multicapa de YCo_5 , medidas por SQUID aplicando el campo en el plano. Como se ha mencionado previamente, en la aleación YCo_5 solo el Co es magnético, por lo que es un compuesto ferromagnético cuyo entorno químico es idéntico al de las aleaciones con las tierras raras magnéticas DyCo_5 y GdCo_5 . De las medidas de magnetometría se deduce que las láminas de YCo no presentan anisotropía perpendicular y la imanación está contenida en el plano de la lámina, si bien, debido al proceso de fabricación (co-sputtering con ángulo de incidencia efectivo respecto a la normal al sustrato), presentan una anisotropía uniaxial dentro del mismo. Ello queda de manifiesto en la figura 4 donde se muestran los ciclos obtenidos mediante VSM a 300K y aplicando el campo en el plano y según la dirección de fácil imanación (figura 4A) y perpendicularmente a ella (figura 4B). De la segunda se obtiene un valor de constante de anisotropía $K_u = \frac{H_k M_S}{2} = 9 \cdot 10^4 \text{ erg/cm}^3$, donde se ha tomado $H_{sat} \approx H_k$. Las diferencias cualitativas en los ciclos entre ambas muestras no son acusadas, y radican fundamentalmente en un mayor valor de la imanación de saturación y una mayor variación de la misma con la temperatura de la lámina continua con respecto a la multicapa (figura 5): $(M(300 \text{ K})/M(5 \text{ K})) = 0,77$ para la lámina continua, mientras que para la multicapa $M(300 \text{ K})/M(5 \text{ K}) = 0,96$. En la figura 5 se representan también los valores de imanación obtenidos a campo máximo aplicado (6 T). Hay que hacer

notar el claro aumento frente a M_s para temperaturas inferiores a 80K. Este hecho será comentado en apartados posteriores. Finalmente, hay que hacer notar que si bien tanto los valores de M_s como su evolución con la temperatura observados en la multicapa coinciden con los que usualmente aparecen en la bibliografía [4], los correspondientes a la lámina continua son demasiado elevados para estas composiciones y no se descartan errores en la calibración del magnetómetro SQUID de la Universidad de Oporto o en la estequiometría real de lámina (nótese que $M_s = 1440 \text{ emu/cm}^3$ para el Co puro a 4,2K), por lo que en lo sucesivo serán considerados con precaución.

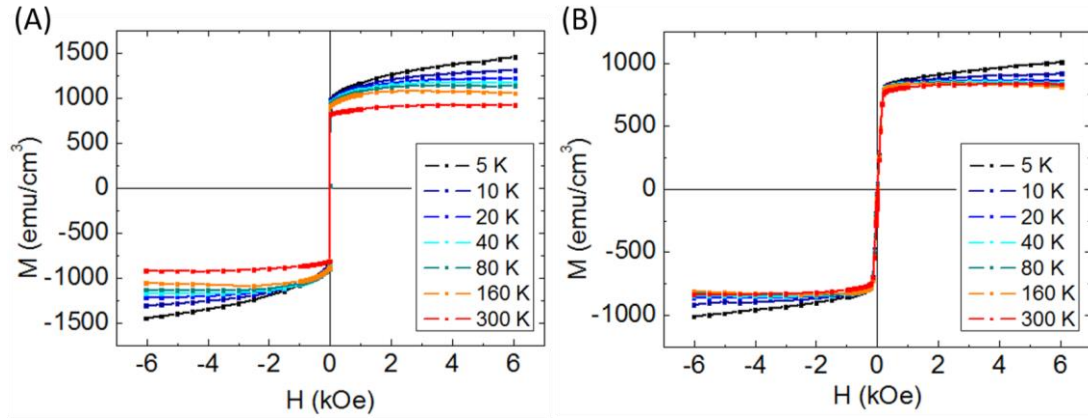


Figura 3. Ramas de los ciclos de histéresis a distintas temperaturas medidas por SQUID aplicando el campo magnético en el plano, correspondientes a (A) la lámina continua de YCo_5 (B) la multicapa de YCo_5 .

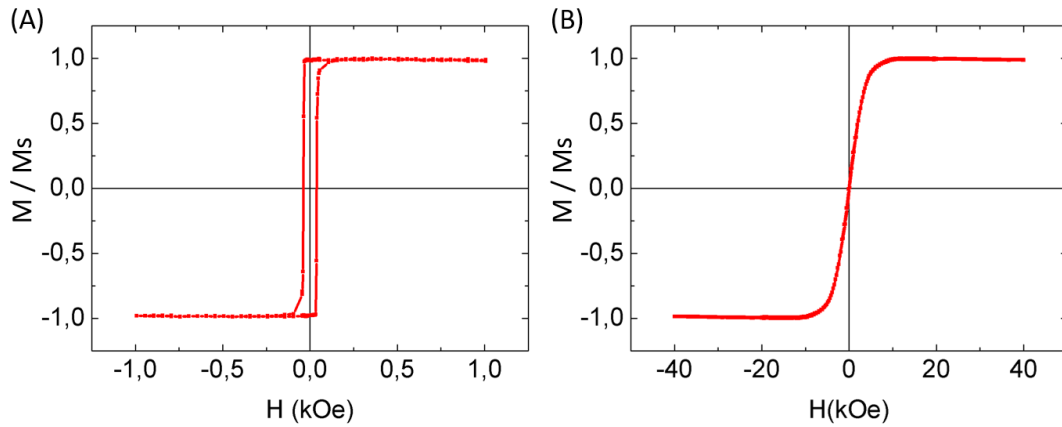


Figura 4. Ciclos de histéresis normalizados medidos por VSM a 300K para la multicapa de YCo_5 aplicando el campo magnético en las direcciones de fácil (A) y difícil imanación (B) de la anisotropía uniaxial en el plano.

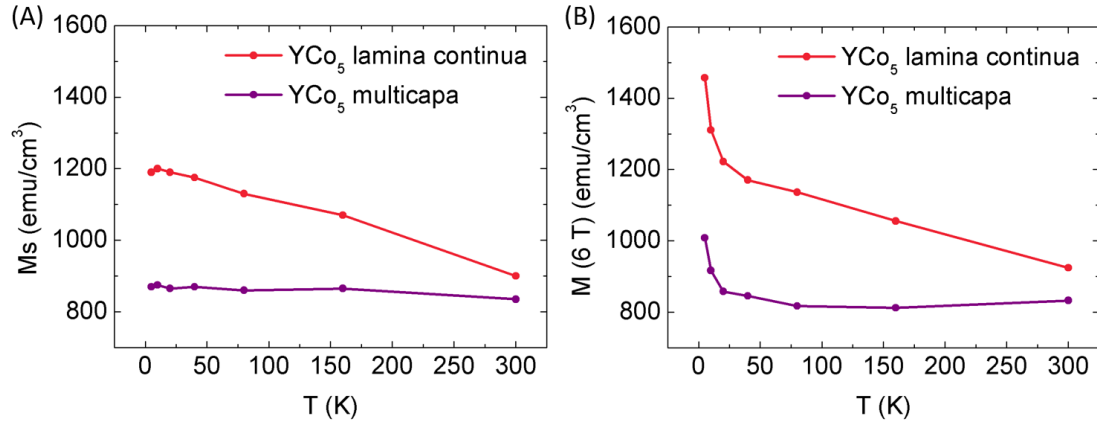


Figura 5. Variación con la temperatura de la imanación de saturación M_s obtenida mediante extrapolación desde campos elevados, para las láminas de YCo₅. (B) Asimismo, se representan los valores de imanación obtenidos a campo máximo aplicado (6 T).

6.3.2. Láminas de DyCo₅

En cuanto a la lámina continua y la multicapa de DyCo₅, el carácter de láminas delgadas unido al acoplamiento ferrimagnético entre las subredes de momentos del Dy y del Co, implica la medición de momentos magnéticos muy bajos, del orden de 10^{-5} emu como máximo, haciendo necesaria una alta resolución y un cuidado especial en la toma de medidas, en este caso mediante VSM.

El estudio magnético de las muestras de DyCo comienza con la obtención de la variación de su imanación de remanencia con la temperatura (figura 7), medida tras saturar las muestras a 5 K con un campo de 9 T aplicado en dirección perpendicular al plano. La presencia de una temperatura de compensación a la cual la imanación de las muestras se hace cero verifica el carácter ferrimagnético de esta aleación, que además presenta para ambas muestras una tendencia aguda de la imanación hacia esta temperatura, que resulta ser de 122 K para la lámina continua y de 93 K para la multicapa. La temperatura de compensación más elevada para la lámina continua está de acuerdo con los valores de composición determinados por microsonda, dado que esta muestra es la que posee mayor contenido de disprosio. Se hace notar cómo una mínima variación en la concentración da lugar a un acusado desplazamiento de la temperatura de compensación, como ya se ha visto en otros estudios con este tipo de aleaciones [5]. Asimismo, las composiciones determinadas también están de acuerdo con la mayor imanación de remanencia de la lámina continua en el rango de baja temperatura ($Mr_{continua} = 125$ emu/cm³ y $Mr_{multicapa} = 73$ emu/cm³ a 10 K), y la mayor remanencia de la multicapa a alta temperatura ($Mr_{continua} = 243$ emu/cm³ y $Mr_{multicapa} = 280$ emu/cm³ a 300 K).

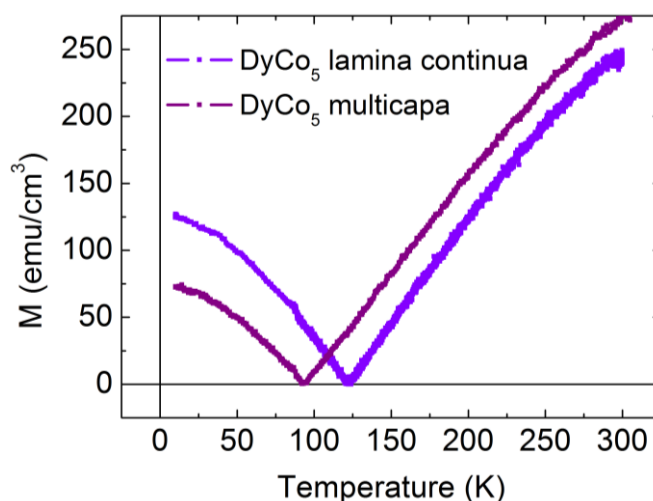


Figura 7. Variación de la imanación de remanencia con la temperatura para la lámina continua y la multicapa de DyCo₅. Previamente a la obtención de las medidas VSM las muestras fueron saturadas a 5 K con un campo de 9 T aplicado en dirección perpendicular a la superficie.

A partir de estos resultados y de los obtenidos anteriormente en las láminas de YCo podemos intentar estimar la variación térmica de la imanación de la subred del Dy. Así, se obtienen los valores $M_{Dy}(300K)/M_{Dy}(5K) = 0,6$ para la multicapa, y $M_{Dy}(300K)/M_{Dy}(5K) = 0,5$ para la lámina continua (ver consideraciones en 6.3.1). Hay que hacer notar que estos valores son comparables a los obtenidos mediante magnetometría en monocristales masivos de DyCo₅ de simetría hexagonal, en donde $T_{comp} \approx 120K$ y $M_{Dy}(300K)/M_{Dy}(4,2K) \approx 0,65$ para el caso en que sature con campo perpendicular al eje *c* de la simetría hexagonal, y $M_{Dy}(300K)/M_{Dy}(4,2K) \approx 0,60$ en caso de saturar con campo paralelo al eje *c* [4]. Teniendo en cuenta además que las medidas de magnetometría se han realizado en dos magnetómetros diferentes (SQUID para el YCo₅ y VSM para el DyCo₅) y que además es de esperar estructuras esperimagnéticas en las láminas amorfas de DyCo₅, los resultados obtenidos no son descabellados. Además, se observa que en cualquier caso la imanación M_{Dy} de la lámina continua es superior a la correspondiente de la multicapa, por lo que se puede intuir que el acoplamiento 3d-4f es más efectivo en la continua que en la multicapa. Finalmente, anticipamos que de los ciclos de histéresis selectivos obtenidos mediante XMCD para las subredes de Co y Dy (apartado 6.4.2., figuras 18 y 19) se verifica que los cocientes $M_{Dy}(300K)/M_{Dy}(4K)$ son del orden de 0,5 tanto para la lámina continua como para la multicapa, en buen acuerdo con los deducidos anteriormente a partir de las medidas de VSM.

Las figuras 8 y 9 muestran los ciclos de histéresis para la lámina continua y la multicapa de DyCo, respectivamente, medidos por VSM a distintas temperaturas y aplicando el campo en dirección perpendicular al plano. Como puede comprobarse, los ciclos obtenidos indican la presencia de una anisotropía magnética perpendicular incluso a alta temperatura en las dos muestras (nótese que $m_r = M_r/M_s \approx 1$ a 300 K en ambos casos). Dada la ausencia de anisotropía perpendicular en las muestras de YCo₅, puede concluirse que el disprosio es el origen de esta anisotropía. Por otra parte, la forma cualitativa de los ciclos de ambas muestras es similar, así como su evolución con la temperatura, presentando la multicapa una ligeramente mayor imanación de remanencia y saturación a alta temperatura, mientras que la lámina continua

presenta un mayor remanencia a baja temperatura, como ya se había visto en las medidas anteriores de imanación de remanencia frente a temperatura. A su vez, también queda de manifiesto la presencia de la temperatura de compensación, que anula la imanación de ambas muestras, y una mayor coercitividad de la multicapa sobre todo a bajas temperaturas. La variación del campo coercitivo con la temperatura para la lámina continua y la multicapa de DyCo₅ se presenta en la figura 10, mostrando la típica tendencia de aumento del campo coercitivo en las inmediaciones de la temperatura de compensación. Por otro lado se observa que la coercitividad aumenta conforme la temperatura disminuye, lo cual guarda relación con el aumento de la anisotropía perpendicular. Tanto la coercitividad como la anisotropía son mayores en la multicapa frente a la lámina continua.

El aspecto más característico observado en la forma de los ciclos de histéresis de las lámina de DyCo es que pueden entenderse como la suma de dos contribuciones (figura 11): una contribución en forma de ciclo cuadrado, procedente de una fase ordenada ferrimagnética, y que es la responsable de la variación térmica dada en la figura 7; y una contribución sin histéresis apreciable en forma de “S” y de apariencia superparamagnética, cuyo origen puede ser diverso. Es importante hacer notar que este efecto es sobre todo evidente a bajas temperaturas y podría deberse bien a la presencia de clústeres superparamagnéticos en el sustrato de silicio, debido a su manipulación con pinzas metálicas; bien a inhomogeneidades magnéticas (diferencias en la estequiometría local o incluso clústeres superparamagnéticos) en la propia lámina; o incluso a otro tipo de contribuciones (por ejemplo condensaciones de oxígeno en el criostato), como se verá más adelante. Por otro lado, podemos anticipar que en los ciclos de histéresis selectivos obtenidos mediante XMCD para las subredes de Co y Dy (apartado 6.4.2., figuras 18 y 19) sólo aparecen los ciclos correspondientes a la fase ferrimagnética ordenada, por lo que nos permitirá eliminar algunas de las posibles causas anteriormente mencionadas.

Con el fin de separar ambas contribuciones, se ha procedido a restar las ramas ascendente y descendente de cada ciclo, determinando de ello la contribución de la fase magnéticamente ordenada y su coercitividad, cuyo resultado se muestra en la figura 12. La amplitud de este salto determina el valor de $2M_s$ de la fase ferrimagnética ordenada. Su dependencia con la temperatura, así como los valores correspondientes de la imanación de remanencia obtenida a partir de los ciclos de histéresis, se muestran en las figuras 13A y 13B, a partir de las cuales puede comprobarse cómo ambas magnitudes siguen la misma tendencia. En la figura 13C se comprueba la relación lineal existente entre ambas, de manera que la amplitud del escalón es prácticamente el doble de la remanencia, como se comprueba del ajuste de la pendiente de la gráfica, que proporciona un valor de $0,49 \pm 0,01$. Por lo tanto, la hipótesis de partida esquematizada en la figura 10 queda plenamente justificada.

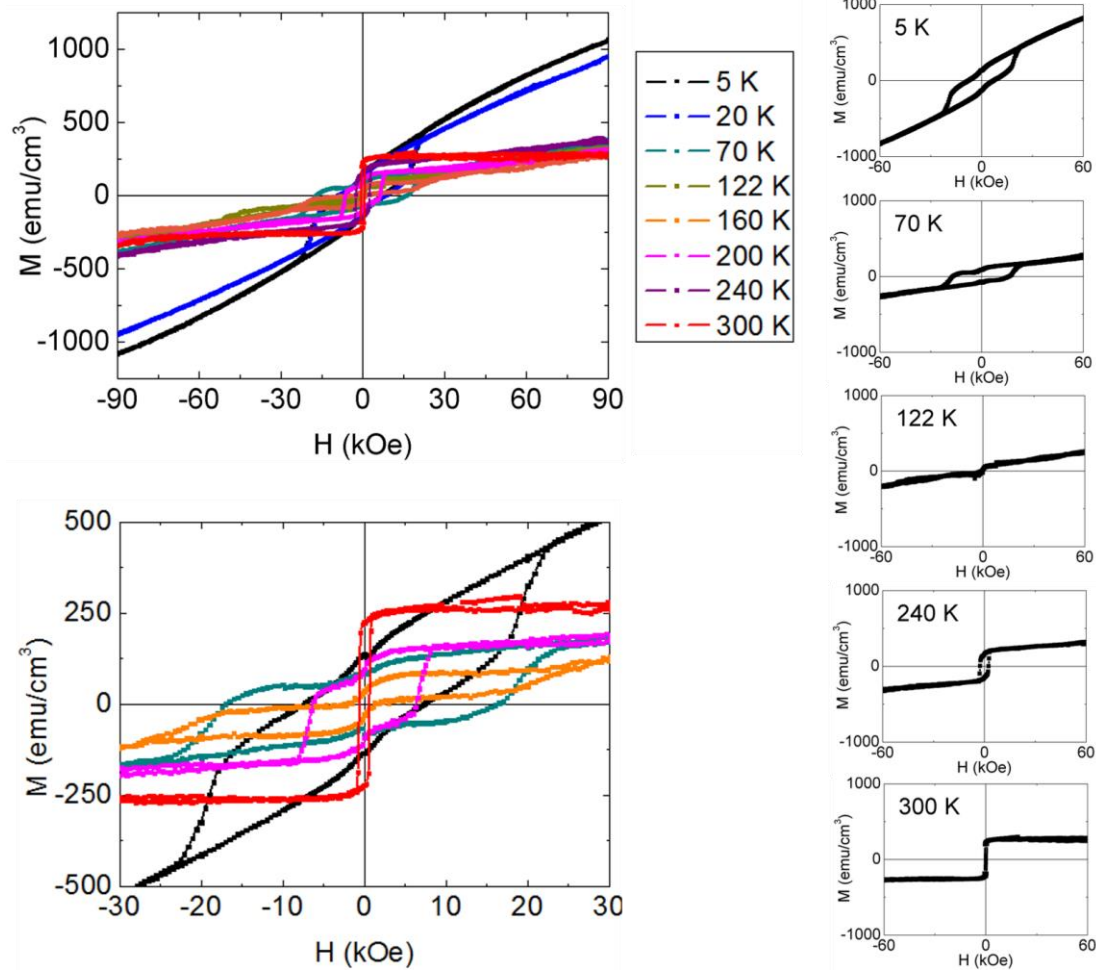


Figura 8. Ciclos de histéresis a distintas temperaturas medidos por VSM para la lámina continua de DyCo_5 , obtenidos aplicando el campo magnético perpendicularmente al plano. Los ciclos se han corregido restándoles la pendiente diamagnética observada a 300K. Se muestran los ciclos obtenidos a todas las temperaturas medidas, un aumento de la zona de bajo campo de varios ciclos seleccionados, y una secuencia de algunos de estos ciclos mostrados individualmente para visualizar con mayor claridad la evolución con la temperatura.

