Proyecto Fin de Grado

Ingeniería en Tecnologías Industriales

# INFLUENCIA DE LAS TENSIONES A NIVEL CRISTALINO EN LA RESPUESTA MAGNETO-ÓPTICA DEL COBALTO HCP

El alumno: Iñigo Martínez López

Donostia-San Sebastián, febrero de 2015



## Resumen

En términos generales, este es un trabajo científico-teórico dentro de un proyecto de investigación aplicada, que estudia las propiedades estructurales y magneto-ópticas en películas delgadas de cobalto HCP.

Las propiedades de los materiales más utilizados actualmente, como los semiconductores, los superconductores o los materiales ferromagnéticos, se pueden ajustar modificando la estructura de su red cristalina. Tales modificaciones son simplemente el resultado del estado cuántico de los electrones que interactúan entre sí en un sistema, comportamiento descrito por las leyes de la Mecánica Cuántica, porque la superposición de sus funciones de onda está controlada por las distancias de los átomos en dicha red cristalina. Por lo tanto, todas las propiedades relevantes en los materiales, como pueden ser la conductividad o el color, se pueden modificar cambiando su estructura atómica. En la práctica, sin embargo, realizar estas modificaciones es extremadamente difícil, dado que los átomos tienen unas distancias preferidas y por ello se resisten a los cambios. Esta es la razón por la cual cuesta tanto comprimir los sólidos.

No obstante, existe una manera muy elegante de modificar las distancias interatómicas en un sólido, simplemente depositando un material A sobre un substrato de material B. Gracias a ello, se fuerza a los átomos tipo A a adaptarse a la red atómica dada por B. En este sentido, se pueden fabricar nuevos materiales con

los átomos A, pero que tengan propiedades diferentes, porque sus distancias interatómicas se han modificado.

En este proyecto se han fabricado películas delgadas de cobalto con diferentes distancias interatómicas. Una película delgada es una capa de material de menos de un micrón (1000 nm). Para conseguir diferentes distancias interatómicas se ha utilizado, por un lado, una aleación de CrRu como substrato, de manera que la variación de la concentración de la aleación (es decir, el contenido de Ru en la aleación de CrRu) permite la modificación de las distancias interatómicas de la película Co en un modo continuo. Por otro lado, también se ha utilizado una capa inferior de Cr puro, que variaba su espesor. En este aspecto es muy importante señalar que la propia capa inferior de Cr crece epitaxialmente sobre una capa de Ag (plata), y que ello provoca un estado tensional en el Cr, que depende del grosor.

Por lo tanto, simplemente variando el espesor de la capa inferior de Cr, se ha conseguido modificar el espaciado reticular de los átomos en la película de Co crecida posteriormente. Es decir, que una serie de espesores de Cr nos han permitido variar el estado de deformación del Co, lo que también ha facilitado el experimento global, porque las constantes ópticas de la capa inferior no variaban sustancialmente. Por medio de técnicas y herramientas de fabricación modernas, tales como el sistema "Ultra High Vacuum Sputter Deposition", se han fabricado estos nuevos materiales de una forma muy controlada. Además, las técnicas de caracterización post-deposición, concretamente la difracción de rayos X, han permitido el control y la caracterización de estos nuevos materiales mediante la medición de sus distancias interatómicas.

Tras la fabricación de estos nuevos materiales se han estudiado sus propiedades ópticas y magneto-ópticas, mediante el uso de la herramienta experimental GME, basada en la elipsometría. Este extremado preciso instrumento mide los cambios de luz de polarización, que son causadas por las propiedades magnéticas de los materiales. Este proyecto se centra en la fabricación, caracterización y medición de estos nuevos materiales, que son de gran utilidad en la industria electrónica, sobre todo en las memorias magnéticas de los ordenadores.

# Agradecimientos

En primer lugar quisiera agradecer a Andreas Berger la oportunidad que me ha brindado para realizar este proyecto. Ha sido de gran ayuda y apoyo en esta aventura de un ingeniero industrial entre físicos. Durante mis meses de trabajo he aprendido mucho, tanto de él como de Jon Ander Arregi y de Lorenzo Fallarino. Me habéis enseñado a abrir las cajas negras que ponemos en ingeniería y a mirar lo que se esconde dentro. Agradecer de la misma manera al centro CIC nanoGUNE y en particular al Departamento de Nanomagnetismo de CIC nanoGUNE por abrirme sus puertas y permitirme trabajar en él.

A Jon Ander y Lorenzo por enseñarme cómo se trabaja en ciencia, a cómo manejar los instrumentos, a buscar respuestas a resultados inesperados. Gracias también por aguantar mis preguntas incómodas sobre la física más fundamental y por sembrar una semilla de curiosidad en mi cabeza.

Por último, agradecer a Javier Aldazabal su trabajo y dedicación en este proyecto. Gracias a su supervisión he sido capaz de orientar adecuadamente esta memoria y su contenido.

# Tabla de Contenidos

RESUME	:N	]
AGRADE	ECIMIENTOS	II
TABLA D	DE CONTENIDOS	٧
LISTA DI	E VARIABLES	X]
1. INT	RODUCCIÓN	1
1.1. M	lotivación (1971)	1
1.1.1.	Anisotropía magneto-óptica en películas delgadas epitaxiales de cobalto HCP	1
1.1.2.	Relajación de la tensión	3
1.2. O	bjetivos principales	5
1.2.1.	Control de la estructura atómica del cobalto	5
1.2.1.	1. Variación del espesor del cromo	5
1.2.1.	2. Creación de una subcapa de CrRu	7
1.2.2.	Correlación entre el estado magnético y el tensional	7

1.3.	Organización de la memoria	8
1.4.	Estado del arte	9
2. F	UNDAMENTOS TEÓRICOS	11
2.1.	Ferromagnetismo y la inversión de la magnetización	11
2.1.1	. Introducción	11
2.1.2	. Definiciones y unidades magnéticas	11
2.1.3	. Origen microscópico del magnetismo	14
2.1.4	. Clasificación de los materiales magnéticos	16
2.1.5	. Materiales ferromagnéticos	19
2.1.6	. Interacción del intercambio magnético	22
2.1.7	. Anisotropía magnética	24
2.	1.7.1. Anisotropía magnetocristalina	24
2.	1.7.2. Anisotropía magnetoelástica	26
2.	1.7.3. Anisotropía de forma o magnetostática	28
	2.1.7.3.1. Estructuras de dominio único	29
	2.1.7.3.2. Principios de formación de dominios en materiales ferromagnéticos	29
2.	1.7.4. Energía de Zeeman	30
2.	1.7.5. Energía libre total en materiales ferromagnéticos	30
2.1.8	. Ferromagnetismo y la teoría de los dominios	31
2.1.9	. Histéresis magnética y propiedades magnéticas	33
2.1.1	0. Modos de inversión de la magnetización	34
2.1.1	1. Rotación coherente de la magnetización – El modelo Stoner Wohlfarth	35
2.	1.11.1. Películas delgadas	47
2.2.	Naturaleza de la luz	48
2.2.1	. Introducción e Historia	48
2.2.2	. Polarización de la luz	49
2	2.2.1. Descripción de la polarización de la luz	49
	2.2.2.1.1. Polarización Lineal	51
	2.2.2.1.2. Polarización Circular	52
	2.2.2.1.3. Polarización Elíptica	53
2	2.2.2. Polarizadores y divisores de haces	55

2.2.2.3. Birrefringencia		56
2.2.3. Reflexión de la luz		57
2.2.3.1. Permitividad $\epsilon$		58
2.2.4. Efecto magneto óptico Ker	r (MOKE)	60
2.2.4.1. Descripción microscópi	ca: Interacción espín-órbita	61
2.2.4.2. Descripción macroscóp	ica: Ecuaciones de Fresnel	62
2.2.4.3. Geometrías del Efecto k	Kerr Kerr	63
3. TÉCNICAS EXPERIMENTA	ALES	65
3.1. Fabricación		65
3.1.1. Epitaxialidad en películas d	elgadas	65
3.1.2. Deposición de películas de	gadas por pulverización catódica	67
3.1.2.1. Introducción		67
3.1.2.2. Interacciones ion-targe		68
3.1.2.3. Principio de funcionami	ento del sputtering con magnetrón	69
3.1.2.4. Configuración del sister	ma	72
3.1.3. Crecimiento de películas de	elgadas	75
3.1.3.1. Adsorción		75
3.1.3.2. Difusión Superficial		76
3.1.3.3. Nucleación y crecimien	to	77
3.1.3.4. Fusión de "islas"		78
3.1.3.5. Proceso de espesamier	to	78
3.1.4. Fenómeno del auto-sombr	eado	79
3.2. Caracterización estructural		80
3.2.1. Cristales		80
3.2.1.1. Cristales ideales		80
3.2.1.1.1. Definición		80
3.2.1.1.2. Índices de Miller		81
3.2.1.2. Cristales reales		82
3.2.2. Difractometría y reflectivida	nd con rayos X	84
3.2.2.1. Teórica cinemática		85
3.2.2.2. Red cristalina recíproca		86

4.4.	Moto	or lineal GME	121
4.3.	Utiliz	ación del sistema de rayos X	120
4.2	2.3.1.	Imprevistos	119
4.2.3	. Pro	oceso de corte de las obleas de Si	117
4.2.2	!. Tra	atamiento HF	116
4.2.1	Se	cuencia de capas y su estructura atómica	114
4.2.	Desc	ripción de las muestras utilizadas en el estudio	114
4.1.5	. Im	previstos	113
4	1.4.1.	Enfoque de la capa de CrRu	112
4.1.4	. Ca	libración de la capa de CrRu	112
4.1.3	. Ca	libración de la cuña de Cr de espesor variable	109
4.1	1.2.1.	Cálculo de espesores	107
4.1.2	. Ca	libración del espesor	107
4.1.1	Uti	lización del sistema de sputtering	105
4.1.	Prep	aración de las películas delgadas	105
4. N	ИЕТО	DOLOGÍA	105
3.3.3	. Mé	étodo de la matriz de transferencia	103
3.3.2		rmalismo de Jones: Matriz de Reflexión	99
3.3.1	Co	nfiguración experimental	99
3.3.	Cara	cterización magneto-óptica: GME	98
3.2	2.2.7.	Configuración experimental	95
	3.2.2.6	,	94
	3.2.2.6	5.4. Mapeado del espacio recíproco	94
	3.2.2.6	5.3. Escáner $\omega$ – Curva oscilante	93
	3.2.2.6	6.2. Cristalinidad de las muestras- Escaner $2 heta$	91
	3.2.2.6	5.1. Reflectividad de rayos X- Escáner $\omega-2\theta$	90
3.2	2.2.6.	Geometrías de dispersión	90
3.2	2.2.5.	Factor de estructura	89
3.2	2.2.4.	Esfera de Ewald	88
3.2	2.2.3.	Ecuación de Bragg	88

4.5. Herramientas y software utilizado	122
5. RESULTADOS	123
5.1. Caracterización estructural	124
5.1.1. Calibraciones	124
5.1.1.1. Ag	124
5.1.1.1. Ag 5min	125
5.1.1.1.2. Ag 7.5min	126
5.1.1.1.3. Ag 10min	127
5.1.1.4. Comparación Ag	128
5.1.1.2. Cr	129
5.1.1.2.1. Cr 8min	129
5.1.1.2.2. Cr 10min	130
5.1.1.2.3. Cr 12min	131
5.1.1.2.4. Comparación Cr	132
5.1.1.3. Co	133
5.1.1.3.1. Co 6min	133
5.1.1.3.2. Co 8min	134
5.1.1.3.3. Co 10min	135
5.1.1.3.4. Co 15min	136
5.1.1.3.5. Co 20min	137
5.1.1.3.6. Comparación Co	138
5.1.1.4. Ru	139
5.1.1.4.1. Ru 25min	139
5.1.1.4.2. Ru 40min	140
5.1.1.4.3. Comparación Ru	141
5.1.1.5. SiO2	142
5.1.1.5.1. Si 20min	142
5.1.1.6. Cuña Cr	143
5.1.2. Muestras epitaxiales	144
5.1.2.1. IS02-03-04-05	144
5.1.2.2. IS08: Close y Far	149
5.1.3. Muestras alargadas	154

## Tabla de Contenidos

5.1.3.1. IS09	154
5.1.3.2. IS13	162
5.1.3.3. IS08: Muestra de CrRu	165
5.1.4. Mapeado del espacio recíproco-RSM	172
5.2. Caracterización magnética	181
5.2.1. Medidas GME	181
5.2.1.1. Propiedades magnéticas	182
5.2.1.2. Anisotropía magnética	187
5.2.1.3. Propiedades magneto-ópticas	189
5.2.1.4. Estudio magnético en la muestra alargada IS09	191
6. CONCLUSIONES	193
6.1. Objetivos cumplidos	194
6.2. Conclusiones finales	195
6.3. Visión prospectiva	196
BIBLIOGRAFÍA Y REFERENCIAS	199
LISTA DE FIGURAS	203

# Lista de Variables

#### Variables relacionadas con la anisotropía magnética

 $\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3$  Ángulos entre la dirección de magnetización y los tres ejes cristalográficos

A Constante de intercambio

**E**ca Energía de anisotropía magnetocristalina

 $egin{array}{lll} m{E}_{m{ex}} & & \textit{Energ\'ia de intercambio} \ m{E}_{m{H}} & & \textit{Energ\'ia de Zeeman} \ m{E}_{m{mag}} & & \textit{Energ\'ia magnetost\'atica} \ \end{array}$ 

Eme Energía inducida por la anisotropía magnetostrictiva

**E**<sub>sf</sub> Energía de la anisotropía superficial

**E**<sub>o</sub> Energía libre total

 $\delta_{DW}^{Bloch}$  Anchura de la pared de Bloch

 $\frac{\Delta l}{l}$  Elongación

*H<sub>d</sub>* Campo desmagnetizador*I<sub>ii</sub>* Integral de intercambio

K<sub>0</sub>, K<sub>1</sub>, K<sub>2</sub> Constantes de anisotropía magnética

*Magnetostricción* 

N<sub>d</sub> Coeficiente de desmagnetización

• Tensión longitudinal

S<sub>ij</sub> Momento de espín asociado con cada espín adyacente

 $heta_{ij}$  Ángulo entre espines vecinos

**6** Ángulo entre la elongación y la dirección de saturación de la magnetización

#### Variables ferromagnéticas

В Inducción Magnética Ratio giromagnético γ Factor de Landé g Н Campo magnético Momento angular total Momento angular orbital Intensidad de magnetización Μ Momento magnético m Susceptibilidad del vacio  $\mu_0$ μ Susceptibilidad Magnética  $\mu_m^{orbital}$ Momento magnético de orbital  $\mu_m^{espin}$ Momento magnético de espín S Momento angular de espín Permeabilidad Magnética χ

#### Variables relacionadas con la histéresis magnética

α Ángulo entre la dirección de magnetización y el eje fácil

 $lpha_N$  Ángulo entre la normal a la película y el vector medio de magnetización

 $egin{array}{ll} H_{m{C}} & {\it Campo coercitivo} \ H_{m{K}} & {\it Campo de anisotropia} \ H_{m{sw}} & {\it Campo de salto} \ \end{array}$ 

 $H_{\perp}$  Componentes del campo aplicado en el eje fácil  $H_{\parallel}$  Componentes del campo aplicado en el eje difícil

**H**<sub>n</sub> Campo de nucleación

**h** Campo magnético reducido

h\_cCoercividad reducidah\_swCampo de salto reducido

K<sub>u</sub> Constante de anisotropía magnetostática uniaxial

 $egin{array}{lll} M_R & \textit{Magnetización remanente} \ M_S & \textit{Magnetización en saturación} \ m & \textit{Magnetización reducida} \ m_{\parallel} & \textit{Magnetización longitudinal} \ m_{\perp} & \textit{Magnetización transversal} \ S & \textit{Ratio de perpendicularidad} \ \end{array}$ 

θ Ángulo entre el campo magnético aplicado y el eje fácil

#### Variables relacionadas con la luz y su polarización

B<sub>i</sub> Parámetros del modelo GME

C Velocidad de la luz

D Campo de desplazamiento eléctrico

E Campo eléctrico

E Permitividad o tensor dieléctrico

**ε**<sub>0</sub> Permitividad del vacío

 $oldsymbol{arepsilon}_K$  Cambio Kerr de la elipticidad  $oldsymbol{ heta}_K$  Rotación Kerr del plano

Ángulo entre el eje de polarización y la orientación de polarización s

Y Ángulo de magnetización

δI/I Cambio de intensidad fraccional en el detector

Intensidad de la luz en el detector

*λ* Longitud de onda

N Índice de refracción complejo

n Parte real del índice de refracción complejo

k Parte imaginaria del índice de refracción complejo

Dirección de propagación de luz

 $\tilde{r}_{s}, \tilde{\alpha}, \tilde{\beta}$  Coeficientes de reflexión

 $r_{pp}, r_{sp}, r_{ps}, r_{ss}$ Coeficientes de reflexión de Fresnel $P_{in}$ Polarización de la luz antes de reflejarse

Pout Polarización de la luz tras la reflexión en la muestra

p Momento de una partícula

 $egin{array}{ll} Q & ext{ Constante de acoplamiento magneto-óptico o constante de Voigt} \ Q_{r} & ext{ Parte real de la constante de acoplamiento magneto-óptica} \end{array}$ 

 $Q_i$  Parte imaginaria de la constante de acoplamiento magneto-óptica

R Matriz de reflexión

 $egin{array}{ll} [ ilde{R}] & \textit{Matriz de reflexión reducida} \ \chi & \textit{Susceptibilidad eléctrica} \ v & \textit{Velocidad de una onda} \end{array}$ 

v Frecuencia

ω Frecuencia angular

#### Variables relacionadas con la difracción de rayos X

Anchura del pico a la mitad de la intensidad máxima

 $ec{q}$  Vector de dispersión  $n(ec{r})$  Densidad de electrones  $ec{b}_i$  Vectores de la red recíproca

 $d_{hkl}$  Distancia entre dos planos adyacentes

Ψ Rotación azimutal en torno a la normal a la muestra

 $\vec{G}_{hkl}$  Vector del espacio recíproco

θ Ángulo de Bragg

 $heta_{c}$  Ángulo crítico de reflectividad

26 Ángulo entre la onda incidente y la onda dispersada

Δθ Ángulo entre flecos de Kiessig

Ψ Giro del eje intersección entre el plano de difracción y la superficie de la muestra

Tamaño medio de los granos

t Espesor de la muestra

T Ángulo de desplazamiento entre la superficie del cristal y los planos de dispersión

ω Ángulo entre la superficie del cristal y el haz de rayos X incidente

#### Variables de la deposición por pulverización catódica

a Parámetro de la red cristalina

Δa/a Desacoplamiento o discordancia de retícula

**b** Vector de Burgers **Y** Energía superficial

ΔG, Energía libre de un núcleo por unidad de volumen

ΔG Energía libre total

nat Número de átomos en una celda unidad de la red cristalina

R Velocidad de deposición

X Concentración de rutenio en el cromo

#### Variables cuánticas

e Carga de un electrónh Constante de Planck

n Constante reducida de Planck
 n Número cuántico principal
 l Número cuántico secundario

m<sub>e</sub> Masa de un electrón

 $m_l$ Número cuántico magnético $m_s$ Número cuántico del espín

**r** Radio de la trayectoria circular del electrón

V Velocidad de giro del electrón en torno al núcleo

## 1. Introducción

Esta memoria resume el trabajo desempeñado durante los meses de julio, agosto y septiembre de 2014 en el centro de investigación nanotecnológico CIC nanoGUNE Consolider. El proyecto se realizó en el departamento de nanomagnetismo, bajo la supervisión directa del doctor Andreas Berger.

#### 1.1. Motivación

Este proyecto tiene como objeto contribuir al desarrollo de los proyectos de mayor envergadura que se llevan a cabo en el departamento de nanomagnetismo de nanoGUNE. Como punto de partida se ha de considerar el trabajo previo realizado en el centro, que se explica brevemente a continuación. Las magnitudes y variables que ahora se mencionan se explicarán más detalladamente en apartados posteriores.

# 1.1.1. Anisotropía magneto-óptica en películas delgadas epitaxiales de cobalto HCP

En este proyecto lo que se investigó fue la existencia y el origen de la anisotropía magneto-óptica en muestras delgadas de cobalto HCP epitaxial. A continuación se resume dicho trabajo, que sirve de base para la compresión de este proyecto:

Lo que se pretendía en este proyecto previo era modificar controladamente las propiedades del cobalto (Co), un material magnético. Para ello se utilizó el siguiente procedimiento:

Se fabricaron muestras de cobalto con una orientación cristalográfica determinada, la (10-10). Esta orientación cristalográfica es muy apropiada para las mediciones de las propiedades magnéticas, ya que en este caso la magnetización se encuentra en el plano de la muestra y ello facilita su caracterización magnética.

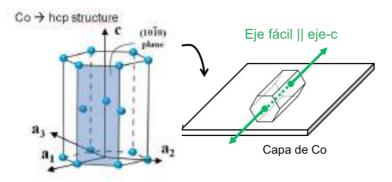


Figura 1 Ilustración de la estructura hexagonal del cobalto y su orientación en las muestras multicapa.

Para poder conseguir este tipo de cobalto, se planteó la secuencia de capas que se representa en la figura 2. Partiendo del silicio (Si) como substrato, se utilizaron dos capas intermedias de plata (Ag) y cromo (Cr). Posteriormente se colocó el cobalto y finalmente se añadió una capa de dióxido de silicio (SiO<sub>2</sub>) para proteger las muestras de la oxidación.

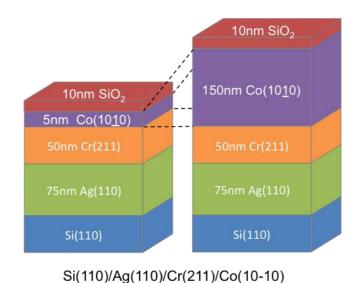
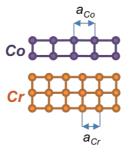


Figura 2 Disposición de la secuencia de capas en las muestras del trabajo previo

#### 1.1.2. Relajación de la tensión

En la figura 3 se han incluido las representaciones esquemáticas de la red cristalina del cobalto y del cromo. Tal y como se puede apreciar, los parámetros de red del cobalto y del cromo no son los mismos ( $a_{Co} \neq a_{Co}$ ). Esto constituye un problema al crecer epitaxialmente una capa sobre otra. Cabe aclarar que un crecimiento epitaxial asegura que existe un registro entre la capa superior y el substrato, es decir, que la capa superior se define en función del substrato. Por tanto, la capa superior, en este caso el cobalto, no tiene más remedio que adaptar su parámetro de red y su estructura cristalográfica a la del cromo.

Debido a este cambio el cobalto se encuentra deformado y tensionado, ya que en su estructura más estable, con su parámetro de red natural se encuentra en el mínimo de energía.



Discordancia: a<sub>Co</sub> ≠ a<sub>Cr</sub>

Figura 3 Representación de la discordancia entre los parámetros de red del cobalto y el cromo

Esta deformación afecta de manera más notable en películas de cobalto muy delgadas, ya que si se fabrica una capa de cobalto lo suficientemente gruesa, el cobalto desarrolla su propia estructura y su propio parámetro de red, que es mucho más estable y natural, por lo que la capa se relaja.

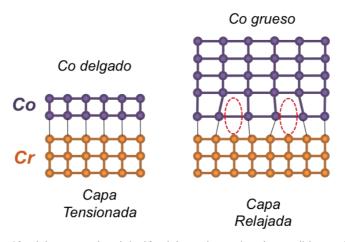


Figura 4 Representación del proceso de relajación del estado tensional a medida que la capa de cobalto es más gruesa

Este hecho justifica que se fabricaran múltiples muestras de diferentes espesores de cobalto, desde 5 nm hasta 150 nm, como se ha ilustrado en la figura 2. Por lo tanto, se comprobó que si se aumentaba el espesor de las muestras, ello alteraba el estado tensional de los materiales.

Por medio de la técnica de difracción de rayos X, también utilizada en este proyecto, se realizaron escáneres para conocer el parámetro de red. Este tipo de escáner se denomina  $\theta/2\theta$ , que se explicará con más detalle en el apartado "Técnicas Experimentales". Lo que se vio fue que a medida que se aumentaba el espesor de la muestra, la posición del pico máximo en la gráfica se desplazaba hacia su valor relajado, o valor bulk, que corresponde con el parámetro de red natural del cobalto. Este movimiento del valor máximo se traduce, por medio de la Ley de Bragg, en una distancia interatómica determinada, con lo que se pudo concluir que existía una relajación de la deformación y de la tensión en la red cristalina.

Por lo tanto, lo que se consiguió fue modificar el estado tensional del cobalto por medio de capas de espesores diferentes. Con esta ingeniería tensional se consiguió cambiar las propiedades magnéticas y magneto-ópticas del cobalto.

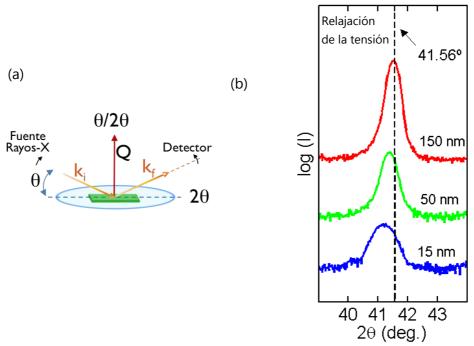


Figura 5 (a) Representación esquemática de la técnica de difracción de rayos X y (b) Gráfica del resultado de la medición, que muestra la relajación de la tensión a medida que se aumenta el grosor de la muestra

### 1.2. Objetivos principales

Podemos resumir esquemáticamente los principales objetivos de este proyecto:

- Obtener muestras **alargadas**, con crecimiento epitaxial, donde las capas inferiores son condicionadas variando:
  - A. El espesor de la capa inferior
  - B. La composición de la aleación de la capa inferior

Mientras que el **espesor** y la **composición** del **material magnético funcional** se mantiene idéntico a lo largo de la muestra.

- Comprobar los **experimentos previos**, en los que se consiguió este objetivo en **muestras separadas** con diferentes estados tensionales (0-1.5%)
- Obtener un método para modificar el estado tensional de una manera continua. Comprobar si se puede **exceder una deformación del 1.5%**.
- Investigar, por medio de las mediciones de elipsometría GME, la dependencia de las propiedades magnéticas y magneto-ópticas, y en particular de sus anisotropías, en el estado tensional de películas delgadas de cobalto HCP.

#### 1.2.1. Control de la estructura atómica del cobalto

Conocido el trabajo previo, se planteó variar el estado tensional del cobalto fabricando películas delgadas del mismo espesor. Es decir, en el trabajo previo se había modificado el estado tensional variando el espesor de la propia capa, y ahora se pretende modificar el estado tensional sin variar el espesor.

Para abordar dicho objetivo se plantean dos alternativas, que se explican brevemente a continuación:

#### 1.2.1.1. Variación del espesor del cromo

En este caso, el espesor del cobalto se mantiene constante y esta vez lo que se varía es el espesor del cromo.

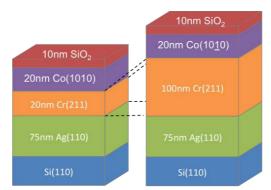


Figura 6 Representación de la muestra con espesores variables de cromo

Tal y como se puede ver en la figura 7(a), los parámetros de red de la plata, del cromo y del cobalto son diferentes. Pero llama la atención el enorme desajuste que existe entre los parámetros de red de la plata y del cromo, lo que hace que el cromo se encuentre tensionado para películas de cromo de pequeño espesor.

Teóricamente, esta tensión afecta el crecimiento del cobalto. Para capas de cromo de pequeño espesor, tanto el cobalto como el cromo deberían mostrar un estado de alta deformación, mientras que para capas de cromo muy espesas, las dos capas deberían estar más relajadas.

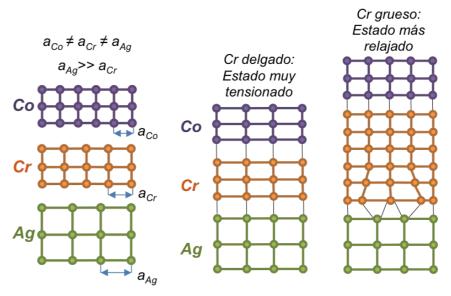


Figura 7 (a) Representación aproximada de los parámetros de red del cobalto, del cromo y de la plata. (b) Relajación de la tensión en el cromo y en el cobalto al aumentar el espesor de la capa de cromo

Por lo tanto, es objetivo principal es tratar de variar el estado tensional del cobalto cambiando el espesor de la capa de cromo y ver cómo ello afecta en la propiedades magnéticas y magneto-ópticas del cobalto.