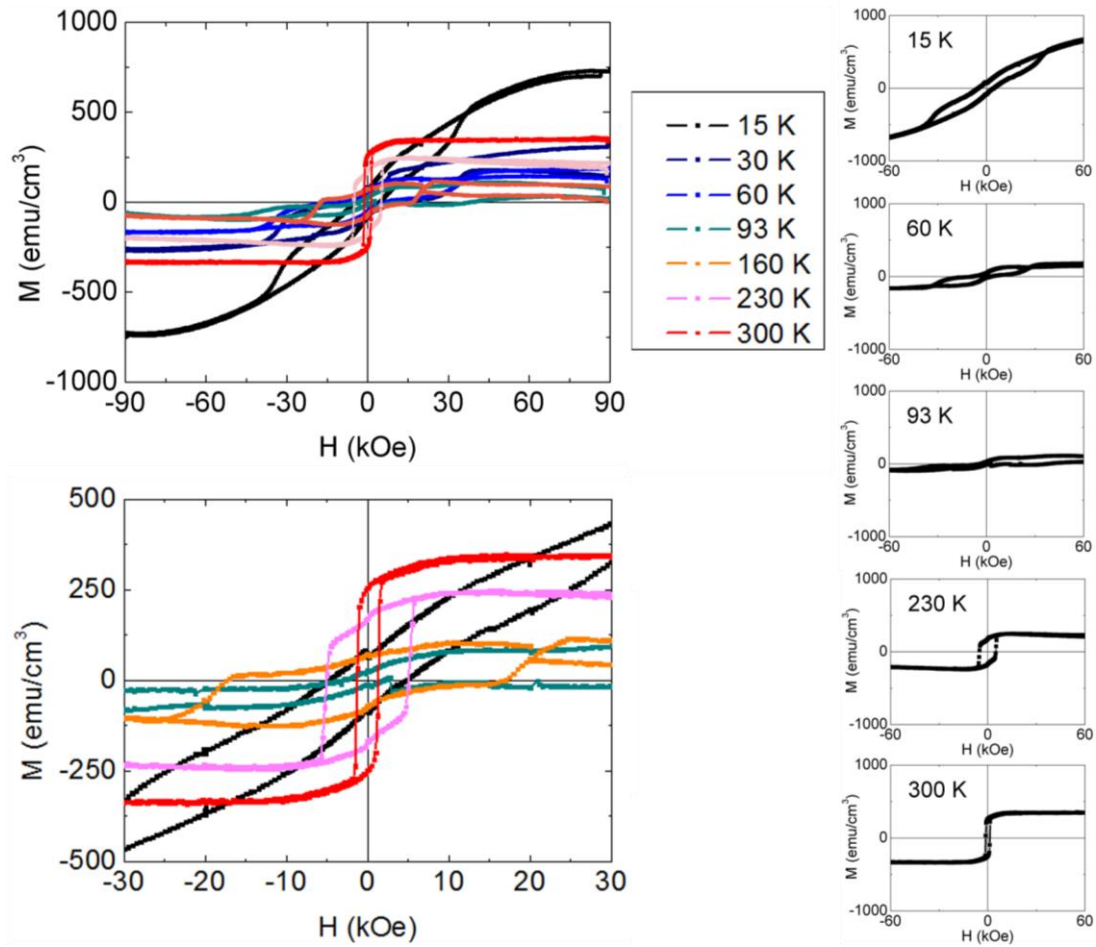


Figura 9. Ciclos de histéresis a distintas temperaturas medidos por VSM para la multicapa de DyCo_5 , obtenidos aplicando el campo magnético perpendicularmente al plano. Los ciclos se han corregido restándoles la pendiente diamagnética observada a 300K. Se muestran los ciclos obtenidos a todas las temperaturas medidas, un aumento de la zona de bajo campo de varios ciclos seleccionados, y una secuencia de algunos de estos ciclos mostrados individualmente para visualizar con mayor claridad la evolución con la temperatura.

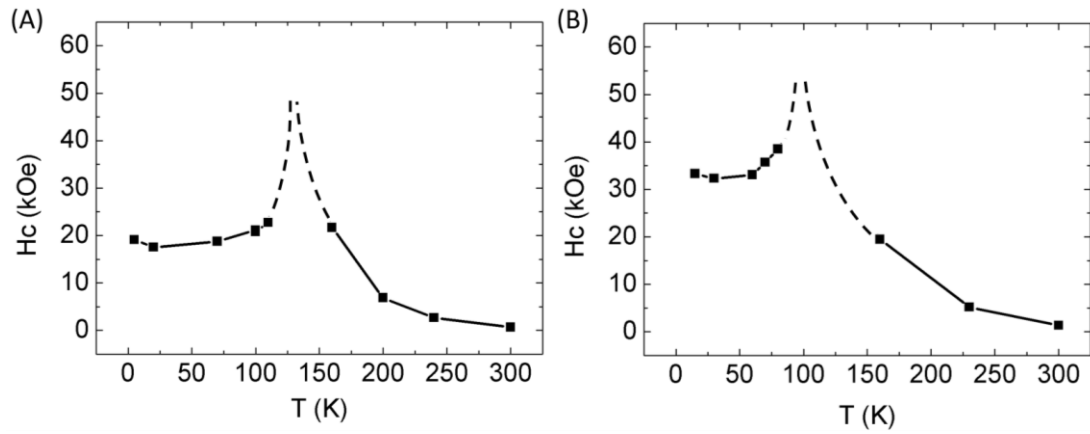


Figura 10. Variación con la temperatura del campo coercitivo para (A) la lámina continua y (B) la multicapa de $DyCo_5$, aplicando el campo perpendicularmente al plano.

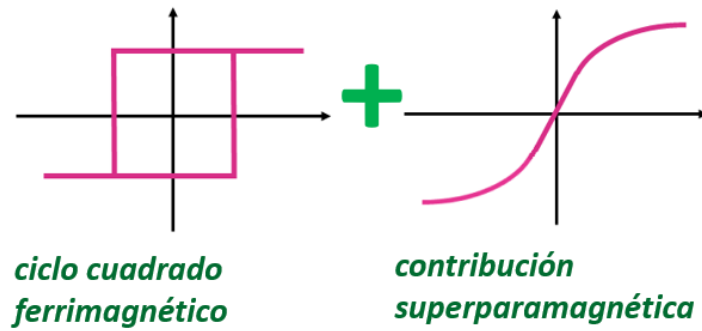


Figura 11. Suma de contribuciones que pueden dar lugar a la forma de los ciclos con presencia de escalón de la imanación en la lámina continua y la multicapa de $DyCo_5$.

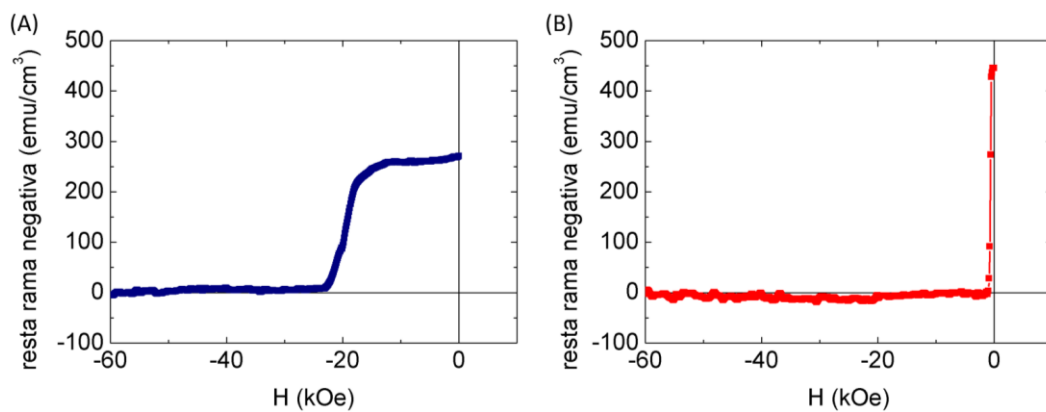


Figura 12. Escalones resultantes de la resta de las ramas negativas de los ciclos (A) a 5 K y (B) a 300 K de la lámina continua de $DyCo_5$, con el campo aplicado perpendicularmente al plano.

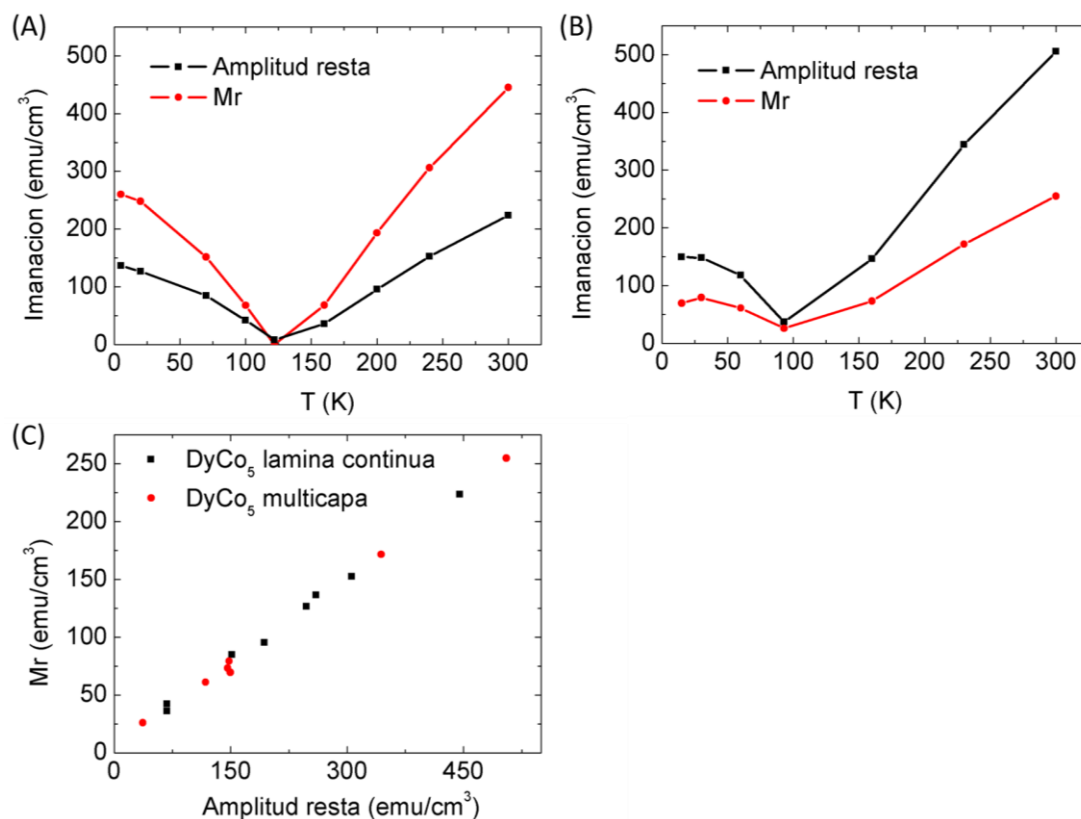


Figura 13. (A,B) Variación con la temperatura de la imanación de remanencia y de la amplitud de la resta entre las ramas del ciclo del histéresis (amplitud del escalón), obtenidas a partir de los ciclos medidos, para (A) la lámina continua de DyCo₅ y (B) la multicapa de DyCo₅. (C) Relación entre la imanación de remanencia y la amplitud del escalón a cada temperatura para la lámina continua y la multicapa de DyCo₅.

También se ha explorado la influencia de la imanación del sustrato de silicio en las medidas de histéresis de las muestras de DyCo₅. Para ello, han sido obtenidos mediante VSM los ciclos de histéresis correspondientes al sustrato de silicio (100) aplicando el campo magnético perpendicularmente al plano, y a varias temperaturas (figura 14). Tras restar la pendiente diamagnética a 300 K, puede comprobarse cómo los ciclos medidos saturan por encima de 90 K y no tienen apenas histéresis, aunque no obstante presentan una ligera coercitividad del orden de 50 Oe a 300 K, cuyo origen podría ser clústeres de hierro, por contaminación en la manipulación del sustrato con las pinzas. La evolución en la forma de los mismos con la temperatura recuerda a la que se ve en el caso del DyCo₅, en la que a bajas temperaturas se tiene la forma superparamagnética de “S”, y a medida que aumenta la temperatura se tiende a un ciclo de forma más cuadrada. Se hace notar, por otro lado, que los valores de imanación dados para el sustrato de silicio en emu/cm³ corresponden a considerar un espesor del sustrato de 0,525 mm, frente a los valores dados para las láminas de DyCo en donde se consideran espesores del orden de 35 nm, por lo que es evidente que la fuerte susceptibilidad no lineal observada a bajas temperaturas en las láminas de DyCo es debida a la señal del sustrato de silicio.

Representando la susceptibilidad magnética diferencial en el intervalo de campos entre 7 T y 9 T en función de la temperatura tanto para la lámina continua y la multicapa de

DyCo₅ como para el sustrato de silicio, se obtiene el comportamiento mostrado en la figura 15. Para las tres muestras, la susceptibilidad presenta el mismo comportamiento en forma de pico a baja temperatura por debajo de los 100 K, sugiriendo la influencia de un mismo factor que afecta a todas las medidas llevadas a cabo. Este efecto se ha identificado que podría ser debido a la presencia de oxígeno en el criostato, el cual se hace líquido paramagnético por debajo de 90 K, y que podría haberse condensado en el teflón utilizado en el portamuestras. Además, el oxígeno presenta transiciones de fase conforme decrece la temperatura, pasando por tres fases sólidas, α , β y γ , en los intervalos $T < 24$ K, $24 < T < 44$ K y $44 < T < 54$ K respectivamente, siendo la fase γ cúbica y paramagnética, la fase β romboédrica y magnéticamente ordenada de corto alcance, y la α monoclinica a la vez que exhibe un orden antiferromagnético de largo alcance [6,7]. Todo ello justifica el comportamiento de la susceptibilidad magnética mostrada en la figura 15 para temperaturas inferiores a 90 K. Por lo tanto, la presencia de estas fases condensadas del oxígeno podría justificar tanto la curvatura en forma de “S” de los ciclos a bajas temperaturas (figuras 8, 9 y 14), como el comportamiento de la susceptibilidad dada en la figura 15.

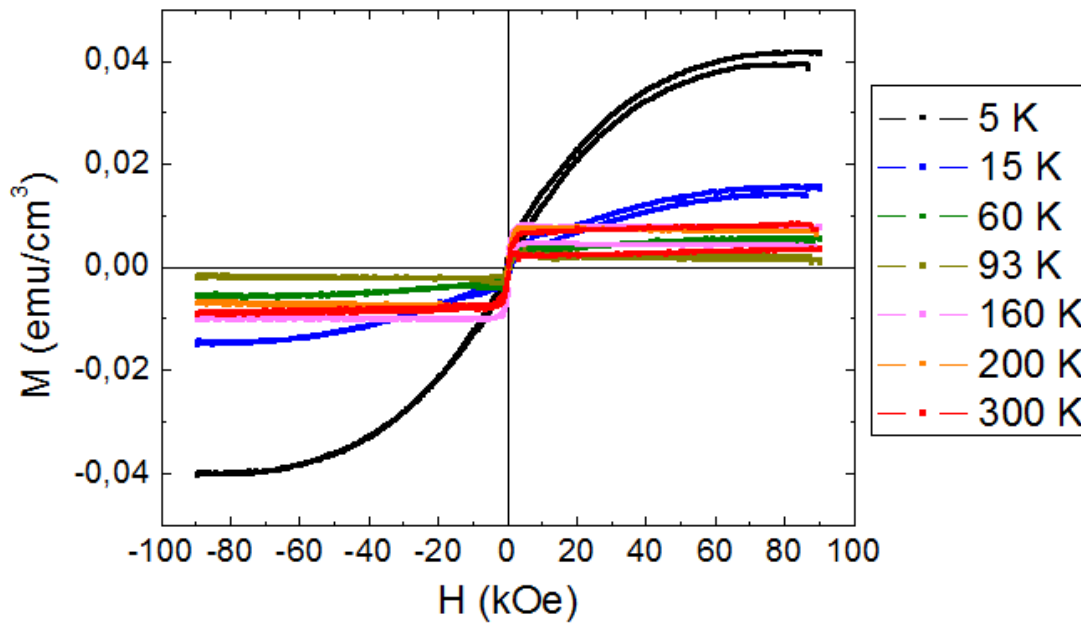


Figura 14. Ciclos de histéresis a distintas temperaturas medidos por VSM para el sustrato de silicio, obtenidos aplicando el campo magnético perpendicularmente al plano. Al considerar los valores en emu/cm^3 , hay que tener en cuenta que el espesor del sustrato es de 0,525 mm, frente a los valores de espesor de aproximadamente 35 nm considerados para las láminas de DyCo en las figuras 8 y 9. De hecho, el cociente entre espesores es de $t(\text{Si})/t(\text{láminas DyCo}) = 1,5 \times 10^4$, lo cual implica que los valores y el comportamiento de imanación en emu/cm^2 correspondientes a bajas temperaturas tanto para el sustrato como para las láminas de DyCo sean comparables.

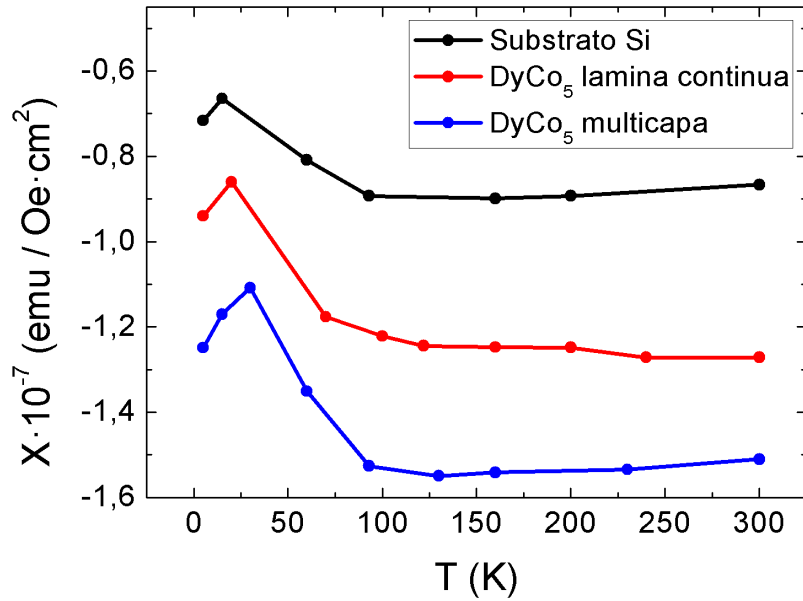


Figura 15. Susceptibilidades magnéticas a distintas temperaturas correspondientes al sustrato de silicio y a la lámina continua y multicapa de DyCo₅, obtenidas aplicando el campo magnético perpendicularmente al plano.

6.4. Caracterización por XMCD

6.4.1. Experimento

Las láminas continuas y las multicapas de las distintas aleaciones TR-MT se han estudiado además mediante dicroísmo magnético circular de rayos x. A través de esta técnica, es posible tanto la obtención de ciclos de histéresis selectivos al elemento, como la determinación de las contribuciones orbital y de espín al momento magnético de los elementos presentes, a partir de la medición de la absorción para las dos helicidades de la radiación incidente y fijada la energía de resonancia del elemento deseado.

Las medidas de XMCD se han llevado a cabo en la línea BOREAS del sincrotrón ALBA. Para su realización, se ha hecho incidir el haz de rayos x perpendicularmente sobre las láminas continuas y las multicapas de DyCo₅, GdCo₅ e YCo₅, tanto a baja temperatura (del orden de 2 K) como a temperatura ambiente (300 K). La incidencia normal del haz de rayos x sobre las muestras disminuye los efectos de autoabsorción de las mismas, no haciendo necesario el uso de correcciones [3]. Por un lado, se han medido ciclos de histéresis para la tierra rara y para el cobalto de estas aleaciones, a partir de la diferencia de absorción entre la helicidad a izquierdas y a derechas, y haciendo variar el campo magnético en la dirección de incidencia de los rayos x entre 6 T y -6 T. En segundo lugar, han sido obtenidos los espectros de absorción del cobalto para ambas helicidades y un campo fijo de 6 T, de los que se han extraído los momentos magnéticos orbital y de espín del cobalto para estas aleaciones. Las absorciones han sido medidas mediante *electron yield* (figura 16A). En este modo de medida, la absorción se determina a partir del total de electrones excitados y emitidos tras la interacción de la muestra con el haz de rayos x (fotoelectrones, electrones secundarios y electrones Auger),

cuyo conteo se realiza a partir de la medición de la corriente que es necesario aportar a la muestra para compensar la pérdida de carga. El número de electrones emitidos es proporcional al número de huecos creados en la muestra, que a su vez es proporcional al número de fotones absorbidos. Dado que el recorrido libre medio de los electrones es muy bajo [8] (figura 16B), este modo de medición es sensible únicamente a la superficie.

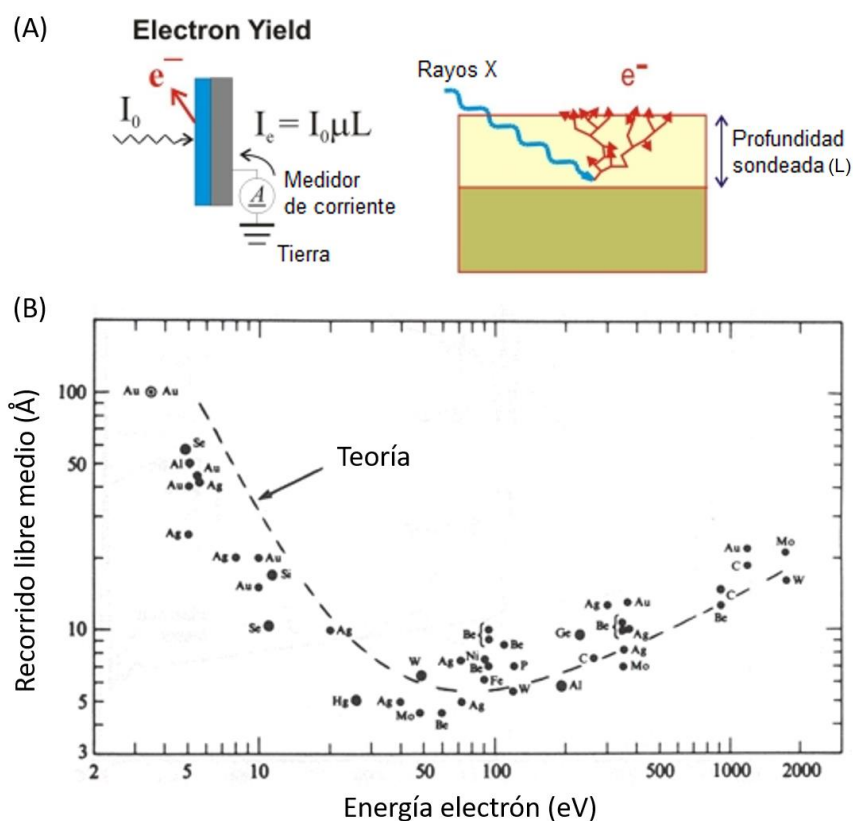


Figura 16. (A) Esquema del modo de medición de la absorción por *electron yield*. (B) Recorrido libre medio de los electrones en función de la energía.

6.4.2. Ciclos de histéresis selectivos

Fijando la energía de los fotones del haz de rayos x incidente a las energías de los bordes de absorción resonante L_3 del cobalto (778 eV) y M_5 del disprosio (1293 eV), se han obtenido los ciclos de histéresis correspondientes al comportamiento con el campo aplicado en dirección perpendicular al plano de cada uno de estos elementos en la lámina continua y en la multicapa de $DyCo_5$. Construidos como la diferencia de absorción entre la luz circularmente polarizada a derechas (C^+) y a izquierdas (C^-) normalizada entre la suma ($C^+ - C^- / C^+ + C^-$), puesto que es proporcional al momento magnético promedio del elemento en la muestra, se observan en las figuras 17 y 18 para las temperaturas de 2 K y 300 K.

En primer lugar, cabe señalar la variación de amplitud que se obtiene a campo nulo, la cual es característica del método de determinación de la absorción a partir del electron yield, ya que los métodos que utilizan la detección de electrones experimentan señales

distorsionadas cuando el campo magnético se cambia durante la medición del efecto dicróico [9].

En los ciclos obtenidos se observa claramente el carácter ferrimagnético de la aleación, caracterizado por una distinta subred dominante a temperaturas superiores e inferiores a la temperatura de compensación, de manera que a bajas temperaturas domina la subred del disprosio y es ésta la que se alinea con el campo externo, mientras que a altas temperaturas la subred del cobalto es la dominante. Presentan además campos coercitivos que coinciden con los obtenidos a través de las medidas de VSM, siendo la multicapa la que presenta una ligeramente mayor coercitividad, que se va reduciendo a medida que aumenta la temperatura. Por otra parte, la imanación del disprosio se reduce acusadamente con la temperatura.

A su vez, los ciclos muestran la anisotropía magnética perpendicular en ambas subredes; sin embargo, no se aprecia la contribución superparamagnética observada en las medidas de magnetometría. Dado que los ciclos representan únicamente la variación con el campo del cobalto y del disprosio, ello indica que el comportamiento superparamagnético ha de provenir de un factor externo a la propia lámina de DyCo₅, dando mayor peso a la hipótesis ya mencionada del oxígeno condensado en el teflón del portamuestras como su origen.

Otro de los aspectos que destaca es la pendiente negativa de los ciclos del disprosio cuando la imanación tiende a la saturación, presente por encima de la temperatura de compensación. Esta pendiente negativa es compatible con el carácter esperimagnético de estas aleaciones, pudiendo considerarse una evidencia del mismo. La hipótesis más probable es que de acuerdo a una imagen del esperimagnetismo, por encima de la temperatura de compensación, los momentos del cobalto son los que se alinean en la dirección del campo magnético externo, por lo que la distribución cónica de momentos del disprosio tenderá a abrirse en torno a esta dirección (figura 19). Esta apertura trae consigo una disminución de la imanación efectiva del disprosio en la dirección del campo, que se hace más acusada a medida que aumenta la intensidad del campo, dando lugar a la pendiente observada. En contraposición, por debajo de la temperatura de compensación, cuando domina la subred del disprosio, la distribución cónica de momentos de Dy tenderá a cerrarse en torno a la dirección del campo externo, aumentando la componente de los momentos en la dirección del campo a medida que aumenta el campo. La pendiente asociada a este comportamiento no es tan evidente en los ciclos obtenidos a 2 K, aunque se aprecia una tendencia.

Por otro lado, los ciclos XMCD de la lámina continua de DyCo₅, cuya temperatura de compensación es de 122 K, dan variaciones del momento magnético del Dy entre 300 K y 2 K del orden de $Mr(300\text{ K})/Mr(2\text{ K}) = 0,6$ entre 300 K y 2K. Este resultado está en buen acuerdo con lo obtenido a partir del análisis de las medidas de magnetometría VSM, mencionado en anteriores apartados.

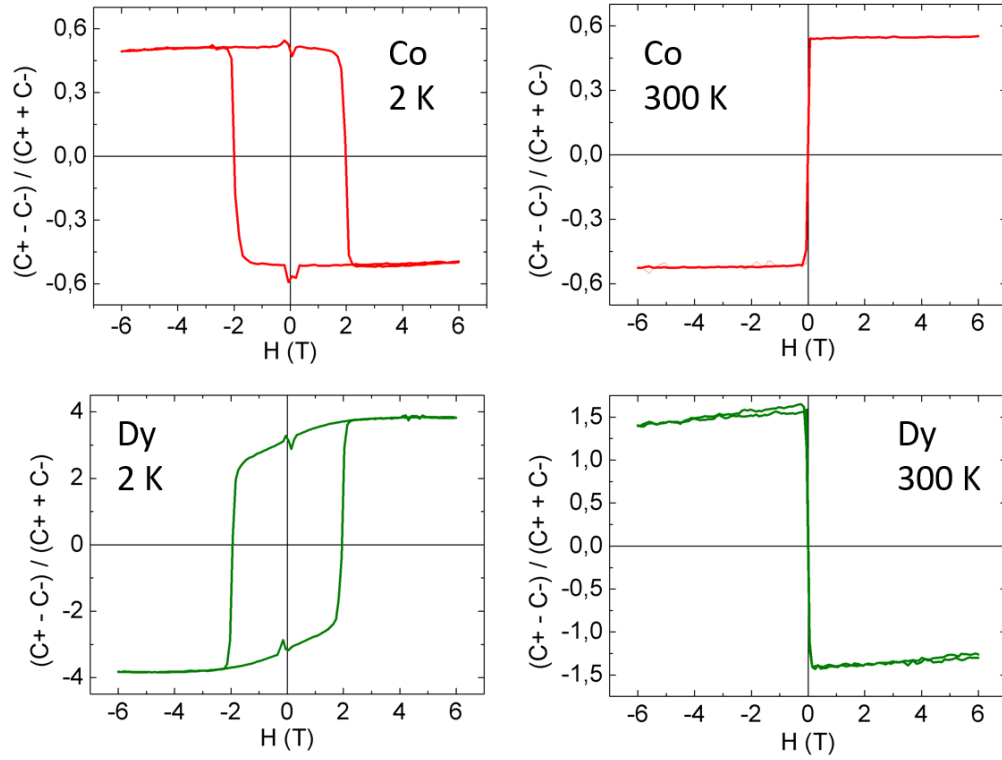


Figura 17. Ciclos de histéresis de las subredes de cobalto y disprosio de la lámina continua de DyCo_5 a 2 K y 300 K, obtenidos aplicando el campo magnético en dirección perpendicular al plano.

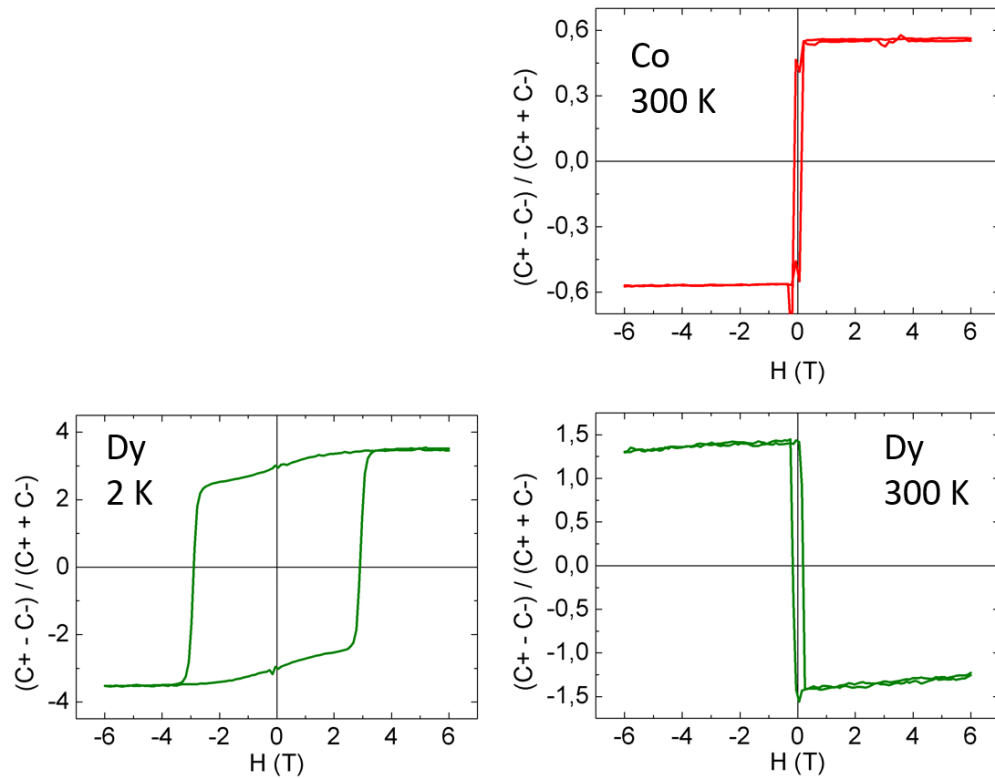


Figura 18. Ciclos de histéresis de las subredes de cobalto y disprosio de la multicapa de DyCo_5 a 2 K y 300 K, obtenidos aplicando el campo magnético en dirección perpendicular al plano.

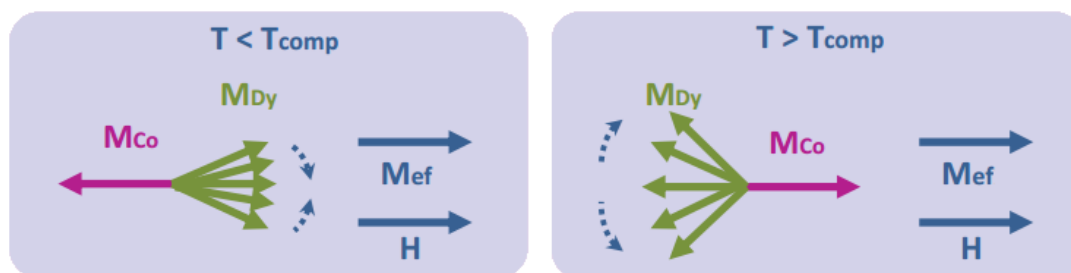


Figura 19. Esquema del comportamiento del cono formado por los momentos magnéticos del disprosio, por encima y por debajo de la temperatura de compensación.

6.4.3. Determinación de los momentos magnéticos orbital y de espín del cobalto en las aleaciones TR-MT

Con el fin de comparar las diferencias en el momento orbital y de espín del cobalto debidas tanto a la tierra rara con la que se alea, como a su estructuración (en forma de lámina continua o de multicapa cuyas capas tienen espesores atómicos), se han medido los espectros de absorción correspondientes a los bordes L_2 y L_3 del cobalto de las láminas continuas y multicapas de DyCo_5 , GdCo_5 e YCo_5 , así como de una lámina continua de cobalto puro de referencia. Los espectros de absorción han sido medidos para ambas helicidades de los rayos x ($C+$ y $C-$), a incidencia normal, a temperaturas de 2 K y 300 K, y fijado un campo magnético de 6 T en la dirección del haz. Se han tomado varias medidas de la absorción para las polarizaciones $C+$ y $C-$ con el fin de promediarlas entre sí y obtener una mayor fiabilidad.

El tratamiento seguido para la determinación de los momentos magnéticos orbital y de espín mediante las reglas de la suma, a partir de los espectros de absorción, consta de los siguientes pasos. En primer lugar, a cada espectro $C+$ y $C-$ se le resta una constante de manera que el valor mínimo de la zona del prepico tome el valor de cero. De este modo, se garantiza que la señal XMCD, es decir, la diferencia entre los espectros $C+$ y $C-$, se desvanece en las regiones fuera de los picos (el prepico y el postpico). Esta constante se origina por la falta de una perfecta simetría en la disposición experimental y puede cambiar con el tiempo debido a desplazamientos del haz o incluso a una ligera degradación de la muestra inducida por la exposición a la radiación [3]. Por último, los espectros $C+$ y $C-$ se promedian y se normalizan a 1 en la zona del postpico (figura 20). De esta forma, los espectros se hacen independientes del salto derivado del espesor y la composición nominal y pueden ser comparados con el resto de muestras según la absorción por átomo.

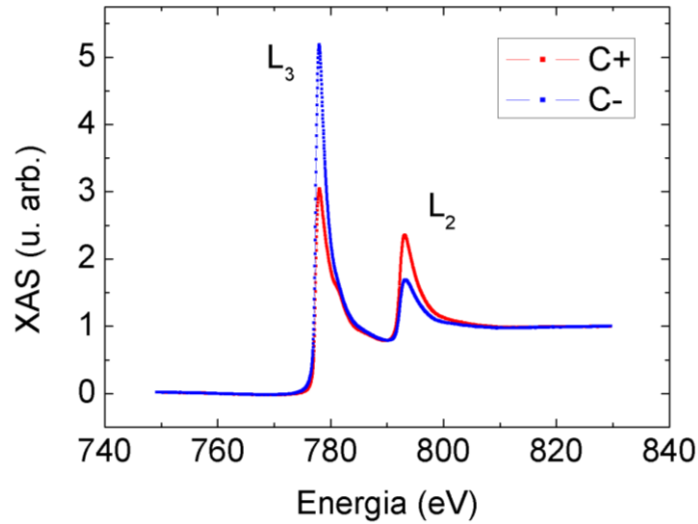


Figura 20. Espectros de absorción para las polarizaciones circular a derechas (C+) y a izquierdas (C-) correspondientes a los bordes de absorción L_3 y L_2 del cobalto de la lámina continua de YCo_5 a 2 K.

A continuación, se obtiene la señal XMCD como la resta del espectro de absorción correspondiente a la polarización C+ y el espectro de absorción correspondiente a la polarización C- (figura 21A). De su integral de área (figura 21B), se obtiene la curva que permite la obtención de los valores p y q , presentes en las fórmulas de las reglas de la suma, como se vio en el capítulo 2.

Por otro lado, para la obtención del valor r de las reglas de la suma, en primer lugar se resta una función escalón a las absorciones C+ y C- (figura 22) que representa la contribución de absorción hacia los niveles excitados del continuo, de modo que solo se considere la contribución resonante a la absorción. La función escalón, con una forma de escalón de Fermi, ha sido aproximada por una función hiperbólica del tipo [10]:

$$\mu_{escalon} = 1 - \frac{2}{3} \cdot \frac{1}{1 + e^{(E-E_{L3})/\delta}} - \frac{1}{3} \cdot \frac{1}{1 + e^{(E-E_{L2})/\delta}}$$

donde E_{L3} y E_{L2} son las posiciones en energía de los picos y δ es un parámetro que da cuenta de lo abrupto o suave que sea el escalón. En este caso, ha sido fijado en $\delta = 0,6$.

Los espectros de absorción C+ y C- a los cuales se les ha restado la función escalón son posteriormente sumados (figura 22C), y la integral de área de la suma proporciona la curva de la que finalmente se extra el valor de r (figura 22D).

Siguiendo este procedimiento con las absorciones medidas para cada una de las muestras a baja temperatura y temperatura ambiente, se han obtenido los valores de p , q y r para cada una de ellas. Asumiendo como número de huecos el correspondiente al cobalto metálico puro ($n_h=2,49$ [11,12]) en todos los casos, dada la dificultad para la obtención de este valor (aún mayor en el caso de amorfos) y aplicando las fórmulas de las reglas de la suma, se han calculado los valores de momento orbital y de espín que se muestran en la tabla 1 y se visualizan en las gráficas de la figura 23. La estimación de errores ha sido realizada variando la energía del postpico a la cual se realiza la normalización, y tomando distintas energías de corte

en la zona del prepico y del postpico entre la función escalón y el espectro, dentro de límites razonables.

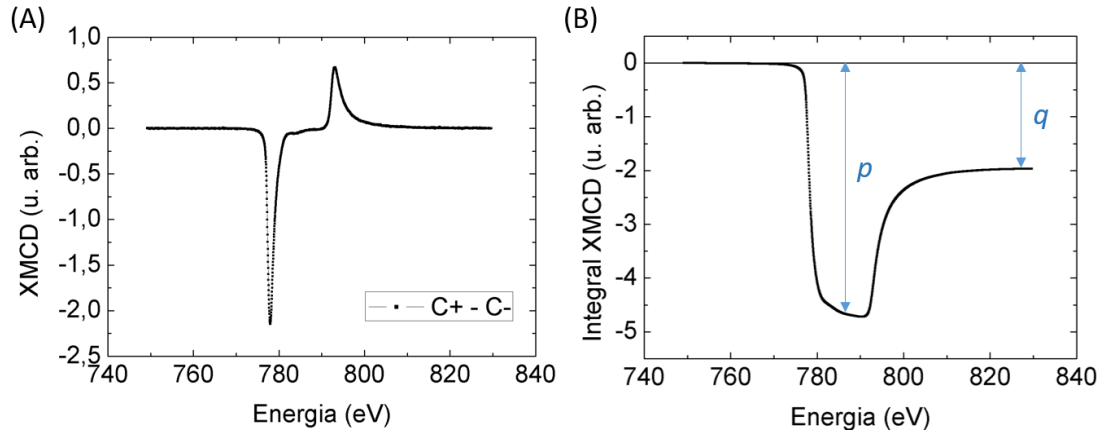


Figura 21. Señal XMCD (A) y su integral de área (B), correspondientes a los bordes de absorción L_3 y L_2 del cobalto de la lámina continua de YCo_5 a 2 K.

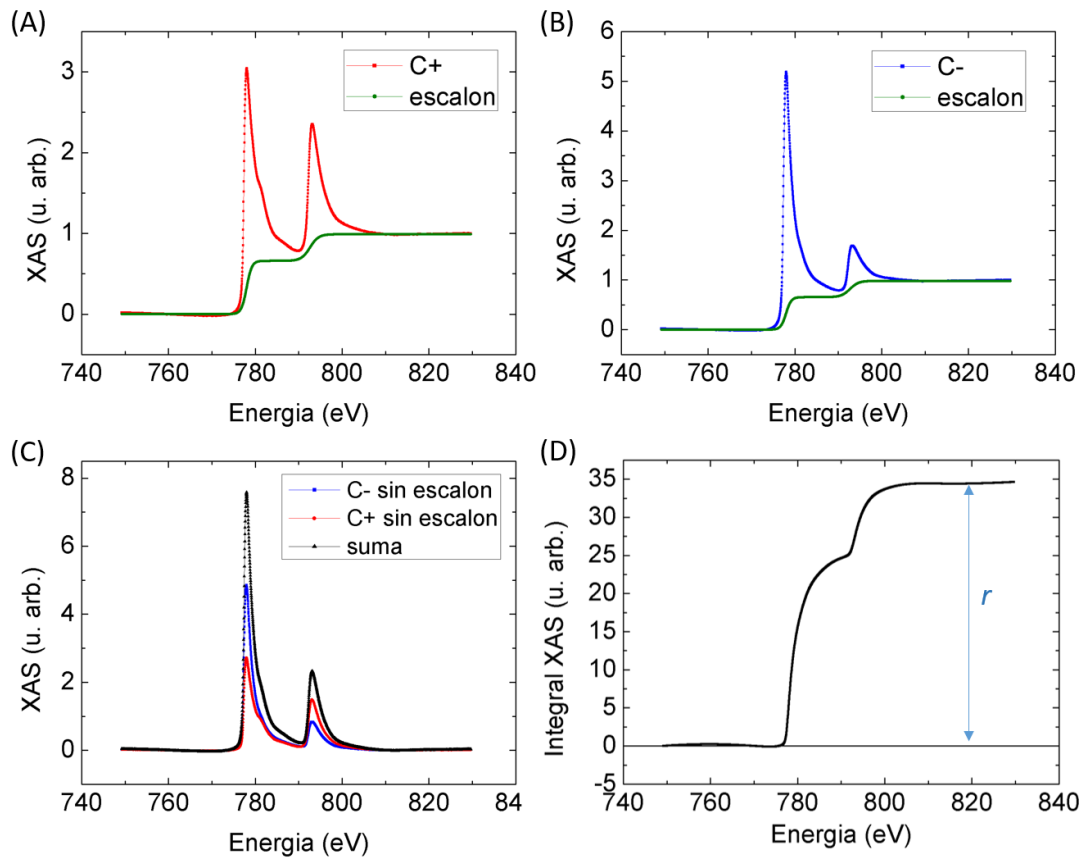


Figura 22. Espectros de absorción y función escalón para las polarizaciones C+ (A) y C- (B), absorciones sin la contribución no-resonante (restando la función escalón) y suma de ambas (C), e integral de la suma (D), correspondientes a los bordes de absorción L_3 y L_2 del cobalto de la lámina continua de YCo_5 a 2 K.