Cabe señalar que en vez de realizar múltiples muestras con diferentes espesores de cromo, lo que se ha planteado es la fabricación de muestras únicas en las que el espesor del cromo varíe a lo largo de su longitud (cuña de cromo), tal y como se ve en la figura 8.

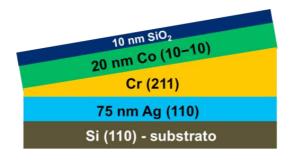


Figura 8 Secuencia de crecimiento epitaxial con la capa de cromo de espesor variable a lo largo de la longitud

#### 1.2.1.2. Creación de una subcapa de CrRu

Según este enfoque, en vez de variar el espesor del cromo, lo que se va a introducir es una nueva capa de una aleación de cromo y rutenio (Ru). El rutenio es un material que tiene un número atómico mucho mayor en comparación con el cromo y por ello el tamaño de un átomo de rutenio es mucho más grande que un átomo de cromo. Ello hace que la introducción de un cierto porcentaje de rutenio en cromo expanda la red cristalina y muestre un parámetro de red mayor.

Por tanto, introduciendo esta aleación de cromo-rutenio, conseguimos que a la hora de crecer epitaxialmente el cobalto, éste vea una red cristalina más amplia de lo habitual y de esa manera presente un estado tensional diferente. De la misma manera que en el caso de la cuña de cromo, se va a realizar una muestra única en la que se varíe la concentración de rutenio en el cromo (x), tal y como se ilustra en la figura 9.

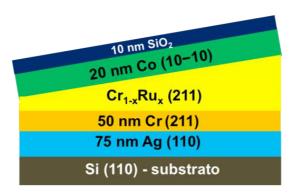


Figura 9 Secuencia de crecimiento epitaxial con un capa de cromo-rutenio de composición variable a lo largo de la longitud

### 1.2.2. Correlación entre el estado magnético y el tensional

En el trabajo previo del departamento de nanomagnetismo de nanoGUNE se comprobó que el espesor de la capa de cobalto alteraba su estado tensional. Este estado tensional también afectaba las propiedades magneto-ópticas del cobalto, ya que la constante de acoplamiento magneto-óptica mostraba una clara modulación que no existía en el material sin tensión.

En este proyecto se pretende ver cómo cambian las propiedades ópticas y magneto-ópticas del cobalto al variar su estado tensional, independientemente de su espesor.

### 1.3. Organización de la memoria

En el segundo apartado de esta memoria se va a reflejar la teoría que subyace detrás de este proyecto fin de grado. Se ha intentado dar un barniz general de todos los conceptos importantes y necesarios para la comprensión del proyecto. El orden en el que se muestra la teoría concuerda con el orden que se ha seguido para el aprendizaje de todos los conceptos. Es por ello que se comienza por las magnitudes más fundamentales y se acaba por los efectos y conceptos más particulares, intentando reflejar la base sobre la cual el alumno ha partido y el proceso que ha llevado a cabo para aprender todo lo necesario para la realización del proyecto.

Se pueden distinguir dos sub-apartados, uno dedicado al magnetismo y a los materiales ferromagnéticos, que son los que se han investigado en este proyecto, y otro sub-apartado dedicado a la luz y a su polarización, concepto que es fundamental para comprender la técnica de medición de elipsometría GME.

En el tercer apartado se ilustran las técnicas experimentales que se han utilizado en este proyecto, que básicamente son tres. En primer lugar, para la fabricación se ha utilizado la técnica de deposición por pulverización catódica. En segundo lugar, para la calibración de la fabricación y para la caracterización estructural de las muestras fabricadas se ha utilizado la técnica de difracción de rayos X. En tercer lugar, se ha hecho uso de la técnica GME (Generalized Magneto-optical Ellipsometry en inglés) para la caracterización magnética del cobalto.

En el cuarto apartado, se describe la estrategia que se ha seguido para la fabricación y posterior caracterización de las muestras. De una manera cronológica, se ha reflejado el desarrollo del proyecto y la metodología seguida en la utilización de cada técnica, así como los imprevistos que surgieron durante el proyecto.

En el quinto apartado se ilustran los ensayos, pruebas y resultados obtenidos con las técnicas dadas, según un orden cronológico.

Por último, en el sexto apartado se detallan las principales conclusiones del proyecto, así como las perspectivas de futuro en dicho ámbito.

En referencia a la lingüística del documento, está escrito en español, aunque cabe señalar que ciertos términos y conceptos se denominan en inglés, puesto que su traducción al español no es del todo aclaratoria. También apuntar que en el ámbito industrial y de investigación, dichos conceptos son tratados con su nombre anglosajón.

#### 1.4. Estado del arte

El estudio y análisis de películas delgadas se ha convertido en una rama muy importante en Ciencia de Materiales. Las películas delgadas se emplean en diferentes campos como la microelectrónica, la óptica, el almacenamiento de datos, el diseño de sensores y protección de superficies entre otras aplicaciones. Este tipo de aplicaciones ha impulsado el desarrollo de técnicas para la producción y análisis de películas delgadas.

Las propiedades eléctricas y mecánicas de una película delgada están relacionadas con su estructura, por lo que los procesos de caracterización y análisis estructural es un área muy importante en Ciencia de Materiales.

Los avances tecnológicos actuales exigen cada vez mayor integración y miniaturización de los dispositivos, especialmente en el sector electrónico. Entre esos dispositivos, los sistemas ferromagnéticos tienen gran relevancia tecnológica, sobre todo en la industria del almacenamiento de datos. Específicamente aquí, el perfeccionamiento y la mejora de las tecnologías presentes y la viabilidad de las nuevas tecnologías dependen en la comprensión fundamental de las propiedades magnéticas y requieren de la búsqueda e investigación de nuevos materiales magnéticos, estructuras y propiedades en dimensiones nanométricas. Por ejemplo, en la tecnología de los discos duros de los ordenadores, el almacenamiento de datos requiere de un control muy preciso y exacto de los patrones y procesos de inversión de la magnetización, ya que se desean conseguir cada vez mayores capacidades y velocidades de lectura mucho más rápidas. La continua demanda de la tecnología y la necesidad de entender la física fundamental en la que se basa dicha tecnología es lo que ha hecho del estudio de la inversión de la magnetización en películas delgadas uno de los núcleos de investigación activa durante las últimas décadas. No obstante, a pesar de todos estos estudios, existen todavía muchas preguntas que necesitan respuesta. Para poder miniaturizar aún más los sistemas ferromagnéticos, es esencial encontrar nuevas y eficientes vías de fabricación de estructuras, que permitan caracterizar las propiedades magnéticas con suficiente detalle y precisión.

En general, este proyecto pretende lograr un mejor conocimiento de los procesos de inversión de la magnetización en películas delgadas.

# 2. Fundamentos teóricos

## 2.1. Ferromagnetismo y la inversión de la magnetización

#### 2.1.1. Introducción

Este capítulo trata la física fundamental asociada al ferromagnetismo, dado que es relevante para comprender adecuadamente los resultados presentados y analizados posteriormente. Este apartado comienza con una breve explicación de las principales magnitudes magnéticas y continúa con el origen microscópico de la magnetización dentro de los materiales magnéticos, sus clasificaciones y la diferencia entre estados desmagnetizados y materiales ferromagnéticos saturados. También se tratan las anisotropías que contribuyen en el comportamiento de materiales ferromagnéticos y los conceptos de dominio, pared de dominio y mecanismos de inversión de la magnetización.

## 2.1.2. Definiciones y unidades magnéticas

En este apartado se definen los conceptos más importantes que sirven para describir el fenómeno magnético. En magnetismo, los sistemas de unidades todavía son complejos, ya que se utilizan tanto las unidades del *sistema internacional (SI)* como las del sistema *centímetro gramo segundo (CGS)*.

#### - Campo Magnético:

El campo magnético se expresa como H y aparece en el espacio siempre que exista una carga eléctrica en movimiento, es decir, aparece por la presencia de corriente eléctrica. En general, podemos considerar dos clases de corrientes eléctricas. Una de ellas son las corrientes debidas al trasporte de electrones libres o iones cargados.

El otro tipo de corriente eléctrica la constituyen las corrientes atómicas, que se producen sin transporte de carga y son debidas a los electrones ligados al núcleo del átomo. El campo magnético también aparece en un imán permanente, como resultado del espín intrínseco de los electrones y del momento angular del electrón que orbita entorno al núcleo. La unidad de campo magnético se expresa en amperios/metro (A/m) en SI o en oersted en el sistema CGS.

#### - Inducción Magnética:

La inducción magnética, o densidad de flujo magnético, B, se define por un campo magnético y por las características magnéticas del medio donde se aplica el campo magnético. Su unidad es el *Tesla* (o Weber por metro cuadrado (W/m²)) o el Gauss, en unidades SI o CGS respectivamente. En el vacío, la relación entre la inducción magnética y el campo magnético es la siguiente:

$$B = \mu_0 H \tag{2.1}$$

Donde  $\mu_0$  es una constante universal conocida como *permeabilidad del vacío*. En unidades del SI,  $\mu_0$  equivale a  $4\pi~x~10^{-7}$  Henrios por metro (H/m), mientras que en unidades CGS equivale a la *unidad*. En el interior de un material esta relación es más compleja.

#### - Momento magnético:

El momento magnético, m, es una magnitud básica y fundamental en magnetismo. Es aplicable tanto a un imán de barra como a un electroimán. Si consideramos una corriente eléctrica *I* a través de un área *A*, tal como se muestra en la Figura 10, se puede definir el momento magnético como:

$$m = I A (2.2)$$

Su unidad generalmente se denota como emu, (electromagnetic unit en inglés). Su unidad es el  $A.m^2$  o el Weber.m en unidades SI y erd/oersted en el sistema CGS (erd es una unidad de energía).



Figura 10 Definición de momento magnético

#### - Intensidad de magnetización:

La intensidad de magnetización, o simplemente magnetización, M, es una magnitud usada en magnetismo para describir el grado de magnetización de un material magnético. Es el momento magnético por unidad de volumen, V: M=m/V o de manera más exacta:

$$M = \lim_{\Delta V \to 0} \frac{1}{\Delta V} \sum_{i} m_{i} \tag{2.3}$$

Su unidad viene dada por  $erg/oersted\ cm^3\ o\ emu/cm^3$ . En la variable  $\Delta V$  se halla la clave de la magnetización, pues este volumen es lo suficientemente pequeño como para considerarse nulo a escala macroscópica, pero lo suficientemente grande a escala microscópica como para contener cierto número de átomos. Se trata de una magnitud puntual, que relaciona el mundo microscópico de los átomos con el mundo macroscópico.

Cabe señalar, ya habiendo definido la intensidad de magnetización, que en el interior de un material se satisface la ecuación 2.4 :

$$B = \mu_0(H + M) \tag{2.4}$$

La relación B = f(H), ó M = f(H), es lo que generalmente se denomina proceso de magnetización y se refleja gráficamente en la curva característica de magnetización.

#### - Susceptibilidad y permeabilidad magnética:

Estas dos magnitudes representan la respuesta de un material magnético ante un campo magnético, y se expresan como  $\mu = \frac{B}{H}$  y  $\chi = \frac{M}{H}$ , donde  $\mu$  y  $\chi$  son la permeabilidad y susceptibilidad de la muestra, respectivamente.

#### - Unidades básicas en magnetismo<sup>a</sup> y sus conversiones:

Magnitud	Símb.	Unid. SI	Unid. CGS	Conversiones
Campo Magnético	Н	A/m	Oersted	1 Oersted = $(1000/4\pi)$ A m <sup>-1</sup>
Inducción Magnética	В	Tesla	Gauss	1 Gauss = $10^{-4}$ Tesla
Magnetización	М	A/m	emu cm <sup>-3</sup>	$1 \text{ emu/cm}^3 = 1000 \text{ A/m}$
Momento Magnético	m	A m <sup>2</sup>	emu	$1 \text{ emu} = 10^{-3} \text{ A m}^2$

Tabla 1 Principales unidades utilizadas en magnetismo en unidades SI y CGS, y sus conversiones

<sup>a</sup> Las magnitudes *H*,*B* y *M* tienen carácter vectorial, es decir, tienen módulo, dirección y sentido. En este apartado introductorio se han tratado de manera escalar, pero a lo largo de esta memoria se van a considerar vectores, cuya dirección es muy relevante.

13

#### 2.1.3. Origen microscópico del magnetismo

Conocidas las magnitudes más importantes en magnetismo, se explica ahora el origen del magnetismo. Aunque pueda parecer un apartado demasiado básico, es necesario para conocer correctamente los conceptos de dominios y anisotropías magnéticas.

Desde el punto de vista de la física clásica o newtoniana, la nube de electrones que rodea los átomos puede ser tratada como una rotación en órbitas circulares alrededor del núcleo, como se muestra en la Figura 11(a). El electrón posee dos tipos de movimientos, el orbital y el de espín y cada uno de ellos implica un momento angular.

Estos electrones, de carga e y masa  $m_e$ , giran con una velocidad v entorno al núcleo del átomo en una trayectoria circular de radio r.

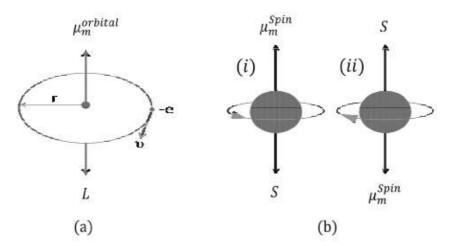


Figura 11 Representación esquemática del movimiento de un electrón en un átomo: (a) el movimiento orbital entorno al núcleo [11] produce un momento magnético  $\mu_m^{orbital}$  y (b) el movimiento de espín alrededor de su propio eje produce un momento magnético de espín. Las dos orientaciones del espín del electrón se muestran (i) en el sentido de las manecillas del reloj y (ii) en el sentido contrario a las manecillas del reloj.

Esta rotación de los electrones se puede asimilar a una corriente eléctrica que fluye en una trayectoria circular con resistencia nula que da lugar a un *momento magnético*,  $\mu_m^{orbital}$ , con dirección perpendicular al plano del movimiento del electrón, como se ilustra en la Figura 11(a). En relación con este momento se encuentra el *momento angular orbital*, L, de dirección opuesta al momento magnético orbital.

Vulgarmente hablando, podemos afirmar que los electrones también giran en torno a su propio eje, en su movimiento de espín. Este movimiento de espín se usa para describir un concepto particular de la física cuántica que no tiene ninguna analogía clásica.

Para comprender el concepto del espín de un electrón, clásicamente se asume que los electrones son esferas sólidas y que la carga está distribuida en su superficie, como se muestra en la Figura 11(b). Esta representación simplemente sirve para visualizar, pero no tiene importancia cualitativa. La rotación de estas cargas produce un bucle de corriente que da lugar al momento magnético de espín,  $\mu_m^{espín}$ , orientado entorno al eje de rotación. Como resultado existirá un momento angular de espín, S, en la dirección opuesta al momento magnético de espín. El valor de espín está cuantizado, es decir, que no existen electrones con cualquier valor del espín, sino que es siempre un múltiplo entero de  $\hbar/2$  (donde  $\hbar$  hace referencia a h, la constante de Planck dividida entre  $2\pi$ , también llamada constante reducida de Planck).

A la hora de medir el espín en una dirección particular, sólo se obtienen unos valores posibles que son las posibles proyecciones sobre esa dirección. Por ejemplo, la proyección del momento angular de espín de un electrón, si se mide en una dirección particular dada por un campo magnético externo, puede resultar únicamente en los valores  $\hbar/2$  o bien  $-\hbar/2$ .

El *momento angular total*, J, de los electrones de un átomo viene dado por la suma vectorial de momento orbital y del momento angular de espín:

$$J = L + S \tag{2.5}$$

Mientras que el momento magnético total,  $\mu_m^{total}$ , viene dado por:

$$\mu_m^{total} = -\frac{g\mu_B}{\hbar} J \tag{2.6}$$

Donde  $\hbar$  es la constante reducida de Planck, g el factor de Landé (adimensional), y  $\mu_B$  el magnetón de Bohr, dado en unidades del SI como:

$$\mu_B = \frac{e\hbar}{2m_e} \tag{2.7}$$

El factor de Landé se expresa como:

$$g = 1 + \frac{J(J+1) + S(S+1) - L(L+1)}{2J(J+1)}$$
 (2.8)

Este factor puede tomar valores entre 1 y 2. Cuando únicamente hay movimientos orbitales, toma el valor de 1, y si sólo hay movimiento de espín toma el valor de 2. Cuando 1 < g < 2, quiere decir que ambos efectos están presentes. El factor g se puede medir a partir de la frecuencia del movimiento orbital de un electrón, que se conoce como *ratio giromagnético*,  $\gamma$ .

Este factor es relevante en la *teoría micromagnética* y se define como el ratio entre el momento angular y el momento magnético, y viene dado por:

$$\gamma = -\frac{e g}{2m_e} = -\frac{g \mu_B}{\hbar} \tag{2.9}$$

El valor del *ratio giromagnético* confirma que la mayor contribución al intrínseco momento magnético en los materiales ferromagnéticos proviene del movimiento de espín de los electrones más que del movimiento orbital del electrón alrededor del núcleo. De hecho, experimentos basados en la resonancia magnética muestran que en la mayor parte de los materiales ferromagnéticos, el momento magnético es debido casi enteramente al espín.

#### 2.1.4. Clasificación de los materiales magnéticos

En este proyecto se ha trabajado con distintos materiales, y es por ello que se contempla la necesidad de incluir la clasificación siguiente. No obstante, cabe concretar que el material estudiado ha sido el cobalto, que es ferromagnético.

Las sustancias que pueden ser magnetizadas, en mayor o menor medida, por un campo magnético se denominan materiales magnéticos. De la sección anterior se puede afirmar que el origen de la magnetización en los materiales magnéticos proviene de las contribuciones de espín y orbital de los electrones.

Si dos electrones tienen espines con orientaciones diferentes entonces pueden ocupar el mismo orbital y por lo tanto estarán más cerca entre sí y existirá una repulsión de Coulomb mayor. Recordemos que la repulsión de Coulomb es una fuerza que aparece entre dos cargas eléctricas con signo de carga opuesto. Si los electrones tienen el mismo espín, entonces ocuparán orbitales diferentes, estarán más lejos, y tendrán una repulsión de Coulomb menor. Por consiguiente, la fuerza de Coulomb favorece el alineamiento paralelo de todos los espines de los electrones.

En los elementos, los electrones maximizan su espín total y por lo tanto ocupan los orbitales con un electrón por orbital (por celda) con todos los espines paralelos hasta que todos los orbitales disponibles contienen un electrón. En la Figura 12 se ha incluido la última parte de la configuración electrónica de varios elementos y se puede apreciar cómo se van rellenando las celdas (orbitales).

Materiales que contienen electrones no apareados en capas (3d, 4f)<sup>b</sup> son ferromagnéticos siempre que la estructura atómica les permita un alineamiento paralelo y cooperativo de los momentos magnéticos. Esto último es muy importante, pues dado que el cromo o el manganeso tienen más electrones desapareados, podríamos esperar una magnetización superior incluso que la del hierro. Y así ocurre con un átomo aislado. El ferromagnetismo es un comportamiento que precisa de la cooperación de muchos átomos en un sólido.

<sup>&</sup>lt;sup>b</sup> Existe una anomalía en la configuración electrónica del cromo y del cobre, debido a la estabilidad que presenta el orbital d semilleno o completo. En el cromo, la configuración  $4s^2 3d^4$  es inestable. Si el átomo puede alcanzar la configuración  $d^5$  será mucho más favorable. Esto se consigue trasladando un electrón del orbital  $s^2$  al  $d^4$ . En el cobre es análogo, la configuración  $4s^2 3d^9$  es la inestable

Ca [At] 4s <sup>2</sup>	Paramagnetic						[†
Sc [Ar] 3d1 4s2	Paramagnetic	†					<b>↑</b> ↓
Ti [Ar] 3d <sup>2</sup> 4s <sup>2</sup>	Paramagnetic	1	1				<b>†</b> ↓
V [Ar] 3d <sup>3</sup> 4s <sup>2</sup>	Parumagnetic	1	1	†			[†↓
Cr [Ar] 3d <sup>5</sup> 4s <sup>1</sup>	Antiferromagnetic	1	1	1	1	1	<b>†</b>
Mn [Ar] 3d <sup>4</sup> 4s <sup>2</sup>	Paramagnetic	1	1	1	1	1	<b>†</b> ↓
Fe [Ar] 3d* 4s2	Ferromagnetic	1	1	Ť	1	1	1
Co [Ar] 3d <sup>1</sup> 4s <sup>2</sup>	Ferromagnetic	Ţ,	1	Ť	†	1	1↓
Ni [Ar] 3d8 4s2	Ferromagnetic	1	1.	1	1	1	<b> </b>
Cu [Ar] 3d10 4s1	Diamagnetic	1	1	1	1,	11	1
Zn [Ar] 3d <sup>10</sup> 4s <sup>2</sup>	Diamagnetic	1.	1	1	1.	11	<b>↑</b> ↓

Figura 12 Representación de los espines de los electrones de las capas 3d y 4f de diferentes elementos

Por lo tanto, los materiales magnéticos se pueden clasificar en función de su respuesta ante un campo magnético aplicado de la siguiente manera:

En la primera categoría se encuentran los materiales diamagnéticos, que tienen magnetización neta nula porque sus orbitales electrónicos están completamente llenos. Los momentos magnéticos inducidos en estos materiales se oponen al campo magnético externo aplicado y por lo tanto tienen una susceptibilidad baja y negativa, aproximadamente  $-10^{-5}$  (sin dimensiones en SI). La susceptibilidad en materiales diamagnéticos puede ser considerada independiente de la temperatura. Al aplicar un campo en un material diamagnético se induce una rotación orbital en los electrones del núcleo, lo cual implica la creación de momentos magnéticos, pero por la ley de Lenz la corriente de los momentos magnéticos orbitales inducidos es tal que se opone al campo aplicado. Cobre (Cu), plata (Ag), carbono (C), oro (Au), bismuto (Bi) y berilio (Be) son buen ejemplo de materiales diamagnéticos. Cabe señalar que el diamagnetismo está presente en todo tipo de materia, pero puede estar enmascarado por el ferromagnetismo y por el paramagnetismo.

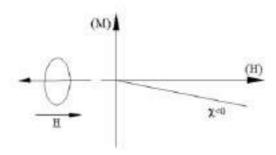


Figura 13 Diamagnetismo: Representación esquemática de los momentos magnéticos. Relación de la susceptibilidad con el campo magnético aplicado.

En la segunda categoría aparecen los materiales *paramagnéticos*, en los cuales los átomos y las moléculas tienen un número impar de electrones en los orbitales electrónicos que están incompletos. Debido a ello, existe un espín de electrón que está desparejado, lo que da lugar a una magnetización neta ante un campo magnético aplicado. Esta magnetización neta no alcanza los órdenes de magnitud que se pueden encontrar en los materiales ferromagnéticos, por lo que la susceptibilidad magnética es pequeña y positiva, normalmente en torno a  $10^{-3}$  -  $10^{-5}$ . De hecho, debido a la energía *térmica* o energía de *Boltzmann* los momentos magnéticos de los átomos están orientados aleatoriamente cuando al material no se le aplica ningún campo magnético externo. La magnetización en estos materiales es débil y se puede alinear paralelamente en la misma dirección que el campo magnético aplicado. En la mayoría de los materiales paramagnéticos la susceptibilidad es inversamente proporcional a la temperatura. Esta correlación se conoce como la *Ley de Curie*:

$$M = C \frac{B}{T} \to \chi = C \frac{\mu}{T} \tag{2.11}$$

Donde C es la constante de Curie, específica de cada material y T la temperatura del material en Kelvin. Alumnio (Al), platino (Pt) y sulfato de cobre (CuSO<sub>4</sub>) son ejemplo de materiales paramagnéticos.

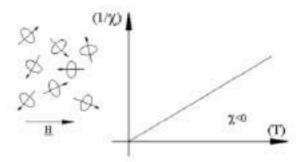


Figura 14 Paramagnetismo: Representación esquemática de los momentos magnéticos. Relación de la inversa de la susceptibilidad la temperatura

La tercera gran categoría la ocupan los materiales *ferromagnéticos*, que de los tres, es el grupo más importante debido a su extendido uso en innumerables aplicaciones. La susceptibilidad de estos materiales es positiva y mucho mayor que la unidad, que puede alcanzar rangos por encima de  $10^4$ .

Diamagnetismo y paramagnetismo son características de los átomos aislados. El ferromagnetismo y el antiferromagnetismo son comportamientos que precisan de la cooperación de muchos átomos en un sólido.

## 2.1.5. Materiales ferromagnéticos

Los materiales ferromagnéticos se definen como materiales que tienen una magnetización espontánea, es decir, que tienen magnetización aún en el caso de que no exista ningún campo magnético externo aplicado. Como ejemplos encontramos el hierro (Fe), el cobalto (Co), el níquel (Ni) y algunas tierras raras, (como el escandio (Sc), el gadolinio (Gd), el neodimio (Nd), el itrio (Y) o el samario (Sm)) y sus aleaciones. En estos materiales, la máxima y mínima magnetización espontánea se obtiene a OK y a la temperatura de Curie, respectivamente. Por encima de la temperatura de Curie los materiales ferromagnéticos presentan propiedades paramagnéticas, es decir, que los momentos magnéticos se encuentran aleatoriamente distribuidos si no existe ningún campo magnético externo aplicado.

Existen diferentes tipos de materiales ferromagnéticos, cuyo momento neto depende de la orientación relativa y de la magnitud de los momentos magnéticos (espín de los electrones) con respecto a cada uno de ellos. En esta subcategoría encontramos, por ejemplo, los materiales *ferrimagnéticos*, los *antiferromagnéticos*, los *helimagnéticos* y los *supermagnéticos*. En la Figura 15 se muestran esquemáticamente los diagramas de disposición de momentos magnéticos en materiales ferromagnéticos, antiferromagnéticos y ferrimagnéticos. En los materiales ferromagnéticos, el momento magnético del "vecino" más cercano se alinea paralelamente en ciertas regiones del material, como se muestra en la Figura 15(a).

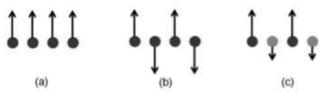


Figura 15 Diagramas esquemáticos mostrando el alineamiento de los momentos magnéticos en diferentes materiales magnéticos: (a) Ferromagnéticos, (b) Antiferromagnéticos y (c) Ferrimagnéticos

Los momentos magnéticos en materiales antiferromagnéticos se alinean paralelamente pero en sentidos opuestos, como se aprecia en la Figura 15(b). La variación de la susceptibilidad con la temperatura presenta un pico a la temperatura de Néel (Figura 16). Cuando se aplica un campo magnético, por debajo de la temperatura de Néel, los espines se alinean de forma antiparalela, y por encima de la temperatura de Néel el comportamiento es el de un material paramagnético.

Dentro de los materiales antiferromagnéticos se incluyen el cromo (Cr), el manganeso (Mn) y los metales óxidos de transición como el FeO, CoO, NiO y el MnO.

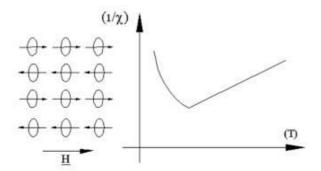


Figura 16 Antiferromagnetismo: Representación esquemática de los momentos magnéticos. Relación de la inversa de la susceptibilidad con la temperatura.

El ferrimagnetismo es un caso particular de antiferromagnetismo, y a esos materiales se les suele denominar *ferritas*, cuyos momentos magnéticos están alineados en direcciones opuestas y con magnitudes diferentes, de manera que existe un momento neto, como se ilustra en la Figura 15(c).

En estos materiales los momentos magnéticos ocupan dos tipos de redes cristalinas. En un tipo de red, llamada A, los espines se orientan en un sentido. En la otra red cristalina, la B por ejemplo, los espines se orientan en sentido contrario a la de la red A. Como el número de iones en la red A y B no tiene por qué ser el mismo, el balance es favorable a una de las direcciones y se produce una configuración de espines orientados que puede producir magnetización.