	$m_{\text{orb.}} (\mu_B)$	$m_{\text{espín}} (\mu_B)$	$m_{\text{orb.}} + m_{\text{espín}} (\mu_B)$	$m_{\text{orb.}} / m_{\text{espín}}$
Co	$0,207 \pm 0,005$	$1,68 \pm 0,11$	$1,89 \pm 0,11$	$0,121 \pm 0,005$
	$0,168 \pm 0,004$	$1,69 \pm 0,09$	$1,86 \pm 0,09$	$0,099 \pm 0,003$
YCoC	$0,190 \pm 0,004$	$1,46 \pm 0,04$	$1,65 \pm 0,04$	$0,130 \pm 0,003$
	$0,184 \pm 0,004$	$1,39 \pm 0,04$	$1,57 \pm 0,04$	$0,133 \pm 0,001$
YCoM	$0,201 \pm 0,004$	$1,33 \pm 0,04$	$1,53 \pm 0,04$	$0,151 \pm 0,003$
	$0,192 \pm 0,004$	$1,32 \pm 0,04$	$1,51 \pm 0,04$	$0,145 \pm 0,002$
DyCoC	$0,234 \pm 0,004$	$1,26 \pm 0,08$	$1,49 \pm 0,08$	$0,186 \pm 0,008$
	$0,198 \pm 0,004$	$1,37 \pm 0,04$	$1,57 \pm 0,04$	$0,144 \pm 0,001$
DyCoM	$0,101 \pm 0,004$	$0,85 \pm 0,04$	$0,95 \pm 0,04$	$0,118 \pm 0,001$
	$0,178 \pm 0,004$	$1,35 \pm 0,04$	$1,53 \pm 0,04$	$0,131 \pm 0,001$
GdCoC	$0,016 \pm 0,004$	$0,08 \pm 0,04$	$0,10 \pm 0,04$	$0,213 \pm 0,001$
	$0,181 \pm 0,004$	$1,38 \pm 0,04$	$1,56 \pm 0,04$	$0,131 \pm 0,001$
GdCoM	$0,035 \pm 0,004$	$0,20 \pm 0,04$	$0,23 \pm 0,04$	$0,177 \pm 0,002$
	$0,185 \pm 0,004$	$1,28 \pm 0,04$	$1,47 \pm 0,04$	$0,144 \pm 0,002$

Tabla 1. Momentos magnéticos orbital y de espín del cobalto determinados a partir de las medidas XMCD de la lámina de referencia de Co puro, de las láminas continuas TRCo₅ (YCoC, DyCoC, GdCoC) y de las multicapas TRCo₅ (YCoM, DyCoM, GdCoM). En azul se muestran los momentos obtenidos a 2 K, mientras que los obtenidos a 300 K se muestran en color rojo.

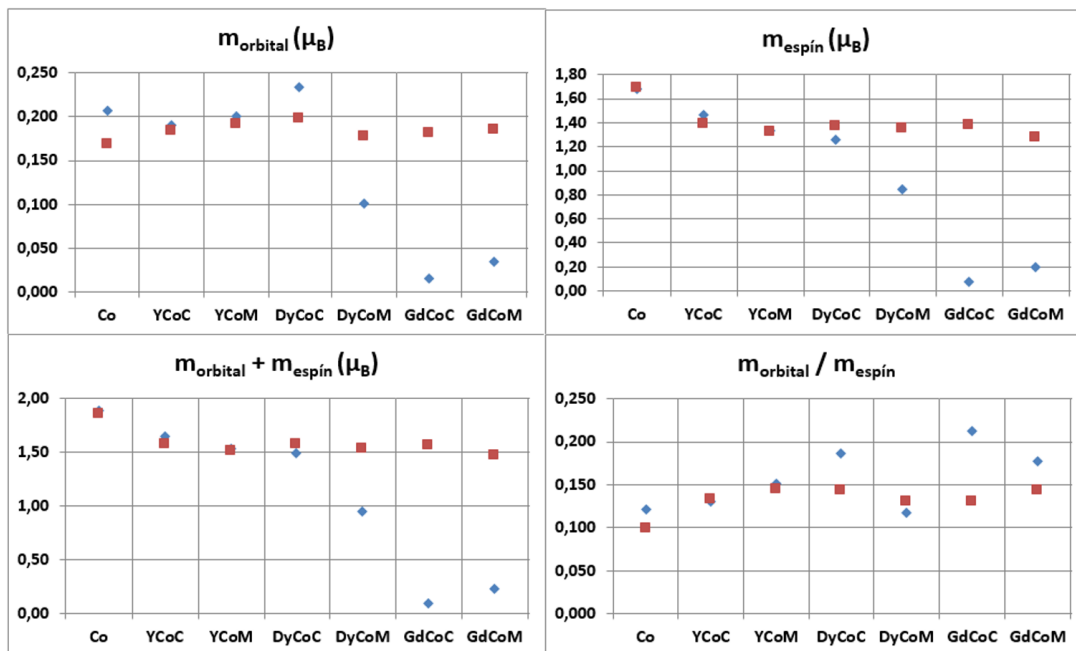


Figura 23. Gráficas del momento magnético orbital, de espín, cociente entre ambos, y momento magnético total, determinados a partir de las medidas XMCD, de la lámina de referencia de Co puro, de las láminas continuas TRCo₅ (YCoC, DyCoC, GdCoC) y de las multicapas TRCo₅ (YCoM, DyCoM, GdCoM). En azul se muestran los valores obtenidos a 2 K, mientras que los obtenidos a 300 K se muestran en color rojo.

Como comentario inicial, los valores de momento magnético del cobalto dados en la tabla corresponden a suponer un número de huecos constante e igual a $n_h=2,49$ [11,12], que corresponde al valor propuesto para el cobalto cristalino. Aún así, no hay nada que imponga que dicho valor sea constante en función de la concentración, del tipo de tierra rara e incluso de la estructura de la muestra (continua o multicapa). Como valores extremos se han propuesto, por ejemplo, $n_h=2,4$ en el caso de 1 monocapa de Co [13] o $n_h=2,3$ para 1 monocapa de Co/Pt [14]. Sin embargo, del análisis realizado en láminas y multicapas de $\text{Nd}_x\text{Co}_{1-x}$ [3] se comprueba que n_h es similar al valor correspondiente al cobalto cristalino para muestras con contenido de cobalto similar a nuestro caso, es decir, del orden de TRCo_5 . Por otro lado, se hace notar que el cociente entre la parte orbital y de espín no tiene dependencia del valor particular de n_h .

La comparación entre los momentos magnéticos del Co correspondientes al YCo y los correspondientes a las otras aleaciones de TRCo es muy significativa, ya que tanto las estructuras atómicas y electrónicas de las aleaciones de DyCo y de GdCo son totalmente similares a las del YCo, con la diferencia de que tanto el Dy como el Gd tienen electrones 4f, aunque con momento angular orbital $L=0$ en el segundo caso.

Las consideraciones extraídas de los valores determinados de los momentos magnéticos orbital y de espín resultan:

- Valores del momento magnético del cobalto en la lámina de Co puro

Los valores de momento magnético de la lámina de Co puro (policristalino y posiblemente con estructura fcc + hcp [15]) determinados corresponden a un cociente $m_{\text{orbital}}/m_{\text{espín}}$ de 0,12 a 2 K y de 0,099 a 300 K, los cuales son del mismo orden que los observados por ejemplo en [3] y en láminas de Co [16,17], y predichos en [11]. Los valores de $m_{\text{espín}}$ están también dentro del orden de magnitud de los observados en la bibliografía para el cobalto (del orden de $<1,6\mu_B$), sin embargo los valores de m_{orbital} son mayores que los observados en Co masivo, aunque se han obtenido valores de $0,17\mu_B$ en láminas similares de Co y de hasta $0,24\mu_B$ en láminas de Co/Pt [18]. Con todo ello, se obtienen valores de momento total del orden de $1,89\mu_B$ a 2 K y de $1,86\mu_B$ a 300 K, que son ligeramente superiores al valor de $1,74\mu_B$ correspondiente al Co masivo (amorfo y hcp) [19], y que se debe a la mayor contribución en nuestro caso de la componente orbital. Por otro lado, el factor de decrecimiento de m_{total} frente a la temperatura, $m_{\text{total}}(300\text{K})/m_{\text{total}}(2\text{K})= 0,98$ es del orden del observado en Co cristalino. En resumen, es posible concluir que existe un buen acuerdo entre los resultados obtenidos y los mencionados en la bibliografía.

- Decrecimiento del momento magnético de espín del Co en YCo_5 debido a la hibridación con el Y

Tanto de la tabla 1 como de la figura 23 se deduce una disminución del momento magnético del cobalto en las láminas de YCo_5 . Dicho decrecimiento se asocia a la transferencia de carga desde la banda 4d del Y a la banda minoritaria 3d del Co. Pero también, por cálculos teóricos de DOS en amorfos de TRCo, se deduce que al aumentar el contenido de TR se reduce el desdoblamiento de canje o *exchange*

splitting entre las sub-bandas 3d del Co [20]. Por todo ello, se justifica el menor valor de $m_{\text{espín}}$ del Co en estas aleaciones en comparación con el correspondiente al Co puro.

Centrando la atención en el comportamiento del Co en las láminas de YCo₅, se observa que el valor de $m_{\text{espín}}$ decrece ligeramente en la multicapa comparado con su valor para la lámina continua, mientras que, por el contrario, el valor de m_{orbital} aumenta ligeramente, tanto a 300 K como a 2 K. Por lo tanto, es posible considerar que este comportamiento es un fenómeno intrínseco a la estructura de las láminas y debido en particular al diferente entorno local de los átomos de Co. Una posible explicación radica en las reglas de la suma, a partir de las cuales se extraen los valores de $m_{\text{espín}}$, que incluyen el término $\langle T_z \rangle$ que mide la anisotropía de la densidad de espín [21], por lo que puede verse influido por la diferente estructura, continua o multicapa, de las muestras. Por otro lado, el aumento de m_{orbital} del cobalto para la multicapa, se puede deber a la tendencia de aparición de intercaras en dicha estructura, que daría lugar a un aumento de dicha componente orbital.

◦ Comportamiento de las láminas de TRCo₅ a 300 K

Considerando el comportamiento del conjunto de las muestras a 300 K, se observa que tanto los valores de $m_{\text{espín}}$ como su comportamiento comparativo entre lámina continua y multicapa son similares para todas las aleaciones de TRCo₅. A esta temperatura es la subred del cobalto la que domina en todos los casos, por ello la justificación de dicho comportamiento puede ser similar a la mencionada en el párrafo anterior relativo al YCo.

Es interesante resaltar que a 300 K también coinciden los comportamientos de m_{orbital} y de $m_{\text{orbital}}/m_{\text{espín}}$ para el YCo₅ y el GdCo₅, aumentando en la multicapa, mientras que en cambio ocurre lo contrario en el caso del DyCo₅. Ello coincide con las diferencias entre las anisotropías magnéticas macroscópicas de las muestras, ya que, mientras que el DyCo₅ presenta una fuerte anisotropía perpendicular que hace que la imanación en remanencia sea perpendicular a la lámina incluso a 300K, tanto en YCo₅ como GdCo₅ la imanación en remanencia está contenida en el plano.

Como consideración final del comportamiento a 300 K, se remarca que el comportamiento de $m_{\text{total}} = m_{\text{espín}} + m_{\text{orbital}}$ es similar para todas las láminas, ya que viene fundamentalmente controlado por la contribución de spin.

◦ Comportamiento de las láminas de TRCo a 2 K

Ante todo, se hace notar que a 2 K es la subred del Dy la que domina en DyCo₅ (ferrimagnético), mientras que las imanaciones de las subredes de Gd y Co pueden llegar a ser comparables para GdCo₅ (antiferromagnético) [22].

De la tabla 1 y de la figura 23 se deduce que a 2 K, el comportamiento del YCo₅ se mantiene prácticamente sin variación, mientras que en el caso del DyCo₅, si bien los comportamientos comparativos entre continua y multicapa son fenomenológicamente similares, no lo es así en cuanto a sus valores absolutos, mostrando diferencias más acusadas que a 300 K. Además, en la tabla se observa para el DyCo₅ una anómala

disminución del momento magnético (m_{total} y $m_{espín}$) del Co al pasar de 300 K a 2 K que es más acusada en el caso de la multicapa. Este comportamiento inusual de la subred del Co se debe a que en el DyCo amorfo se crea una estructura magnética descrita como *ferrimagnetismo no-colineal* (esperimagnética), en donde la anisotropía local pseudo-aleatoria que afecta a la subred del Dy y cuya magnitud aumenta conforme disminuye la temperatura produce que los momentos del Dy se dispongan dentro de un cono cuyo eje está determinado por la dirección promedio de la subred del Co. La interacción 3d-4f (antiferromagnética entre los momentos del Dy y del Co), que es casi un orden de magnitud menor que la interacción 3d-3d (ferromagnética dentro de la subred del Co), hace que a 300 K podamos considerar que la subred del Co esté fuertemente acoplada, debido a que la magnitud de la K_{local} aleatoria que afecta a la subred del Dy es muy inferior a la observada a 2 K. Sin embargo, a 2 K el cono del Dy es más abierto y por tanto también lo será el correspondiente a la subred del Co, por lo que el momento promedio de la subred de Co (medido por XMCD) a 2 K será inferior al observado a 300 K. Para justificar este último hecho, es necesario obtener los valores del momento magnético del disprosio a partir del análisis de los espectros de XMCD para el Dy, si bien un valor ligeramente superior de la imanación del disprosio en la continua parece deducirse de los ciclos XMCD de las figuras 17 y 18. Sin embargo, no se puede descartar la posibilidad de que, por el método de fabricación de la multicapa, se haya podido producir segregación parcial de la subred del Co, con una menor interacción 3d-4f con la subred del Dy, y que contribuya a un menor valor del momento efectivo de la subred del cobalto.

En cuanto al $GdCo_5$, su comportamiento a 2 K es opuesto al correspondiente a 300 K, y por otro lado, los valores de momento magnético son acusadamente mucho más pequeños que a 300 K. Este aparentemente anómalo comportamiento se puede justificar en este *ferrimagnético colineal* que se encuentra a una temperatura próxima a su temperatura de compensación antiferromagnética a partir de un mecanismo de *spin-flop* en antiferromagnéticos en ausencia de anisotropía magnética (nótese que $L=0$ para el Gd), ya que hay que tener en cuenta que todos los valores de la tabla se obtienen bajo condiciones de un campo aplicado de 6 T.

El mecanismo de tipo *spin-flop* [23] se muestra en la figura 24, en el cual la imanación de ambas subredes tiende a alinearse con una cierta componente en la dirección perpendicular al campo aplicado, como mejor compromiso entre la energía Zeeman debida al campo y el canje entre ambas subredes. Esta situación podría explicar, por tanto, los bajos momentos orbital y de espín calculados.

A la vista de las medidas realizadas y los resultados obtenidos, es claro que para un buen entendimiento de este tipo de aleaciones amorfas $TRCo_5$, se necesitan aún un mayor número de medidas con las que completar el estudio y que aporten un mayor entendimiento de los resultados ya adquiridos. En este sentido, este estudio continúa en progreso con el análisis de los momentos magnéticos de las tierras raras, obtenidos por dicróismo magnético.

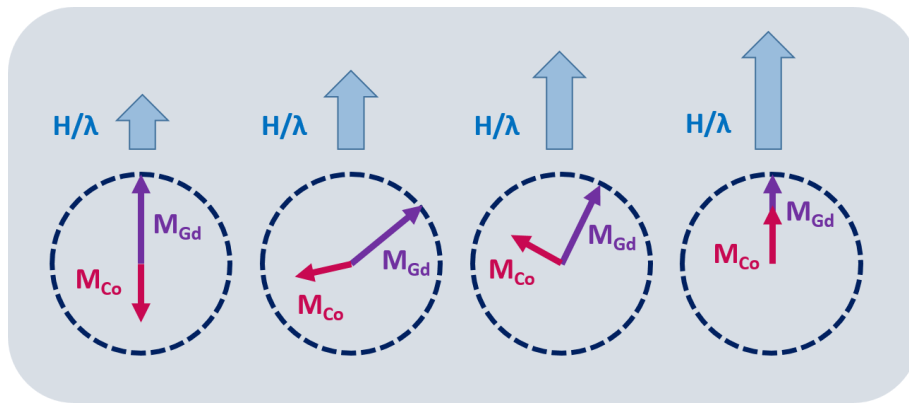


Figura 24. Esquema de la orientación de los momentos magnéticos del Gd y del Co en la aleación GdCo_5 , de carácter ferrimagnético, próximo a su temperatura de compensación. A medida que aumenta la intensidad del campo magnético en comparación con la constante de canje, los momentos se reorientan para alcanzar un mejor compromiso entre la energía Zeeman y la energía de canje que minimice la energía del sistema. Este proceso puede dar lugar a configuraciones caracterizadas por la aparición de una componente de los momentos magnéticos perpendicular a la dirección del campo (*spin-flop*).

Capítulo 7

Conclusiones generales

Caracterización de perfiles de profundidad de la imanación y del acoplamiento magnético en heteroestructuras de tipo multicapa mediante XRMS

- Se ha caracterizado el comportamiento magnético de una bicapa, 50 nm $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{88}$ /50 nm $\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}$, y dos tricapas, 50 nm $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}$ /7,5 nm Gd/50 nm $\text{Gd}_{35}\text{Co}_{66}$ y 50 nm $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}$ /15 nm Gd/50 nm $\text{Gd}_{35}\text{Co}_{66}$, formadas por aleaciones amorfas de gadolinio-cobalto, cuyas concentraciones fueron escogidas de modo que se forme una pared de Bloch a campos suficientemente elevados. La caracterización mediante efecto Kerr transversal de las monocapas de $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{88}$ y $\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}$ muestra el proceso de inversión de la imanación de la subred de momentos del cobalto, comprobándose el dominio de la subred de momentos del gadolinio en la aleación $\text{Gd}_{35}\text{Co}_{65}$, y el dominio de la subred de momentos del cobalto en la aleación $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{88}$, para todo el rango de temperaturas entre 50 K y 300 K. Los ciclos de histéresis obtenidos para las multicapas muestran el acoplamiento magnético entre las aleaciones de diferente composición en un determinado rango de temperaturas, comprobándose la formación de la pared de Bloch a campos superiores a un campo de transición H_{t1} . Tanto la presencia y aumento de espesor del espaciador de gadolinio en las tricapas, como el aumento de la temperatura, tienden a desacoplar el canje entre los momentos magnéticos de las aleaciones de diferente composición.

- Los perfiles de imanación en profundidad de la bicapa y la tricapa de 7,5 nm de espaciador de Gd han sido caracterizados mediante dispersión magnética resonante, a 50 K y a campos de 0,2 kOe, 1,8 kOe y 10 kOe, correspondientes a la ausencia de pared de Bloch y a la presencia de la misma pero con distinto espesor. Los espectros de XRMS, ajustados mediante el programa PPM y considerando un modelo de pared de Bloch típico discretizado, muestran cómo la pared magnética está centrada en la intercara estructural entre las capas de Gd-Co de distinta composición y cómo su anchura es asimétrica en ambos lados de la intercara, extendiéndose más a lo largo de la capa de $\text{Gd}_{11}\text{Co}_{89}$. En el caso de la bicapa, ha sido ajustada una anchura de la pared de Bloch de unos 27 nm a 1,8 kOe y de unos 12 nm a 10 kOe. En el caso de la tricapa, los valores de anchura obtenidos son de unos 31 nm a 1,8 kOe y de unos 5 nm a 10 kOe.

- Finalmente, se ha estimado mediante un modelo teórico la energía de la pared de dominio, dependiente del campo magnético aplicado.

Caracterización de dominios magnéticos nanométricos en láminas y multicapas TR-MT con anisotropía perpendicular mediante TXM cuantitativo

- La caracterización mediante MFM y AGM de láminas continuas de una aleación amorfa de NdCo_5 y bicapas compuestas de NdCo_5 /Permalloy, con distintos espesores de NdCo_5 y Permalloy, demuestra la anisotropía magnética perpendicular de estas muestras y la presencia de una estructura magnética de dominios de banda en el NdCo_5 . La aparición de esta estructura tiene lugar por encima de un espesor crítico, y es replicada por la capa de Permalloy. El periodo de las bandas aumenta con el espesor de NdCo_5 así como con el espesor de Permalloy, cuya adición produce un descenso del espesor crítico. Un aumento del espesor de las capas ocasiona además el aumento del ángulo $\emptyset$ entre la imanación de las bandas y la normal a la superficie.