El material ferrimagnético por excelencia es el Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>.

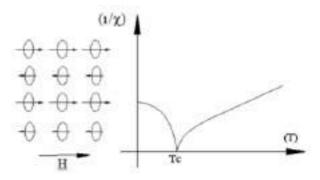


Figura 17-Ferrimagnetismo: Representación esquemática de los momentos magnéticos. Relación de la inversa de la susceptibilidad con la temperatura. Se ha indicado la temperatura de Curie en el gráfico.

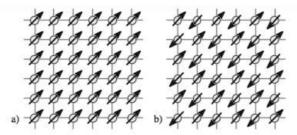


Figura 18 (a) Alineamiento paralelo de los momentos magnéticos individuales de un material ferromagnético y (b) alineamiento antiparalelo de los espines en un material antiferromagnético.

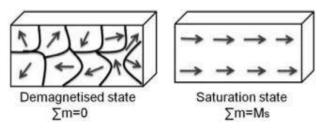


Figura 19 Alineamiento de los momentos magnéticos en el interior de dominios de materiales ferromagnéticos en dos casos: estado de desmagnetización, donde los momentos magnéticos varían de dominio a dominio, y en el estado de saturación, donde todos los momentos magnéticos se alinean paralelamente cuando se aplica un campo magnético suficientemente grande.

El alineamiento de los momentos magnéticos en regiones pequeñas dentro de estos materiales se conoce como dominio magnético, que se discutirá en mayor detalle posteriormente. En el estado de desmagnetización , la orientación de los momentos magnéticos varía de dominio a dominio y la magnetización neta es nula,  $\Sigma \, m = 0$ , como se muestra en la Figura 19. Cuando se aplica un campo magnético externo, los dominios que estaban alineados en direcciones opuestas al campo magnético se ven reducidos.

Aumentando la intensidad del campo magnético, todos los momentos magnéticos apuntarán hacia la dirección del campo aplicado y ello resultará en una estructura de un solo dominio, donde el material habrá alcanzado la saturación de la magnetización, es decir,  $\Sigma m = M_s$ , como se aprecia en la Figura 19. Sin embargo, cabe señalar que el alineamiento del espín del electrón más cercano dentro del dominio depende fuertemente de la interacción del intercambio magnético, como se verá en el siguiente apartado.

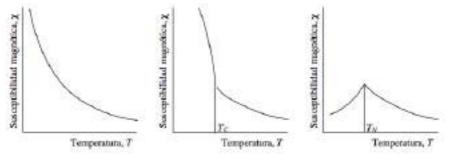


Figura 20 Comparación de la dependencia de la temperatura de sustancias paramagnéticas, ferromagnéticas y antiferromagnéticas. (a) una muestra paramagnética siguiendo la Ley de Curie. (b) En una sustancia ferromagnética, por debajo de la temperatura de Curie,  $T_c$ , el efecto cooperativo de los átomos se traduce en un fuerte aumento de la susceptibilidad.

(c) En una sustancia antiferromagnética, por debajo de la temperatura de Néel  $T_{\rm N}$ , la interacción de los átomos se traduce en una disminución de la susceptibilidad

## 2.1.6. Interacción del intercambio magnético

El alineamiento de los momentos magnéticos dentro de los materiales ferromagnéticos se debe a la interacción del intercambio magnético, una interacción mecanico-cuántica que fue explicada por Heisenberg en 1928. Esta interacción depende de la orientación relativa del espín del electrón más cercano. Para la explicación siguiente, cabe aclarar que el estado cuántico de un electrón está determinado por cuatro números cuánticos, que se definen brevemente a continuación.

El número cuántico principal ( $n \ge 1$ ) indica el nivel energético del electrón, o también la distancia media entre el electrón y núcleo. El número máximo de electrones permitidos en una capa es  $2n^2$ .

El número cuántico secundario ( $0 \le l \le n-1$ ), también llamado número cuántico del momento angular orbital, indica la forma del orbital y el momento angular orbital  $p_o$ , ya que en cada nivel de energía puede haber más de un valor de momento angular permitido. Este número cuántico es una medida del momento angular del electrón multiplicado por la constante modificada de Planck,  $\hbar$ , y de la excentricidad de la órbita del electrón.

$$p_o = l \,\hbar \tag{2.12}$$

El número cuántico magnético ( $-l \le m_l \le l$ ) indica la orientación espacial del orbital y la medida del momento angular total, J.

Y por último, el número cuántico del espín ( $m_s=\pm\frac{1}{2}$ ) indica el sentido de giro del campo magnético que produce el electrón al girar sobre su eje, como se ha comentado previamente.

Bien es conocido por el *Principio de Exclusión de Pauli* que dos electrones cualesquiera no pueden ocupar el mismo nivel energético si tienen los mismos números cuánticos, mientras que pueden ocupar el mismo nivel energético si tienen algún número cuántico diferente. Por lo tanto aparece una fuerza atractiva o repulsiva cuando los espines de los electrones son "antiparalelos" o paralelos, respectivamente. Por consiguiente, existe una fuerza electrostática entre los electrones más cercanos, limitada por la orientación del espín, que se conoce como fuerza de intercambio o energía de intercambio,  $E_{ex}$ , que es la responsable de introducir una ordenación magnética en los espines electrónicos. La energía de intercambio depende de las distancias interatómicas y es un efecto de corto alcance, es decir, que disminuye muy rápidamente con la distancia. Esta energía se representa como la suma, entre los espines adyacentes que interactúan entre sí:

$$E_{ex} = -2 \Sigma J_{ij} S_{ij}^2 \cos \theta_{ij}$$
 (2.13)

Donde  $J_{ij}$  es la integral o parámetro de intercambio,  $S_{ij}$  es el momento de espín asociado con cada espín adyacente, y  $\theta_{ij}$  representa el ángulo entre espines vecinos. Si la integral de intercambio es positiva, se obtiene la mínima (máxima) energía cuando los espines son paralelos (antiparalelos) entre sí. Si la integral de intercambio es negativa, se obtiene el estado de mínima energía siempre que los espines sean antiparalelos entre sí. Un alineamiento paralelo (antiparalelo) de espín conduce a un ordenamiento ferromagnético (antiferromagnético). Si la magnitud de los espines es idéntica y el ángulo entre espines adyacentes es pequeño, entonces la variación en la energía de intercambio,  $\Delta E_{ex}$ , se puede escribir como:

$$\Delta E_{ex} = -2 J_{ij} S^2 \theta^2 \tag{2.14}$$

La constante de rigidez de intercambio, o simplemente la constante de intercambio, A, es una medida de la fuerza que debe actuar para mantener el alineamiento del espín del electrón. Se puede expresar como:

$$A = J S^2 n_{at}/a \tag{2.15}$$

donde S es el valor de un espín, a es el parámetro de la red, y  $n_{at}$  hace referencia al número de átomos que se encuentran en el interior de una celda unidad de la red cristalina. Para una estructura cúbica simple (SC), n=1, para una cúbica centrada en el cuerpo (BCC), n=2, para una cúbica centrada en las caras (FCC), n=4, y para una estructura hexagonal compacta y empaquetada (HCP)  $n=2\sqrt{2}$ .

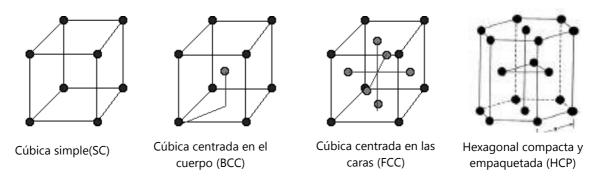


Figura 21 Ilustración de las estructuras cristalinas más habituales

En la mayoría de materiales ferromagnéticos, la constante de rigidez de intercambio equivale aproximadamente a  $1-2 \times 10^{-6}$  erg/cm en unidades CGS y a  $1-2 \times 10^{-11}$  J/m en unidades SI.

La energía de intercambio juega un papel fundamental en el comportamiento general de los materiales ferromagnéticos, pero no es la única energía responsable de ello. Existen varias contribuciones, llamadas energías de anisotropía, que surgen por diferentes causas y que compiten entre ellas en el comportamiento de la magnetización en los materiales ferromagnéticos.

## 2.1.7. Anisotropía magnética

En el interior de los materiales ferromagnéticos, los momentos magnéticos siempre prefieren alinearse en una dirección determinada. Este fenómeno se denomina anisotropía magnética. Las fuentes de anisotropía magnética en los materiales ferromagnéticos son dos, si se clasifican en función del origen de cada una. La primera tiene un origen interno, el acoplamiento espín-órbita, e incluye la anisotropía magnetocristalina y la anisotropía magnetoelástica. La segunda categoría se denomina anisotropía de forma o magnetostática, cuyo origen se encuentra en las interacciones dipolo-dipolo. Estas anisotropías influencian enormemente el comportamiento de la magnetización en nanomateriales ferromagnéticos y la forma del ciclo de histéresis, que se tratará más adelante.

## 2.1.7.1. Anisotropía magnetocristalina

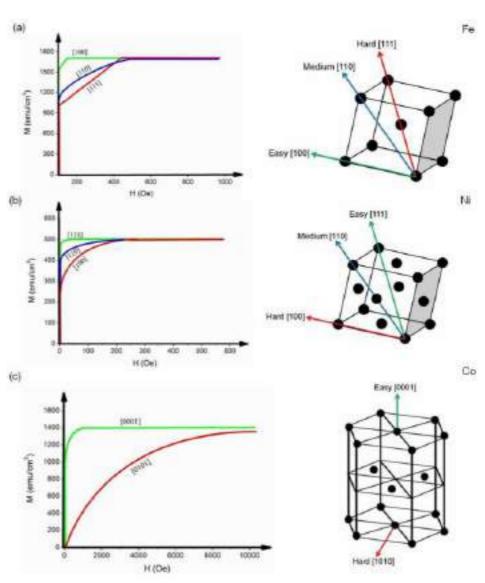


Figura 22 Curvas de magnetización para tres estructuras cristalinas diferentes (a) BCC (Fe), (b) FCC (Ni), y (c) HCP (Co)

En los materiales ferromagnéticos, los momentos magnéticos están, normalmente, orientados según un eje cristalográfico determinado que se conoce como eje fácil de magnetización. Por el contrario, la dirección según la cual es muy difícil que se alineen los momentos magnéticos se conoce como eje de difícil magnetización. A este fenómeno se le denomina anisotropía magnetocristalina. Esta anisotropía se debe al hecho de que el espín de los electrones en su órbita está acoplado a la red cristalina a través del mecanismo llamado acoplamiento espínórbita. Como ejemplo representativo de ello, en la Figura 22 se incluyen las curvas de magnetización del Fe, Ni y Co a temperatura ambiente. El hierro y el níquel tienen una estructura cristalina BCC y FCC respectivamente. Es más fácil magnetizar el Fe hasta saturación según la dirección [100] que según la [111]. Por lo tanto, la dirección [100] es el eje fácil de magnetización del Fe. En cambio, la dirección [111] para el Ni es el eje fácil de magnetización y la dirección [100] es la dirección de difícil magnetización. Por otro lado, el cobalto tiene una estructura HCP y su eje c es eje fácil de magnetización, mientras que todos los demás ejes en el plano de la base son difíciles de magnetizar.

Para poder rotar los momentos magnéticos en un material ferromagnético lejos del eje fácil de magnetización, se requiere un aporte de energía que contrarreste el acoplamiento espín-órbita. Esta energía se conoce como *energía de anisotropía magnetocristalina*.

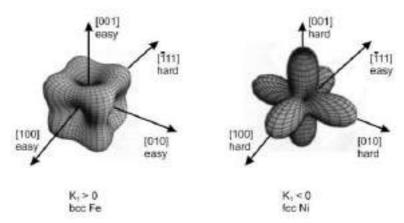


Figura 23 Energía superficial para la anisotropía de sistemas cúbicos. A la izquierda: Hierro (Fe) BCC con  $K_1$  positivo. A la derecha: Niquel (Ni) con  $K_1$  negativo. Los vectores indican los ejes de magnetización fácil y difícil.

En una estructura cúbica como puede ser la del hierro (Fe) y la del níquel (Ni), la energía de anisotropía magnetocristalina,  $E_{ca}$ , viene dada por un desarrollo en serie con los ángulos entre la dirección de magnetización y el eje cúbico:

$$E_{ca} = K_0 + K_1(\cos^2\alpha_1\cos^2\alpha_2 + \cos^2\alpha_2\cos^2\alpha_3 + \cos^2\alpha_3\cos^2\alpha_1) + K_2\cos^2\alpha_1\cos^2\alpha_2\cos^2\alpha_3 + \cdots$$

$$+ K_2\cos^2\alpha_1\cos^2\alpha_2\cos^2\alpha_3 + \cdots$$
(2.16)

 $K_0, K_1, K_2$  ... son las constantes de anisotropía magnética para un material dado, y  $\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3$  son los ángulos que forman la dirección de magnetización con los tres ejes cristalográficos, respectivamente.

Los valores de  $K_i$  generalmente decrecen con la misma rapidez que su orden i, por lo que se suele truncar el desarrollo en serie. Por ejemplo,  $K_1$  y  $K_2$  para el níquel valen -5.7x10³ J/m³ y -2.3x10³ J/m³, respectivamente, mientras que en aleaciones de Ni-Fe,  $K_1$  es dependiente del contenido de Ni.  $K_1$  es habitualmente cero cuando el contenido de Ni se encuentra en torno al 75-80%. Además, cuando se calcula la dirección de magnetización, la constante de anisotropía  $K_0$  se puede despreciar, porque no varía con la dirección de magnetización y porque no contribuye a la posición de la energía mínima. La energía de anisotropía magnetocristalina en una estructura HCP como la del cobalto viene dada por:

$$E_{ca} = K_0 + K_1 \sin^2 \alpha + K_2 \sin^4 \alpha \tag{2.17}$$

Donde  $\alpha$  es el ángulo entre el eje fácil, c, y la dirección de magnetización. Las constantes de anisotropía uniaxial,  $K_1$  y  $K_2$ , para el cobalto HCP a temperatura 4,1K son  $7.6 \times 10^5$  J/m³ y  $1.0 \times 10^5$  J/m³, respectivamente.

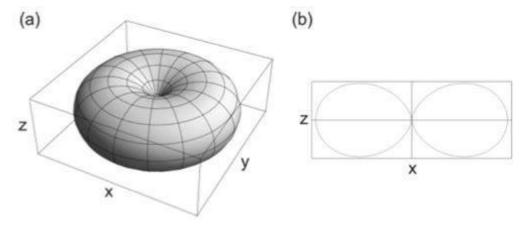


Figura 24 Vista de la energía de anisotropía magnetocristalina para un sistema uniaxial con el eje c según el eje Z. (a) Representación 3D. (b) Corte con el plano XZ

La anisotropía magnetocristalina afecta de manera significativa en las propiedades magnéticas y en proceso de inversión de la magnetización, como se comprobará en apartados posteriores.

#### 2.1.7.2. Anisotropía magnetoelástica

La anisotropía magnetoelástica está asociada a la magnetostricción, que representa el cambio que se da en las dimensiones de un material ferromagnético bajo la aplicación de un campo magnético externo. Este efecto fue descubierto por *Joule* en 1842 y en determinadas ocasiones se denomina *efecto Joule*. Existen dos tipos de magnetostricción.

El primero se conoce como *magnetostricción espontánea* y aparece como resultado de ordenamiento de los momentos magnéticos en dominios cuando se enfría el material por debajo de la temperatura de Curie.

El segundo tipo es la *magnetostricción inducida por un campo magnético*, que aparece como resultado de aplicar un campo magnético externo a un material ferromagnético. En ambos casos, la magnetostricción,  $\lambda$ , se define como la elongación,  $\frac{\Delta l}{l}$ , de un material de longitud l, como resultado de la magnetización del material hasta su estado de saturación. La Figura 25 muestra una representación esquemática del cambio que sufre la longitud de un material al aplicar un campo magnético externo.

La energía de magnetostricción y la energía de anisotropía están interrelacionadas a causa de que la anisotropía depende del estado de deformación de la red. Un cristal se deformará espontáneamente si así desciende su energía de anisotropía.

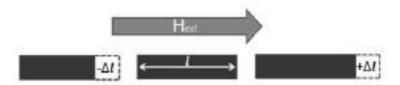


Figura 25 Diagrama esquemático que muestra el cambio  $\Delta l$  en la longitud del material como resultado de aplicar un campo magnético  $H_{\rm ext}$  para efectos magneto-estrictivos positivos ( $+\Delta l$ ) y negativos ( $-\Delta l$ .)

La elongación sobre la longitud del material es pequeña, en el rango de  $10^{-5}$ - $10^{-6}$ . Por ejemplo, a temperatura ambiente, la deformación magneto-estrictiva de níquel según la dirección <100> ( $\lambda_{100}$ ) vale - $45.9 \times 10^{-6}$  y según la <111> ( $\lambda_{111}$ ) vale - $24.3 \times 10^{-6}$  . Valores positivos (negativos) de la magnetostricción indican que la magnetización del material se expande (se reduce) como resultado del cambio desde el estado desmagnetizado hasta la saturación.

Al hablar de magnetostricción, cabe mencionar que también existe un efecto contrario, el efecto de la *magnetostricción inversa*. Aplicar tensiones tractivas o compresivas a un material ferromagnético puede cambiar su comportamiento en magnetización y su eje fácil de magnetización. La energía inducida por la anisotropía magnetostrictiva,  $E_{me}$ , para estructuras cúbicas se puede expresar como:

$$E_{me} = \frac{3}{2} (\lambda_s \, \sigma \, \sin^2 \theta) \tag{2.18}$$

Donde  $\lambda_s$  es la elongación media entre las dos direcciones ( $\lambda_{100}$  y  $\lambda_{111}$ ),  $\sigma$  es la tensión longitudinal ( $N/m^2$ ) aplicada en el material y  $\theta$  es el ángulo entre la elongación medida y la dirección de saturación de la magnetización.

## 2.1.7.3. Anisotropía de forma o magnetostática

Magnetizar una esfera de material magnético a lo largo de cualquier dirección cuesta lo mismo, siempre que no haya anisotropía magnetocristalina. En formas no esféricas es mucho más fácil magnetizar a lo largo del eje mayor que a lo largo de eje menor. Este fenómeno se conoce como *anisotropía de forma*. La anisotropía de forma proviene de la interacción dipolar magnética y que se discutirá brevemente en el siguiente ejemplo.

Considérese un imán uniformemente magnetizado, como el que se muestra en la Figura 26. La inducción magnética, B, es continua y la discontinuidad del material lleva a la formación de polos libres. Los polos crean a su vez un campo magnético, H, dentro y fuera del imán de barra. El campo magnético dentro del imán actúa en la dirección opuesta a los momentos magnéticos y por lo tanto actúa como un desmagnetizador del imán. Este *campo auto-desmagnetizante* es muy importante, ya que afecta el campo magnético efectivo e influye en el comportamiento de la magnetización de los materiales magnéticos.

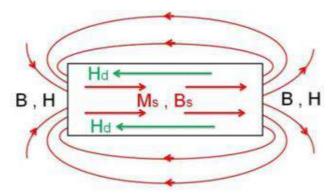


Figura 26 Representación de un imán uniforme mostrando el campo desmagnetizador  $H_d$  creado por los momentos magnéticos

El campo desmagnetizador,  $H_{d_t}$  es proporcional a la magnetización del material y viene dado por:

$$H_d = -N_d M (2.19)$$

Donde  $N_d$  es conocida como factor de desmagnetización o coeficiente de desmagnetización y depende en gran medida de la forma del material y del eje sobre el cual se encuentra la magnetización.  $N_d$  es siempre menor o igual a la unidad. Para una esfera, los tres factores de desmagnetización son iguales entre sí,  $\left(\frac{1}{3},\frac{1}{3},\frac{1}{3}\right)$  en unidades SI, mientras que en formas no esféricas, el factor de desmagnetización es mayor en la dirección del eje difícil y por lo tanto se requiere un campo magnético mayor para saturar la magnetización,  $M_s$ , en esa dirección. La energía magnetostática,  $E_{mag}$ , para una dirección de magnetización dada se expresa, en unidades CGS, como:

$$E_{mag} = \frac{1}{2} N_d M_s^2 \tag{2.20}$$

#### 2.1.7.3.1. Estructuras de dominio único

Las estructuras de dominio único ocurren cuando todos los momentos magnéticos dentro de un material ferromagnético están alineados paralelamente entre sí. Esto ocurre cuando el tamaño de la estructura o de la muestra es menor que el tamaño crítico. Se sabe que el tamaño crítico es independiente de la elongación de la muestra y de su anisotropía magnetocristalina, mientras que se sabe que el tamaño crítico depende del balance entre la energía de intercambio y la energía magnetostática. Cuando una partícula excede este tamaño crítico, se espera que surja una estructura de múltiples dominios. El factor de desmagnetización en una nanoestructura de dominio único solo puede ser exactamente calculado para un objeto de forma elipsoidal. Esto es así debido a que la magnetización es este tipo de formas es uniforme y de valor único a lo largo de toda la estructura. La suma de los tres factores según tres ejes perpendiculares entre sí es constante y se relaciona por esta fórmula  $N_a + N_b + N_c = 4\pi$  en unidades CGS y por  $N_a + N_b + N_c = 1$  en unidades SI. Donde  $N_a, N_b$  y  $N_c$  son los factores de desmagnetización según el eje menor, a, el eje semi menor, b, y el eje mayor, c, del esferoide.

## 2.1.7.3.2. Principios de formación de dominios en materiales ferromagnéticos

La primera explicación sobre la teoría de formación de dominios dentro de materiales ferromagnéticos fue ideada por *Landau y Lifshitz*. Esta teoría se entiende fácilmente atendiendo a la barra magnética que se presenta en la Figura 27.

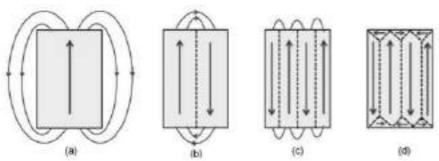


Figura 27 Diagrama que muestra la idea subyacente en la formación de dominios en un cristal uniaxial perfecto con forma de una barra magnética. La formación de dominio reduce la energía magnetostática del sistema. Se parte desde un estado saturado mostrado en (a) con un campo desmagnetizante muy grande hasta un sistema de flujo cerrado como el que se muestra en (d).

Si las únicas contribuciones de energía presentes en los materiales ferromagnéticos fueran la energía de anisotropía y la energía de intercambio, todos los momentos magnéticos estarían alineados siempre en la misma dirección. En distancias cortas domina la energía de intercambio y ello lleva a una alineación paralela de la magnetización. La anisotropía tiene un efecto adicional al favorecer el alineamiento en una direcciones preferenciales. Los dominios existen porque la energía magnetostática favorece la formación de distintas configuraciones con el objetivo de hacer la magnetización neta nula.

Las ilustraciones de la Figura 27 (a-d) representan la sección transversal de un cristal uniaxial perfecto de material ferromagnético. La figura 27(a) se considera un sistema con una magnetización uniforme alineada con el eje fácil, con lo que la energía de anisotropía y la de intercambio son mínimas. Es una estructura de dominio único pero con una gran energía magnetostática como consecuencia de los polos magnéticos formados en la frontera superficial de la barra. Tal y como se muestra en la figura 27(b), al crearse dos dominios separados por una pared de dominio, se consigue reducir la energía magnetostática y del mismo modo el campo desmagnetizante casi a la mitad de su valor inicial. De hecho, al generarse más dominios y paredes de dominios en el imán, se consigue reducir la energía magnetostática a aproximadamente un cuarto de su valor inicial (Figura 27(c)).

En los sistemas cúbicos se puede reducir aún más la energía magnetostática por la creación de dominios adicionales y paredes de dominio de 90°, como se muestra en la figura 27(d), llegando a anular casi en su totalidad la energía magnetostática. Esta configuración elimina por completo el campo desmagnetizante. Por consiguiente, el sistema es capaz de alcanzar un equilibrio en cuanto al tamaño de dominio se refiere, en cuyo estado la energía necesaria para formar más paredes de dominio es mayor que la reducción de le energía magnetostática.

En realidad, la formación de dominios en materiales ferromagnéticos es mucho más complicada que lo que se ha considerado en el ejemplo anterior. Sin embargo, cualitativamente explica el principio de formación de dominios por reducción de la energía del sistema, desde un estado saturado con una energía magnetostática muy alta hasta un sistema cerrado con una energía de desmagnetización más baja que la inicial. La creación de paredes de dominio añade energía en cada paso.

#### 2.1.7.4. Energía de Zeeman

La energía de Zeeman,  $E_H$ , es el resultado de la interacción de un campo magnético externo aplicado con la magnetización del material ferromagnético. Esta energía es minimizada (maximizada) cuando los momentos magnéticos están alineados paralelamente (antiparalelamente) al campo magnético externo aplicado, y viene dado por:

$$E_H = -M H \tag{2.21}$$

#### 2.1.7.5. Energía libre total en materiales ferromagnéticos

La energía libre total,  $E_{\rho}$ , de un material ferromagnético es la suma de las contribuciones de las energías de anisotropías magnéticas, de intercambio y de Zeeman que se han descrito en los apartados previos. Se puede expresar como:

$$E_{\rho} = E_{ex} + E_{ca} + E_{me} + E_{mag} + E_{H}$$
 (2.22)

Se verá más adelante, en la teoría de la inversión de la magnetización, que la competición entre estas anisotropías son las responsables del comportamiento de la magnetización del sistema en películas delgadas de materiales ferromagnéticos como el cobalto (Co).

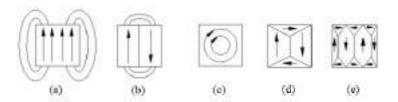


Figura 28 Formación de patrones de dominios como proceso de minimización de la energía. (a)

Configuración que minimiza la energía de intercambio, pero con una energía magnetostática muy alta.
(b) Configuración que minimiza la suma de la energía de intercambio y la energía magnetostática. (c)

Configuración que minimiza la energía de intercambio, la energía magnetostática y la energía de los
espines cercanos a la frontera entre dominios. (d) Igual que (c) pero considerando además la
minimización de la energía de anisotropía magnetocristalina, (e) Igual que (d) pero considerando además
la minimización de la energía magnetostrictiva

## 2.1.8. Ferromagnetismo y la teoría de los dominios

Tal y como se ha mencionado previamente, los momentos magnéticos en los materiales ferromagnéticos se alinean uniformemente en volúmenes llamados dominios magnéticos. Las fronteras entre estos dominios se denominan paredes de dominio. Los dominios y sus paredes de dominio asociados aparecen como resultado de la minimización de la energía del sistema. Las paredes de dominio fueron propuestos por *Bloch* en 1932. Las paredes de dominios son regiones de transición entre dominios adyacentes donde los momentos magnéticos se realinean a través de varios planos atómicos y no según un salto discontinuo a través de un único plano atómico. El desplazamiento angular total de los momentos magnéticos a lo largo de la pared de dominio es generalmente 90° o 180°. Dependiendo del grosor del material, pueden surgir dos tipos de paredes de dominio, conocidos como *paredes de dominio de Bloch y de Néel*, como se ilustra en la Figura 29.

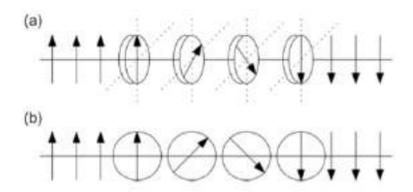


Figura 29 Esquema que muestra los momentos de espín localizados en los dominios y en las paredes del dominio en un material ferromagnético. Se dispone de dos tipos de paredes de dominio: (a) La pared de Bloch y (b) la pared de Néel, dependiendo del grosor del material ferromagnético.

El cambio que se da en los momentos magnéticos en la pared de Bloch se encuentra fuera del plano de la muestra. Su anchura puede ser calculada por medio de simulaciones micromagnéticas que minimizan la energía total de la pared con respecto a su anchura utilizando la energía de intercambio y la energía de anisotropía. La contribución de la energía magnetostática se desprecia, dado que la pared de Bloch se encuentra normalmente lejos de la superficie del material ferromagnético, que es donde se localizan los descompensados polos.

Por consiguiente, el grosor de la pared de Bloch depende considerablemente de la competición entre la energía de intercambio (que intenta hacer la pared lo más ancha posible) y la anisotropía magnetocristalina (que intenta hacer la pared lo más estrecha posible con objeto de reducir el número de espines orientados lejos del eje fácil de magnetización). La anchura de la pared de Bloch,  $\delta_{DW}^{Bloch}$ , viene dada por:

$$\delta_{DW}^{Bloch} \approx \pi \sqrt{\frac{A}{K_1}}$$
 (2.23)

Las asociadas energías de borde de dominio para 90° y 180° en estructuras cúbicas se expresan como:

$$E_{cubic}^{90} = 2\sqrt{A K_1}$$
 y  $E_{cubic}^{180} = 4\sqrt{A K_1}$  (2.24)

La energía en la pared del dominio de la mayoría de los materiales ferromagnéticos se encuentra alrededor de pocos erg/cm², que también es dependiente en la orientación de la pared en cristal. Por ejemplo, utilizando la ecuación anterior, se puede afirmar que el grosor de los bordes de dominio de 90° y 180° en el hierro son 40 nm y 85nm, respectivamente.

Por el contrario, el borde de Néel, mostrado en la figura 29(b), aparece en los materiales ferromagnéticos donde el grosor de la muestra es equiparable al grosor de la pared de Bloch. A medida que el grosor del material ferromagnético se hace más fino, la energía de la anisotropía magnetostática no se puede ignorar debido a la formación de los polos libres en la pared. Por lo tanto, la rotación del momento magnético en la pared de Néel se encuentra en el plano de la muestra.

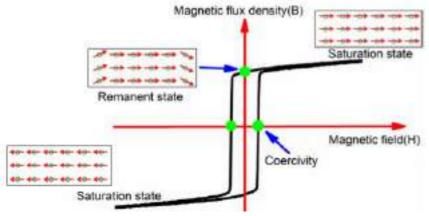


Figura 30 Ciclo de histéresis que muestra el estado de saturación, el estado remanente y la coercitividad. Los diagramas esquemáticos incluidos muestras la orientación de los momentos magnéticos en saturación en el estado remanente.

## 2.1.9. Histéresis magnética y propiedades magnéticas

La histéresis magnética es una herramienta muy extendida que sirve para caracterizar el comportamiento de películas delgadas y de nanoestructuras ferromagnéticas. Lo que se hace es simplemente representar la inducción magnética, B, o la magnetización, M, como función del campo magnético aplicado, H. En la Figura 31 se muestra el típico ciclo de histéresis.

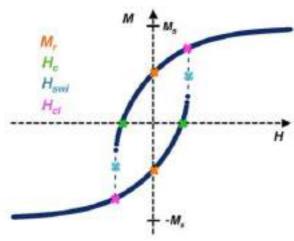


Figura 31 Ciclo de histéresis utilizando el modelo SW para un campo aplicado a 60° del eje fácil. Las cruces naranjas representan la magnetización remanente, las verdes el campo coercitivo, las azules el campo de salto y las rosas el campo de cierre.

El proceso de magnetización depende de la geometría y de la estructura del material así como de ciertas constantes magnéticas y no es posible calcular las curvas de magnetización en ninguna forma general a partir de principios básicos.

El ratio entre la magnetización remanente,  $M_R$ , y la magnetización en saturación,  $M_S$ , se denomina ratio de perpendicularidad,  $S = M_R/M_S$ , y es una magnitud que se utiliza muy habitualmente en los ciclos de histéresis., ya que es indicador de la fracción de magnetización presente en el eje medido ante ningún campo aplicado (H=0), es decir, nos informa de la anisotropía. Para reducir la magnetización remanente o la magnetización de saturación a cero, se requiere de otro campo magnético aplicado reverso. Este campo se conoce como campo coercitivo o coercitividad,  $H_C$ . La coercitividad depende en gran medida de la composición, de la geometría, de las dimensiones, de la historia magnética y de la estructura cristalina del material investigado así como del ángulo del campo magnético aplicado con respecto del eje más largo de la muestra. Otros términos relevantes a la hora de describir el proceso de inversión de la magnetización en nano-materiales son el campo de salto,  $H_{sw}$ , y el campo de nucleación,  $H_n$ . El campo de salto es el campo que se requiere para que la pendiente del ciclo de histéresis sea máxima, es decir, que exista un cambio abrupto en la magnetización,  $\frac{d^2M}{dH^2} = 0$ . El campo de nucleación es un concepto teórico que se usa para describir el cambio en la magnetización en el instante preciso en el que surge el estado de dominio único.

Existen varias técnicas que pueden ser utilizadas para medir los ciclos de histéresis magnéticos, a partir de los cuales se puede extraer mucha información acerca de los materiales ferromagnéticos en forma de películas delgadas. Entre ellas se encuentran el *VSM* (magnetómetro de muestra vibrante), el *SQUID* (dispositivo superconductor de interferencia cuántica) o el *MOKE* (efecto magneto-óptico Kerr). Este último ha sido el utilizado para estudiar las propiedades de las películas delgadas de cobalto, y su principio de funcionamiento se describirá con más detalle en capítulos posteriores.

## 2.1.10. Modos de inversión de la magnetización

La inversión de la magnetización se refiere al proceso desde un saturación magnética positiva hasta una saturación magnética negativa o viceversa, que ocurre comúnmente cuando se aplica un campo magnético externo con suficiente fuerza y baja frecuencia como para alinear la magnetización uniformemente con la dirección del campo aplicado.

El modo en el que la magnetización de un cuerpo magnético cambia de estar saturada positivamente a estar saturada negativamente depende en varias propiedades estructurales y magnéticas. Para un elipsoide perfecto con anisotropía magnética uniaxial, el modo de inversión depende de la dimensión lateral del elipsoide. La Figura 10 muestra el campo de nucleación para una esfera en función del diámetro, y se muestran además, los diferentes modos de inversión. Para diámetros menores que  $D_{th}$ , el campo de nucleación se ve reducido debido a la inestabilidad de momento magnético frente a la excitación térmica, también llamado superparamagnetismo.

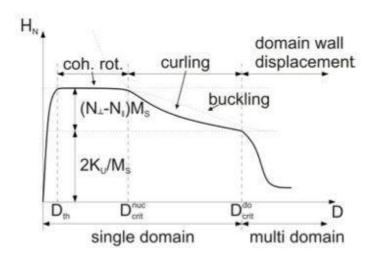


Figura 32 Representación del campo de nucleación para diferentes modos de inversión de la magnetización

Para  $D_{th} < D < D_{crit}^{inh}$ , la inversión se produce a través de una rotación coherente de la magnetización, es decir, que durante el intervalo de tiempo que dura

el proceso de inversión de la magnetización, todos lo momentos magnéticos son paralelos entre sí. Este modo de inversión refleja una "victoria" de la energía de intercambio y una "derrota" de las energías magnetostática, de Zeeman y de anisotropía. De hecho, en cierto punto durante la inversión, todos los momentos magnéticos son perpendiculares tanto al eje fácil de magnetización como al campo magnético externo aplicado, maximizando las energías mencionadas.

Si se sigue aumentando la dimensión lateral, para  $D_{crit}^{inh} < D < D_{crit}^{do}$ , el modo de inversión cambia a una notación no-homogénea, por ejemplo, el "curling "o el "buckling". Estos modos de inversión son mucho más complejos en términos de configuración espacial de los espines. Sin embargo, el cambio desde la rotación coherente de la magnetización hasta, por ejemplo, el curling, avanza con una pérdida en la energía de intercambio pero con ganancias en las otras contribuciones de energía.

Para la realización del proyecto, se ha utilizado un modelo de rotación coherente, el modelo Stoner Wohlfarth:

# 2.1.11. Rotación coherente de la magnetización – El modelo Stoner Wohlfarth

El modelo de inversión más simple fue investigado por *Stoner* y *Wohlfarth* (S-W) en 1948. Este modelo describe el proceso de inversión de la magnetización en un material ferromagnético de dominio único. En dicho dominio se aplica un campo magnético externo, que forma un ángulo determinado con el eje de anisotropía (eje fácil de magnetización). Durante la aplicación de este campo magnético externo, los espines de todos los átomos rotan simultáneamente y uniformemente en fase entre sí, como se muestra en la Figura 33. La Figura 33(a) representa la distribución de los momentos magnéticos durante la aplicación del campo magnético en un ángulo,  $\theta_o$ , con respecto al eje de anisotropía y la Figura 11(b) ilustra el sistema de coordenadas y elipsoide de revolución utilizados para el análisis teórico de este modelo.

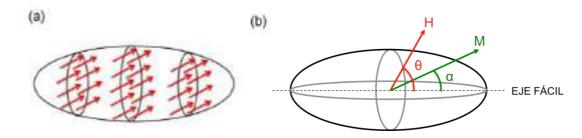


Figura 33 (a) Representación esquemática de la distribución de los momentos magnéticos en una partícula, según el modelo Stoner-Wohlfarth, donde los momentos magnéticos rotan simultáneamente y coherentemente durante la inversión. (b) Sistema de coordenadas utilizado para el análisis teórico.

En el caso ilustrado aquí, el campo se aplica a  $80^\circ$  del eje fácil,  $\theta=80^\circ$  ( $\theta$  es el ángulo entre el campo aplicado y el eje fácil). Para un campo suficientemente grande, la magnetización casi se alineará con el campo y  $\alpha$  será casi  $80^\circ$ . Si se disminuye el campo aplicado, las energías de anisotropía serán cada vez más importantes, y se rotará hacia el eje fácil, hasta que se alinee con éste en el caso de H=0. Este mecanismo de inversión de la magnetización es reversible, por lo que si el campo externo se aplica otra vez en la dirección inicial, la magnetización rotará en sentido contrario.

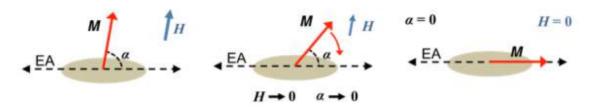


Figura 34 Esquema del mecanismo de rotación coherente como resultado de un campo magnético de intensidad variable aplicado a 80° del eje fácil de magnetización.

El salto en la magnetización surge del cambio repentino de la magnetización, desde un mínimo relativo de la energía a un mínimo absoluto de la energía para un cierto campo magnético, lo que representa una discontinuidad en la relación M(H).



Figura 35 Esquema del salto de la magnetización para un campo magnético aplicado en la dirección del eje fácil.

Esto causa que la magnetización se oriente con la energía mínima absoluta sin pasar por las demás orientaciones intermedias, como se aprecia en la Figura 35, donde inicialmente la magnetización se encuentra alineada con el campo magnético externo aplicado y para un cierto campo magnético opuesto, la magnetización cambia abruptamente su dirección. Este mecanismo de inversión de la magnetización es irreversible, pues si volvemos a aplicar el campo externo en la dirección inicial, la magnetización no presentará discontinuidad para el mismo campo magnético. Esto es una consecuencia de la energía libre total del sistema, que tiene múltiples mínimos y por lo tanto, no le permite al sistema alcanzar el equilibrio térmico para cada valor de campo aplicado.

En esta situación también se producen los saltos de Barkhausen, que son pequeños cambios discontinuos en la magnetización, inducidos por el desplazamiento irreversible de las paredes y por la rotación irreversible de la magnetización local de los dominios.

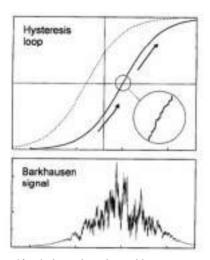


Figura 36 Representación de los saltos de Barkhausen en un ciclo de histéresis

Por la simplicidad de este modelo, se utilizan varias hipótesis. Por un lado, la energía de anisotropía magnetocristalina no se incluye en los cálculos, pues tiene un efecto muy pequeño en comparación con la energía de anisotropía magnetostática. La anisotropía magnetoelástica también es despreciable en este modelo. Se asume que la partícula en cuestión es uniforme y está libre de imperfecciones y que su forma se aproxima a la de un elipsoide de revolución. Por lo tanto, la energía libre total,  $E_{Total}$ , en este modelo se puede escribir como función de la energía de desmagnetización (energía magnetostática,  $E_{mag}$ ) y la energía de Zeeman,  $E_H$ :

$$E_{Total} = E_{mag} + E_H (2.25)$$

La energía magnetostática de la muestra viene dada por:

$$E_{mag} = K_u \sin^2 \alpha \tag{2.26}$$

Donde  $\alpha$  es el ángulo entre el campo magnético y la dirección del eje fácil de magnetización, como se muestra en la figura 33(b).  $K_u$  es la constante de anisotropía magnetostática uniaxial. Para una muestra esferoide, el factor de desmagnetización a lo largo del eje difícil de magnetización vale  $2\pi$  y a lo largo del eje fácil de magnetización vale 0, en unidades CGS. Por lo tanto, la diferencia entre los factores de desmagnetización vale  $2\pi$ , y por ello

$$K_u = \pi M_s^2 \tag{2.27}$$

Y haciendo uso de las ecuaciones 2.21 y 2.26, la energía total se puede expresar como:

$$E_{Total} = K_u \sin^2 \alpha - H.M \tag{2.28}$$

La componente de la magnetización, *M*, a lo largo del eje del campo magnético vale:

$$M = M_s \cos(\theta - \alpha) \tag{2.29}$$

Por lo tanto, la ecuación 2.28 se puede reescribir de la siguiente manera:

$$E_{Total} = K_u \sin^2 \alpha - H.M_s \cos(\theta - \alpha)$$
 (2.30)

Cuando se cumple que  $\left(\frac{\partial E}{\partial \theta}\right)_{\theta=\theta^*}=0$  y  $\left(\frac{\partial^2 E}{\partial \theta^2}\right)_{\theta=\theta^*}>0$ , entonces la energía total es mínima, y se obtienen dos ecuaciones en el equilibrio para la posición de  $M_S$  como sigue:

$$[2K_u \sin \alpha \cos \alpha + H. M_s \sin(\theta - \alpha)]_{\theta = \theta^*} = 0$$
 (2.31)

$$[2K_u \cos[2\alpha] + H.M_s \cos(\theta - \alpha)]_{\theta = \theta^*} > 0$$
(2.32)

Consideremos:

$$h = H/(2K_u/M_s) \tag{2.33}$$

У

$$m = M/M_s \tag{2.34}$$

Entonces,

$$[\sin[2\alpha] + 2h\sin(\theta - \alpha)]_{\theta = \theta^*} = 0 \tag{2.35}$$

$$[\cos[2\alpha] + h\cos(\theta - \alpha)]_{\theta = \theta^*} > 0 \tag{2.36}$$

Donde h y m se denominan campo magnético reducido y magnetización reducida, respectivamente.

Las ecuaciones sólo se pueden resolver analíticamente para el caso de  $\alpha=0^{\circ},45^{\circ},90^{\circ}$ . Para presentar las posibles soluciones, se definen las dos componentes de la magnetización:

La magnetización longitudinal, es decir, la proyección de M sobre H

$$m_{\parallel} = \cos(\theta - \alpha) \tag{2.37}$$

La magnetización transversal, es decir, la proyección de M en perpendicular a H

$$m_{\perp} = \sin(\theta - \alpha) \tag{2.38}$$

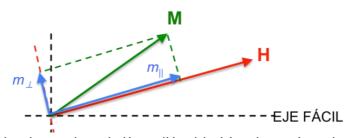


Figura 37 Sistema de coordenadas para la resolución analítica del mínimo de energía en el modelo SW

A modo de ejemplo ilustrativo, se resuelven estas ecuaciones para los casos de  $\alpha=0^{\circ} y 90^{\circ}$ :

I)  $\alpha = 0^{\circ}$ : Las ecuaciones 2.35 y 2.36 dan la solución:

$$\begin{cases} \theta^* = \cos^{-1}(h) \text{ cuando } h \le 1 \\ \theta^* = 0^\circ \text{ ó } 180^\circ \text{ en el resto de casos} \end{cases}$$

Lo que lleva al ciclo de histéresis cuadrado  $m_\perp$  de la Figura 38 y a la línea  $m_\perp=0$  en la Figura 39.

II )  $\alpha = 90^{\circ}$ : Las ecuaciones 2.35 y 2.36 dan la solución:

$$\begin{cases} \theta^* = \sin^{-1}(h) \text{ cuando } h \le 1 \\ \theta^* = 90^\circ \text{ en el resto de casos} \end{cases}$$

Lo que lleva al ciclo de histéresis diagonal  $(m_\perp=h)$  de la Figura 38 y al círculo  $m_\perp=\pm\sqrt{1-h^2}$  en la Figura 39.

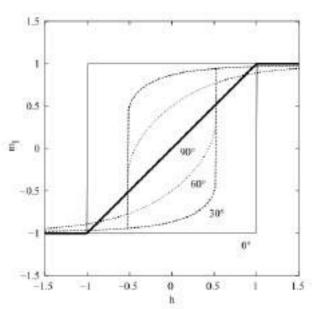


Figura 38 Ciclo de histéresis longitudinal para varios ángulos  $\theta$  (0°, 30°, 60° y 90°) del campo aplicado h con el eje fácil. Cabe destacar el ciclo cuadrado para  $\theta=0$ ° y la línea diagonal  $m_{\parallel}=h$  para  $\theta=90$ °. Éste último muestra una discontinuidad en la pendiente en el valor del campo de anisotropía.

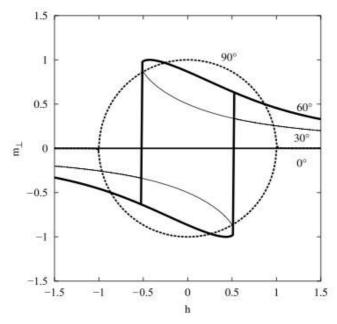


Figura 39 Ciclo de histéresis transversal para varios ángulos  $\theta$  (0°,30°,60° y 90°) del campo aplicado h con el eje fácil. Cabe destacar la línea horizontal  $m_{\perp} = 0$  para  $\theta = 0$ ° y el círculo para  $\theta = 90$ °.

Resolviendo la ecuación 2.31 mediante relaciones trigonométricas, el campo magnético reducido y la magnetización reducida producen la solución general de la magnetización, m, con respecto a h, para un ángulo  $\theta_o$  definido:

$$2m(1-m^2)^{1/2}\cos 2\theta + (1-2m^2)\sin 2\theta = \pm 2h(1-m^2)^{1/2}$$
(2.39)

El ciclo de histéresis exacto y para cualquier valor de  $\theta$  se obtiene resolviendo la ecuación 2.39. Cuando  $\partial h/\partial m=0$  y  $\partial^2 E/\partial \theta^2>0$ , el campo de salto ("switching") reducido,  $h_{sw}$ , y la coercividad reducida,  $h_c$ , se pueden expresar como sigue:

$$h_{sw} = (\cos^{2/3}\theta + \sin^{2/3}\theta)^{-3/2}$$
 (2.40)

$$h_c = \sin\theta\cos\theta \tag{2.41}$$

donde 
$$h_{sw} = H_{sw}/(2K_u/M_s)$$
 y  $h_c = H_c/(2K_u/M_s)$ 

Resolviendo la ecuación 2.39 para varios ángulos  $\theta$ , podemos distinguir que el ciclo de histéresis se puede obtener para dos regímenes diferentes. Cuando el campo magnético se aplica entre  $0^{\circ}$  y  $45^{\circ}$ , es decir, cerca del eje fácil de magnetización, se obtienen ciclos de histéresis relativamente rectangulares y la coercitividad es la prácticamente la misma que el campo de salto ("switching"). Por otro lado, en el caso de que el campo magnético se aplique con un ángulo mayor que  $45^{\circ}$ , es decir, más cerca del eje difícil de magnetización, se obtienen ciclos de histéresis más "deformados" y la coercitividad en este caso no es la misma que el campo de salto. Por lo tanto, se puede afirmar que el cambio en la orientación de los momentos magnéticos bajo el punto de vista del modelo de S-W puede ocurrir súbitamente por medio el "switching" o puede ocurrir suavemente por medio de la rotación.

En la Figura 40 (a-c) se muestra la  $E_{Total}$  como función del campo magnético reducido  $h=H/H_k$ , (siendo  $H_k=(2K_u/M_s)$ ) y del ángulo  $\alpha$  (siendo  $\alpha$  el ángulo entre la dirección de magnetización y el eje fácil). Las zonas rojas son regiones de energía máxima y las zonas azules de energía mínima.

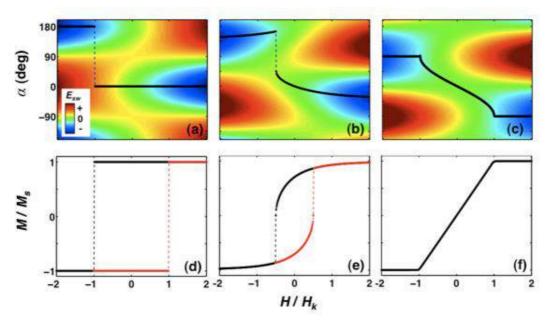


Figura 40 Representación del modelo SW: (a)-(c) Mapas de colores de la energía libre en función del campo aplicado normalizado con el campo de anisotropía y del ángulo de magnetización con respecto el eje fácil. Específicamente, (a) muestra el perfil de energía libre para un campo aplicado en según el eje fácil, (b) para un campo aplicado a 45° del eje fácil y (c) para un campo aplicado en el eje difícil. También se incluyen los ciclos de histéresis respectivos.

Junto con los mapas de colores, también se han incluido unas líneas, con puntos negros, que representan los caminos que el vector de magnetización tomará para ir del estado de saturación positiva a saturación negativa, siempre que se tome el camino de los mínimos locales. Las tres ilustraciones muestran mapas de colores para campos aplicados en la dirección (a) del eje fácil, (b) a 45° del eje fácil, y (c) del eje difícil de magnetización. Las Figuras 40 (d-f) muestran los respectivos ciclos de histéresis.

En el caso del campo aplicado en la dirección del eje fácil, se puede observar que la magnetización siempre se mantiene en la dirección del eje fácil, ya sea con  $\alpha=0^\circ$  o con  $\alpha=180^\circ$ . Si se aplica un campo positivo y suficientemente potente, la magnetización se mantiene en el único mínimo existente ( $\alpha=0^\circ$ ), que es el mínimo absoluto y que coincide con la dirección del campo aplicado y el eje fácil. Si se retira el campo externo, es decir, h=0, aparecen dos mínimos en  $\alpha=0^\circ$  y en  $\alpha=180^\circ$ . Sin embargo, la magnetización solo puede estar en un mínimo en este punto, que es el mismo mínimo en el que estaba localizado antes. Por lo tanto el estado de la magnetización en cada instante se determina por el campo aplicado y la historia del sistema.

Cuando se aplique un campo magnético externo negativo, es decir, con una orientación de  $180^\circ$ , el mínimo de energía en  $\alpha=0^\circ$  aumenta su energía, convirtiéndose en un mínimo relativo, mientras que el otro mínimo, en  $\alpha=180^\circ$ , reduce la suya y se convierte en el mínimo absoluto. Para un cierto campo negativo, el mínimo local desaparece, y la magnetización salta al mínimo absoluto en  $\alpha=180^\circ$ .

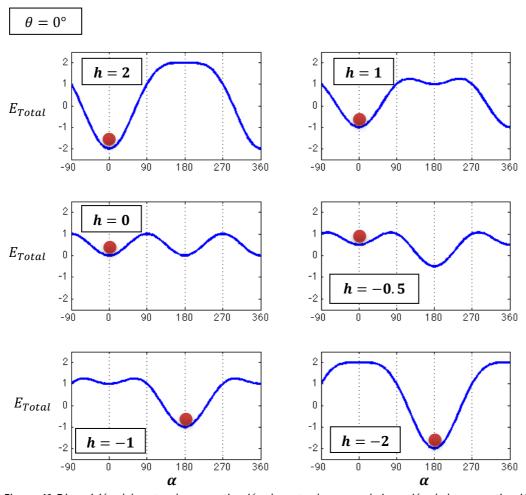


Figura 41 Disposición del vector de magnetización durante el proceso de inversión de la magnetización desde saturación positiva a negativa. El campo aplicado tiene la dirección del eje fácil de magnetización ( $\theta=0^{\circ}$ ). Nótese que hasta que h no es menor que -1, no se da el salto discontinuo de la magnetización

Si se considera ahora que el campo aplicado se aplica desde saturación negativa a positiva, la magnetización se mantendrá en  $\alpha=180^\circ$  hasta que el mínimo local desaparezca con un campo aplicado  $H_k$ . Este comportamiento se representa por el ciclo de histéresis, que solo toma valores de  $+M_s$  y  $-M_s$  y muestra un cambio abrupto en  $\pm H_k$ .

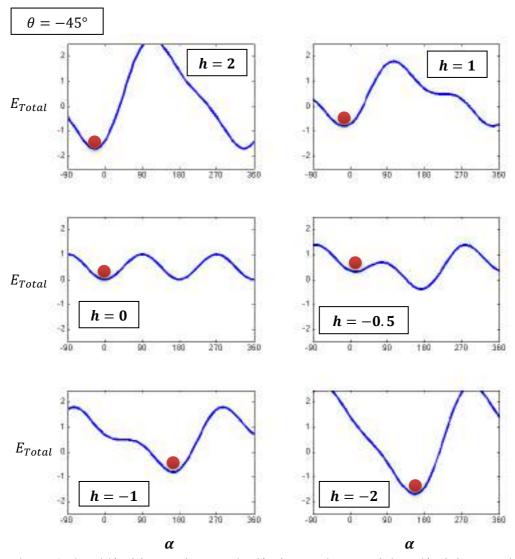


Figura 42 Disposición del vector de magnetización durante el proceso de inversión de la magnetización desde saturación positiva a negativa. El campo aplicado tiene un ángulo con la dirección del eje fácil de magnetización ( $\theta = -45^{\circ}$ ). Nótese que hasta que h no es menor que -0.5, no se da el salto discontinuo de la magnetización.

Cuando el campo magnético se aplica en otras direcciones, como por ejemplo a -45° del eje fácil, la posición del mínimo de energía gira hacia el eje fácil al reducir el campo magnético. Esta rotación se representa por una continua reducción del valor de magnetización en el ciclo de histéresis, que sólo significa una reducción de la proyección de la magnetización sobre la dirección del campo aplicado. En este caso, la posición de la energía mínima ocupada se ve desestabilizada, para cierto campo magnético de sentido opuesto, de tal manera que la magnetización saltará al

mínimo absoluto exhibiendo un salto discontinuo en el ciclo de histéresis. Para campo más altos, este mínimo absoluto de energía se moverá hacia la dirección del campo aplicado, es decir,  $\alpha=135^\circ$ . Esta rotación es visible en el ciclo de histéresis, donde el valor absoluto de la magnetización aumenta hacia  $M_s$  tras el salto de la magnetización.

Para campos magnéticos aplicados en el eje difícil de magnetización,  $\theta = -90^{\circ}$ , la magnetización siempre se va a encontrar entre dos mínimos absolutos, que mueven sus posiciones cuando varia el campo aplicado. En este caso la inversión de la magnetización no tiene ningún salto discontinuo y no existe un comportamiento de histéresis.

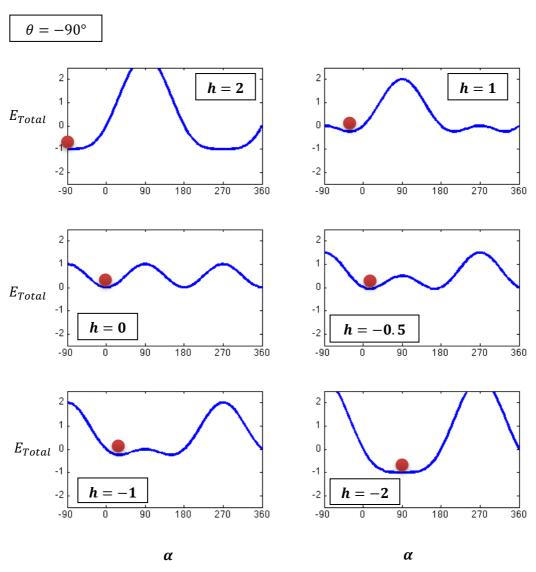


Figura 43 Disposición del vector de magnetización durante el proceso de inversión de la magnetización desde saturación positiva a negativa. El campo aplicado tiene la dirección del eje difícil de magnetización  $(\theta = -90^\circ)$ . Nótese que no se da el salto discontinuo de la magnetización, sino que es un proceso continuo de rotación de los momentos magnéticos.