- Se ha conseguido estimar el ángulo formado por la imanación de estas muestras mediante medidas de microscopía de transmisión de rayos x, en función del ángulo de incidencia. El ángulo $\emptyset$ de la imanación resulta de 22 grados para la lámina continua de NdCo_5 de 120 nm de espesor, de 30 grados para la lámina continua de 75 nm de espesor y de 60 grados para lámina continua de 55 nm de espesor. El ángulo de la imanación del cobalto en la bicapa 55 nm NdCo_5 /40 nm Permalloy resulta de 22 grados. Los ángulos obtenidos siguen las tendencias teóricas esperadas con el espesor de la muestra.

- Tras haber aplicado ex-situ ciclos de histéresis menores a la bicapa 55 nm NdCo_5 /40 nm Permalloy, las imágenes de microscopía de transmisión obtenidas en ambos bordes del Co y del Fe a ángulos de incidencia oblicuos presentan patrones de bandas de contraste inhomogéneo, compatibles con la coexistencia de dos grupos de dominios de banda con distinto signo de la componente de la imanación en el plano en la dirección de las bandas, M_x . Este cambio de signo queda demostrado al obtener valores del ángulo de la imanación para estos grupos de bandas de $\emptyset = 31$ grados y de $\emptyset = -9$ grados.

- En las imágenes de microscopía de transmisión a ángulos de incidencia oblicuos para la bicapa 55 nm NdCo_5 /40 nm Permalloy, es posible, además, identificar texturas magnéticas de tipo merón. Estas texturas se encuentran localizadas en el núcleo de algunas dislocaciones, en las cuales se tiene un vórtice de 180 grados de la imanación en el plano M_x a la vez que tiene lugar un cambio de polaridad de la componente fuera del plano de la imanación, M_z , en el núcleo de la dislocación. El ángulo que forma la imanación en cada banda del merón ha sido cuantificado, obteniéndose valores de $\emptyset = -46$ grados y $\emptyset = 21$ grados.

- Simulaciones micromagnéticas han servido para comprobar que la inversión de la imanación en el plano involucra el desplazamiento de un punto de Bloch que origina la aparición del merón en el centro de la dislocación. Estos dominios de componente M_x invertida ligados a un par meron-punto de Bloch han podido ser observados en las imágenes tomadas en el borde del Fe.

- La microscopía de transmisión de rayos x demuestra, con los resultados logrados, ser una herramienta de caracterización sin precedentes para la determinación de los ángulos de la imanación de muestras magnéticas, pudiendo incluso sondear el magnetismo de capas enterradas.

Control y manipulación de dominios magnéticos en sistemas artificiales mediante litografías 2D y 3D

- Se han preparado mediante litografía por haz de electrones y pulverización catódica bifurcaciones de NdCo_5 que presentan dominios de banda magnéticos. Imágenes MFM muestran que la geometría de la bifurcación no influye en la disposición de las bandas cuando se aplican campos suficientemente intensos en dirección longitudinal a la bifurcación. Sin embargo, la disposición de las bandas puede ser modificada tras la aplicación de pulsos de campo transversales a las bandas, como demuestran las imágenes de microscopía TXM tomadas en el borde de absorción del cobalto. Los pulsos transversales originan que los dominios se recolquen a la altura del vértice de tal manera que se genere una dirección preferencial para la cual las bandas magnéticas se extienden continuamente desde el extremo hasta el final de una de las dos ramas de la bifurcación, en contraposición al truncamiento en una estructura de dominios laberíntica que tiene lugar en la rama alternativa.

- Se ha estudiado además el sistema bifurcación de NdCo_5 /Permalloy mediante microscopía de transmisión de rayos x. Las imágenes en los bordes del cobalto y del hierro muestran cómo el hierro del Permalloy replica las bandas del cobalto. Asimismo, cuando se aplican pulsos de campo en dirección longitudinal, se puede observar cómo se produce la inversión de la componente de la imanación en el plano en la dirección de las bandas, especialmente visible en la capa de Permalloy. La aplicación de un pulso de campo suficientemente intenso en dirección transversal es capaz de alinear las bandas en esta dirección venciendo la anisotropía de forma, a la vez que reduce su periodo. La aplicación posterior de sucesivos pulsos crecientes en amplitud en dirección longitudinal produce en la configuración de bandas una tendencia progresiva a la orientación de las mismas en dirección longitudinal a la estructura a través de una fuerte presencia de dislocaciones.

- Se ha llevado a cabo y optimizado la fabricación de microestructuras tridimensionales mediante litografía por haz de electrones, observando el efecto de los parámetros de exposición, del espesor de resina y del espesor del material depositado en las estructuras resultantes, caracterizadas mediante microscopía óptica, SEM, AFM, MFM y microscopía Kerr.

- Se ha logrado la consecución de estructuras de cobalto con forma de puente de 3 micras de anchura y pilares de 4x3 micras, de espesor en torno a los 250 nm, y con levadizos de hasta 8 micras de longitud levantados hasta 260 nm sobre la superficie del sustrato. También la obtención de puentes de 1 micra de anchura y pilares de 1x1 micras, de 400 nm de espesor, con levadizos de hasta 5 micras de longitud levantados hasta 200 nm sobre el sustrato.

- Se ha conseguido fabricar, mediante un doble proceso de litografiado, microestructuras en dos niveles compuestas por pistas atravesadas por una estructura con forma de puente superior, incluso conectadas por sus extremos. Estos sistemas pueden constituir un precursor de circuitos magnéticos.

- Ha sido explorada la interacción magnética que los puentes tridimensionales producen sobre microhilos a los cuales atraviesan perpendicularmente, pudiendo comprobarse cómo dependiendo del estado de remanencia magnética del puente, puede ser

anclado o no el proceso de inversión de la imanación del microhilo. Medidos más de 80 ciclos de histéresis del microhilo mediante microscopia por efecto Kerr, se observa cómo cuando la muestra previamente ha sido sometida a un campo de mayor intensidad en dirección longitudinal al eje del microhilo y de sentido positivo, se produce un anclaje de la pared magnética del microhilo en la rama ascendente de su ciclo de histéresis, con una probabilidad del 94%; mientras que en la rama descendente la probabilidad de anclaje es del 0%. Por el contrario, cuando la muestra se prepara habiendo aplicado el campo previo longitudinalmente en sentido negativo, el anclaje de la pared se produce en la rama descendente del ciclo con un 83% de probabilidad, frente al 0% de probabilidad en la rama ascendente. La propagación de la pared desde la zona de nucleación hasta la posición del puente tiene lugar de media a un campo de unos 7,5 mT, y la duración del anclaje es de unos 2,6 mT. Para las demás configuraciones de remanencia del puente estudiadas, correspondientes a haber aplicado previamente un campo en dirección transversal o perpendicular al microhilo, se observa una muy baja probabilidad de anclaje, además de una probabilidad similar en ambas ramas del ciclo del microhilo, de acuerdo con el comportamiento esperado atendiendo a la dirección del campo de fugas generado por la remanencia del puente.

- Los resultados alcanzados para el sistema puente + microhilo demuestran que la aplicación de un campo magnético suficientemente elevado en la dirección del eje de los microhilos permite un control in-situ de la propagación de la pared de dominio, posibilitando la selección entre anclar la pared a campos negativos o positivos tantas veces como se desee.

Caracterización magnética de láminas continuas y multicapas TR-MT mediante magnetometría y dicroísmo magnético circular

- Se ha comenzado un estudio, de carácter fundamental, del magnetismo de aleaciones amorfas tierra rara – metal de transición del tipo TR-Co₅, habiéndose caracterizado tanto por magnetometría como por dicroísmo magnético láminas continuas y multicapas de aleaciones YCo₅, DyCo₅ y GdCo₅, así como una lámina continua de cobalto puro de referencia.

- Las medidas de magnetometría muestran la anisotropía en el plano de las muestras de YCo₅ y la presencia de anisotropía magnética perpendicular en las muestras de DyCo₅ conferida por el disprosio. La temperatura de compensación de la lámina continua de DyCo₅ resulta de 122 K mientras que para la multicapa resulta de 93 K, de acuerdo con el ligeramente menor contenido en disprosio de la multicapa.

- Los ciclos de histéresis medidos por magnetometría para las muestras de DyCo₅ aplicando el campo en dirección perpendicular al plano pueden entenderse como la suma de una contribución en forma de ciclo cuadrado procedente de una fase ordenada ferrimagnética y una contribución de apariencia superparamagnética. La caracterización magnética del silicio empleado como sustrato, así como la obtención de ciclos selectivos a la imanación del disprosio y del cobalto por dicroísmo, confirman que esta contribución es ajena a la lámina de DyCo₅, y afianzan la suposición de su origen en condensaciones de oxígeno en el criostato.

- Las pendientes observadas a medida que se alcanza la saturación en los ciclos de las subredes del disprosio y del cobalto, medidos mediante dicroísmo magnético circular a 2 K y 300 K, confirman el carácter esperimagnético de la aleación DyCo₅, y la presencia de la temperatura de compensación que delimita el dominio de cada subred.

- Se han comparado los momentos magnéticos del Co de la lámina continua de cobalto puro y las láminas continuas y multicapas de aleaciones amorfas YCo₅, DyCo₅ y GdCo₅, obtenidos aplicando un campo de 6 T perpendicularmente al plano, a 2 K y 300 K. Los momentos magnéticos orbital y de espín no varían significativamente a temperatura ambiente, encontrándose las mayores variaciones entre las distintas aleaciones a baja temperatura. Por otro lado, el momento magnético total del cobalto siempre resulta mayor para las láminas continuas que para las multicapas, a excepción del GdCo₅ a baja temperatura, para el cual se obtienen además unos valores muy bajos de los momentos orbital y de espín del cobalto, debido a un mecanismo de tipo *spin-flop*.

Como conclusión final, de carácter general, cabe destacar que esta tesis es un claro ejemplo de que el uso combinado de las técnicas de radiación sincrotrón sensibles al magnetismo, junto con los métodos tradicionales de magnetometría y magneto-óptica, constituye una herramienta muy útil y potente para caracterizar en detalle las interacciones magnéticas de sistemas con texturas magnéticas complejas.

Capítulo 8

Publicaciones

Publicaciones directamente relacionadas con los contenidos de esta tesis

Como consecuencia del trabajo realizado durante esta tesis se han obtenido las siguientes publicaciones:

- C. Blanco-Roldán, C. Quirós, A. Sorrentino, A. Hierro-Rodríguez, L. M. Álvarez-Prado, R. Valcárcel, M. Duch, N. Torras, J. Esteve, J. I. Martín, M. Vélez, J. M. Alameda, E. Pereiro y S. Ferrer, *Nanoscale Imaging of Buried Topological Defects with Quantitative X-Ray Magnetic Microscopy*, **Nature Communications** 6, 8196 (2015); DOI: 10.1038/ncomms9196
- C. Blanco-Roldán, Y. Choi, C. Quirós, S. M. Valvidares, R. Zárate, M. Vélez, J. M. Alameda, D. Haskel y J. I. Martín, *Tuning interfacial domain walls in GdCo/Gd/GdCo' spring magnets*, **Physical Review B** 92, 224433 (2015)
- C. Blanco-Roldán, C. Quirós, G. Rodríguez-Rodríguez, M. Vélez, J. I. Martín y J. M. Alameda, *Switchable field-tuned control of magnetic domain wall pinning along Co microwires by 3D e-beam lithographed structures*, **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, 400 (2016)

Otras publicaciones

Otras publicaciones realizadas durante el periodo de preparación de esta tesis han sido:

- C. Quirós, L. Peverini, J. Díaz, A. Alija, C. Blanco, M. Vélez, O. Robach, E. Ziegler y J. M. Alameda, *Asymmetric grazing incidence small angle x-ray scattering and anisotropic domain wall motion in obliquely grown nanocrystalline Co films*, **Nanotechnology** 25, 335704 (2014)
- A. Hierro-Rodríguez, C. Quirós, A. Sorrentino, C. Blanco-Roldán, L. M. Álvarez-Prado, J. I. Martín, J. M. Alameda, E. Pereiro, M. Vélez y S. Ferrer, *Observation of asymmetric distributions of magnetic singularities across magnetic multilayers*, **Physical Review B** 95, 014430 (2017)

Capítulo 9

Referencias

Referencias del Capítulo 1

- [1] D. A. Allwood, G. Xiong, C. C. Faulkner, D. Atkinson, D. Petit y R. P. Cowburn, *Science* 309 1688 (2005)
- [2] S. S. Parkin, M. Hayashi y L. Thomas, *Science* 320 190 (2008).
- [3] M. Hayashi, L. Thomas, R. Moriya, C. Rettner y S. S. Parkin, *Science* 320 209 (2008).
- [4] R. J. Gambino y T. Suzuki, *Magneto-optical recording materials*, Wiley (1999).
- [5] S. Tsunashima, *J. of Phys. D: App. Phys.* 34 R87 (2001).
- [6] I. L. Prejbeanu, M. Kerekes, R. C. Sousa, H. Sibuet, O. Redon, B. Dieny y J. P. Nozières, *J. Phys.: Condens. Matter* 19 165218 (2007).
- [7] B. Dai, T. Kato, S. Iwata y S. Tsunashima, *IEEE transactions on magnetics* 48 3223 (2012).
- [8] F. Radu, R. Abrudan, I. Radu, D. Schmitz y H. Zabel, *Nat. Comm.* 3, 715 (2012).
- [9] J. Stöhr y H. C. Siegmann, *Magnetism: from fundamentals to nanoscale dynamics*, Springer (2006).
- [10] L. T. Baczewski, D. Givord, J. M. Alameda, B. Dieny, J. P. Nozieres, J. P. Rebouillat y J. J. Prejean, *Acta Phys. Polonica A* 83 629 (1993).
- [11] J. M. Alameda, D. Givord, R. Lemaire y Q. Lu, *J. App. Phys.* 52 2079 (1981).
- [12] R. Cid, *Anisotropía magnética perpendicular en láminas delgadas amorfas y multicapas de NdCo₅*, Tesis Doctoral, Universidad de Oviedo (2015).
- [13] R. Morales, *Evolución térmica del acoplamiento magnético de multicapas de Gd_xCo_{1-x} y propiedades magnéticas de láminas y nanoestructuras 1D de MT-MET (MT:Fe, Co; MET: Si)*, Tesis Doctoral, Universidad de Oviedo (2002).
- [14] E. E. Fullerton, J. S. Jiang y S. D. Bader, *J. of Magn. and Magn. Mat.* 200 392 (1999).
- [15] C. Vieu, F. Carcenac, A. Pépin, Y. Chen, M. Mejias, A. Lebib, L. Manin-Ferlazzo, L. Couraud y H. Launois, *App. Surf. Sci.* 164 111 (2000).

- [16] A. Hierro-Rodriguez, R. Cid, M. Vélez, G. Rodriguez-Rodriguez, J. I. Martín, L. M. Alvarez-Prado y J. M. Alameda, *Phys. Rev. Lett.* 109 117202 (2012).
- [17] F. Valdés-Bango, A. Hierro-Rodriguez, J. M. Teixeira, G. N. Kakazei, Y. G. Pogirelov, G. Rodriguez-Rodriguez, M. Vélez, J. M. Alameda, J. B. Sousa y J. I. Martín, *J. of Nanosci. and Nanotechn.* 12 7510 (2012).
- [18] E. Beaurepaire, H. Bulou, F. Scheurer y J. P. Kappler (editores), *Magnetism and synchrotron radiation*, Springer (1997).
- [19] G. Srajer, L. H. Lewis, S. D. Bader, A. J. Epstein, C. S. Fadley, E. E. Fullerton, A. Hoffman, J. B. Kortright, K. M. Krishnan, S. A. Majetich, T. S. Rahman, C. A. Ross, M. B. Salamon, I. K. Schuller, T. C. Schulthess y J. Z. Sun, *J. of Magn. and Magn. Mat.* 307 1 (2006).
- [20] H. A. Durr, T. Eimuller, H.-J. Elmers, S. Eisebitt, M. Farle, W. Kuch, F. Matthes, M. Martins, H.-C. Mertins, P. M. Oppeneer, L. Plucinski, C. M. Schneider, H. Wende, W. Wurth y H. Zabel, *IEEE transactions on magnetics* 45 15 (2009).
- [21] P. Fischer, *IEEE transactions on magnetics* 51 0800131 (2015).
- [22] T. Funk, A. Deb, S. J. George, H. Wang y S. P. Cramer, *Coord. Chem. Rev.* 249 3 (2005).
- [23] G. van der Laan y A. I. Figueroa, *Coord. Chem. Rev.* 277 95 (2014).
- [24] G. van der Laan, B. T. Thole, G. A. Sawatzky, J. B. Goedkoop, J. C. Fuggle, J. M. Esteve, R. C. Karnatak, J. P. Remeika, H. A. Dabkowska, *Phys. Rev. B* 34 6529 (1986).
- [25] B. T. Thole, G. van der Laan, G. A. Sawatzky, *Phys. Rev. Lett.* 55 2086 (1985).
- [26] M. Blume, *J. App. Phys.* 57 3615 (1985).
- [27] D. Gibbs, D. R. Harshman, E. D. Isaacs, M. B. McWhan, D. Mills y C. Vettier, *Phys. Rev. Lett.* 61 1241 (1988).
- [28] M. Blume y D. Gibbs, *Phys. Rev. B* 37 1779 (1988).
- [29] J. P. Hannon, G. T. Trammell, M. Blume y D. Gibbs, *Phys. Rev. Lett.* 61 1245 (1988) y *Phys. Rev. Lett.* 62 2644 (1989).
- [30] G. van der Laan, *C. R. Physique* 9 570 (2008).
- [31] S. Konings, J. Miguel, J. Goedkoop, J. Camarero y J. Vogel, *J. App. Phys.* 100 033904 (2006).
- [32] J. Stöhr, Y. Wu, B. D. Hermsmeier, M. G. Samant, G. R. Harp, S. Koranda, D. Dunham y B. P. Tonner, *Science* 259 658 (1993).
- [33] P. Fischer, G. Schütz, G. Schmahl, P. Guttman y D. Raasch, *Z. Phys. B* 101 313 (1996).

Referencias del Capítulo 2

- [1] P. Sigmund, *Phys. Rev.* 184 383 (1969).
- [2] R. Cid, *Anisotropía magnética perpendicular en láminas delgadas amorfas y multicapas de NdCo₅*, Tesis Doctoral, Universidad de Oviedo (2015).
- [3] J. M. Alameda, F. Carmona, F. H. Salas, L. M. Alvarez-Prado, R. Morales y G. T. Pérez, *J. of Magn. and Magn. Mat.* 154 249 (1996).
- [4] A. Hierro-Rodríguez, *Efectos de confinamiento por nanoestructuración en láminas magnéticas con anisotropía perpendicular*, Tesis Doctoral, Universidad de Oviedo (2012).
- [5] W. Zhou et al., *Scanning microscopy for nanotechnology*, Springer (2007).
- [6] Copyright Nano-Optics Group, Institute of Physics Karl Franzens University Graz, http://nanooptics.uni-graz.at/ol/work/m_ebl.html
- [7] C. Dehesa-Martínez, L. Blanco-Gutiérrez, M. Vélez, J. Díaz, L. M. Alvarez-Prado y J. M. Alameda, *Phys. Rev. B* 64 024417 (2001).
- [8] R. Morales, *Evolución térmica del acoplamiento magnético de multicapas de Gd_xCo_{1-x} y propiedades magnéticas de láminas y nanoestructuras 1D de MT-MET (MT:Fe, Co; MET: Si)*, Tesis Doctoral, Universidad de Oviedo (2002).
- [9] A. Hubert y R. Schäfer, *Magnetic domains. The analysis of magnetic microstructures*, Springer-Verlag (1998).
- [10] G. R. Ashcroft e I. Terry, *Meas. Sci. Technol.* 17 2263 (2006).
- [11] S. Foner, *The Rev. of Sci. Instrum.* 30 548 (1959).
- [12] J. Clarke y A. I. Braginski, *The SQUID handbook*, Wiley (2004).
- [13] Copyright P. K. Muduli, http://www.geocities.ws/pranab_muduli/squid.html#clarcke1994sa
- [14] Copyright Insituto de Física Dos Materiais da Universidade do Porto – Instituto de Nanociência e Nanotecnologia (IFIMUP-IN), <http://faraday.fc.up.pt/ifimup-in/facilities-folder/facilities-folder/squid-magnetometer>
- [15] G. Binnig, C. F. Quate y Ch. Gerber, *Phys. Rev. Lett.* 56 930 (1986).
- [16] Copyright Nanoscience Instruments, <http://www.nanoscience.com/technology/optical-profiler-technology/how-profilometer-works/>
- [17] J. Stöhr, H. A. Padmore, S. Anders, T. Stämmler y M. R. Scheinfein, *Surface Review and Letters* 5 1297 (1998).
- [18] B. T. Thole, P. Carra, F. Sette y G. van der Laan, *Phys. Rev. Lett.* 68 1943 (1992).