Las fronteras de la histéresis en función del campo aplicado se determinan anulando la primera y segunda derivada de la ecuación de la energía, con lo que se obtiene la ecuación de un astroide:

$$\left(\frac{H_{\perp}}{H_{K}}\right)^{2/3} + \left(\frac{H_{\parallel}}{H_{K}}\right)^{2/3} = 1 \tag{2.42}$$

Los campos  $H_{\perp}$  y  $H_{\parallel}$  son las componentes del campo aplicado H en el eje fácil y en el eje difícil.

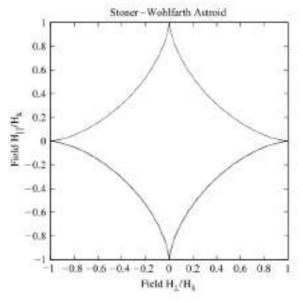


Figura 44 Los valores del campo magnético que se encuentren dentro del dominio del astroide son aquellos para los cuales la inversión de la magnetización es posible. Fuera del astroide, no hay inversión

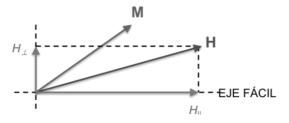


Figura 45 Sistema de coordenadas para la representación de la frontera de la histéresis del modelo SW en forma de un astroide

El campo crítico para el cual la magnetización salta de un mínimo de energía a otro equivalente se denota como  $H_S$ , y ocurre cuando las derivadas primera y segunda de la energía con respecto del ángulo son nulas:

$$\left(\frac{\partial E}{\partial \theta}\right)_{\alpha} = 0 \; ; \left(\frac{\partial^2 E}{\partial \theta^2}\right)_{\alpha} = 0 \quad \Longrightarrow \quad H_s(\alpha) = \frac{H_K}{[\sin^{2/3} \alpha + \cos^{2/3} \alpha]^{3/2}}$$

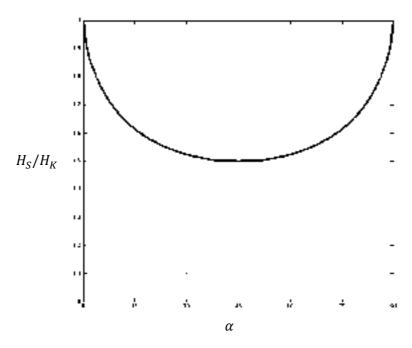


Figura 46 Campo crítico normalizado  $H_S/H_K$  versus el ángulo  $\alpha$ , mostrando el mínimo campo para invertir la magnetización

El modelo Stoner-Wohlfarth presenta múltiples limitaciones debido a ciertas hipótesis. Como se ha mencionado previamente, el modelo asume que la muestra es una estructura de dominio único, cuando en realidad la mayoría de los materiales ferromagnéticos son estructuras con múltiples dominios. Este modelo desprecia las imperfecciones, las rugosidades y las variaciones dimensionales que tienen gran influencia en el proceso de inversión de la magnetización. Por otra parte, las medidas experimentales se han realizado en materiales con anisotropías uniaxiales simples como la del cobalto, lo cual es una buen ejemplo para este modelo, pero cabe señalar que en otras composiciones, como en el Fe y en el Ni las anisotropías cúbicas que complican la situación. A pesar de estas limitaciones, este modelo de inversión nos aporta una visión muy útil en materiales magnetizados uniformemente. Este modelo está dominado por la anisotropía de forma uniaxial.

## 2.1.11.1. Películas delgadas

En las películas delgadas, la magnetización tenderá a orientarse dentro del plano de la muestra, con el objetivo de minimizar el campo desmagnetizante, siempre que la anisotropía magneto-cristalina no sea lo suficientemente grande como para sobrepasar este efecto. Si se considera un estado de magnetización uniforme, podemos expresar la energía magnetostática en películas delgadas de la siguiente manera:

$$E_{mag} = 2\pi M_S^2 \cos^2 \alpha_N \tag{2.44}$$

donde  $\alpha_N$  es el ángulo entre la normal a la muestra y el vector medio de magnetización M.

En general, la anisotropía de forma domina sobre la anisotropía magnetocristalina en películas delgadas.

Además, las películas ultra-finas muestran otra anisotropía. Se denomina anisotropía superficial, y está causada porque la rotura de la simetría de los orbitales de los electrones en la superficie o interfaz. Normalmente la *energía de la anisotropía superficial* se expresa como:

$$E_{sf} = \frac{2K_S}{t_{hk}} \sin^2 \alpha \tag{2.45}$$

## 2.2. Naturaleza de la luz

Dado que se ha utilizado una técnica experimental que mide la polarización de la luz, es necesario familiarizarse con los conceptos y magnitudes de la óptica, así como en la notación habitual, que en este caso es la notación de Jones.

## 2.2.1. Introducción e Historia

La luz se percibe intuitivamente como una onda, específicamente, una *onda electromagnética transversal* que viaja desde una fuente dada hasta el punto de observación. Una onda electromagnética está compuesta por un *campo eléctrico E* y un *campo magnético B*.

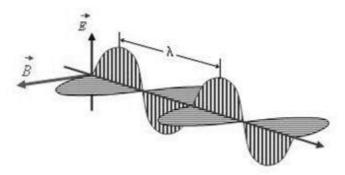


Figura 47 Representación habitual de una onda electromagnética, compuesta por un campo eléctrico E y por un campo magnético B.

Tanto E como B son perpendiculares a la dirección de propagación. Este hecho proviene de las ecuaciones de Maxwell. El color de la luz viene dado por la longitud de onda,  $\lambda$ , o por su frecuencia,  $\nu$ , es decir, por el número de vibraciones por segundo. Muchos experimentos, como la difracción, la interferencia y la dispersión confirman claramente la naturaleza ondulatoria de la luz. Sin embargo, desde el descubrimiento del efecto fotoeléctrico en 1887 por Hertz, y la interpretación de Einstein en 1905, se conoce que la luz también tiene naturaleza de partícula. (El efecto fotoeléctrico describe la emisión de electrones en una superficie metálica que ha sido iluminada con luz de alta energía). Newton fue un fuerte defensor del concepto corpuscular de la luz, pero sus originales ideas necesitaron cierto refinamiento, que provino de la teoría cuántica en 1901.

Hoy en día sabemos (por la hipótesis de *Planck*) que una cierta cantidad mínima de energía luminosa es necesaria para que un electrón cargado negativamente pueda sobrepasar su energía de enlace con la carga positiva del núcleo y escapar al vacío. Esta energía ha de ser, por lo menos, un cuanto de luz, también llamado fotón, de energía:

$$E = \nu h = \omega \hbar \tag{2.46}$$

Como ya se ha explicado previamente, h es la constante de Planck y  $\hbar$  es la constante reducida de Planck  $\hbar=h/2\pi$ .  $\omega$  es la frecuencia angular,  $\omega=2\pi\nu$ . Para el inicio del siglo XIX, ya se había establecido firmemente la dualidad onda-partícula de la luz.

La dualidad onda-partícula de los electrones necesito de más tiempo hasta ser totalmente reconocida. En 1897 J.J. Thomson descubrió la propiedad de partícula de los electrones, con un experimento en el que se apreciaba una desviación en un rayo catódico por campos eléctricos y magnéticos. Más tarde, en 1924, de Broglie introdujo la idea de que los electrones también poseían una dualidad onda-partícula. En otras palabras, él propuso la naturaleza ondulatoria de los electrones al conectar la longitud de onda,  $\lambda$ , con el momento, p, de una partícula:

$$\lambda p = h \tag{2.47}$$

Esta ecuación se puede obtener de combinar varias ecuaciones: E = vh;  $E = mc^2$ ; p = mc;  $c = \lambda v$ . En 1926, *Schrödinger* le dio forma matemática a la idea de *de Broglie* y en 1927, *Davisson* y *Germer* descubrieron la difracción del electrón en un cristal, y probaron finalmente la naturaleza ondulatoria de los electrones.

#### 2.2.2. Polarización de la luz

#### 2.2.2.1. Descripción de la polarización de la luz

Un onda monocromática es una perturbación periódica en el espacio y en el tiempo, que se caracteriza por una amplitud, E, una velocidad, v, una frecuencia, v, y una longitud de onda,  $\lambda$ , relacionadas por:

$$v = \nu \lambda \tag{2.48}$$

Habitualmente, la longitud de onda se reemplaza por su cantidad inversa, el número de onda:

$$k = \frac{2\pi}{\lambda} \tag{2.49}$$

De la misma manera, la frecuencia se reemplaza por la frecuencia angular  $\omega=2\pi\nu$ . Por lo que la ecuación 2.48 se convierte en:

$$v = \frac{\omega}{k} \tag{2.50}$$

La amplitud de una onda de luz representa el potencial de una partícula cargada a sentir una fuerza, que formalmente representa el "campo eléctrico" de una onda electromagnética. Dado que este potencial vibra en la dirección transversal a la dirección de propagación de la onda, la luz es una "onda transversal", como lo son las ondas en una cuerda o en la superficie del aqua.

Debido a que hay dos direcciones transversales, existen fundamentalmente dos direcciones sobre las que la luz puede oscilar. Para una onda de luz que viaja en la dirección z, se denominan direcciones x e y, y sus respectivas ondas  $E_x$  y  $E_y$ . La amplitud de la luz describe cómo se propaga la onda en el espacio y en el tiempo. Matemáticamente, se puede escribir como una onda sinusoidal, donde el ángulo de la función seno es una combinación lineal de los términos de posición y tiempo.

$$E(z,t) = A \sin\left(\frac{2\pi}{\lambda}z \pm 2\pi\nu t\right) = A \sin(kz \pm \omega t)$$
 (2.51)

Siendo A el factor de amplitud. El signo entre los términos de posición y tiempo determina la dirección en la que viaja la onda: Si los dos términos tiene signos opuestos, la onda viaja en la dirección z positiva.

La características físicas de la luz dependen del vector eléctrico E, y por lo tanto, la dirección de polarización se define por la dirección del vector E. Se denomina polarización al hecho que el campo *E* esté contenido en ciertos planos o geometrías en su dirección de propagación, es decir, que su movimiento en el plano XY esté restringido.

Consideramos la siguiente notación para una onda electromagnética cualquiera:

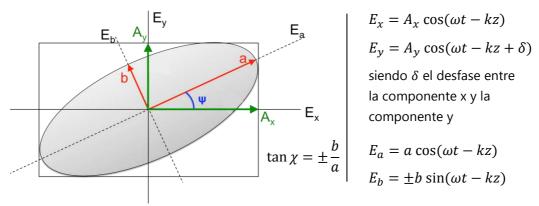


Figura 48 Sistema de coordenadas utilizado para la explicación de la polarización de la luz. Cabe señalar que se utilizan dos sistemas diferentes: Uno en los ejes x e y; Otro en los ejes a y b

Y el cambio de base entre las dos notaciones viene dado por:

$$\begin{pmatrix} E_x \\ E_y \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} \cos \psi & -\sin \psi \\ \sin \psi & \cos \psi \end{bmatrix} \begin{pmatrix} E_a \\ E_b \end{pmatrix}$$
 (2.52)

Introduzcamos ahora el formalismo de Jones para aclarar la explicación de los apartados siquientes:

Un vector de Jones es un vector columna compuesto por dos números complejos. Para el caso más general de polarización elíptica, se puede definir como:

$$J = \begin{pmatrix} a \\ b e^{i \delta} \end{pmatrix} ; J(\psi) = \begin{bmatrix} \cos \psi & -\sin \psi \\ \sin \psi & \cos \psi \end{bmatrix} \begin{pmatrix} a \\ b e^{i \delta} \end{pmatrix}$$
 (2.53)

Aplicando sencillas propiedades trigonométricas a las ecuaciones de la figura 48, se llega a las siguientes expresiones:

$$\left(\frac{E_x}{A_x}\right)^2 - 2\frac{E_x E_y}{A_x A_y} \cos \delta + \left(\frac{E_y}{A_y}\right)^2 = \sin^2 \delta \qquad \left(\frac{E_a}{a}\right)^2 + \left(\frac{E_b}{b}\right)^2 = 1 \tag{2.54}$$

#### 2.2.2.1.1. Polarización Lineal

Se dice que una onda electromagnética esta polarizada linealmente si el campo eléctrico oscilante está orientado según un plano. Este plano es paralelo a la dirección de propagación, que se identifica por el vector de onda k. Si la onda está polarizada linealmente, entonces se cumple que:

$$\delta = 0, \pi \qquad E_x = A_x \cos(\omega t - kz) \qquad E_a = A_x \cos(\omega t - kz)$$

$$b = 0 \qquad E_y = A_y \cos(\omega t - kz) \qquad E_b = 0$$
(2.55)

Es decir, que las dos componentes tienen amplitudes distintas, pero se encuentran en fase. Se incluye un ejemplo de dos ondas  $E_x$  y  $E_y$  vistas en un instante t determinado:

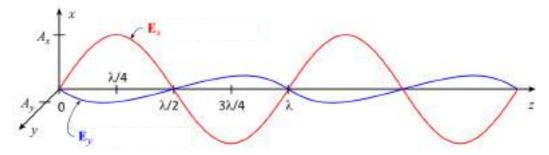


Figura 49 Representación de una onda linealmente polarizada según las componentes  $E_x$  y  $E_y$ .

Un partícula cargada sentiría, ante este campo, estas dos ondas simultáneamente:

$$E = E_x + E_y = (A_x + A_y)\cos(\omega t - kz)$$
 (2.56)

Las expresiones que se obtienen al aplicar las condiciones, indican que el campo se mueve según una recta. Es decir, que si miramos desde el eje de propagación, el vector *E* para cualquier instante estará contenido en una recta:

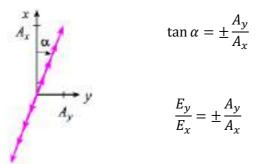


Figura 50 Representación de la proyección del campo eléctrico en una onda linealmente polarizada

Utilizando la notación de Jones:

$$J = \begin{pmatrix} a \\ 0 \end{pmatrix}; J(\psi) = \begin{bmatrix} \cos \psi & -\sin \psi \\ \sin \psi & \cos \psi \end{bmatrix} \begin{pmatrix} a \\ 0 \end{pmatrix} = a \begin{pmatrix} \cos \psi \\ \sin \psi \end{pmatrix}$$
(2.57)

#### 2.2.2.1.2. Polarización Circular

Si la onda está polarizada circularmente, entonces se cumple que:

$$\delta = \pm \frac{\pi}{2} \qquad E_x = A_x \cos(\omega t - kz)$$

$$A_x = A_y \qquad E_y = A_y \cos(\omega t - kz \pm \frac{\pi}{2})$$

$$\chi = \pm \frac{\pi}{4} \qquad E_a = A_x \cos(\omega t - kz)$$

$$a = b \qquad E_b = A_x \sin(\omega t - kz)$$
(2.58)

Es decir, que las dos componentes tienen amplitudes iguales, pero no se encuentran en fase, sino que tienen diferentes argumentos. En particular, para la luz polarizada circularmente existe un desfase constante de  $\pi/2$ , que corresponde a una distancia de  $\lambda/4$ .

Se incluye un ejemplo de dos ondas y vistas en un instante t determinado:

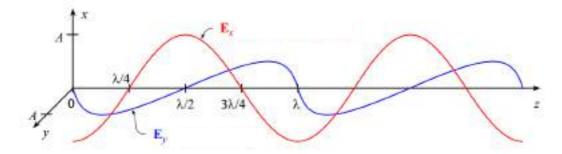


Figura 51 Representación de una onda circularmente polarizada según las componentes  $E_x$  y  $E_y$ 

Las expresiones que se obtienen al aplicar las condiciones, indican que el campo gira describiendo círculos. Si el desfase  $\delta$  es negativo, se dice que es una polarización circular levógira (hacia la izquierda, LCP), que gira en el sentido de las manecillas del reloj. Si el desfase  $\delta$  es positivo, se dice que es una polarización circular dextrógira (hacia la derecha, RCP), que gira en el sentido contrario de las manecillas del reloj. Si miramos desde el eje de propagación, el vector E para cualquier instante describirá circunferencias:

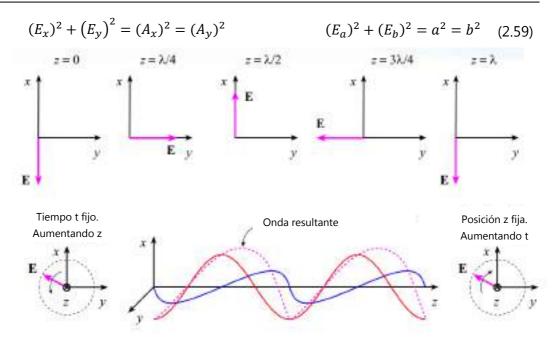


Figura 52 Diferentes representaciones de una onda circularmente polarizada

Utilizando el formalismo de Jones:

$$J = \begin{pmatrix} a \\ ai \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} b \\ bi \end{pmatrix}; J(\psi) = \begin{bmatrix} \cos \psi & -\sin \psi \\ \sin \psi & \cos \psi \end{bmatrix} \begin{pmatrix} a \\ ai \end{pmatrix}$$

#### 2.2.2.1.3. Polarización Elíptica

Si la onda está polarizada elípticamente, entonces se cumple que:

$$\delta \in (-\pi, \pi)$$

$$\psi \in (0, 2\pi)$$

$$\chi \in \left(-\frac{\pi}{4}, \frac{\pi}{4}\right)$$
(2.60)

Es decir, que las dos componentes tienen amplitudes iguales, pero no se encuentran en fase, sino que tienen diferentes argumentos. En particular, para la luz polarizada circularmente existe un desfase constante de  $\pi/2$ , que corresponde a una distancia de  $\lambda/4$ .

Las expresiones que se obtienen al aplicar las condiciones, indican que el campo gira describiendo círculos. Si el desfase  $\delta$  es negativo, o si  $\chi > 0$ , se dice que es una polarización elíptica levógira, que gira en el sentido de las manecillas del reloj. Si el desfase  $\delta$  es positivo, o si  $\chi < 0$ , se dice que es una polarización elíptica dextrógira, que gira en el sentido contrario de las manecillas del reloj. Si miramos desde el eje de propagación, el vector E para cualquier instante describirá elipses:

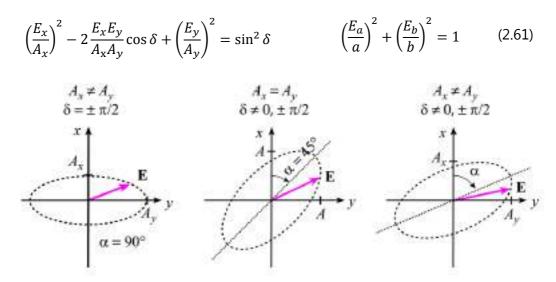


Figura 53 Representación de luz polarizada elípticamente para diferentes casos: (a) Para distintas amplitudes y desfase de  $\pi/2$  (b) Para mismas amplitudes y desfase distinto de  $0, \pm \pi/2$  (c) para distintas amplitudes y desfase distinto de  $0, \pm \pi/2$ 

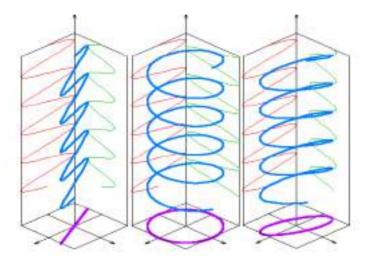


Figura 54 Resumen ilustrativo de los tres tipos de polarización: (a) Lineal (b) Circular (c) Elíptica. Nótese la proyección de la onda sobre el plano t=0.

Utilizando la notación de Jones:

$$J = a \begin{pmatrix} \cos \chi \\ \sin \chi e^{\pm i\frac{\pi}{2}} \end{pmatrix};$$

$$J(\psi) = \begin{bmatrix} \cos \psi & -\sin \psi \\ \sin \psi & \cos \psi \end{bmatrix} a \begin{pmatrix} \cos \chi \\ \sin \chi e^{\pm i\frac{\pi}{2}} \end{pmatrix} = a \begin{pmatrix} \cos \psi \cos \chi \mp i \sin \psi \sin \chi \\ \sin \psi \cos \chi \pm i \cos \psi \sin \chi \end{pmatrix}$$
(2.62)

Veamos ahora el modo en el que se puede controlar la polarización de la luz, y los conceptos que aparecen en las herramientas utilizadas en los experimentos. La luz no polarizada puede ser polarizada haciendo uso de un "polarizador", y el estado de una luz polarizada también puede ser alterado utilizando otro polarizador o componente óptico birrefringente.

#### 2.2.2.2. Polarizadores y divisores de haces

Un polarizador transmite sólo una única orientación de la polarización lineal, y bloquea el resto de la luz. Por ejemplo, un polarizador orientado a lo largo del eje xdeja pasar a  $E_x$  pero bloquea a  $E_v$ .

Algunos polarizadores eliminan las demás componentes,  $E_y$  en el caso anterior, absorbiéndolas, mientras que otros reflejan estas componentes de la luz. Es recomendable utilizar polarizadores que absorben cuando se desea eliminar completamente un componente del sistema. Una desventaja de estos polarizadores es que no son muy duraderos y que se pueden dañar con luz de alta intensidad, como puede ser un láser.

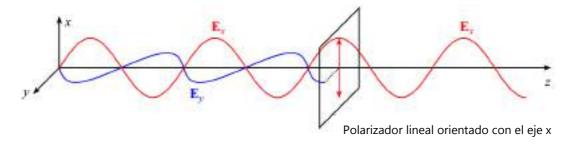


Figura 55 Representación de un polarizador lineal actuando según el eje x.

Según la notación de Jones, podemos definir una matriz de Jones que defina elementos ópticos como un polarizador:

$$P_{x} = \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 0 \end{pmatrix} \quad ; \quad P_{y} = \begin{pmatrix} 0 & 0 \\ 0 & 1 \end{pmatrix} \tag{2.63}$$

$$P_{x} = \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 0 \end{pmatrix} ; P_{y} = \begin{pmatrix} 0 & 0 \\ 0 & 1 \end{pmatrix}$$

$$P_{\psi} = \begin{bmatrix} \cos \psi & -\sin \psi \\ \sin \psi & \cos \psi \end{bmatrix} \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & 0 \end{pmatrix} \begin{bmatrix} \cos \psi & -\sin \psi \\ \sin \psi & \cos \psi \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \cos^{2} \psi & \sin \psi \cos \psi \\ \sin \psi \cos \psi & \sin^{2} \psi \end{bmatrix}$$

$$(2.64)$$

Un divisor de haz de luz, o un polarizador reflectante, opera de tal manera que la componente de la polarización se desvía en una dirección conveniente, como puede ser respecto de la componente de transmisión.

La mayoría de los polarizadores reflectantes son muy eficientes para la luz transmitida, es decir, aquella que tiene un ratio muy alto de polarización deseada entre la no deseada.

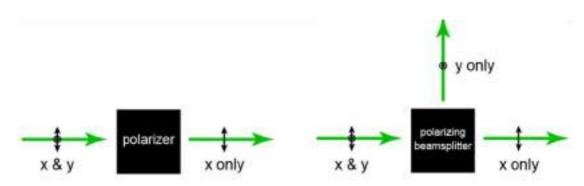


Figura 56 Esquema de un polarizador absorbente y un polarizador reflectante o divisor de haz actuando sobre un onda con componentes iniciales en x e y.

#### 2.2.2.3. Birrefringencia

Algunos materiales tienen distintos índices de refracción para luz polarizada en direcciones diferentes. Este fenómeno se denomina birrefringencia. A modo de ejemplo ilustrativo, supóngase que la luz polarizada en la dirección x ve un índice  $n_x$ , mientras que la luz polarizada en la dirección y ve un índice  $n_y$ . Consideremos también que luz polarizada linealmente atraviesa un pieza de longitud x de dicho material, con el eje de polarización lineal orientado a x0 de los ejes x1 e x1.

Para un caso general, la luz que sale de este material tendrá una polarización elíptica. Pero dado que hemos considerado un caso especial, con una longitud L para los índices  $n_x$  y  $n_y$ , la luz que ha entrado como linealmente polarizada saldrá circularmente polarizada. Analicemos brevemente la razón de ello:

$$E_x = A_x \sin\left(\frac{2\pi}{\lambda}n_x z \pm \omega t\right); \ E_y = A_y \sin\left(\frac{2\pi}{\lambda}n_y z \pm \omega t\right)$$
 (2.65)

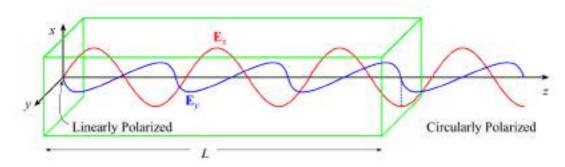


Figura 57 Representación de un lámina de cuarto de onda actuando sobre una onda polarizada linealmente según una recta que forma 45° con los ejes x e y.

Tras viajar una longitud L, las dos ondas han acumulado unas fases:

$$\theta_{x} = \frac{2\pi}{\lambda} n_{x} L ; \theta_{y} = \frac{2\pi}{\lambda} n_{y} L \tag{2.66}$$

Si la diferencia entre las dos fases es  $\pi/2$ , entonces la onda resultante del material estará circularmente polarizada, es decir:

$$\theta_y - \theta_x = \frac{2\pi}{\lambda} (n_x - n_y) L = \frac{2\pi}{\lambda} \Delta n L = \frac{\pi}{2} \implies \Delta n L = \frac{\lambda}{4}$$
 (2.67)

Debido a esta relación, el material con birrefringencia  $\Delta n$  del espesor adecuado L que convierte luz polarizada linealmente en luz polarizada circularmente se denomina *lámina de cuarto de onda*.

Según la notación de Jones, un retardador de fase, en general, se escribe como:

$$C_{\delta,x} = \begin{pmatrix} e^{i\delta} & 0 \\ 0 & 1 \end{pmatrix}$$
 ;  $C_{\delta,y} = \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & e^{i\delta} \end{pmatrix}$  (2.68)

Y una lámina de cuarto de onda se expresa como un retardador de desfase  $\delta=\pi/2$  con el eje  $n_x>n_v$  :

(2.69)

$$C_{\pi/2,y} = \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & i \end{pmatrix}$$

Además, se ha de tener en cuenta que la luz llega a la lámina polarizada linealmente a 45°, que es la condición inicial que hemos impuesto. Por lo tanto, el vector de Jones resultante será:

$$E_{2} = C_{\pi/2,y} \cdot P_{\pi/4} \cdot E_{1} =$$

$$= \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & i \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \cos^{2} \pi/4 & \sin \pi/4 \cos \pi/4 \\ \sin \pi/4 \cos \pi/4 & \sin^{2} \pi/4 \end{pmatrix} E_{1} = \frac{1}{2} \begin{pmatrix} 1 & 1 \\ i & i \end{pmatrix} E_{1}$$
(2.70)

Que corresponde, como ya habíamos afirmado, a una onda circularmente polarizada.

#### 2.2.3. Reflexión de la luz

Cuando una onda electromagnética es reflejada en una superficie, la trayectoria que describe la onda determina un plano, que se denomina plano de incidencia. En magneto-óptica, este plano de polarización de la onda se divide en dos componentes sobre el plano de la superficie, una perpendicular al plano de incidencia, designada por s, y otra componente paralela al plano de incidencia, designada por p, como se muestra en la Figura 58. Por lo tanto, una onda linealmente polarizada que se encuentra con esta superficie puede estar polarizada totalmente en s, totalmente en p, o polarizada como una combinación lineal de las dos componentes.

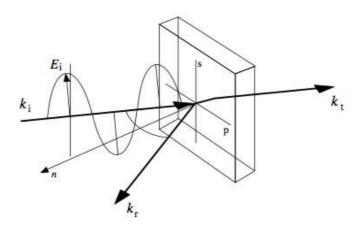


Figura 58 Refracción de una onda electromagnética en un medio. La onda incidente  $k_i$ se reflejada  $(k_r)$  y transmitida $(k_t)$ . n es el vector unitario normal a la superficie. s y p representan los ejes del sistema de referencia utilizado.

En la reflexión en una superficie plana, podemos denominar, según el formalismo de Jones,  $P_{in}$  a la polarización de la luz antes de reflejarse y  $P_{out}$  a la polarización tras la reflexión en la muestra. En la teoría electromagnética, la reflexión en una superficie plana se puede describir como cualquier otro elemento óptico, es decir, con un matriz 2x2 de coeficientes complejos, la llamada matriz de Jones R:

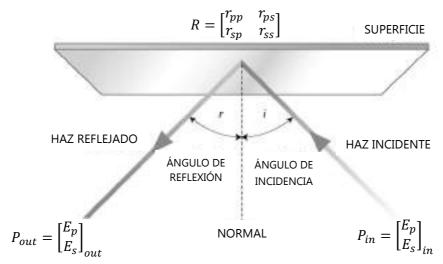


Figura 59 Representación esquemática de la reflexión de luz polarizada sobre una superficie

La matriz de reflexión R depende de la geometría (del ángulo de incidencia) y de la permitividad del material  $\varepsilon$ . La metodología utilizada para determinar  $\varepsilon$  es la elipsometría. Con la elipsometría se mide la matriz R y con ella se puede determinar  $\varepsilon$ .

Para comprender mejor la teoría del efecto-Kerr, es mejor visualizar la luz linealmente polarizada como una superposición de luz polarizada circularmente hacia la izquierda (levógira, LCP) y de luz polarizada circularmente hacia la derecha (dextrógira, RCP).

#### 2.2.3.1. Permitividad $\epsilon$

En un medio isótropo, la permitividad  $\varepsilon$  es un escalar que indica cómo un campo eléctrico E afecta y es afectado por dicho medio. La permitividad está determinada por la tendencia de un material a polarizarse ante la aplicación de un campo magnético. La permitividad eléctrica  $\varepsilon$  y la permeabilidad magnética  $\mu$  de un medio se relacionan por:

$$\varepsilon \,\mu = \left(\frac{k}{\omega}\right)^2 = \frac{1}{v^2} \tag{2.71}$$

Si estamos en el vacío,  $\varepsilon_0$  es la permitividad del vacío:  $\varepsilon_0 = 1/\mu_0 \ c_0^2$ 

Cuando la luz se propaga a través de un material dieléctrico, la velocidad de las componentes de la luz pueden dependen de la dirección de propagación. Si eso es así, entonces se dice que dicho medio dieléctrico es anisotrópico y la constante  $\varepsilon$  se convierte en una matriz 3x3, también llamado tensor dieléctrico. Esta matriz puede ser totalmente simétrica, totalmente antisimétrica o cualquier combinación de una matriz simétrica y una antisimétrica.

La parte simétrica contiene tres valores propios que determinan la constante dieléctrica en cualquiera de las tres direcciones dadas por los vectores propios. Si estos tres valores propios son idénticos, el medio es isotrópico y la matriz se convierte en una constante.

En un material no magnético, se cumple que

$$\varepsilon = \begin{bmatrix} \varepsilon & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon \end{bmatrix} \implies R = \begin{bmatrix} r_{pp} & 0 \\ 0 & r_{ss} \end{bmatrix}$$
 (2.72)

En un material magnético, en cambio, se cumple

$$\varepsilon = \varepsilon \begin{bmatrix} 1 & iQm_z & -iQm_y \\ -iQm_z & 1 & iQm_x \\ iQm_y & -iQm_x & 1 \end{bmatrix} \Rightarrow R = \begin{bmatrix} r_{pp} & r_{ps} \\ r_{sp} & r_{ss} \end{bmatrix}$$
(2.73)

Donde Q es la constante de acoplamiento magneto-óptico o constante de Voigt y  $m_x$ ,  $m_y$  y  $m_z$  representan las componentes del vector normalizado de magnetización  $m=(m_x,m_y,m_z)$ .

La susceptibilidad eléctrica  $\chi$  se define como una variable que relaciona el campo eléctrico E con la polarización provocada P:

$$P = \varepsilon_0 \chi E \tag{2.74}$$

El campo de desplazamiento eléctrico D, que representa la interacción entre objetos cargados ante un campo eléctrico E, se define como:

$$D = \varepsilon_0 E + P = \varepsilon_0 (1 + \chi) E \tag{2.75}$$

Por tanto, conocer el tensor dieléctrico es muy importante en la caracterización del material y en la respuesta que el material mostrará ante un campo magnético y eléctrico dado.

### 2.2.4. Efecto magneto óptico Kerr (MOKE)

Los dos efectos magneto-ópticos más relevantes son el efecto de Faraday y el efecto Kerr. El Efecto Magneto-Óptico Kerr (MOKE en sus siglas en inglés) describe los cambios que la magnetización induce en la luz reflejada por un material magnético, que no ocurre en un material no magnético. La física del efecto Kerr es fundamentalmente la misma que la del efecto Faraday, exceptuando que el efecto Kerr hace referencia a la luz reflejada mientras que el efecto Faraday corresponde con los cambios en la polarización de la luz transmitida.

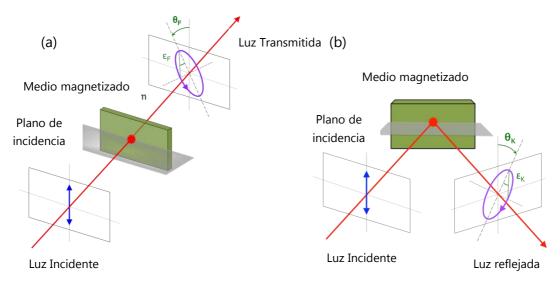


Figura 60 Representación de los cambios de polarización en la luz (a) transmitida (efecto Faraday) y (b) reflejada (efecto Kerr) en un medio magnetizado

La observación más común de estos efectos se aprecia en el cambio de polarización cuando luz polarizada linalmente según las direcciones s o p es transmitida o reflejada en una superficie magnética, El cambio de polarización se puede representar por una rotación del plano  $(\theta_K)$  de polarización y por un cambio de la elipticidad  $(\varepsilon_K)$ .

Como se ha mencionado previamente, la luz polarizada linealmente consiste en una superposición de dos circularmente polarizadas (LCP y RCP) de igual intensidad o amplitud. De acuerdo con la física clásica, si se considera que una luz linealmente polarizada es reflejada en una superficie magnética, la fuerza de Lorentz (que actúa en los electrones debido a la inducción magnética estática presente en el ferromaterial) afectará a la luz polarizada circularmente LCP y RCP de modos diferentes. Ello resultará en un efecto de polarización neta, que es el efecto Kerr.

La magneto-óptica se puede describir desde el punto de vista macroscópico de la teoría dieléctrica o desde el punto de vista microscópico de la teoría cuántica. Macroscópicamente, los efectos magneto-ópticos surgen de los términos antisimétricos del tensor dieléctrico.

#### 2.2.4.1. Descripción microscópica: Interacción espín-órbita

Microscópicamente, el acoplamiento entre el campo eléctrico de la luz y el espín del electrón dentro del medio magnético ocurre debido a la interacción espínórbita que se ha mencionado en apartados previos. Ahora se va a dar una pequeña explicación de la descripción microscópica.

Las propiedades ópticas de un medio se determinan por el tensor dieléctrico, que se determina por el movimiento de los electrones en el medio. Por lo tanto, la descripción microscópica del efecto magneto-óptico concierne las diferentes respuestas que los electrones dan a las ondas polarizadas circularmente (LCP y RCP)

Cuando un rayo de luz se propaga a través de un medio, el campo eléctrico de la luz genera el movimiento de los electrones en el medio. Sin la presencia del campo magnético, es obvio que luz polarizada circularmente hacia la izquierda generará en los electrones un movimiento circular hacia la izquierda y que luz polarizada circularmente hacia la derecha generará en los electrones un movimiento circular hacia la derecha. El radio de la trayectoria circular hacia la izquierda o la derecha será el mismo. Dado que el momento de dipolo eléctrico es proporcional al radio de la órbita circular, no existirá diferencia entre las constantes dieléctricas para las ondas polarizadas circularmente hacia la izquierda o hacia la derecha.

Al aplicar un campo magnético externo en la dirección de propagación de la onda electromagnética, surgirá una fuerza de Lorentz (fuerza de un campo electromagnético sobre una partícula cargada) adicional actuando en cada electrón. Esta fuerza apunta radialmente hacia dentro (hacia fuera) del centro del círculo de la trayectoria circular hacia la izquierda (hacia la derecha). Por consiguiente, el radio de la trayectoria circular hacia la izquierda se verá reducido y el radio de la trayectoria circular hacia la derecha se verá aumentado. Esta diferencia en los radios de las polarizaciones circular izquierda y circular derecha dará como resultado diferentes constantes dieléctricas. Por lo tanto, es esta fuerza de Lorentz del campo magnético externo el que genera el efecto Kerr.

La interacción espín-órbita es la que acopla el espín del electrón con su movimiento para dar lugar a un mayor efecto Kerr en los materiales ferromagnéticos. La interacción espín-órbita resulta de la interacción del espín del electrón con el campo magnético que "ve" el electrón mientras éste se mueve dentro del campo eléctrico. Esta interacción es la que conecta las propiedades magnéticas y ópticas del material ferromagnético.

#### 2.2.4.2. Descripción macroscópica: Ecuaciones de Fresnel

Hay dos procesos que tiene lugar cuando la luz se propaga en un medio magnetizado. En primer lugar, los dos modos de polarización (LCP y RCP) tienen un desfase entre ellos debido a que se propagan a velocidades diferentes, que resulta en la rotación del plano de polarización. En segundo lugar, los ratios de absorción del medio son diferentes para los dos modos de polarización circular, y ello afecta a la elipticidad.

Para cuantificar los efectos magneto-ópticos, se necesita resolver la ecuación de onda electromagnética para los materiales magnéticos, es decir, para el tensor dieléctrico de un material magnético, que está compuesto por una parte simétrica y otra antisimétrica:

$$\varepsilon = \varepsilon \begin{bmatrix} 1 & iQm_z & -iQm_y \\ -iQm_z & 1 & iQm_x \\ iQm_y & -iQm_x & 1 \end{bmatrix}$$
 (2.76)

En el caso más sencillo, los dos modos normales del tensor dieléctrico corresponden con luces circularmente polarizadas levógiras (L) y dextrógiras (R), que tienen índices de refracción:

$$n_{L,R} = n\left(1 \pm \frac{Q \ \overrightarrow{m} \cdot \overrightarrow{k}}{2}\right) \tag{2.77}$$

Siendo  $\vec{k}$  la dirección de propagación de luz y  $n=\sqrt{\varepsilon}$  es el índice medio de refracción. La diferencia en el índice de refracción lleva al cambio en la polarización de la luz.

Con todo ello, desde el punto de vista macroscópico, la rotación y la elipticidad del plano de polarización provienen de índices de refracción diferentes y de dos modos de luz polarizada circularmente.

Tal y como se ha descrito anteriormente, la reflexión de la luz sobre una superficie plana se puede representar por la matriz de reflexión, también llamada matriz de reflexión de Fresnel:

$$R = \begin{bmatrix} r_{pp} & r_{ps} \\ r_{sp} & r_{ss} \end{bmatrix} \tag{2.78}$$

Donde  $r_{pp}$ ,  $r_{sp}$ ,  $r_{ps}$ ,  $r_{ss}$  son los coeficientes de reflexión de Fresnel, que se derivan de la condición de frontera electromagnética en una onda plana sobre una interfaz plana.

Los elementos de la diagonal,  $r_{pp}$  y  $r_{ss}$  reflejan los cambios de amplitud y fase para una polarización inicial dada. Los elementos restantes,  $r_{ps}$  y  $r_{ps}$  reflejan la conversión entre polarizaciones, que tiene lugar tras la interacción con el medio magnético.

Los coeficientes individuales se definen como el ratio entre las ondas electromagnéticas reflejadas e incidentes:

$$r_{ss} = \frac{E_s^r}{E_s^i}, r_{pp} = \frac{E_p^r}{E_p^i}, r_{sp} = \frac{E_s^r}{E_p^i}, r_{ps} = \frac{E_p^r}{E_s^i}, r_{ps} = \frac{E_p^r$$

Midiendo la elipticidad y la rotación por medio de las herramientas ópticas adecuadas, se pueden obtener los ratio de  $r_{pp}$  entre  $r_{sp}$  y de  $r_{ps}$  entre  $r_{ss}$ :

$$\phi^S = \theta_K^S + i\varepsilon_K^S = \frac{r_{ps}}{r_{ss}}$$
 (2.80)

$$\phi^P = \theta_K^P + i\varepsilon_K^P = \frac{r_{sp}}{r_{pp}} \tag{2.81}$$

Con ello se pueden extraer los cambios relativos de la magnetización para diferentes campos magnéticos aplicados. El efecto MOKE se representa por  $\varepsilon_K$  y  $\theta_K$ , y depende, entre otras magnitudes, del ángulo de incidencia y de la longitud de onda de la luz. Este efecto MOKE es del orden de la centésima de grado. Aunque presenta este orden tan pequeño, es posible medir la inversión de la magnetización con una gran exactitud, porque  $r_{sp}$  y  $r_{ps}$  se invierten con el signo de la magnetización.

#### 2.2.4.3. Geometrías del Efecto Kerr

En la reflexión, se pueden identificar tres geometrías magneto-ópticas principales: polar , longitudinal y transversal. Se clasifican en función de su orientación relativa al vector de onda  $\vec{k}$  y al vector de magnetización m. Haciendo uso de estas tres configuraciones se pueden obtener las tres componentes perpediculares de la magnetización. En la geometría polar es sensible la componente de magnetización fuera del plano  $m_p$ , mientras que en la geometría longitudinal y en la transversal se es sensible a la componentes de magnetización en el plano de la muestra,  $m_l$  y  $m_t$ , respectivamente.

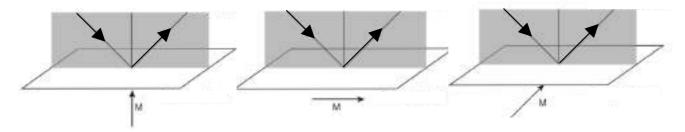


Figura 61 Geometrías del efecto Kerr. (a) Polar (b) Longitudinal (c) Tranversal

La geometría longitudinal describe la componente de la magnetización que es paralela tanto al plano de incidencia como al plano de la muestra. Luz incidente polarizada linealmente según la dirección s o p se convierte en luz polarizada elípticamente, con un eje principal rotado tras la reflexión. La rotación Kerr  $\varepsilon_K$  y la elipticidad  $\theta_K$  inducidas por esta componente de la magnetización se relacionan linealmente a la componente de la magnetización en el plano que es paralela a la dirección del campo magnético aplicado.

En la configuración polar, se describe el efecto del vector de magnetización que es perpendicular al plano de la muestra. Esta geometría es sensible a la componente perpendicular de la magnetización y trae consigo una rotación compleja  $\phi^S$  ó  $\phi^P$ , es decir, tanto una rotación de la polarización como un cambio en la elipticidad. Esta rotación compleja es proporcional a la componente fuera del plano de la magnetización.

La configuración transversal se observa cuando el vector de magnetización está orientado perpendicularmente al plano de incidencia y está contenido en el plano de la muestra. En este caso la proyección del vector de onda  $\vec{k}$  sobre la dirección de magnetización es nula. Tal y como en las configuraciones polar y longitudinal detectan la rotación y la elipticidad inducidas por el campo, el efecto transversal se detecta como un cambio de la intensidad de la luz polarizada p, debido al campo magnético aplicado. Este cambio es proporcional al cambio del coeficiente de reflexión  $r_{pp}$  con el campo magnético.

	Plano de la muestra	Plano de incidencia
Polar	Т	
Longitudinal	II	II
Transversal	Ш	Т

Tabla 2 Resumen de las diferentes geometrías del efecto Kerr

## 3. Técnicas experimentales

En este capítulo distinguimos tres técnicas experimentales. En primer lugar, la técnica de sputtering utilizada para la fabricación de las muestras. En segundo lugar, la difracción de rayos X empleada en la caracterización estructural y por último, la técnica de elipsometría GME utilizada para la caracterización magnética.

#### 3.1. Fabricación

## 3.1.1. Epitaxialidad en películas delgadas

Las películas delgadas se pueden depositan encima de un substrato por medio de diferentes técnicas. En este proyecto se ha utilizado la técnica de la deposición por pulverización catódica. En esta técnica, el proceso comienza con la creación de átomos del material deseado, que más tarde viajan a través de una combinación de plasma y gas hasta que alcanzan el substrato y se condensan en él. La secuencia de crecimiento puede mostrar muchos tipos de fenómenos, que dependen del material que se esté depositando, de su tendencia a formar aleaciones, de la temperatura del substrato y de los aspectos cinéticos del crecimiento.

Generalmente, las películas delgadas depositadas exhiben una estructura policristalina debido a las diferentes orientaciones cristalográficas que existen en cada núcleo de crecimiento. Dichas películas policristalinas pueden mostrar una orientación aleatoria debido a la aleatoriedad estadística o pueden mostrar orientaciones preferenciales, es decir, una textura cristalográfica. Una textura cristalográfica puede aparecer por ejemplo, como consecuencia de las diferentes energías superficiales que existen en las diferentes orientaciones que tienen los cristales.

No obstante, se pueden obtener películas muy cristalinas por medio del crecimiento epitaxial. La epitaxia significa que el orden cristalográfico de una lámina se determina por el substrato sobre el cual crece, como resultado de una buena adaptación entre los dos materiales. En general, se necesitan substratos monocristalinos para poder obtener, mediante deposición, capas monocristalinas. Además, para conseguir un crecimiento epitaxial, es necesario que ambos materiales, el substrato y la capa depositada, sea compatibles cristalográficamente hablando. Esto también se puede conseguir mediante el uso de capas intermedias de otros materiales que modifiquen el alineamiento cristalográfico inicial hacia el que se desea. Sin embargo, existen otras condiciones que pueden hacer fracasar el crecimiento epitaxial, a pesar de tener una alta concordancia entre el substrato y el material depositado. Por ejemplo, si se desea crecer una orientación particular sobre una superficie específica que es inestable por si sola, entonces es muy difícil crecer dicha orientación, por muy buena que sea la adaptación entre los dos parámetros de red, o incluso entre capas intermedias. También cabe señalar que el substrato y la película tienen cierta tendencia a formar aleaciones debido a las reacciones en la superficie, que pueden también interrumpir un crecimiento epitaxial a priori perfecto. Es más, para conseguir un crecimiento epitaxial, se necesitan superficies limpias y sin rugosidades, que se obtienen generalmente en condiciones de vacío ultra-alto.

La tecnología de crecimiento epitaxial posibilita la preparación de películas delgadas con una calidad cristalográfica extremadamente buena y con la orientación cristalográfica deseada. Este hecho es muy interesante para aspectos tecnológicos y fundamentales, ya que las propiedades físicas, como las propiedades electrónicas, ópticas y magnéticas, dependen de la calidad cristalográfica.

En este proyecto, se han fabricado películas delgadas de diferente calidad cristalográfica por medio de un sistema de deposición por pulverización catódica en vacío ultra-alto.

# 3.1.2. Deposición de películas delgadas por pulverización catódica- Sputtering Deposition

#### 3.1.2.1. Introducción

El impacto de una partícula energética, un ión por ejemplo, sobre una superficie objetivo (llamada target en inglés) da lugar a un cambio en el momento y en la energía de los átomos de la superficie objetivo. Si la energía que ganan los átomos de la superficie excede su energía de desplazamiento, se puede iniciar una cascada de colisiones en el target, que se propaga como una onda desde la superficie hacia el interior del material. Para que un átomo de la superficie sea arrancada de ésta, se tiene que cumplir que la energía que gane este átomo sea mayor que su energía de enlace con los demás componentes de la superficie. Este fenómeno que se acaba de describir se conoce como pulverización catódica (sputtering en inglés)<sup>c</sup>.

El proceso de deposición por pulverización catódica se utiliza ampliamente hoy en día para la deposición de películas delgadas y recubrimientos. Consiste en la introducción de un gas (generalmente un gas químicamente inerte como el argón (Ar)) en una cámara de vacío, donde un plasma  $Ar^+$  es creado al cargar un electrodo eléctricamente (sputtering en corriente continua DC). El electrodo es el material objetivo que va a ser bombardeado. El cátodo (extremo de carga negativa), que es el target, se mantiene con un potencial negativo con respecto a las paredes de la cámara y al substrato (que es la superficie que queremos recubrir).

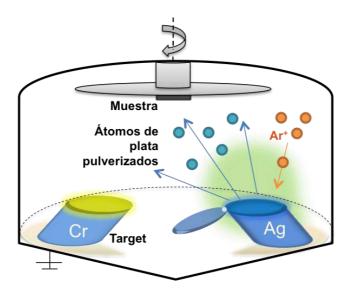


Figura 62 Representación esquemática de la cámara principal del sistema de sputtering. En ella se visualiza el principio de funcionamiento de este sistema: Los iones de argón son acelerados hacia el target de plata, que se erosiona. Estos átomos de plata saltan a la cámara y se depositan en la muestra.

<sup>&</sup>lt;sup>C</sup> A la superficie objetivo se le va a denominar "superficie objetivo" o "target" y al proceso de pulverización catódica se le va a denominar, en la mayoría de casos, "sputtering".

El proceso de bombardeo consiste en la erosión del material objetivo por los iones de  $Ar^+$  del plasma, que se encuentran cargados positivamente. Esto ocurre porque los iones positivos son acelerados hacia el target cargado negativamente (cátodo), con lo que pueden golpear con suficiente energía cinética como para provocar la extracción de átomos. Estos átomos del target que han sido arrancados viajan hacia todas direcciones, siempre que la presión en la cámara no sea muy alta, e incluso llegan al substrato, donde se depositan con el objetivo de crecer una película delgada.

Esta sección sirve de breve introducción para la ciencia y tecnología de la deposición por pulverización catódica o "sputter deposition" en inglés. En la sección 3.1.2.2. se explican las interacciones entre los iones y el target. Y por último, la sección 3.1.2.3. explica la técnica de sputtering más extendida para la deposición de películas delgadas, es decir, el sputtering por magnetrón.

#### 3.1.2.2. Interacciones ion-target

Los eventos que ocurren cuando un ion, por ejemplo  $Ar^+$ , impacta sobre una superficie objetivo (target) se representan en la Figura 63. Las colisiones elásticas que se producen entre el núcleo de un ión energético y los átomos del target, dan lugar a una transferencia de parte de la energía cinética del ión al átomo individual de la superficie objetivo. Dependiendo de la energía del ión, existen diferentes posibilidades: Para energías bajas solo ocurre un pequeño golpe, mientras que los iones más energéticos experimentan múltiples colisiones antes de que se incorporadas o de dejar el target. Si un ión  $Ar^+$  transfiere suficiente energía a un átomo del target, mayor que su energía de desplazamiento, dicho átomo se ve desplazado y colisiona con otros átomos del target. Las series de colisiones que son causadas por el impacto de iones energéticos se conocen como cascada de colisiones. La mayoría de los "rebotes" se dispersan hacia dentro del target, aunque una pequeña fracción de los átomos rebota hacia fuera de la superficie. Cuando la energía de un átomo de la superficie es mayor que la energía de enlace de la superficie, los átomos, los iones (positivos y negativos), y las moléculas son capaces de abandonar la superficie.

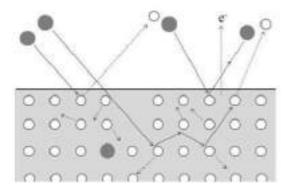


Figura 63 Ilustración de las interacciones ion-target

Además, los iones de  $Ar^+$  pueden ser atrapados (o incorporados) en el target. En el proceso de sputtering, la mayoría de los átomos de Ar que han sido incorporados son dispersados en el target. Otra alternativa es que los iones de  $Ar^+$  sean reflejados por la superficie del target, en cuyo caso, son neutralizados por un electrón Auger y vuelven a la cámara de vacío como átomos neutros. La energía con la que los átomos retornan a la cámara de vacío puede ser calculada con el modelo de la colisión binaria, que describe la incidencia de un ión del plasma sobre un átomo estacionario del target.

Los electrones secundarios que se arrancan del cátodo tienen un papel muy importante en el mantenimiento de la descarga luminiscente, porque estos electrones ionizan los átomos de Ar en el plasma y por lo tanto, son los responsables del mantenimiento del plasma. La ionización se da mediante colisiones inelásticas entre los electrones y los átomos gaseosos neutros, que excitan el núcleo o retirar electrones de valencia, lo que causa la excitación o ionización, respectivamente. La excitación de los átomos de Ar puede llevar también a la ionización.

La principal razón para el uso del plasma es que produce continuamente, y por sí solo, un flujo de iones, con lo que no se necesita un cañón de iones. Esto favorece que la configuración de la deposición sea compacta y eficiente. Además, da la posibilidad de controlar el flujo de iones que está erosionando el material objetivo de un modo fácil y eficiente. La erosión del target por el plasma no depende de la presión de vapor del material y por ello es una técnica muy adecuada para las deposiciones de aleaciones o para materiales con alta temperatura de fusión.

#### 3.1.2.3. Principio de funcionamiento del sputtering con magnetrón

La técnica de sputtering que se utiliza convencionalmente es el sputtering con magnetrón. Consiste en un campo magnético transversal sobre el cátodo, que atrapa los electrones en órbitas creadas por el campo magnético y por lo tanto mejora la probabilidad de ionizar átomos neutros de Ar, lo que da lugar a flujos de iones muy altos y consecuentemente a ratios de deposición mucho mayores.

Para poder pulverizar catódicamente (sputtering) el material objetivo, es necesario "bombardear" dicho material con iones muy energéticos. Al aplicar un potencial negativo al target y generar el plasma, se asegura un bombardeamiento continuo. La energía media de los iones que bombardean el target se define como el voltaje de descarga,  $V_d$ .

El plasma es un gas que contiene el mismo número de partículas cargadas positivamente (iones) y negativamente (electrones) y un número considerable de átomos neutros también. La densidad de plasma se define como el número de electrones (o iones) por volumen. El plasma no tiene carga neta ya que contiene el mismo número de partículas positivas que negativas. Se puede asumir que estas

particular cargadas se mueven es un plasma estacionario como partículas libre. Dado que los electrones tienen mucha menos masa que los iones positivos y los átomos neutros, los electrones se mueven mucho más rápido. Si se creara un plasma con forma esférica, los dos tipos de partículas (electrones e iones) se difundirían hacia fuera, pero los electrones lo harías más rápido debido a su alta velocidad. A medida que los electrones se mueven hacia fuera de la esfera, la carga neta de la esfera comienza a ser un poco positiva, lo que genera una fuerza atractiva en los electrones. Un plasma es estado estacionario tiene un pequeño campo electrostático en la frontera, lo que hace que los electrones y los iones se difundan a la misma velocidad. Esta diferencia de potencial se encuentra en el rango de la energía de un electrón (pocos eV) y se denomina potencial de plasma  $V_n$ . Si se coloca un objeto eléctrico flotando en el plasma, se forma un capa cargada con un potencial negativo (relativo al potencial del plasma) debido a la diferencia de masa entre los iones y los electrones, que resulta en una mayor corriente de electrones que de iones hacia el objeto colocado. Si cargamos el objeto negativamente, los electrones se verán repelidos. El potencial del objeto alcanza un equilibrio  $V_f$  cuando la corriente de electrones se iguala con la corriente de iones.

Por lo tanto, al colocar un objeto en el plasma, se perturba el equipotencial del plasma, lo que genera regiones con no homogeneidades locales, que se denominan capas límite.

Si en el plasma se coloca un objeto con una carga negativa muy grande, que es el caso del cátodo, se crea un capa mucho más amplia, como se aprecia en la Figura. La anchura de esta capa depende en la caída del potencial. Si la diferencia entre el potencial del cátodo es suficientemente grande, algunos electrones pueden recibir suficiente energía como para ionizar loas átomos gaseoso neutros. Cuando la ionización ocurre en esta capa, los iones son acelerados hacia el cátodo, y dependiendo del potencial que tengan, éstos pueden extraer los átomos del cátodo y promover la emisión de los electrones secundarios. Los electrones secundarios que se generan en el cátodo se aceleran en la capa y pueden ganar suficiente energía como para ionizar más átomos neutros.