- [19] C. T. Chen, Y. U. Idzerza, H. Lin, N. V. Smith, G. Meigs, E. Chaban, G. H. Ho, E. Pellegrin y F. Sette, *Phys. Rev. Lett.* 75 152 (1995).
- [20] Copyright Sincrotrón ALBA - CELLS, <https://indico.cells.es/indico/event/15/material/slides/1?contribId=10>
- [21] D. Gibbs, D. R. Harshman, E. D. Isaacs, D. B. McWhan, D. Mills y C. Vettier, *Phys. Rev. Lett.* 61 1241 (1988).
- [22] G. Srajer, J. C. Lang y D. Haskel, *ChemInform* 37 26 (2006).
- [23] M. Sacchi, *Notiziario Neutroni e Luce di Sincrotrone* 4 3 (1999).
- [24] L. Sève, N. Jaouen, J. M. Tonnerre, D. Raoux, F. Bartolomé, M. Arend, W. Felsch, A. Rogalev, J. Goulon, C. Gautier y J. F. Bérar, *Phys. Rev. B* 60 9662 (1999).
- [25] E. Schierle, *Antiferromagnetism in thin films studied by resonant soft x-ray scattering*, Tesis Doctoral, Freie Universität Berlin (2007).
- [26] J. Als-Nielsen y D. McMorrow, *Elements of modern x-ray physics*, Wiley (2001).
- [27] H. A. Dürr, T. Eimüller, H. J. Elmers, S. Eisebitt, M. Farle, W. Kuch, F. Matthes, M. Martins, H.-C. Mertins, P. M. Oppeneer, L. Plucinski, C. M. Schneider, H. Wende, W. Wurth y H. Zabel, *IEEE Transactions on Magnetism* 45 15 (2009).
- [28] Copyright Advanced Photon Source (APS), <https://www1.aps.anl.gov/aps-science-highlight/2014/how-magnetic-dimers-interact-to-create-long-range-order>
- [29] G. Denbeaux, P. Fischer, G. Kusinski, M. Le Gros, A. Pearson y D. Atwood, *IEEE Trans. on Magnetism* 37 2764 (2001).
- [30] Copyright Sincrotrón ALBA - CELLS, http://xmipp.cnb.csic.es/twiki/pub/Xmipp/MadridJan2014Tomography/EP-20140116-Soft_Xray.pdf

Referencias del Capítulo 3

- [1] P. Chaudhari, J. J. Cuomo y R. J. Gambino, *Appl. Phys. Lett.* 22 337 (1973).
- [2] T. Kobayashi y H. Tsuji, *Jpn. J. Appl. Phys.* 20 2089 (1981).
- [3] B. Dieny, D. Givord, J. M. B. Ndjaka y J. M. Alameda, *J. Appl. Phys.* 67 5677 (1990).
- [4] H. Fu, M. Mansuripur y P. Meystre, *Phys. Rev. Lett.* 66 1086 (1991).
- [5] D. Raasch y H. Wierenga, *J. Magn. Magn. Mater.* 168 336 (1997).
- [6] P. Hansen, *Handbook of Magnetic Materials (Vol. 6, p. 289)*, Elsevier (1991).
- [7] S. Tsunashima, *J. Phys. D: Appl. Phys.* 34 R87 (2001).
- [8] H. Le Gall, R. Sbia y S. Pogossian, *J. Alloys Compd.* 275–277 677 (1998).

- [9] T. Fukami, Y. Nakaki, T. Tokunaga, M. Taguchi y K. Tsutsumi, *J. Appl. Phys.* 67 4415 (1990).
- [10] S. Mangin, M. Gottwald, C-H. Lambert, D. Steil, V. Uhlíř, L. Pang, M. Hehn, S. Alebrand, M. Cinchetti, G. Malinowski, Y. Fainman, M. Aeschlimann y E. E. Fullerton, *Nature Materials* 13 286 (2014).
- [11] S. Romer, M.A. Marioni, K. Thorwarth, N. R. Joshi, C. E. Corticelli, H.J. Hug, S. Ozer, M. Parlinska-Wojtan y H. Rohrmann, *Appl. Phys. Lett.* 101 222404 (2012).
- [12] A. López-Ortega, M. Estrader, G. Salazar-Alvarez, S. Estradé, I. V. Golosovsky, R. K. Dumas, D. J. Keavney, M. Vasilakaki, K. N. Trohidou, J. Sort, F. Peiró, S. Suriñach, M. D. Baró y J. Nogués, *Nanoscale* 4 5138 (2012).
- [13] A. Hierro-Rodriguez, J. M. Teixeira, M. Vélez, L. M. Alvarez-Prado, J. I. Martín y J. M. Alameda, *Appl. Phys. Lett.* 105 102412 (2014).
- [14] R. Morales, Ali C. Basaran, J. E. Villegas, D. Navas, N. Soriano, B. Mora, C. Redondo, X. Batlle e I. K. Schuller, *Phys. Rev. Lett.* 114 097202 (2015).
- [15] T. Hauet, F. Montaigne, M. Hehn, Y. Henry y S. Mangin, *Appl. Phys. Lett.* 93 222503 (2008).
- [16] A. Yu. Dobin y H. J. Richter, *Appl. Phys. Lett.* 89 062512 (2006).
- [17] T. N. Anh Nguyen, R. Knut, V. Fallahi, S. Chung, Q. Tuan Le, S. M. Mohseni, O. Karis, S. Peredkov, R. K. Dumas, C. W. Miller y J. Åkerman, *Phys. Rev. Appl.* 2 044014 (2014).
- [18] G. B. G. Stenning, G. J. Bowden, P. A. J. de Groot, G. van der Laan, A. I. Figueroa, P. Bencok, P. Steadman y T. Hesjedal, *Phys. Rev. B* 91 094403 (2015).
- [19] Y. Liu, S. G. E. te Velthuis, J. S. Jiang, Y. Choi, S. D. Bader, A. A. Parizzi, H. Ambaye y V. Lauter, *Phys. Rev. B* 83 174418 (2011).
- [20] C. J. Aas, P. J. Hasnip, R. Cuadrado, E. M. Plotnikova, L. Szunyogh, L. Udvardi y R. W. Chantrell, *Phys. Rev. B* 88 174409 (2013).
- [21] S. Mukherjee, W. Kreuzpaintner, J. Stahn, J.-G. Zheng, A. Bauer, P. Böni y A. Paul, *Phys. Rev. B* 91 104419 (2015).
- [22] C. Eylich, A. Zamani, W. Huttema, M. Arora, D. Harrison, F. Rashidi, D. Broun, B. Heinrich, O. Mryasov, M. Ahlberg, O. Karis, P. E. Jönsson, M. From, X. Zhu y E. Girt, *Phys. Rev. B* 90 235408 (2014).
- [23] B. Li, R. V. Chopdekar, E. Arenholz, A. Mehta y Y. Takamura, *Appl. Phys. Lett.* 105 202401 (2014).
- [24] R. Morales, J. I. Martín y J. M. Alameda, *Phys. Rev. B* 70 174440 (2004).
- [25] R. Hasegawa, *J. Appl. Phys.* 46 5263 (1975).

- [26] R. Zárate, J. I. Martín, A. Pérez-Junquera, M. Vélez, C. Meny y J. M. Alameda, *Phys. Stat. Sol. A* 203 1431 (2006).
- [27] J. P. Andrés, L. Chico, J. Colino y J. M. Riveiro, *Phys. Rev. B* 66 094424 (2002).
- [28] C. Kittel, *Introduction to Solid State Physics*, Wiley New York (1996).
- [29] K. Sato y Y. Togami, *J. Magn. Magn. Mater.* 35 181 (1983).
- [30] C. Dehesa-Martínez, L. Blanco-Gutiérrez, M. Vélez, J. Díaz, L. M. Alvarez-Prado y J. M. Alameda, *Phys. Rev. B* 64 024417 (2001).
- [31] B. Dieny, D. Givord y J.M.B. Ndjaka, *J. Magn. Magn. Mat.* 93 503 (1991).
- [32] D. Haskel, G. Srajer, J. C. Lang, J. Pollmann, C. S. Nelson, J. S. Jiang y S. D. Bader, *Phys. Rev. Lett.* 87 207201 (2001).
- [33] E. Kravtsov, D. Haskel, S. G. E. te Velthuis, J. S. Jiang y B. J. Kirby, *Phys. Rev. B* 79 134438 (2009).
- [34] B. L. Henke, E. M. Gullikson y J. C. Davis, *Atomic Data and Nuclear Data Tables* 54 181 (1993).
- [35] M. Sacchi y A. Mirone, *Phys. Rev. B* 57, 8408 (1998), <http://www.esrf.eu/Instrumentation/software/data-analysis/OurSoftware/PPM>
- [36] D. Spiga, A. Mirone, C. Ferrero, V. Cotroneo, G. Pareschi, M. Sanchez del Rio y D. Vernani, *Proceedings of SPIE – The International Society for Optical Engineering* 71 5536 (2004).
- [37] M. Sacchi, *Notiziario Neutroni e Luce di Sincrotrone* 4 3 (1999).
- [38] C. Segre, curso *Introduction to synchrotron radiation*, Center for Synchrotron Radiation Research and Instrumentation – Illinois Institute of Technology (2010) http://csrri.iit.edu/~segre/phys570/10F/lecture_13.pdf
- [39] T. Gutberlet, manual *Reflectometry with x-rays and neutrons*, Paul Scherrer Institut (2006), <https://www.psi.ch/sinq/amor/ManualsEN/Zuoz2006.pdf>
- [40] L. G. Parratt, *Phys. Rev.* 95 359 (1954).
- [41] D. Spiga, capítulo 16 en *Modern developments in x-ray and neutron optics*, Springer Series in Optical Science (2008).
- [42] L. Nénot y P. Croce, *Revue de Physique appliquée* 15 761 (1980).
- [43] C. Quirós, I. Popa, O. Robach, D. Wermeille, J. Díaz, R. Felici y S. Ferrer, *Phys. Rev. B* 78 195406 (2008).

- [44] T. Hauet, F. Montaigne, M. Hehn, Y. Henry y S. Mangin, *Phys. Rev. B* 79 224435 (2009).
- [45] J. L. Prieto, M. G. Blamire y J. E. Evetts, *Phys. Rev. Lett.* 90 027201 (2003).

Referencias del Capítulo 4

- [1] A. Hubert y R. Schäfer, *Magnetic Domains. The Analysis of Magnetic Nanostructures*, Springer-Verlag (1998).
- [2] W. Kuch, *Magnetism: A Synchrotron Radiation Approach*, Springer (2006).
- [3] P. Fischer, *IEEE Trans. Magn.* 51 0800131 (2015).
- [4] B. Van Waeyenberge, A. Puzic, H. Stoll, K. W. Chou, T. Tyliczszak, R. Hertel, M. Fähnle, H. Brückl, K. Rott, G. Reiss, I. Neudecker, D. Weiss, C. H. Back y G. Schütz, *Nature* 444 461-464 (2006).
- [5] V. Uhler, M. Urbanek, L. Hladik, J. Spousta, M-Y. Im, P. Fischer, N. Eibagi, J. J. Kan, E. Fullerton y T. Sikola, *Nature Nanotech.* 8 341-346 (2013).
- [6] U. K. Rößler, A. N. Bogdanov y C. Pfleiderer, *Nature* 442 797-801 (2006).
- [7] X. Yu, M. Mostovoy, Y. Tokunaga, W. Zhang, K. Kimoto, Y. Matsui, Y. Kaneko, N. Nagaosa y Y. Tokura, *PNAS* 109 8856-8860 (2012).
- [8] I. Makhfudz, B. Krüger y O. Tchernyshyov, *Phys. Rev. Lett.* 109 217201 (2012).
- [9] A. Fert, V. Cros y J. Sampaio, *Nature Nanotech.* 8 152-156 (2013).
- [10] N. Nagaosa y Y. Tokura, *Nature Nanotech.* 8 899-911 (2013).
- [11] N. Romming, C. Hanneken, M. Menzel, J. E. Bickel, B. Wolter, K. von Bergmann, A. Kubetzka y R. Wiesendanger, *Science* 341 636-639 (2013).
- [12] J. Li, K. W. Moon, A. Doran, M. A. Marcus, A. T. Young, E. Arenholz, S. Ma, R. F. Yang, C. Hwang y Z. Q. Qiu, *Nature Comm.* 5 4704 (2014).
- [13] J. P. Wang, *Nature Mat.* 4 191-192 (2005).
- [14] C. J. Kinane, A. K. Suszka, C. H. Marrows, B. J. Hickey, D. A. Arena, J. Dvorak, T. R. Charlton y S. Langridge, *Appl. Phys. Lett.* 89 092507 (2006).
- [15] T. A. Duckworth, F. Y. Ogrin, G. Beutier, S. S. Dhesi, S. A. Cavill, S. Langridge, A. Whiteside, T. Moore, M. Dupraz, F. Yakhov y G. van der Laan, *New J. Phys* 15 023045 (2013).
- [16] T. Hauet, C. M. Günther, B. Pfau, M. E. Schabes, J.-U. Thiele, R. L. Rick, P. Fischer, S. Eisebitt y O. Hellwig, *Phys. Rev. B* 77 184421 (2008).

- [17] A. Bollero, V. Baltz, L. D. Buda-Prejbeanu, B. Rodmacq y B. Dieny, *Phys. Rev. B* 84 094423 (2011).
- [18] R. Lavrijsen, Ji-Hyun Lee, A. Fernández-Pacheco, D. C. M. C. Petit, R. Mansell y R. P. Cowburn, *Nature* 493 647-650 (2013).
- [19] G. Heldt, G. Hrkac, M. T. Bryan, S. E. Stevenson, R. V. Chopdekar, J. Raabe, T. Thomson y L. J. Heyderman, *Appl. Phys. Lett.* 104 182401 (2014).
- [20] J. Kirz, C. Jacobsen y M. Howells, *Q. Rev. Biophysics* 28 33 (1995).
- [21] J. Stöhr, Y. Wu, B. D. Hermsmeier, M. G. Samant, G. R. Harp, S. Koranda, D. Dunham y B. P. Tonner, *Science* 259 658 (1993).
- [22] P. Fischer, G. Schütz, G. Schmahl, P. Guttman y D. Raasch, *Zeitschrift Phys. B, Condens. Matter* 101 313 (1997).
- [23] J. Stöhr y H.C. Siegmann, *Magnetism from Fundamentals to Nanoscale Dynamics*, Solid State Sciences, Springer (2006).
- [24] D. P. Bernstein, B. Bräuer, R. Kukreja, J. Stöhr, T. Hauet, J. Cucchiara, S. Mangin, J. A. Katine, T. Tyliczszak, K. W. Chou y Y. Acremann, *Phys. Rev. B* 83 180410(R) (2011).
- [25] M. Y. Im, P. Fischer, K. Yamada, T. Sato, S. Kasai, Y. Nakatani y T. Ono, *Nature Comm.* 3 983 (2012).
- [26] S. Wintz, C. Bunce, A. Neudert, M. Körner, T. Strache, M. Buhl, A. Erbe, S. Gemming, J. Raabe, C. Quitmann, y J. Fassbender, *Phys. Rev. Lett.* 110 177201 (2013).
- [27] P. Wessels, J. Ewald, M. Wieland, T. Nisius, A. Vogel, J. Viefhaus, G. Meier, T. Wilhein y M. Drescher, *Phys. Rev. B* 90 184417 (2014).
- [28] P. Fischer, T. Eimüller, G. Schütz, M. Köhler, G. Bayreuther, G. Denbeaux y D. Attwood, *J. Appl. Phys.* 89 7159-7161 (2001).
- [29] R. Cid, G. Rodríguez-Rodríguez, L. M. Álvarez-Prado, J. Díaz y J. M. Alameda, *J. Magn. Magn. Matter* 316 e446 (2007).
- [30] A. Hierro-Rodríguez, R. Cid, M. Vélez, G. Rodríguez-Rodríguez, J. I. Martín, L. M. Álvarez-Prado y J. M. Alameda, *Phys. Rev. Lett.* 109 117202 (2012).
- [31] A. Hierro-Rodríguez, G. Rodríguez-Rodríguez, J. M. Teixeira, G. N. Kakazei, J. B. Sousa, M. Vélez, J. I. Martín, L. M. Alvarez-Prado y J. M. Alameda, *J. Phys. D: Appl. Phys.* 46 345001 (2013).
- [32] F. Valdés-Bango, F. J. García Alonso, G. Rodríguez-Rodríguez, L. Morán Fernandez, A. Anillo, L. Ruiz-Valdepeñas, E. Navarro, J. L. Vicent, M. Vélez, J. I. Martín y J. M. Alameda, *J. Appl. Phys.* 112 083914 (2012)
- [33] M. Ezawa, *Phys. Rev. B* 83 100408(R) (2011).

- [34] J. M. D. Coey, *J. Appl. Phys.* 49 1646 (1978).
- [35] R. C. Taylor, T. R. McGuire, J. M. D. Coey y A. Gangulee, *J. Appl. Phys.* 49 2885 (1978).
- [36] R.-Y. Fang, D.-S. Dai, Z.-X. Lui, H. Wan y Y.-P. Ji, *J. Magn. Magn. Matter.* 58 273 (1986).
- [37] E. Pereiro, J. Nicolas, S. Ferrer y M. R. Howells, *J. Synchrotron Rad.* 16, 505 (2009).
- [38] A. Sorrentino, J. Nicolas, R. Valcarcel, F.J. Chichon, M. Rosanes, J. Avila, A. Tkachuk, J. Irwin, S. Ferrer y E. Pereiro, *J. Synchrotron Rad.* 22 (2015).
- [39] W. Rasband, código ImageJ, <https://imagej.nih.gov/ij/index.html>
- [40] J. Díaz, R. Cid, A. Hierro, L. M. Álvarez-Prado, C. Quirós y J. M. Alameda, *J. Phys.: Condens. Matter.* 25 426002 (2013).
- [41] A. Vansteenkiste, J. Leliaert, M. Dvornik, M. Helsen, F. Garcia-Sanchez y B. Van Waeyenberge, *AIP Advances* 4 107133 (2014).

Referencias del Capítulo 5

- [1] J. I. Martín, J. Nogués, K. Liu, J. L. Vicent e I. K. Schuller, *J. Magn. Magn. Matter.* 256 449 (2003).
- [2] D. A. Allwood, G. Xiong, C. C. Faulkner, D. Atkinson, D. Petit y R. P. Cowburn, *Science* 309 1688 (2005).
- [3] S. S. P. Parkin, M. Hayashi y L. Thomas, *Science* 320 190 (2008).
- [4] C. Bae, H. Shin y K. Nielsch, *MRS Bulletin* 36 887 (2011).
- [5] A. Fernández-Pacheco, L. Serrano-Ramón, J. M. Michalik, R. Ibarra, J. M. de Teresa, L. O'Brien, D. Petit, J. Lee y R. P. Cowburn, *Sci. Rep.* 3 1492 (2013).
- [6] M. Kläui, C. A. F. Vaz, J. Rothman, J. A. C. Bland, W. Wernsdorfer, G. Faini y E. Cambril, *Phys. Rev. Lett.* 90 097202 (2003).
- [7] G. Rodríguez-Rodríguez, J. L. Menéndez, A. Hierro-Rodríguez, A. Pérez-Junquera, N. Montenegro, D. Ravelosona, J. M. Alameda y M. Vélez, *J. Phys. D Appl. Phys.* 43 305002 (2010).
- [8] F. Cayssol, J. L. Menéndez, D. Ravelosona, C. Chappert, J. P. Jamet, J. Ferré y H. Bernas, *Appl. Phys. Lett.* 86 022503 (2005).
- [9] S.-M. Ahn, K. -W. Moon, C.-G. Cho y S.-B. Choe, *Nanotechnology* 22 085201 (2011).
- [10] M.-Y. Im, L. Bocklage, P. Fischer y G. Meier, *Phys. Rev. Lett.* 102 147204 (2009).