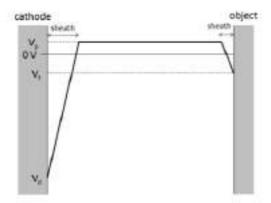


Figura 64 Distribución del potencial de plasma cuando se introduce un objeto con carga negativa muy grande

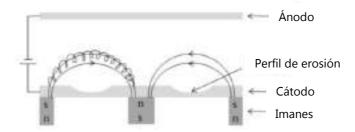


Figura 65 Representación de la sección transversal de un magnetrón circular equilibrado: Los imanes se colocan debajo del cátodo (target); los campos magnéticos provocan las trayectorias helicoidales de los electrones que son atrapados, lo que incrementa localmente la ionización y hace que aparezca un perfil de erosión

Para incrementar la probabilidad de ionización, es decir, para tener electrones más energéticos y más átomos neutros de Ar que ionizar, se necesitan presiones de trabajo altas y potenciales altos. Para incrementar la ionización por medio de la caza de electrones, es decir, haciendo uso del mismo electrón varias veces para ionizar, se colocan imanes permanentes debajo del target. Existen diferentes diseños de magnetrones, y cada uno obtiene la mayor eficiencia y compatibilidad para unos materiales determinados. En todos ellos, los imanes se ordenan de tal manera que uno de los polos es posicionado en el eje central del target y el segundo polo se forma con un anillo de imanes colocados en la periferia del target. Según un diseño equilibrado, todo el campo magnético que se crea en imanes periféricos es compensado por el imán central. En esta configuración el plasma se confina muy cerca del target y el bombardeo de iones y electrones en el substrato es mínimo. Según un diseño no equilibrado, el flujo magnético del imán interior no se compensa completamente con los imanes del anillo exterior y algunas líneas del campo magnético llegan hasta el substrato. Esto hace que exista una alta densidad de plasma cerca del substrato.

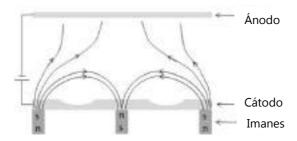


Figura 66 Esquema de un magnetrón circular no equilibrado: La configuración no equilibrada de los imanes lleva a tener una gran densidad de plasma cerca del substrato

Los electrones secundarios que se emiten durante el proceso de sputtering son atrapados por el campo magnético y permanecen cerca de la superficie del cátodo, y ello incrementa el grado de ionización y el flujo de bombardeo en el target. A medida que el bombardeo de iones aumenta, el número de electrones secundarios emitidos también aumenta. Esto se combina con una distancia a recorrer mayor (dado que os electrones siguen trayectorias helicoidales alrededor de las líneas de

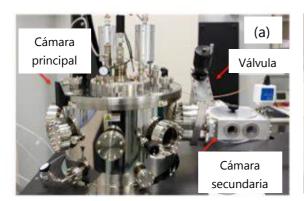
campo magnético), lo cual induce más ionizaciones y finalmente incremente la eficiencia del proceso de sputtering. Para unas condiciones específicas del proceso, el uso de los imanes permite obtener el mismo ratio de erosión para presiones de trabajo más bajas y voltajes de operación más bajos. Además, el hecho de poder reducir la presión del argón para crear plasma con altas densidades permite que se pueda trabajar con presiones bajar y en consecuencia las partículas arrancadas sufren menos colisiones en su camino hacia el substrato, con lo que ello resulta en un ratio de deposición mayor.

En el caso de un target de material metálico, es suficiente con aplicar una corriente continua (DC) para controlar el potencial superficial, dado que todas las cargas que llegan del bombardeamiento de iones son retiradas con un simple flujo de corriente. Este hecho no es posible en materiales aislantes, ya que la superficie superior del target se cargaría positivamente. Para evitarlo, en vez de suministrar alimentación DC se suministra corriente alterna de alta frecuencia (RF). Con ello, los iones positivos de argón bombardean el target durante el semiciclo negativo. Sin embargo, los iones cargan la superficie del target positivamente por la emisión de electrones del target y por la adición de una carga de ión directamente. Esta carga es neutralizada durante el semiciclo positivo, donde el bombardeo de electrones neutraliza el target. Consecuentemente, el proceso de sputtering sólo ocurre durante el primer semiciclo, por lo que el ratio de deposición en RF es generalmente menor que en DC.

Cabe señalar que el bombardeo no-uniforme de los iones provoca la formación de un perfil de erosión, tal y como se aprecia en las figuras 65 y 66.

#### 3.1.2.4. Configuración del sistema

El sistema de deposición por pulverización catódica utilizado en este trabajo es un sistema de sputtering "ATC series UHV" de la compañía "AJA International, Inc. Company". Está compuesta por dos cámaras, ambas equipadas con dos bombas turbomoleculares.



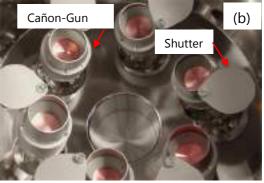


Figura 67 Sistema de deposición de sputtering UHV de AJA. (a) Vista exterior de la cámara principal y la cámara secundaria. (b) Vista interior de la cámara principal

La cámara secundaria se utiliza para introducir el substrato a la cámara principal sin romper la condición de vacío en la cámara principal. La cámara principal es donde se da propiamente el proceso de sputtering. En ella se encuentran 7 cañones o guns, y cada una de ellos contiene un material objetivo y está equipado con los magnetrones para la generación del plasma y el confinamiento. Por lo tanto, este sistema permite colocar 7 materiales objetivos diferentes en la cámara principal y de la posibilidad de crecer una secuencia de capas sin romper el vacío ultra-alto. Los cañones están equipados con tapas, o shutters, que se abren para la deposición.





Figura 68 Ilustración general del sistema de sputtering utilizado. En la parte de la izquierda están las dos cámaras y por debajo se puede acceder para el manejo de la inclinación de los cañones. En la parte de la derecha se sitúan todos los sistemas de control, fuentes de alimentación e indicadores de presión de la cámara principal. (b) Ilustración del ordenador con el programa de Labview que permite el control de todo el sistema

En todos los cañones, la configuración del magnetrón se puede ajustar desde una configuración equilibrada a una no equilibrada. En total, el sistema tiene 4 fuentes de alimentación de corriente continua y 2 de alterna, lo que permite deposiciones simultáneas de hasta 6 materiales. Los 7 cañones son compatibles con las fuentes RF y DC, y pueden ser inclinadas para que apunten hacia el portamuestras, que es donde está colocado el substrato o base. Por esta disposición, uno o varios cañones pueden alinearse hacia un punto común en el substrato. Esto minimiza el tiempo entre la deposición de capas porque no hay que redireccionar el substrato o el cañón para cada deposición. De la misma manera, esta geometría permite crecer aleaciones con un control preciso.





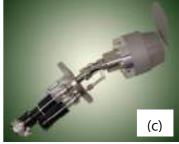


Figura 69 (a) Ilustración del conjunto target y magnetrón (b) Fotografía del sistema de sputtering en funcionamiento. La luz que se emite es la de fotones del argón, cuando se produce el plasma. (c) Ilustración del conjunto del cañón, el target, el magnetrón y el shutter. Se visualiza que el control de la inclinación de la pistola se encuentra en la parte inferior del cañón.

Durante las deposiciones también es posible hacer girar el portamuestras, que es capaz de contener muestras de hasta 4 pulgadas de diámetro, con el objetivo de obtener una mayor uniformidad.

En toda la fabricación de estas muestras, se ha utilizado la misma presión, 3 mTorr (1 Torr≅ 133.3 Pa). Esta presión es suficientemente pequeña como para asegurar altas tasas de deposición y buenas condiciones de vacío. Para controlar la presión de la cámara principal el sistema tiene una válvula colocada entre la turbobomba y la cámara. Esta válvula permite controlar la presión con una resolución de 1x10<sup>-4</sup> Torr.

El argón que se ha utilizado es 99.99% puro y el flujo de entrada es constante, de 20 centímetros cúbicos por minuto.

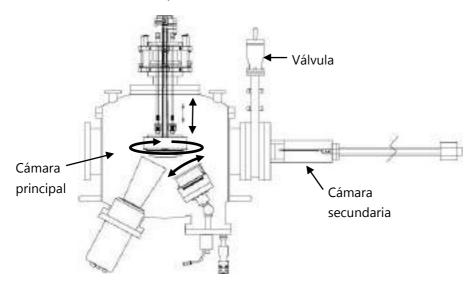


Figura 70 Esquema del sistema de sputtering seccionado por la mitad. Cabe señalar la válvula que separa ambas cámaras, y los dos movimientos manuales de la inclinación del cañón y de la altura del portamuestras. También señalar el movimiento de giro automatizado del portamuestras.

El sistema tiene la opción de calentar la muestra hasta 850 C.

Para conocer la tasa o ratio de deposición, se realizan muestras de calibración del tiempo de deposición de cada material. Dichas muestras se analizan por medio de la técnica de reflectividad de rayos-X, donde se mide el espesor. Con el espesor y el tiempo de deposición, la velocidad o tasa de deposición se define como:

$$Velocidad\ de\ deposición\ (R) = \frac{Espesor\ de\ la\ muestra}{Tiempo\ de\ deposición}$$

También se sabe, por trabajos previos, que la tasa de deposición es linealmente proporcional a la potencia que se aplica, por lo menos en los materiales que se han utilizado en este proyecto: Co, Ru, Cr, Ag. Para potencias menores de 50W, el plasma no es siempre estable y para potencias mayores de 250W, la tasa de deposición puede ser demasiado alta como para obtener películas de buena calidad y también existe el riesgo de sobrecalentar el target.

Como se ha mencionado antes, este sistema de sputtering cuenta con una cámara secundaria, que tiene dos ventajas, el rendimiento y la calidad de la película. Por un lado, tener la cámara secundaria facilita la introducción de la muestra y reduce el tiempo para realizar cada deposición, ya que sin la cámara secundaria tendríamos que esperar unas 12 horas hasta que se volviera a hacer el vacío en toda la cámara principal. Y por otro lado, la calidad de la película es mejor ya que conseguimos que partículas no deseadas, como oxígeno y nitrógeno, entren en la cámara. Por ello, es fundamental abrir lo menos posible la cámara principal. Solo se abre en el caso de tener que reemplazar los target o por mantenimiento del sistema. Cada vez que se abre la cámara, todos los target se limpian mediante un pre-sputtering de al menos 30 minutos a baja temperatura.

## 3.1.3. Crecimiento de películas delgadas

La formación de una película delgada comienza cuando la materia en fase vapor llega al substrato y se pueden diferenciar varias etapas. Al llegar, los átomos pueden absorberse o desorberse. Además, si son suficientemente energéticos, se pueden difundir. La formación de un núcleo estable es el siguiente paso, al que le sigue la expansión.

La energía de las partículas que llegan al substrato es decisiva para el proceso de nucleación y difusión, procesos que son esenciales para definir el mecanismo de crecimiento de la película delgada. Por ello se puede concluir que el crecimiento de la película delgada está altamente influenciado por las condiciones de la deposición.

La siguiente sección sirve de breve introducción a la evolución estructural de películas o láminas delgadas.

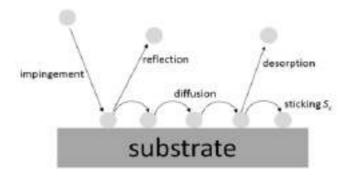


Figura 71 Procesos atómicos durante la etapa inicial del crecimiento de películas delgadas

#### 3.1.3.1. Adsorción

Cuando un átomo o molécula en fase gaseosa se encuentra cerca del substrato, en el rango de varias distancias interatómicas, éste empieza a sentir una atracción debido a la interacción con la superficie del substrato. La partícula que se acerca es atraída a un pozo de potencial por la presencia del potencial superficial, y es

absorbido por el substrato. Este proceso de absorción se denomina adsorción física o *fisisorción*. Si las partículas ganan suficiente energía, pueden ser retiradas o pueden incrementar la interacción con los átomos de la superficie mediando un enlace químico. La etapa en la que existe un enlace más fuerte entre la partícula y los átomos de la superficie se llama *quimisorción*, aunque no se va a tratar en esta memoria. Estos procesos se han representado esquemáticamente en la figura 71.

Si una partícula que se acerca al substrato es enlazada con las fuerzas de Van der Waals, se dice que está en un estado de fisisorción. La figura 72 muestra esquemáticamente la curva del potencial de energía de una partícula en estado de fisisorción en función de su distancia a la superficie. La partícula se ve atraída al pozo de potencial a medida que la distancia disminuye. Cuando se aproxima a la superficie, su potencial se reduce hasta que alcanza el punto de energía mínima. Si una partícula se acerca aún más a la superficie, entonces es repelida por un incremento repentino de la energía potencial.

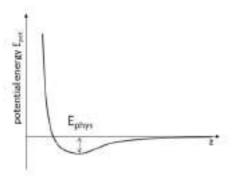


Figura 72 La curva de energía potencial para una partícula en estado de fisisorción en función de la distancia a la superficie

#### 3.1.3.2. Difusión Superficial

Una vez que la partícula ha sido adsorbida en la superficie sólida, dichas partículas tienen suficiente energía para moverse sobre la superficie. Los átomos adsorbidos saltan entre diferentes pozos de potencial, y este movimiento de saltos se denomina difusión superficial. La difusión superficial es uno de los puntos fundamentales en el crecimiento de películas delgadas debido al movimiento de los átomos adsorbidos, por lo que pueden encontrarse entre ellos, o encontrar otros sitios más activos o sitios epitaxiales, que definen la estructura de la película delgada.

La difusión superficial se puede ver como un caminar aleatorio en dos dimensiones, durante el cual las partículas adsorbidas saltan de un pozo de potencial de la superficie a otro.

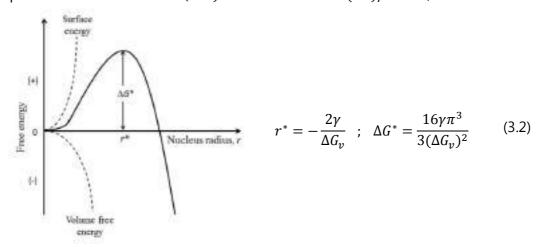
#### 3.1.3.3. Nucleación y crecimiento

Tras la acomodación de los átomos desde el estado de vapor a la superficie sólida, las partículas adsorbidas pueden difundirse a través de la superficie. Al difundirse, se pueden encontrar con otras partículas absorbidas. La nucleación de películas delgadas comienza con la agrupación de átomos aislados en el substrato. Los átomos adsorbidos pueden formar parejas con otros átomos adbsorbidos o adherirse a un grupo ya existente, con lo que pueden surgir y crecer "islas".

Un modelo muy simple para la nucleación homogénea desde un vapor supersaturado se puede interpretar asumiendo un núcleo esférico de radio r constituido por varios átomos. Para crear una nueva superficie, se requiere un desembolso de energía de  $4\pi r^2 \gamma$ , donde  $\gamma$  representa la energía superficial. Sin embargo, debido a la formación de una fase estable, el núcleo gana una energía de  $4/3\pi r^3 \Delta G_v$ , donde  $\Delta G_v$  denota la energía libre de un núcleo por unidad de volumen. La energía libre total viene dada por:

$$\Delta G = 4\pi r^2 \gamma + \frac{4}{3}\pi r^3 \Delta G_v \tag{3.1}$$

Esta energía ha sido representada en la siguiente figura, junto con el coste energético (energía superficial) y la ganancia de energía (energía libre volumétrica) para formar un núcleo. A partir del gráfico se puede concluir que el núcleo inicial ha de llegar a un tamaño crítico  $r^*$  para formar un núcleo estable, es decir, para que el término del volumen sea capaz de vencer al término de la superficie. El radio crítico  $r^*$  para el cual  $\Delta G$  es máximo ( $\Delta G^*$ ) se encuentra con  $d(\Delta G)/dr = 0$ ,



Una vez que las "islas" son suficientemente grandes para definir la cristalografía, existen ciertas orientaciones cristalográficas que minimizan la energía superficial y las energías de la interfaz. Dado que la tasa de nucleación y la tasa de crecimiento de las "islas" son mayores para los núcleos que cumplen con las condiciones de energía mínima, existe una nucleación selectiva que es determinante en la estructura final de la película.

#### 3.1.3.4. Fusión de "islas"

En el momento en el que las islas alcancen cierto tamaño, empezarán a tocarse entre ellas. Cuando dos "islas" entran en contacto, existe un fuerza impulsora para la formación de los bordes de grano a expensas de una eliminación de las superficies libres de las dos "islas", es decir, que las "islas" se fusionarán y formarán una película continua.

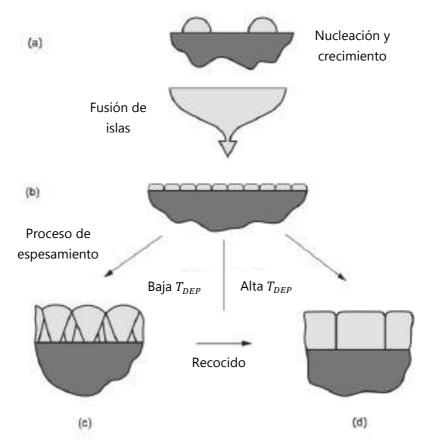


Figura 73 Esquema resumen del proceso de absorción por etapas

#### 3.1.3.5. Proceso de espesamiento

Cuando una película policristalina está completamente fusionada y forma una película continua, el espesor de la película se incremente por la deposición. Durante este proceso de espesamiento la estructura puede evolucionar de diferente forma, dependiendo de las condiciones de deposición y de la movilidad del sistema, es decir, de la difusión de átomos en la superficie, en las fronteras de grano y en el interior de los granos.

Los átomos que llegan a la superficie de la lámina pueden, por un lado, formar un nuevo núcleo encima de los granos existentes, o por otro lado, pueden contribuir al crecimiento epitaxial local, es decir, unirse a un grano ya formado. Sin embargo, para metales depositados bajo condiciones de alta movilidad atómica, el crecimiento da lugar a granos columnares.

#### 3.1.4. Fenómeno del auto-sombreado

Dado que es uno de los efectos que se ha visto en las muestras estudiadas, es importante mencionarlo. El autosombreado es un fenómeno que se da en la deposición por pulverización catódica cuando una superficie crece orientada un ángulo oblicuo. Inicialmente los átomos se depositan uniformemente en la superficie del substrato. Pero a medida que procede la deposición se forman núcleos distribuidos regularmente, que aumentan su espesor y dan lugar a zonas sin depositar. Esto hace que los siguientes átomos que se depositen lo hagan encima de dichos núcleos, ya que los espacios entre núcleos están siendo sombreados por el propio núcleo, como se ve en la ilustración 74. Es espacio entre los núcleos es función del ángulo en el que los átomos llegan del cañón, así como de la propia difusión y de la propiedades cristalográficas del material depositado.

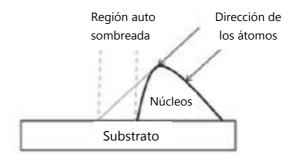


Figura 74 Ilustración del fenómeno del autosombreado

## 3.2. Caracterización estructural

#### 3.2.1. Cristales

En este proyecto la caracterización de las muestras se ha llevado a cabo por medio de la técnica de difracción de rayos X. En general esta técnica no se utiliza para determinar la estructura cristalina, sino para investigar las posibles desviaciones ocasionadas por los defectos o la tensión, en comparación con un cristal ideal.

En primer lugar se va a dar una visión de conjunto de los conceptos básicos para describir un cristal ideal. Después se tratarán las irregularidades y defectos en un cristal real. Tras ello se introducirá la teoría cinemática de la difracción de rayos X.

#### 3.2.1.1. Cristales ideales

#### 3.2.1.1.1. Definición

Un cristal ideal es un ordenamiento infinito y periódico de un elemento estructural. El elemento estructural que consiste en un átomo o grupo de átomos se denomina base atómica. Un cristal se puede construir colocando repetidamente la base en determinados sitios de la red, que constituyen la llamada red espacial. El ordenamiento de los átomos es idéntico desde cualquier punto de la red espacial. Los puntos reticulares se pueden alcanzar por la traslación:

$$\vec{r} = n_1 \vec{a}_1 + n_2 \vec{a}_2 + n_3 \vec{a}_3 \tag{3.3}$$

Donde todos los  $n_i$  son números enteros. Los vectores de la red  $\vec{a}_i$  tienen que ser linealmente independientes.

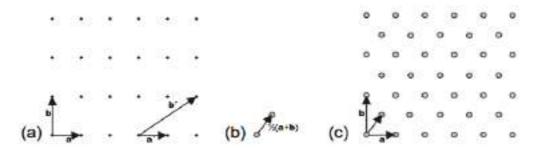


Figura 75 (a) Red espacial con dos elecciones de celda unidad; (b) Base atómica; (c) Cristal bidimensional resultante

La celda unidad que representa el mínimo volumen posible se denomina *celda* primitiva y se limita por los vectores primitivos de la red. El número de átomos que contiene la base asociada a la celda primitiva es el más pequeño posible.

#### 3.2.1.1.2. Índices de Miller

Cualquier plano que contenga puntos reticulares se llama plano reticular. En un cristal ideal siempre existen un número infinito de planos reticulares paralelos. Tal y como se verá posteriormente, es conveniente designar a un conjunto de planos reticulares paralelos siguiendo el siguiente algoritmo:

- 1. Determinar los puntos de intersección a, b y c de un plano reticular cualquiera con los ejes coordenados, es decir, como múltiplos de las longitudes de los vectores reticulares  $\vec{a}_i$ .
- 2. Calcular los valores recíprocos: h' = 1/a, k' = 1/b, l' = 1/c.
- 3. Multiplicar estos valores por el número entero m más pequeño posible de manera que sean enteros:  $h=m\cdot h'$ ,  $k=m\cdot k'$ ,  $l=m\cdot l'$ .

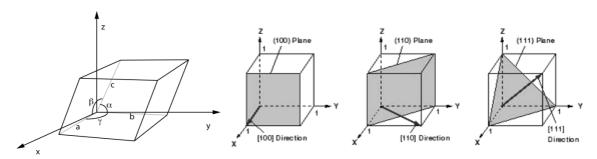


Figura 76 (a) Representación de los ejes coordenados en una estructura cristalina. (b) Tres ejemplos de planos y direcciones en una celda unidad, utilizando la notación y los índices de Miller.

Estos tres números (hkl) se conocen como índices de Miller. Los valores negativos se marcan con una barra sobre el índice. Si el plano reticular es paralelo a uno de los ejes, el punto de intersección está en el infinito ( $\infty$ ), y por lo tanto el índice correspondiente es igual a cero. Para indicar todos los planos reticulares paralelos, los índices se contienen entre paréntesis (hkl). Para designar una familia de planos cristalográficamente equivalentes, los índices de Miller se encierran entre llaves {hkl}.

Del mismo modo, las direcciones de la red se determinan por tres números enteros entre corchetes [uvw], donde u,v,w determinan los componentes enteros más pequeños de un vector  $\vec{R}=u\vec{a}+v\vec{b}+w\vec{c}$  que apunta hacia la dirección deseada.

En el caso de una estructura hexagonal compacta, existe una alternativa para indicar puntos reticulares. Es común utilizar un sistema de coordenadas con cuatro ejes y cuatro índices enteros. Esto tiene en cuenta que hay tres ejes de simetría equivalentes  $(\vec{a}_1, \vec{a}_2, \vec{a}_3)$  en el plano perpendicular al eje principal según la dirección  $\vec{c}$ . Los índices (hkil) se determinan análogamente al algoritmo presentado previamente.

De este modo, la relación:

$$i = -(h+k) \tag{3.4}$$

es válida debido a que los vectores  $\vec{a}_1, \vec{a}_2, \vec{a}_3$  no son linealmente independientes sino que  $\vec{a}_3 = -(\vec{a}_1 + \vec{a}_2)$ . Es uso de estos cuatro índices tiene la ventaja de que las direcciones y planos cristalográficamente equivalentes se obtienen por una simple permutación cíclica de los índices.

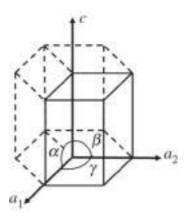


Figura 77 Vectores  $\vec{a}_1 \vec{a}_2 \ y \vec{c}$  en una estructura hexagonal compacta y con alto empaquetamiento atómico. La celda unidad está limitada por los vectores  $\vec{a}_1 \vec{a}_2 \ y \vec{c}$ , y en ella caben 6 átomos.

#### 3.2.1.2. Cristales reales

En los cristales reales el requerimiento de minimizar la energía libre provoca desviaciones respecto a una estructura de un cristal ideal. Pequeñas concentraciones de defectos puede influencias drásticamente las propiedades de los cristales, por lo que es importante investigar la naturaleza y la densidad de estos defectos. Para este propósito, la difracción de rayos X (XRD) es el método idóneo puesto que no daña la muestra, es un ensayo no destructivo y no es necesaria una preparación muy compleja de la muestra.

En este proyecto se han estudiado películas delgadas heteroepitaxiales, es decir, que el substrato y la capa epitaxial son de materiales diferentes con parámetros de red diferentes y quizás con una simetría cristalina diferente. Para cuantificar la diferencia en el parámetro de red, se define el desacoplamiento o discordancia de retícula:

$$\frac{\Delta a}{a} = \frac{a_{substrato} - a_{film}^{relajada}}{a_{substrato}}$$
(3.5)

donde  $a_{substrato}$  y  $a_{film}^{relajada}$  se refieren a los respectivos parámetros de red en el plano paralelo a la interfaz. Para desacoplamientos pequeños, la capa epitaxial puede crecer pseudomórficamente, es decir, adaptando su parámetro de red del plano al del substrato, con lo que acumula una tensión biaxial.

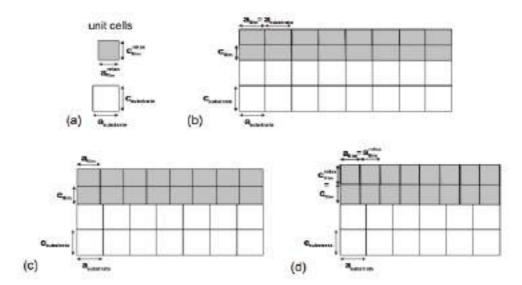


Figura 78 (a) Celdas unitarias del substrato y la capa en estado estable y relajado. Representación esquemática de una película (b) pseudomórfica, (c) parcialmente relajada, y (d) totalmente relajada.

Cuando el espesor de la película excede un valor crítico, la energía de la tensión se libera, formando efectos unidimensionales, llamados *dislocaciones*, que son perpendiculares a la interfaz. En las inmediaciones de la dislocación la red cristalina se encuentra distorsionada y se acumula la deformación, que va decayendo a medida que nos alejamos de la dislocación. Si se realiza un circuito de  $360^{\circ}$  entorno a la dislocación, no se llega al mismo punto de partida. La diferencia entre el punto de partida y el de llegada define el *vector de Burgers*  $\vec{b}$ . En general, se pueden distinguir dos tipos de dislocaciones. Por un lado están las dislocaciones helicoidales o dislocaciones tornillo, donde el vector de Burgers se orienta según la dislocación. Y por otro lado están las dislocaciones de borde, donde el vector de Burgers es perpendicular a la dislocación. Las dislocaciones tienen la tendencia de ordenarse por sí solas para encontrar la configuración más estable.

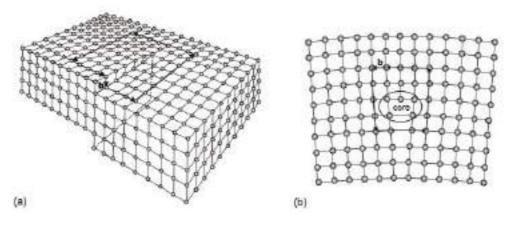


Figura 79 (a) Dislocación helicoidal, con el vector de Burgers  $\vec{b}$  paralelo a la dislocación. (b) Dislocación de borde con el vector de Burgers  $\vec{b}$  perpendicular a la dislocación. Nótese que en ambos casos se ha representado el circuito de  $360^{\circ}$  que se realiza para el cálculo del vector de Burgers  $\vec{b}$ 

Por lo tanto, la formación de dislocaciones (a través de la cual se libera la tensión) comienza desde el principio del crecimiento de la película. Esto da como resultado un modo de crecimiento columnar, donde la mayoría de las dislocaciones son perpendiculares a la interfaz y hay pocas dislocaciones paralelas al plano de la interfaz. También cabe señalar que las cristalitas se encuentran a menudo inclinadas respecto a la posición perpendicular a la muestra.