Referencias del Capítulo 6

- [1] J. Jensen y A. R. Mackintosh, *Rare earth magnetism*, Clarendon Press Oxford (1991).
- [2] J. M. D. Coey, *Rare-earth iron permanent magnets*, Oxford Science Publications (1996).
- [3] R. Cid, *Anisotropía magnética perpendicular en láminas delgadas amorfas y multicapas de NdCo₅*, Tesis Doctoral, Universidad de Oviedo (2015).
- [4] J. M. B. Ndjaka, Tesis Doctoral, Universidad de Grenoble (1990).
- [5] R. Morales, *Evolución térmica del acoplamiento magnético de multicapas de Gd_xCo_{1-x} y propiedades magnéticas de láminas y nanoestructuras 1D de MT-MET (MT:Fe, Co; MET: Si)*, Tesis Doctoral, Universidad de Oviedo (2002).
- [6] I. N. Goncharenko, O. L. Makarova y L. Ulivi, *Phys. Rev. Lett.* 93 055502 (2004).
- [7] R. J. Meier y R. B. Helmholtz, *Phys. Rev. B* 29 1387 (1984).
- [8] M. P. Seah y W. A. Dench, *Surf. and Interf. Analysis* 1 (1979).
- [9] T. Funk, A. Deb, S. J. George, H. Wang y S. P. Cramer, *Coord. Chem. Rev.* 249 3 (2005).
- [10] C. Sorg, *Magnetic properties of 3d and 4f ferromagnets studied by x-ray absorption spectroscopy*, Tesis Doctoral, Freie Universität Berlin (2005).
- [11] C. T. Chen, Y. U. Idzerza, H. Lin, N. V. Smith, G. Meigs, E. Chaban, G. H. Ho, E. Pellegrin y F. Sette, *Phys. Rev. Lett.* 75 152 (1995).
- [12] L. Favre, V. Dupuis, E. Bernstein, P. Mélinon, A. Pérez, S. Stanesco, T. Epicier, J.-P. Simon, D. Babonneau, J.-M. Tonnerre y J.-L. Hodeau, *Phys. Rev. B* 74 014439 (2006).
- [13] P. Gambardella, S. Rusponi, M. Veronese, S. S. Dhesi, C. Grazioli, A. Dallmeyer, I. Cabria, R. Zeller, P. H. Dederichs, K. Kern, C. Carbone y H. Brune, *Science* 300 1130 (2003).
- [14] G. Moulas, A. Lehnert, S. Rusponi, J. Zabloudil, C. Etz, S. Ouazi, M. Etzkorn, P. Bencok, P. Gambardella, P. Weinberger y H. Brune, *Phys. Rev. B* 78 214424 (2008).
- [15] J. M. Alameda y F. López, *Physica Stat. Solidi A - Applied Research* 69 757 (1982).
- [16] D. J. Keavney, E. E. Fullerton, D. Li, C. H. Sowers, S. D. Bader, K. Goodman, J. G. Tobin y R. Carr, *Phys. Rev. B* 57 5291 (1998).
- [17] O. Eriksson, B. Johansson, R. C. Albers, A. M. Boring y M. S. S. Brooks, *Phys. Rev. B* 42 2707 (1990).

- [18] Y. Wu, J. Stör, B. D. Hermsmeier, M. G. Samant y D. Weller, *Phys. Rev. Lett.* 69 (1992).
- [19] K. Fukamichi, T. Goto y U. Mizutani, *IEEE Trans. on Mag.* 23 3590 (1987).
- [20] H. Tanaka y S. Takayama, *J. Appl. Phys.* 70 6577 (1991).
- [21] J. Stöhr y H. König, *Phys. Rev. Lett.* 75 3748 (1995).
- [22] Y. Togami, *IEEE Trans. on Mag.* 18 1233 (1982).
- [23] R. Alben, *Phys. Rev. B* 2 2767 (1970).

Capítulo 10

Apéndices

10.1. Archivo de entrada .xml/ para el ajuste de carga de la bicapa 10 nm Al/ 50 nm Gd₁₁Co₈₉/50 nm Gd₃₅Co₆₅/10 nm Al

```
<system>

  <tf0> #valores tabulados de fo, y f1 y f2 no resonantes
    <s> f0_WaasKirf.dat </s>
  </tf0>
  <tf12>
    <s> f1f2_Henke.dat </s>
  </tf12>

  <ift>Co_ind_one #variables donde guarda el indice de
  refraccion
    <s> Co </s> #elemento
    <f> 1.0 </f> #factor de escala sobre valores tabulados
  </ift>
  <ift>Gd_ind_one
    <s> Gd </s>
    <f> 1.0 </f>
  </ift>

  <bff>rawCmenos1189beta #en rawCmenos1189beta guarda el
  archivo con la tabla E vs B- y permite añadir factores de
  correccion
    <s> C-1189beta </s>
    <f>"shift" 0.0 </f>
    <f>"factor" 1.0 </f>
    <f>"rescaleXlambda" 0 </f>
  </bff>
  <bff>rawCmas1189beta #en rawCmas1189beta guarda el archivo
  con la tabla E vs B+ y permite añadir factores de correccion
    <s> C+1189beta </s>
    <f>"shift" 0.0 </f>
    <f>"factor" 1.0 </f>
    <f>"rescaleXlambda" 0 </f>
  </bff>
```

```

<bsum>betamedio1189 #en betamedio1189 se guarda el promedio
entre B+ y B- introducidas en el bloque anterior
  <f> rawCmas1189beta</f>
  <f> 0.5 </f>
  <f> rawCmenos1189beta</f>
  <f> 0.5 </f>
</bsum>

<KK>Ave1189 #En Ave1189 se guarda la transformacion KK de
betamedio1189; se expanden las absorciones experimentales en
sus extremos hasta E1 y E2 a partir de datos tabulados del Gd
no resonantes que se unen a los experimentales en el y e2,
para suavizar la transformacion KK. Estas energias E1 E2 e1 y
e2 han de ser bien escogidas de modo que solapen bien los
datos experimentales, para lo cual es necesario hacer pruebas
para diferentes energias viendo como resulta la salida Ave1189
  <bjoin key="filename_or_betaObject" >
    <f> betamedio1189</f>
    <f>"material" Gd_ind_one</f>
    <f>"trim_left" 0 </f>
    <f>"trim_right" 0 </f>
  </bjoin>
  <f>"E1" 6922 </f>
  <f>"E2" 7714 </f>
  <f>"N" 1000 </f>
  <f>"e1" 7130 </f>
  <f>"e2" 7315 </f>
  <f>"Fact" 1.0 </f>
  <f>"maglia" rawCmas1189beta</f>
  <f>"Nmaglia" 3 </f>
  <f>"material" Gd_ind_one</f>
</KK>

<KK_write> #Escribe en un archivo la salida de la
transformación KK expandida en un rango de energia
  <f> Ave1189 </f>
  <f> 6922.0 </f>
  <f> 7714.0 </f>
  <f> 1000 </f>
  <s> Ave1189.dat </s>
</KK_write>

<Beta_write> #Escribe en un archivo el beta promedio expandido
en un rango de energia; sirve de comprobación de un buen
solapado con los valores no resonantes
  <f> betamedio1189 </f>
  <f> 6922.0 </f>
  <f> 7714.0 </f>
  <f> 700 </f>
  <s> betamedio1189.dat </s>
</Beta_write>

```

```

<f> dens_quartz 2.20 </f> #densidad nominal del cuarzo

<dv>dens_o #guarda la densidad del O del cuarzo calculada a
partir de la composición atomica del cuarzo; si se quisiera
hacer un ajuste entre 2.10 y 2.30 se escribiria dens_Gd 2.20
2.10 2.30
  <s> par(dens_quartz)*2*15.99/(28.08+2*15.99) </s>
</dv>

<dv>dens_Si #guarda la densidad del Si del cuarzo calculada a
partir de la composición atomica del cuarzo
  <s> par(dens_quartz)*28.08/(28.08+2*15.99) </s>
</dv>

<f> dens_Gd11Co89 8.79 </f> #densidad de la aleacion
Gd11Co89

<dv>dens_Gd11 #densidad del Gd en la aleacion Gd11Co89
  <s> par(dens_Gd11Co89)*11*157.25/(11*157.25+89*58.933)
  </s>
</dv>

<dv>dens_Co89 #densidad del Co en la aleacion Gd11Co89
  <s> par(dens_Gd11Co89)*89*58.933/(11*157.25+89*58.933)
  </s>
</dv>

<f> dens_Gd35Co65 8.55 </f> #densidad de la aleacion
Gd35Co65

<dv>dens_Gd35 #densidad del Gd en la aleacion Gd35Co65
  <s> par(dens_Gd35Co65)*35*157.25/(35*157.25+65*58.933)
  </s>
</dv>

<dv>dens_Co65 #densidad del Co en la aleacion Gd35Co65
  <s> par(dens_Gd35Co65)*65*58.933/(35*157.25+65*58.933)
  </s>
</dv>

<stack> #estructura de la multicapa comenzando desde el
substrato
<layer> #todas las capas se definen del mismo modo con su
espesor, rugosidad-interdifusion, elementos constituyentes y
densidad
  <f>"thickness" 0.0 </f> #espesor del substrato, se fija
  en 0.0
  <f>"roughness" SiO2_Roughness 5.407545 </f> #rugosidad-

```

```

interdifusion hacia la capa superior
<ift key="material" >
    <s> 0 </s> #elementos constituyentes de la capa que
    llaman a su propio indice de refraccion y densidades
    <dv> dens_o </dv> #puesto que esta densidad ha sido
    definida previamente dependiente de otro valor, se
    escribe entre dv significando dependent variable
    <s> Si </s>
    <dv> dens_Si </dv>
</ift>
</layer>
<layer>
    <f>"thickness" Aldown_Thickness 119.5326 </f>
    <f>"roughness" Aldown_Roughness 24.91593 </f>
    <ift key="material" >
        <s> Al </s>
        <f> dens_Aldown 3.098712 </f> #la densidad no
        definida previamente y que no es una variable
        dependiente se escribe entre f de float
    </ift>
</layer>
<layer>
    <f>"thickness" GdCo3565_Thick 514.6271 </f>
    <f>"roughness" GdCo3565_Rough 14.40886 </f>
    <ifos key="material" >
        <f> Ave1189 </f> #toma el indice de refraccion
        remitiendo a los datos resonantes del Gd introducidos
        <dv> dens_Gd35 </dv>
        <f> Co_ind_one</f> #el cobalto ha sido definido al
        principio del archive de entrada y promedia con el Gd
        para obtener el indice de refraccion de la capa
        aleacion de GdCo
        <dv> dens_Co65 </dv>
    </ifos>
</layer>
<layer>
    <f>"thickness" GdCo1189_Thick 493.0924 </f>
    <f>"roughness" GdCo1189_Rough 13.00189 </f>
    <ifos key="material" >
        <f> Ave1189 </f>
        <dv> dens_Gd11 </dv>
        <f> Co_ind_one</f>
        <dv> dens_Co89 </dv>
    </ifos>
</layer>
<layer>
    <f>"thickness" Alup_Thickness 111.2348 </f>
    <f>"roughness" Alup_Roughness 11.17209 </f>
    <ift key="material" >

```

```

        <s> Al </s>
        <f> dens_Alup 2.535 </f>
    </ift>
</layer>
</stack>

<scanlist>
    <scan>
        <s> bicapa-media_sumas_10kGy-10kG </s> > #archivo con
        los datos experimentales de (I++I-)/2 normalizados a 1
        <f>"wavelengths_col" 12398.52/7245 </f> > #longitud de
        onda correspondiente a la energia a la que se ha medido,
        en este caso Gd L3 7245 eV
        <f>"angles_col" 1 </f> #la columna 1 del archivo
        contiene los angulos en radianes
        <f>"refle_col" 2 </f> #la columna 2 del archivo
        contiene las reflectividades medidas
        <f>"weight_col" 1.0 </f>
        <f>"angle_factor" 1.0 </f> #sepuede anadir un factor
        a los angulos por si se prefiere introducir el archivo en
        grados en vez de en radianes
        <f>"norm" norm 1.745147 </f> #factor de normalizacion a
        la reflectividad, offset y correccion del bajo angulo
        <f>"noise" noise 1.09631e-07 </f>
        <f>"CutOffRatio" cutoff 0.007684342 </f>
    </scan>
</scanlist>

<fit>fit1 #objeto que define el proceso de ajuste
    <f>"width" 0 </f>
</fit>

<Minimise> #algoritmo de minimizacion y criterio de parada
    <f>"fit" fit1</f>
    <s key="temperature" > .05*math.exp(-0.2*x) </s>
    <f>"max_refusedcount" 100 </f>
    <f>"max_isthesame" 10 </f>
</Minimise>

<Write_Stack> #escribe los parámetros ajustados de la multicapa
en un archivo de salida
    <f> stacks[0] </f>
    <s> stack_desc.txt </s>
    <f> 7245.0 </f>
</Write_Stack>

</system>

```


10.2. Archivo de entrada *.xml* para el ajuste del ratio de asimetría de la bicapa 10 nm Al/50 nm Gd₁₁Co₈₉/50 nm Gd₃₅Co₆₅/10 nm Al

```

<system>

  <tf0>
    <s> f0_WaasKirf.dat </s>
  </tf0>
  <tf12>
    <s> f1f2_Henke.dat </s>
  </tf12>

  <ift>Co_ind_one
    <s> Co </s>
    <f> 1.0 </f>
  </ift>
  <ift>Gd_ind_one
    <s> Gd </s>
    <f> 1.0 </f>
  </ift>

  <bff>rawCmas1189beta
    <s> C-1189beta </s>
    <f>"shift" 0.0 </f>
    <f>"factor" 1.0 </f>
    <f>"rescaleXlambda" 0 </f>
  </bff>
  <bff>rawCmenos1189beta
    <s> C+1189beta </s>
    <f>"shift" 0.0 </f>
    <f>"factor" 1.0 </f>
    <f>"rescaleXlambda" 0 </f>
  </bff>

  <bsum>betamedio1189
    <f> rawCmas1189beta </f>
    <f> 0.5 </f>
    <f> rawCmenos1189beta </f>
    <f> 0.5 </f>
  </bsum>

  <KK>Ave1189
    <bjoin key="filename_or_betaObject" >
      <f> betamedio1189 </f>
      <f>"material" Gd_ind_one </f>
      <f>"trim_left" 0 </f>
      <f>"trim_right" 0 </f>
    </bjoin>
    <f>"E1" 6922 </f>

```

```

<f>"E2" 7714 </f>
<f>"N" 1000 </f>
<f>"e1" 7130 </f>
<f>"e2" 7315 </f>
<f>"Fact" 1.0 </f>
<f>"maglia" rawCmas1189beta </f>
<f>"Nmaglia" 3 </f>
<f>"material" Gd_ind_one </f>
</KK>

```

<KK>Plus1189 #en el ajuste magnetico se necesita calcular la transformada KK de B+ y B- introducidas por separado, para extraer la contribución magnetica a partir e la resta de ambas, realizada por el programa internamente

```

<bjoin key="filename_or_betaObject" >
  <f> rawCmas1189beta </f>
  <f>"material" Gd_ind_one </f>
  <f>"trim_left" 0 </f>
  <f>"trim_right" 0 </f>
</bjoin>
<f>"E1" 6922 </f>
<f>"E2" 7714 </f>
<f>"N" 1000 </f>
<f>"e1" 7130 </f>
<f>"e2" 7315 </f>
<f>"Fact" 1.0 </f>
<f>"maglia" rawCmas1189beta </f>
<f>"Nmaglia" 3 </f>
<f>"material" Gd_ind_one </f>
</KK>

```

```

<KK>Minus1189
  <bjoin key="filename_or_betaObject" >
    <f> rawCmenos1189beta </f>
    <f>"material" Gd_ind_one </f>
    <f>"trim_left" 0 </f>
    <f>"trim_right" 0 </f>
  </bjoin>
  <f>"E1" 6922 </f>
  <f>"E2" 7714 </f>
  <f>"N" 1000 </f>
  <f>"e1" 7130 </f>
  <f>"e2" 7315 </f>
  <f>"Fact" 1.0 </f>
  <f>"maglia" rawCmas1189beta </f>
  <f>"Nmaglia" 3 </f>
  <f>"material" Gd_ind_one </f>
</KK>

```

<f> sat3565 1.94 </f> #factores de escala que se aplican a

la magnitud del momento magnetico del Gd de la monocapa Gd11Co89 introducido a traves de los datos de absorcion, si es igual a 1 implica momentos magneticos con la misma magnitud que los medidos del Gd en la aleacion Gd11Co89

<f> sat1189 2.25 </f>

#informacion magnetica de cada una de las capas que contienen el elemento resonante (Gd); cada bloque define la direccion de los momentos magneticos del Gd mediante un vector y la magnitud de los mismos

```
<MagScatterer key="material" >GdMag1189_180
  <f> Plus1189 </f>
  <f> Minus1189 </f>
  <f>"versor" Numeric.array([-1.0,0.0,0.0]) </f>
  <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
  <f>"Saturation" sat1189 </f>
</MagScatterer>
<MagScatterer key="material" >GdMag1189_60
  <f> Plus1189 </f>
  <f> Minus1189 </f>
  <f>"versor" Numeric.array([-0.995,0.099,0.0]) </f>
  <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
  <f>"Saturation" sat1189 </f>
</MagScatterer>
<MagScatterer key="material" >GdMag1189_55
  <f> Plus1189 </f>
  <f> Minus1189 </f>
  <f>"versor" Numeric.array([-0.987,0.163,0.0]) </f>
  <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
  <f>"Saturation" sat1189 </f>
</MagScatterer>
<MagScatterer key="material" >GdMag1189_50
  <f> Plus1189 </f>
  <f> Minus1189 </f>
  <f>"versor" Numeric.array([-0.964,0.266,0.0]) </f>
  <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
  <f>"Saturation" sat1189 </f>
</MagScatterer>
<MagScatterer key="material" >GdMag1189_45
  <f> Plus1189 </f>
  <f> Minus1189 </f>
  <f>"versor" Numeric.array([-0.905,0.425,0.0]) </f>
  <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
  <f>"Saturation" sat1189 </f>
</MagScatterer>
<MagScatterer key="material" >GdMag1189_40
  <f> Plus1189 </f>
  <f> Minus1189 </f>
```

```

    <f>"versor" Numeric.array([-0.761,0.648,0.0]) </f>
    <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
    <f>"Saturation" sat1189 </f>
</MagScatterer>
<MagScatterer key="material" >GdMag1189_39
    <f> Plus1189 </f>
    <f> Minus1189 </f>
    <f>"versor" Numeric.array([-0.7163,0.6978,0.0]) </f>
    <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
    <f>"Saturation" sat1189 </f>
</MagScatterer>
<MagScatterer key="material" >GdMag1189_38
    <f> Plus1189 </f>
    <f> Minus1189 </f>
    <f>"versor" Numeric.array([-0.6640,0.7478,0.0]) </f>
    <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
    <f>"Saturation" sat1189 </f>
</MagScatterer>
<MagScatterer key="material" >GdMag1189_37
    <f> Plus1189 </f>
    <f> Minus1189 </f>
    <f>"versor" Numeric.array([-0.60437,0.7967,0.0]) </f>
    <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
    <f>"Saturation" sat1189 </f>
</MagScatterer>
<MagScatterer key="material" >GdMag1189_36
    <f> Plus1189 </f>
    <f> Minus1189 </f>
    <f>"versor" Numeric.array([-0.53705,0.84355,0.0]) </f>
    <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
    <f>"Saturation" sat1189 </f>
</MagScatterer>
<MagScatterer key="material" >GdMag1189_35
    <f> Plus1189 </f>
    <f> Minus1189 </f>
    <f>"versor" Numeric.array([-0.46212,0.8868,0.0]) </f>
    <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
    <f>"Saturation" sat1189 </f>
</MagScatterer>
<MagScatterer key="material" >GdMag1189_34
    <f> Plus1189 </f>
    <f> Minus1189 </f>
    <f>"versor" Numeric.array([-0.3799,0.9250,0.0]) </f>
    <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
    <f>"Saturation" sat1189 </f>
</MagScatterer>
<MagScatterer key="material" >GdMag1189_33
    <f> Plus1189 </f>

```

```

    <f> Minus1189 </f>
    <f>"versor" Numeric.array([-0.2913,0.95663,0.0]) </f>
    <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
    <f>"Saturation" sat1189 </f>
  </MagScatterer>
<MagScatterer key="material" >GdMag1189_32
  <f> Plus1189 </f>
  <f> Minus1189 </f>
  <f>"versor" Numeric.array([-0.19738,0.9803,0.0]) </f>
  <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
  <f>"Saturation" sat1189 </f>
</MagScatterer>
<MagScatterer key="material" >GdMag1189_31
  <f> Plus1189 </f>
  <f> Minus1189 </f>
  <f>"versor" Numeric.array([-0.0997,0.995,0.0]) </f>
  <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
  <f>"Saturation" sat1189 </f>
</MagScatterer>
<MagScatterer key="material" >GdMag1189_30
  <f> Plus1189 </f>
  <f> Minus1189 </f>
  <f>"versor" Numeric.array([0,1,0.0]) </f>
  <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
  <f>"Saturation" sat1189 </f>
</MagScatterer>
<MagScatterer key="material" >GdMag1189_29
  <f> Plus1189 </f>
  <f> Minus1189 </f>
  <f>"versor" Numeric.array([0.0997,0.995,0.0]) </f>
  <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
  <f>"Saturation" sat1189 </f>
</MagScatterer>
<MagScatterer key="material" >GdMag1189_20
  <f> Plus1189 </f>
  <f> Minus1189 </f>
  <f>"versor" Numeric.array([0.761,0.648,0.0]) </f>
  <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
  <f>"Saturation" sat1189 </f>
</MagScatterer>
<MagScatterer key="material" >GdMag1189_21
  <f> Plus1189 </f>
  <f> Minus1189 </f>
  <f>"versor" Numeric.array([0.7163,0.6978,0.0]) </f>
  <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
  <f>"Saturation" sat1189 </f>
</MagScatterer>
<MagScatterer key="material" >GdMag1189_22

```

```

    <f> Plus1189 </f>
    <f> Minus1189 </f>
    <f>"versor" Numeric.array([0.6640,0.7477,0.0]) </f>
    <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
    <f>"Saturation" sat1189 </f>
  </MagScatterer>
<MagScatterer key="material" >GdMag1189_23
  <f> Plus1189 </f>
  <f> Minus1189 </f>
  <f>"versor" Numeric.array([0.60437,0.7967,0.0]) </f>
  <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
  <f>"Saturation" sat1189 </f>
</MagScatterer>
<MagScatterer key="material" >GdMag1189_24
  <f> Plus1189 </f>
  <f> Minus1189 </f>
  <f>"versor" Numeric.array([0.53705,0.84355,0.0]) </f>
  <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
  <f>"Saturation" sat1189 </f>
</MagScatterer>
<MagScatterer key="material" >GdMag1189_25
  <f> Plus1189 </f>
  <f> Minus1189 </f>
  <f>"versor" Numeric.array([0.46212,0.8868,0.0]) </f>
  <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
  <f>"Saturation" sat1189 </f>
</MagScatterer>
<MagScatterer key="material" >GdMag1189_26
  <f> Plus1189 </f>
  <f> Minus1189 </f>
  <f>"versor" Numeric.array([0.3799,0.9250,0.0]) </f>
  <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
  <f>"Saturation" sat1189 </f>
</MagScatterer>
<MagScatterer key="material" >GdMag1189_27
  <f> Plus1189 </f>
  <f> Minus1189 </f>
  <f>"versor" Numeric.array([0.2913,0.95663,0.0]) </f>
  <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
  <f>"Saturation" sat1189 </f>
</MagScatterer>
<MagScatterer key="material" >GdMag1189_28
  <f> Plus1189 </f>
  <f> Minus1189 </f>
  <f>"versor" Numeric.array([0.19738,0.9803,0.0]) </f>
  <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
  <f>"Saturation" sat1189 </f>
</MagScatterer>

```

```

<MagScatterer key="material" >GdMag3565_00
  <f> Plus1189 </f>
  <f> Minus1189 </f>
  <f>"versor" Numeric.array([1.0,0.0,0.0]) </f>
  <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
  <f>"Saturation" sat3565 </f>
</MagScatterer>
<MagScatterer key="material" >GdMag3565_0
  <f> Plus1189 </f>
  <f> Minus1189 </f>
  <f>"versor" Numeric.array([0.995,0.099,0.0]) </f>
  <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
  <f>"Saturation" sat3565 </f>
</MagScatterer>
<MagScatterer key="material" >GdMag3565_5
  <f> Plus1189 </f>
  <f> Minus1189 </f>
  <f>"versor" Numeric.array([0.987,0.163,0.0]) </f>
  <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
  <f>"Saturation" sat3565 </f>
</MagScatterer>
<MagScatterer key="material" >GdMag3565_10
  <f> Plus1189 </f>
  <f> Minus1189 </f>
  <f>"versor" Numeric.array([0.964,0.266,0.0]) </f>
  <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
  <f>"Saturation" sat3565 </f>
</MagScatterer>
<MagScatterer key="material" >GdMag3565_15
  <f> Plus1189 </f>
  <f> Minus1189 </f>
  <f>"versor" Numeric.array([0.905,0.425,0.0]) </f>
  <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
  <f>"Saturation" sat3565 </f>
</MagScatterer>
<MagScatterer key="material" >GdMag3565_20
  <f> Plus1189 </f>
  <f> Minus1189 </f>
  <f>"versor" Numeric.array([0.761,0.648,0.0]) </f>
  <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
  <f>"Saturation" sat3565 </f>
</MagScatterer>
<MagScatterer key="material" >GdMag3565_21
  <f> Plus1189 </f>
  <f> Minus1189 </f>
  <f>"versor" Numeric.array([0.7163,0.6978,0.0]) </f>
  <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>

```

```

        <f>"Saturation" sat3565 </f>
    </MagScatterer>
<MagScatterer key="material" >GdMag3565_22
    <f> Plus1189 </f>
    <f> Minus1189 </f>
    <f>"versor" Numeric.array([0.6640,0.7477,0.0]) </f>
    <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
    <f>"Saturation" sat3565 </f>
</MagScatterer>
<MagScatterer key="material" >GdMag3565_23
    <f> Plus1189 </f>
    <f> Minus1189 </f>
    <f>"versor" Numeric.array([0.60437,0.7967,0.0]) </f>
    <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
    <f>"Saturation" sat3565 </f>
</MagScatterer>
<MagScatterer key="material" >GdMag3565_24
    <f> Plus1189 </f>
    <f> Minus1189 </f>
    <f>"versor" Numeric.array([0.53705,0.84355,0.0]) </f>
    <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
    <f>"Saturation" sat3565 </f>
</MagScatterer>
<MagScatterer key="material" >GdMag3565_25
    <f> Plus1189 </f>
    <f> Minus1189 </f>
    <f>"versor" Numeric.array([0.46212,0.8868,0.0]) </f>
    <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
    <f>"Saturation" sat3565 </f>
</MagScatterer>
<MagScatterer key="material" >GdMag3565_26
    <f> Plus1189 </f>
    <f> Minus1189 </f>
    <f>"versor" Numeric.array([0.3799,0.9250,0.0]) </f>
    <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
    <f>"Saturation" sat3565 </f>
</MagScatterer>
<MagScatterer key="material" >GdMag3565_27
    <f> Plus1189 </f>
    <f> Minus1189 </f>
    <f>"versor" Numeric.array([0.2913,0.95663,0.0]) </f>
    <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
    <f>"Saturation" sat3565 </f>
</MagScatterer>
<MagScatterer key="material" >GdMag3565_28
    <f> Plus1189 </f>
    <f> Minus1189 </f>
    <f>"versor" Numeric.array([0.19738,0.9803,0.0]) </f>

```



```

    <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
    <f>"Saturation" sat3565 </f>
  </MagScatterer>
<MagScatterer key="material" >GdMag3565_29
  <f> Plus1189 </f>
  <f> Minus1189 </f>
  <f>"versor" Numeric.array([0.0997,0.995,0.0]) </f>
  <f>"RelativeDensity" 1.0 </f>
  <f>"Saturation" sat3565 </f>
</MagScatterer>

<f> dens_quartz 2.20 </f>
<dv>dens_o
  <s> par(dens_quartz)*2*15.99/(28.08+2*15.99) </s>
</dv>
<dv>dens_Si
  <s> par(dens_quartz)*28.08/(28.08+2*15.99) </s>
</dv>

<f> dens_Gd11Co89 8.79 </f>
<dv>dens_Gd11
  <s> par(dens_Gd11Co89)*11*157.25/(11*157.25+89*58.933)
  </s>
</dv>
<dv>dens_Co89
  <s> par(dens_Gd11Co89)*89*58.933/(11*157.25+89*58.933)
  </s>
</dv>

<f> dens_Gd35Co65 8.55 </f>
<dv>dens_Gd35
  <s> par(dens_Gd35Co65)*35*157.25/(35*157.25+65*58.933)
  </s>
</dv>
<dv>dens_Co65
  <s> par(dens_Gd35Co65)*65*58.933/(35*157.25+65*58.933)
  </s>
</dv>

#A continuación se definen separadamente del bloque <stack> los
espesores de las capas de GdCo en las que se discretiza la
pared de dominio, y se ligan entre sí con el espesor total
derivado del ajuste de carga de las capas de Gd11Co89 y
Gd35Co65
<f> GdCow3565_1_Thick 17.0 </f>

<f> GdCow3565_0_Thick 509.2 </f>
<dv>GdCow3565_2_Thick

```

```

    <s> 0.2*par(GdCow3565_1_Thick) </s>
</dv>

<dv>GdCo3565_Thick
    <s> par(GdCow3565_0_Thick)-5*par(GdCow3565_1_Thick)-
        9*par(GdCow3565_2_Thick) </s>
</dv>

<f> GdCow1189_1_Thick 120 110 130</f>
<f> GdCow1189_22_Thick 9.4 </f>

<dv> GdCow1189_11_Thick
    <s> 1*par(GdCow3565_1_Thick) </s>
</dv>

<f> GdCow1189_0_Thick 496.9 </f>

<dv>GdCow1189_2_Thick
    <s> 0.2*par(GdCow1189_1_Thick) </s>
</dv>

<dv>GdCol189_Thick
    <s> par(GdCow1189_0_Thick)-10*par(GdCow1189_2_Thick)-
        1*par(GdCow1189_1_Thick) </s>
</dv>

<stack>
    <layer>
        <f>"thickness" 0.0 </f>
        <f>"roughness" SiO2_Rough 5.407545 </f>
        <ift key="material" >
            <s> O </s>
            <dv> dens_o </dv>
            <s> Si </s>
            <dv> dens_Si </dv>
        </ift>
    </layer>
    <layer>
        <f>"thickness" Aldown_Thick 119.5326 </f>
        <f>"roughness" Aldown_Rough 24.91593 </f>
        <ift key="material" >
            <s> Al </s>
            <f> dens_Aldown 3.098712 </f>
        </ift>
    </layer>
    <layer>
        <f>"thickness" GdCo3565_Thick </f>
        <f>"roughness" GdCo3565_Rough0 11.4 </f>

```

```

    <ifos key="material" >
      <f> GdMag3565_00 </f> #las capas magneticas se
      definen apuntando hacia la variable que guarda la
      informacion magnetica recogida en el bloque
      MagScatterer correspondiente
      <dv> dens_Gd35 </dv>
      <f> Co_ind_one</f>
      <dv> dens_Co65 </dv>
    </ifos>
  </layer>
  <layer>
    <f>"thickness" GdCow3565_1_Thick </f>
    <f>"roughness" GdCo3565_Rough1 13.34</f>
    <ifos key="material" >
      <f> GdMag3565_0 </f>
      <dv> dens_Gd35 </dv>
      <f> Co_ind_one</f>
      <dv> dens_Co65 </dv>
    </ifos>
  </layer>
  <layer>
    <f>"thickness" GdCow3565_1_Thick </f>
    <f>"roughness" GdCo3565_Rough1 </f>
    <ifos key="material" >
      <f> GdMag3565_5 </f>
      <dv> dens_Gd35 </dv>
      <f> Co_ind_one</f>
      <dv> dens_Co65 </dv>
    </ifos>
  </layer>
  <layer>
    <f>"thickness" GdCow3565_1_Thick </f>
    <f>"roughness" GdCo3565_Rough1 </f>
    <ifos key="material" >
      <f> GdMag3565_10 </f>
      <dv> dens_Gd35 </dv>
      <f> Co_ind_one</f>
      <dv> dens_Co65 </dv>
    </ifos>
  </layer>
  <layer>
    <f>"thickness" GdCow3565_1_Thick </f>
    <f>"roughness" GdCo3565_Rough1 </f>
    <ifos key="material" >
      <f> GdMag3565_15 </f>
      <dv> dens_Gd35 </dv>
      <f> Co_ind_one</f>
      <dv> dens_Co65 </dv>
    </ifos>
  </layer>

```

```

        </layer>
<layer>
    <f>"thickness" GdCow3565_1_Thick </f>
    <f>"roughness" GdCo3565_Rough1 </f>
    <ifos key="material" >
        <f> GdMag3565_20 </f>
        <dv> dens_Gd35 </dv>
        <f> Co_ind_one</f>
        <dv> dens_Co65 </dv>
    </ifos>
</layer>
<layer>
    <f>"thickness" GdCow3565_2_Thick </f>
    <f>"roughness" GdCo3565_Rough1 </f>
    <ifos key="material" >
        <f> GdMag3565_21 </f>
        <dv> dens_Gd35 </dv>
        <f> Co_ind_one</f>
        <dv> dens_Co65 </dv>
    </ifos>
</layer>
<layer>
    <f>"thickness" GdCow3565_2_Thick </f>
    <f>"roughness" GdCo3565_Rough1 </f>
    <ifos key="material" >
        <f> GdMag3565_22 </f>
        <dv> dens_Gd35 </dv>
        <f> Co_ind_one</f>
        <dv> dens_Co65 </dv>
    </ifos>
</layer>
<layer>
    <f>"thickness" GdCow3565_2_Thick </f>
    <f>"roughness" GdCo3565_Rough1 </f>
    <ifos key="material" >
        <f> GdMag3565_23 </f>
        <dv> dens_Gd35 </dv>
        <f> Co_ind_one</f>
        <dv> dens_Co65 </dv>
    </ifos>
</layer>
<layer>
    <f>"thickness" GdCow3565_2_Thick </f>
    <f>"roughness" GdCo3565_Rough1 </f>
    <ifos key="material" >
        <f> GdMag3565_24 </f>
        <dv> dens_Gd35 </dv>
        <f> Co_ind_one</f>

```

```

        <dv> dens_Co65 </dv>
    </ifos>
</layer>
<layer>
    <f>"thickness" GdCow3565_2_Thick </f>
    <f>"roughness" GdCo3565_Rough1 </f>
    <ifos key="material" >
        <f> GdMag3565_25 </f>
        <dv> dens_Gd35 </dv>
        <f> Co_ind_one</f>
        <dv> dens_Co65 </dv>
    </ifos>
</layer>
<layer>
    <f>"thickness" GdCow3565_2_Thick </f>
    <f>"roughness" GdCo3565_Rough1 </f>
    <ifos key="material" >
        <f> GdMag3565_26 </f>
        <dv> dens_Gd35 </dv>
        <f> Co_ind_one</f>
        <dv> dens_Co65 </dv>
    </ifos>
</layer>
<layer>
    <f>"thickness" GdCow3565_2_Thick </f>
    <f>"roughness" GdCo3565_Rough1 </f>
    <ifos key="material" >
        <f> GdMag3565_27 </f>
        <dv> dens_Gd35 </dv>
        <f> Co_ind_one</f>
        <dv> dens_Co65 </dv>
    </ifos>
</layer>
<layer>
    <f>"thickness" GdCow3565_2_Thick </f>
    <f>"roughness" GdCo3565_Rough1 </f>
    <ifos key="material" >
        <f> GdMag3565_28 </f>
        <dv> dens_Gd35 </dv>
        <f> Co_ind_one</f>
        <dv> dens_Co65 </dv>
    </ifos>
</layer>
<layer>
    <f>"thickness" GdCow3565_2_Thick </f>
    <f>"roughness" GdCo3565_Rough1 </f>
    <ifos key="material" >
        <f> GdMag3565_29 </f>

```

```

        <dv> dens_Gd35 </dv>
        <f> Co_ind_one</f>
        <dv> dens_Co65 </dv>
    </ifos>
</layer>
<layer>
    <f>"thickness" GdCow1189_2_Thick </f>
    <f>"roughness" GdCo1189_Rough1 14</f>
    <ifos key="material" >
        <f> GdMag1189_30 </f>
        <dv> dens_Gd11 </dv>
        <f> Co_ind_one</f>
        <dv> dens_Co89 </dv>
    </ifos>
</layer>
<layer>
    <f>"thickness" GdCow1189_2_Thick </f>
    <f>"roughness" GdCo1189_Rough1 </f>
    <ifos key="material" >
        <f> GdMag1189_31 </f>
        <dv> dens_Gd11 </dv>
        <f> Co_ind_one</f>
        <dv> dens_Co89 </dv>
    </ifos>
</layer>
<layer>
    <f>"thickness" GdCow1189_2_Thick </f>
    <f>"roughness" GdCo1189_Rough1 </f>
    <ifos key="material" >
        <f> GdMag1189_32 </f>
        <dv> dens_Gd11 </dv>
        <f> Co_ind_one</f>
        <dv> dens_Co89 </dv>
    </ifos>
</layer>
<layer>
    <f>"thickness" GdCow1189_2_Thick </f>
    <f>"roughness" GdCo1189_Rough1 </f>
    <ifos key="material" >
        <f> GdMag1189_33 </f>
        <dv> dens_Gd11 </dv>
        <f> Co_ind_one</f>
        <dv> dens_Co89 </dv>
    </ifos>
</layer>
<layer>
    <f>"thickness" GdCow1189_2_Thick </f>
    <f>"roughness" GdCo1189_Rough1 </f>

```

```

        <ifos key="material" >
            <f> GdMag1189_34 </f>
            <dv> dens_Gd11 </dv>
            <f> Co_ind_one</f>
            <dv> dens_Co89 </dv>
        </ifos>
    </layer>
<layer>
    <f>"thickness" GdCow1189_2_Thick </f>
    <f>"roughness" GdCo1189_Rough1 </f>
    <ifos key="material" >
        <f> GdMag1189_35 </f>
        <dv> dens_Gd11 </dv>
        <f> Co_ind_one</f>
        <dv> dens_Co89 </dv>
    </ifos>
</layer>
<layer>
    <f>"thickness" GdCow1189_2_Thick </f>
    <f>"roughness" GdCo1189_Rough1 </f>
    <ifos key="material" >
        <f> GdMag1189_36 </f>
        <dv> dens_Gd11 </dv>
        <f> Co_ind_one</f>
        <dv> dens_Co89 </dv>
    </ifos>
</layer>
<layer>
    <f>"thickness" GdCow1189_2_Thick </f>
    <f>"roughness" GdCo1189_Rough1 </f>
    <ifos key="material" >
        <f> GdMag1189_37 </f>
        <dv> dens_Gd11 </dv>
        <f> Co_ind_one</f>
        <dv> dens_Co89 </dv>
    </ifos>
</layer>
<layer>
    <f>"thickness" GdCow1189_2_Thick </f>
    <f>"roughness" GdCo1189_Rough1 </f>
    <ifos key="material" >
        <f> GdMag1189_38 </f>
        <dv> dens_Gd11 </dv>
        <f> Co_ind_one</f>
        <dv> dens_Co89 </dv>
    </ifos>
</layer>
<layer>

```

```

    <f>"thickness" GdCow1189_2_Thick </f>
    <f>"roughness" GdCol1189_Rough1 </f>
    <ifos key="material" >
        <f> GdMag1189_39 </f>
        <dv> dens_Gd11 </dv>
        <f> Co_ind_one</f>
        <dv> dens_Co89 </dv>
    </ifos>
</layer>
<layer>
    <f>"thickness" GdCow1189_1_Thick </f>
    <f>"roughness" GdCol1189_Rough1 </f>
    <ifos key="material" >
        <f> GdMag1189_40 </f>
        <dv> dens_Gd11 </dv>
        <f> Co_ind_one</f>
        <dv> dens_Co89 </dv>
    </ifos>
</layer>

<layer>
    <f>"thickness" GdCol1189_Thick </f>
    <f>"roughness" GdCol1189_Rough0 13.6 </f>
    <ifos key="material" >
        <f> GdMag1189_45 </f>
        <dv> dens_Gd11 </dv>
        <f> Co_ind_one</f>
        <dv> dens_Co89 </dv>
    </ifos>
</layer>
<layer>
    <f>"thickness" Alup_Thick 111.2348 </f>
    <f>"roughness" Alup_Rough 11.17209 </f>
    <ift key="material" >
        <s> Al </s>
        <f> dens_Alup 2.535 </f>
    </ift>
</layer>
</stack>

<scanlist>
    <scan>
        <s> asimetria_18kG.txt </s>
        <f>"wavelenghts_col" 12398.52/7245 </f>
        <f>"angles_col" 1 </f>
        <f>"refle_col" 2 </f>
        <f>"weight_col" 1.0 </f>

```



```

    <f>"angle_factor" 1.0 </f>
    <f>"norm" norm 0.8169045 </f>
    <f>"noise" noise 1.09631e-07 </f>
    <f>"Polarisation"
    [(1.0+1.0j,0,(1.0/math.sqrt(2.0),1.0j/math.sqrt(2.0))
    ),(-1.0,1,(1.0/math.sqrt(2.0),1.0j/math.sqrt(2.0)))]
    </f>
</scan> #para el ajuste magnetico se incluye el bloque de
polarizacion dentro de scanlist, que puede indicar que se
ajusta el ratio de asimetría como en este caso, o la
diferencia de intensidades. Para el ajuste del ratio de
asimetría, es necesario un modulo extra al programa PPM
encontrado en la web de descarga, que para la realización de
este trabajo ha sido directamente solicitado a su
desarrollador A. Mirone
</scanlist>

<fit>fit1
    <s key="meritfunction" > sin4 </s> #los ajustes
magneticos han de llevarse a cabo mediante un ajuste por
minimos cuadrados donde los datos experimentales y
calculados son pesados por esa funcion seno elevada a 4
    <f>"width" 0 </f>
</fit>

<Minimise>
    <f>"fit" fit1</f>
    <s key="temperature" > .05*math.exp(-0.2*x) </s>
    <f>"max_refusedcount" 100 </f>
    <f>"max_isthesame" 10 </f>
</Minimise>

<Write_Stack>
    <f> stacks[0] </f>
    <s> stack_desc.txt </s>
    <f> 7245.0 </f>
</Write_Stack>

</system>

```