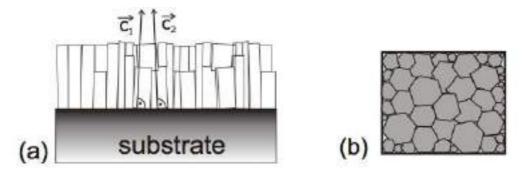


Figura 80 (a) Vista esquemática de una película delgada epitaxial en la que se muestra la inclinación de las cristalitas o granos (b) Vista superior

## 3.2.2. Difractometría y reflectividad con rayos X

Las técnicas de difracción de rayos X consisten en exponer un material a ondas de rayos X de manera que si el material tiene una estructura cristalina, es decir, si está compuesto por átomos regularmente espaciados, las ondas de rayos X dispersadas en estos átomos producirán interferencias constructivas o destructivas en determinadas direcciones espaciales, lo que producirá un patrón de difracción.

El patrón de difracción es característico para la estructura cristalina del material. Por lo tanto, esto permite la caracterización e identificación de la red atómica de los materiales, de una forma no destructiva.

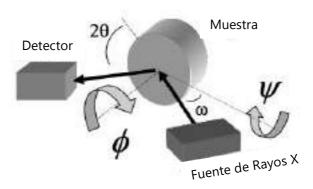


Figura 81 Esquema de los principales componentes y ángulos en el experimento de difracción de rayos X.

En esta sección se discute la teoría de la difracción de rayos X, que se puede enfocar de dos maneras distintas. Según la *teoría dinámica*, hay que resolver las ecuaciones de Maxwell para un medio con una función dieléctrica periódica y compleja, lo cual es laborioso y complejo. La alternativa, perfectamente válida, es

tratar la difracción en los cristales reales como una estructura de mosaico según la *teoría cinemática*. La teoría dinámica solo se utiliza en la difracción de los cristales ideales. Dado que las muestras analizadas en este trabajo presentan una estructura de mosaico, se restringe la explicación a la teoría cinemática de la difracción de rayos X.

#### 3.2.2.1. Teórica cinemática

La interacción entre una onda electromagnética y un átomo se puede describir con un modelo de oscilación. Para grandes distancias  $\vec{R}$  entre la fuente de rayos X y la muestra, la onda incidente se puede aproximar como una onda plana cuyo campo eléctrico  $E_{in}$ viene dado por:

$$E_{in} = E_0 \cdot \exp(i(\vec{k}_{in} \cdot (\vec{R} + \vec{r}) - \omega_0 t)) \tag{3.6}$$

La onda incidente induce oscilaciones armónicas en las capas electrónicas de un átomo en el punto P y por lo tanto provoca la emisión de una onda electromagnética esférica. Este proceso se conoce como *dispersión de Thomson*.

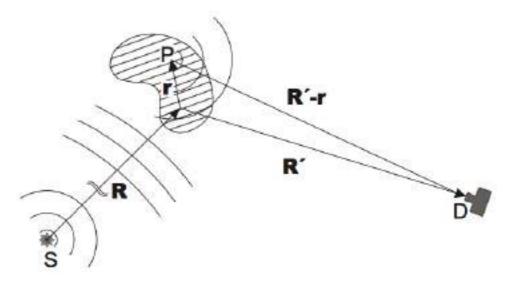


Figura 82 Representación esquemática del proceso de dispersión. El punto D marca la posición del detector para el cual la hipótesis  $\vec{R}' \gg \vec{r}$  es valida

Dado que este es un proceso elástico, la onda dispersada muestra la misma frecuencia y la misma norma que el vector de onda de la onda incidente:

$$|\vec{k}_{in}| = |\vec{k}_{out}| = |\vec{k}| = \frac{2\pi}{\lambda}$$
 (3.7)

donde  $\lambda$  es la longitud de onda de los rayos X. La amplitud de la onda dispersada es:

$$E_{out} = f E_{in} \cdot \frac{\exp(i\vec{k}_{out}|\vec{R}' - \vec{r}|)}{|\vec{R}' - \vec{r}|}$$
(3.8)

donde f representa la amplitud de dispersión, que depende en el tipo de átomo y en la frecuencia de la onda incidente. En el caso de que  $\vec{R}' \gg \vec{r}$ , la onda dispersada se puede aproxima a una onda plana e insertando la ecuación en la se puede reescribir:

$$\begin{split} E_{out} &= f E_0 \cdot \exp\left(i \left(\vec{k}_{in} \cdot \left(\vec{R} + \vec{r}\right) - \omega_0 t\right)\right) \exp\left(i \vec{k}_{out} \vec{R}'\right) \cdot \frac{\exp(-i \vec{k}_{out} \vec{r})}{R'} = \\ &= f \frac{E_0'}{R'} \exp(i \left(\vec{k}_{in} - \vec{k}_{out}\right) \vec{r}\right) \\ \text{siendo } E_0' &= E_0 \exp\left(i \left(\vec{k}_{in} \vec{R} + \vec{k}_{out} \vec{r}\right)\right) \exp(-i \omega_0 t) \end{split} \tag{3.9}$$

La expresión deducida es válida para la dispersión de un solo átomo. Ahora se plantea la dispersión de rayos X para un cristal. Es razonable despreciar los procesos de dispersión múltiple en la interacción entre los rayos X y los sólidos. En consecuencia la amplitud de dispersión es proporcional a la densidad de electrones  $\mathbf{n}(\vec{r})$  del cristal. Si  $\vec{R}'\gg\vec{r}$  entonces todos los vectores de onda  $\vec{k}_{out}$  son paralelos independientemente de la posición del átomo de dispersión. La amplitud de dispersión se obtiene de la integral para todo el volumen del cristal:

$$E_{out} \propto \frac{E_0'}{R'} \int_{V} n(\vec{r}) \exp(i(\vec{k}_{in} - \vec{k}_{out})\vec{r}) dV = \frac{E_0'}{R'} \int_{V} n(\vec{r}) \exp(-i \vec{q} \vec{r}) dV$$
 (3.10)

donde  $\vec{q}$  se define como el vector de dispersión:  $\vec{q} = \vec{k}_{out} - \vec{k}_{in}$ 

Realizando experimentos de difracción no se puede detectar la amplitud de dispersión, sino que lo que se puede detectar es la intensidad I de la onda dispersada:

$$I \propto \frac{|E_0|^2}{R'^2} \left| \int_V n(\vec{r}) \exp(-i \vec{q} \vec{r}) dV \right|^2$$
 (3.11)

#### 3.2.2.2. Red cristalina recíproca

Hasta este punto no se ha hecho uso de la periodicidad del cristal. En una estructura cristalina la densidad de electrones  $n(\vec{r})$  es invariante ante translaciones que constituyan una combinación lineal de los vectores  $\vec{T} = u\vec{a}_1 + v\vec{a}_2 + w\vec{a}_3$ , con u, v, w enteros y  $\vec{a}_i$  los vectores reticulares primitivos. Entonces se cumple que:

$$n(\vec{r} + \vec{T}) = n(\vec{r}) \tag{3.12}$$

Las funciones periódicas que satisfacen esta ecuación se pueden desarrollar en una serie de Fourier. En un espacio tridimensional, la expansión de Fourier se define:

$$n(\vec{r}) = \sum_{\vec{G}} n_{\vec{G}} \exp(i \ \vec{G} \ \vec{r})$$
(3.13)

Para satisfacer la ecuación de periodicidad, se tiene que cumplir:

$$\exp(i \vec{G} \vec{T}) = 1 \quad \forall \vec{T} \tag{3.14}$$

Lo que supone que

$$\vec{G} \, \vec{T} = 2\pi n \, \forall \vec{T} \, \land \, n \in \mathbb{Z} \tag{3.15}$$

Se pueden construir vectores que satisfagan esta última ecuación:

$$\vec{G} = h\vec{b}_1 + k\vec{b}_2 + l\vec{b}_3 \quad siendo \ h, k, l \ enteros \tag{3.16}$$

$$\vec{b}_1 = 2\pi \frac{\vec{a}_2 \times \vec{a}_3}{\vec{a}_1 \cdot (\vec{a}_2 \times \vec{a}_3)}; \vec{b}_2 = 2\pi \frac{\vec{a}_3 \times \vec{a}_1}{\vec{a}_1 \cdot (\vec{a}_2 \times \vec{a}_3)}; \vec{b}_3 = 2\pi \frac{\vec{a}_1 \times \vec{a}_2}{\vec{a}_1 \cdot (\vec{a}_2 \times \vec{a}_3)};$$
(3.17)

Los vectores  $\vec{b}_i$  y sus combinaciones lineales se conocen como vectores de la red recíproca, puesto que su dimensión es  $m^{-1}$  y su longitud es inversamente proporcional a la longitud de los vectores reticulares reales. Con ellos se forma la red recíproca. En cada estructura cristalina existen dos redes asociadas, llamadas red espacial en el espacio real y su red recíproca en el espacio de Fourier. La red recíproca muestra la misma simetría que la red espacial real, y si se rota o se traslada la red real también lo hace la red recíproca. Dado que estas dos redes están relacionadas por las tres ecuaciones, la propiedades de la red cristalina real se pueden obtener fácilmente si se determinan primero las propiedades de la red recíproca.

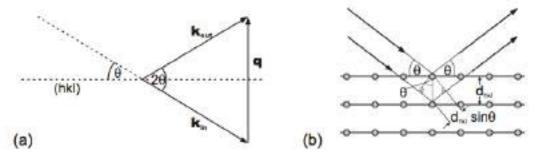


Figura 83 (a) Representación del vector de onda incidente, reflejado y del vector de dispersión y su relación angular. (b) Ilustración de la Ley de Bragg

Cabe señalar que existe un importante relación entre los planos reticulares de la estructura cristalina y los vectores reticulares del espacio recíproco. El vector del espacio recíproco  $\vec{G}_{hkl} = h\vec{b}_1 + k\vec{b}_2 + l\vec{b}_3$ , es perpendicular a los planos con índices de Miller (hkl) y la distancia  $d_{hkl}$  entre dos planos adyacentes definida por:

$$d_{hkl} = \frac{2\pi}{\left|\vec{G}_{hkl}\right|} \tag{3.18}$$

En el caso de una red cúbica con parámetro de red a:

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \tag{3.19}$$

En el caso de una red hexagonal con parámetros de red a y c:

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{\frac{4}{3}(h^2 + k^2 + hk) + \left(\frac{a}{c}\right)^2 l^2}}$$
(3.20)

#### 3.2.2.3. Ecuación de Bragg

Ahora se muestra una interpretación más clara del proceso de difracción. Si se tiene en cuenta la *condición de Laue* ( $\vec{q} = \vec{G}$ ), y que  $\vec{G} = n \ \vec{G}_{hkl}$  la ecuación 3.18 se convierte en:

$$d_{hkl} = \frac{2\pi}{|\vec{q}|} = \frac{2\pi n}{2\sin\theta \frac{2\pi}{\lambda}}$$
 (3.21)

Donde  $2\theta$  representa el ángulo entre la onda incidente y la onda dispersada, y n representa el orden de la difracción. Si reordenamos este resultado, se obtiene la famosa ecuación de Bragg:

$$2 d_{hkl} \sin \theta = n\lambda \tag{3.22}$$

Con la ecuación de Bragg se interpreta que los planos (hkl) reflejan parcialmente la onda incidente. La condición de difracción impone que la diferencia entre los caminos de las ondas reflejadas por dos planos reticulares adyacentes tiene que ser un múltiplo de la longitud de onda  $\lambda$ .

La razón de utilizar rayos X para el análisis de las distancias interatómica y no otro tipo de onda electromagnética, es que su longitud de onda (aproximadamente 0.5-2.5 Å) es similar a las distancias interatómicas en los sólidos.

#### 3.2.2.4. Esfera de Ewald

En el apartado previo se obtenido una visión más profunda del proceso de difracción al interpretarlo de una manera más intuitiva. La ecuación de Bragg relaciona toda reflexión de rayos X con un grupo de planos reticulares paralelos (hkl). La condición de Laue, sin embargo, asigna a cada reflexión de rayos X un punto en la red recíproca, por lo que es conveniente asignar cada reflexión con los índices de sus puntos del espacio recíproco HKL.

De acuerdo a la ecuación de q, y a la figura 83(a), la longitud máxima del vector de dispersión  $q_{max}$  en el caso de  $\theta=90^\circ$  es:

$$q_{max} = 2|\vec{k}| = \frac{4\pi}{\lambda} \tag{3.23}$$

Cuando el vector de dispersión es igual al vector de la red recíproca, se observa una reflexión de rayos X. Como consecuencia, todas las reflexiones que son accesibles para una longitud de onda  $\lambda$  en un experimento de difracción están situadas en una semiesfera de radio  $\frac{4\pi}{\lambda}$ .

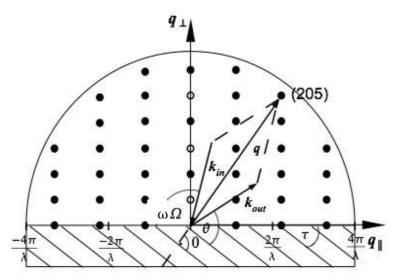


Figura 84 Esfera de Ewald

En la parte inferior de la figura 84 se han representado los planos de la red cristalina que producen la dispersión de los rayos X incidentes, de acuerdo con la interpretación de la ley de Bragg.  $\omega$  designa el ángulo entre la superficie del cristal y el haz de rayos X incidente y  $\tau = \Omega - \omega$  es el ángulo de desplazamiento entre la superficie del cristal y los planos de dispersión. El vector de dispersión se puede descomponer en sus componentes paralela y perpendicular a la superficie del cristal, expresados en función de  $\omega$  y 20:

$$q_{\parallel} = \frac{2\pi}{\lambda} [\cos(2\theta - \omega) - \cos(\omega)] \tag{3.24}$$

$$q_{\perp} = \frac{2\pi}{\lambda} [\sin(2\theta - \omega) - \sin(\omega)]$$
 (3.25)

#### 3.2.2.5. Factor de estructura

En la figura 84 se han incluido, a modo de ejemplo ilustrativo, las reflexiones 00L con *L* impares se han representados con un círculo blanco, dado que estas reflexiones están prohibidas, es decir, que no se observa intensidad de dispersión. Para comprender este hecho, se debe de tener en cuenta también la base del cristal que se esté considerando.

El factor de estructura nos indica si una orientación determinada puede ser vista por la técnica de difracción de rayos X, y se define por:

$$S_{HKL} = \sum_{\alpha} f_{\alpha}(G_q) \exp(-2\pi i(hu_{\alpha} + kv_{\alpha} + lw_{\alpha}))$$
 (3.26)

Si se particulariza esta expresión para las reflexiones 00L, se obtiene que

$$S_{00L}$$
  $\begin{cases} \neq 0 \text{ so } l \text{ es } par \\ = 0 \text{ si } l \text{ es } impar \end{cases}$ 

# 3.2.2.6. Geometrías de dispersión

Por medio de la técnica de difracción de rayos X, se pueden investigar los defectos respecto una estructura cristalina perfecta. Para ello se miden la posición y anchura de las reflexiones de rayos X, registrando la intensidad reflejada mientras se rota la muestra en torno a un ángulo de Euler, o mientras se cambia la posición del detector. Debido a estos movimientos, cambia la longitud y la dirección del vector de dispersión, con lo que conseguimos ver diferentes orientaciones cristalográficas.

La siguiente figura (85) aclara la notación de los ángulos que se detallan a continuación:

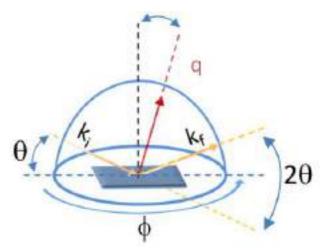


Figura 85 Representación de los vectores de incidencia, difracción y dispersión y sus ángulos en la difracción de rayos X.

- $\bullet$   $\omega$  (omega) : ángulo formado por el rayo incidente y la superficie de la muestra.
- 2θ (dos theta) : ángulo formado por los rayos incidente y difractado.
- φ (phi) : rotación azimutal en torno a la normal a la muestra.
- ψ (psi) : inclinación de la muestra alrededor del eje formado por la intersección del plano de difracción y de la superficie de la muestra.

#### 3.2.2.6.1. Reflectividad de rayos X- Escáner $\omega$ – 2 $\theta$

Para calibrar el espesor de las películas delgadas, se han realizado las ya mencionadas mediciones de reflectividad de rayos X. Por medio de esta técnica, se miden los patrones de interferencias que se generan entre las ondas reflejadas por encima y por debajo de la interfaz de la película delgada. Análogamente a la ecuación de Bragg, pueden aparecer patrones de intensidad constructiva o destructiva, que se conocen como los flecos de Kiessig, a partir de los cuales se puede extraer el espesor de la capa.

Concretamente, se utiliza esta fórmula para calcular el espesor de la muestra:

$$\Delta\theta = \frac{\lambda}{2\,t} \tag{3.27}$$

Siendo  $\Delta\theta$  el ángulo entre flecos,  $\lambda$  la longitud de onda de los rayos X y t el espesor de la muestra dada.

El ángulo crítico  $\theta_{\it C}$  nos da una idea de la densidad del material. A mayor ángulo crítico, mayor densidad.

Por medio de esta medición solo se varía el módulo del vector de dispersión al rotar la muestra en torno al eje  $\omega$  y simultáneamente rotando el detector con el doble de la velocidad angular. La dirección a la que apunta el vector de dispersión no varía. El ángulo del haz de rayos X incidente y el ángulo del detector se escanean entorno a ángulos de incidencia rasantes y se mueven simétricamente. Es decir,  $\omega = \theta$ . El barrido en este caso es en la dirección  $q_{\perp}$ .

Cuando los rayos X irradian la muestra con ángulos muy bajos hay reflexión total de rayos X sobre la superficie de la muestra. Si el ángulo de incidencia aumenta gradualmente más allá de un cierto ángulo llamado ángulo crítico, que depende del material, los rayos X se reflejan sobre las capas de la muestra y dan lugar a las franjas de interferencia. La periodicidad de las franjas es proporcional al espesor de la película, la intensidad es proporcional a la rugosidad de la película y la amplitud de las franjas es proporcional a la densidad de las capas superior e inferior.

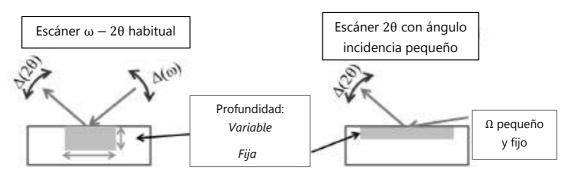


Figura 86 Comparación entre las dos mediciones principales con la técnica de difracción de rayos X.

#### 3.2.2.6.2. Cristalinidad de las muestras-Escáner 20

Cuando  $\omega y \theta$  son iguales, la distancia d denota el espacio entre planos paralelos que son perpendiculares a la superficie de la muestra. Esta medición se conoce como la medición de difracción  $\theta-2\theta$ . En este proyecto se ha utilizado primordialmente esta medición para caracterizar la calidad cristalográfica de las películas delgadas.

Por lo tanto, recogiendo la intensidad en el detector como función del ángulo  $2\theta$ , se puede obtener un espectro de intensidad. En este espectro los picos informan de la posición angular donde ocurre la interferencia constructiva y por tanto también indican la distancia entre planos perpendiculares al vector de dispersión.

Mediante el escáner  $\omega-2\theta$  se puede comparar el espectro de difracción obtenido con una base de datos que contiene el espectro de difracción para diferentes estructuras cristalinas, con lo que se puede identificar el orden cristalino de la muestra. Utilizando esta base de datos, a cada pico de difracción se puede asociar con un índice de Miller.

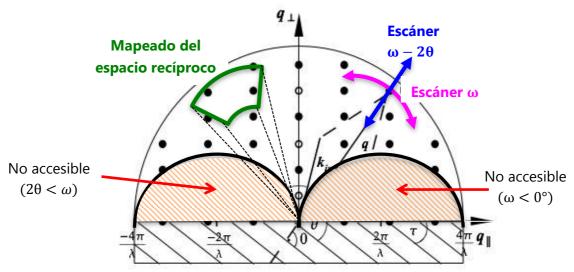


Figura 87 Representación de los barridos que hace cada escáner sobre la esfera de Ewald..

De un patrón o espectro de intensidad se puede obtener mucha información:

- De la posición del pico de intensidad, podemos identificar a que material pertenece esa difracción, su estructura cristalográfica, y el parámetro de red de la estructura.
- De la anchura del pico, podemos calcular el tamaño de grano de dicha estructura, asi como la deformación que presenta y sus defectos.

Concretamente, para calcular el tamaño de grano se utiliza la ley de Scherrer:

$$T = \frac{K \lambda}{\beta \cos(\theta)}$$
 (3.28)

donde T representa el tamaño medio de los granos, K es un factor de forma adimensional (normalmente 0.9),  $\lambda$  es la longitud de onda de los rayos X,  $\beta$  es la anchura del pico a la mitad de la intensidad máxima (FWHM, en rad) y  $\theta$  es el ángulo de Bragg.

- De la forma de la cola del pico se pueden obtener los defectos puntuales.
- Del área del pico se puede extraer cuál es la orientación preferencial en el cristal y de la intensidad de fondo se puede saber el porcentaje de contenido amorfo en la muestra cristalina. Concretamente, se puede definir la cristalinidad como:

$$\textit{Cristalinidad} = \frac{\sum \text{\'A} rea\ \textit{Picos}}{\text{\'A} rea\ \textit{Total}}; \quad \textit{Contenido\ Amorfo} = 1 - \textit{Cristalinidad}$$

También se puede conocer el estado tensional. Si existe un desplazamiento del pico respecto a su posición en un estado sin tensión, se puede afirmar que dicha muestra está sometida a tensión uniforme, o macrotensión, que puede ser tractiva o compresiva. Si lo que existe en un cambio en la anchura del pico, se puede concluir que la muestra tiene un estado de microtensión, y que la red cristalina está distorsionada por dislocaciones, vacantes o efectos térmicos.

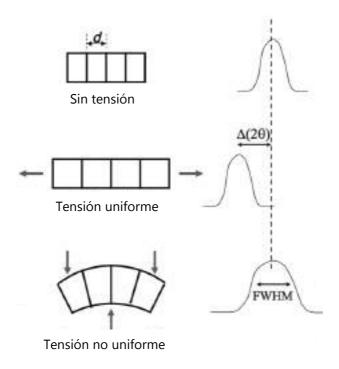


Figura 88 Representación de los posibles casos en el análisis de cristalinidad

Para realizar un análisis más detallado de la calidad cristalográfica de las muestras fabricadas, se han llevado a cabo mediciones de curva oscilante y mapeado del espacio recíproco.

En este caso se rota la muestra en torno al eje  $\omega$ , que representa la variación del vector de dispersión en una trayectoria circular desde el origen. La representación gráfica de la intensidad de rayos X dispersados como función del ángulo  $\omega$  se denomina habitualmente curva oscilante.

Una medición de curva oscilante se realiza fijando el detector en un ángulo  $2\theta$  determinado, que es donde se espera que aparezca el pico de difracción de Bragg, mientras que se va escaneando el ángulo del haz incidente ( $\omega$ ) entorno a  $\theta$ . De la anchura del pico de difracción obtenido de la curva oscilante, se puede determinar la extensión de los granos cristalinos a lo largo del espesor de la muestra.

#### 3.2.2.6.4. Mapeado del espacio recíproco

En este escáner se realiza un mapeado de una región bidimensional del espacio recíproco. Dicho mapeado se obtiene de combinar el modo del escáner  $\omega-2\theta$  con el modo del escáner  $\omega$ : Para un cierto ángulo de dispersión, se realiza un escáner  $\omega$ . Luego se utiliza el modo del escáner  $\omega-2\theta$  para cambiar la longitud del vector de dispersión una cierta cantidad  $\delta q$ . Este proceso se repite volviendo a realizar el mismo escáner  $\omega$ .

Este escáner no estaba planteado hacerlo en un principio, y el sistema de rayos X del laboratorio no estaba perfectamente preparado para ello. No obstante, se modificaron varios parámetros de la máquina para hacerlo posible.

# 3.2.2.6.5. Escáner $\varphi$

Para poder estimar la desalineación de la orientación azimutal, es necesario llevar a cabo escáneres  $\phi$  (phi) . En esta medición,  $\omega$  y  $\theta$  se mantienen constantes mientras la muestra se rota entorno al eje  $\phi$ . Si se barre el ángulo  $\phi$  360°, se puede establecer la relación epitaxial entre el substrato y la capa.

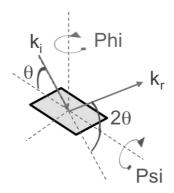


Figura 89 Representación de los ángulos relevantes en la difracción de rayos X

De la misma manera, se puede realizar este escáner variando el ángulo  $\psi$  (psi).

# 3.2.2.7. Configuración experimental

Para caracterizar la cristalinidad y espesor de las películas delgadas, fabricadas por medio de la deposición por pulverización catódica, se ha utilizado un sistema comercial de difracción de rayos X de la compañía PANalytical (Difractómetro de rayos X X´Pert Pro PANalytical). Este sistema se equipa con un goniómetro  $\omega-2\theta$  muy preciso, con una precisión angular de  $0.00001^\circ$ .

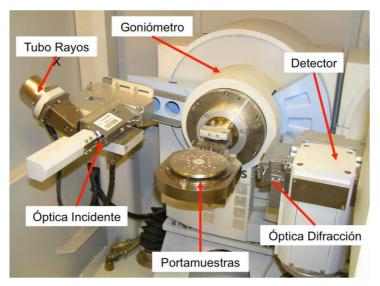


Figura 90 Fotografía del sistema de rayos X y sus componentes importantes.

La radiación  $K_{\beta}$  se elimina de rayo incidente por medio de un monocromador híbrido, que actúa de colimador sobre el rayo incidente y permite realizar mediciones de alta resolución. El detector de rayos X utiliza la tecnología PIXcel, que es un detector de estado sólido que comprende 65.000 pixels y es generalmente más eficiente que los detectores tradicionales.

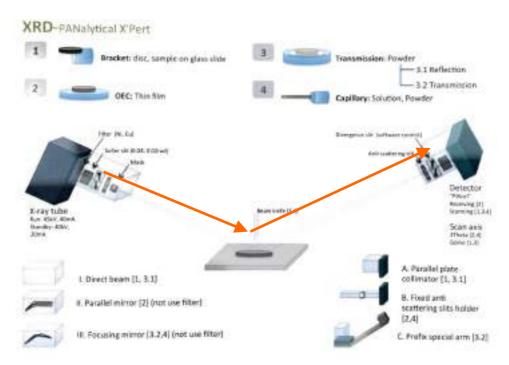


Figura 91 Ilustración detallada de los componentes del sistema de rayos X.

Se incluye a continuación una tabla que resume los componentes utilizados para cada análisis, con sus nombres comerciales en inglés:

	<u>Portamuestras</u>	<u>Ópticas del haz incidente</u>	Ópticas del haz difractado
Análisis de espesor	Open Eulerian Crandle (OEC)	Módulo PreFIX: Espejo Parabólico (Monocromador híbrido para espesores>200nm) Divergence Slit: 1/32° Mask: 2 mm o 4 mm dependiendo del tamaño de la muestra Soiler Slit: 0.02 rad o 0.04 rad	Módulo PreFIX: Parallel Plate Collimator 0.27 Receiving Slit: Parallel Plate Collimator Slit
Análisis de cristalinidad	Open Eulerian Crandle (OEC)	Módulo PreFIX: Monocromador híbrido Divergence Slit: 1/2° Mask: 2 mm o 4 mm dependiendo del tamaño de la muestra	Módulo PreFIX: Parallel Plate Collimator 0.27 Receiving Slit: Parallel Plate Collimator Slit (solo para calibrar) Soiler Slit: 0.02 rad o 0.04 rad

Tabla 2 Componentes utilizados en cada análisis de rayos X

Un tubo de rayos X consiste básicamente en una envoltura aislada que contiene un ánodo, un cátodo (que es el filamento), un cilindro de enfoque y la ventana de salida. Cuando pasa corriente a través del filamento de tungsteno se emiten, térmicamente, electrones. Estos electrones son acelerados hacia el ánodo donde causan la emisión de rayos X. El espectro de la emisión de rayos X es una superposición de una banda ancha de radiación continua, también llamada radiación blanca, y de líneas discretas propias del material del ánodo. Estos rayos X abandonan el tubo a través de una pequeña ventana de berilio. Se trata de un proceso muy ineficiente. Solo el 1% de la energía aplicada se convierte en rayos X, por lo que es necesario refrigerar el ánodo.

La longitud de onda de la radiación de rayos X depende del material del ánodo. En nuestra máquina, el material utilizado para crear los rayos X es el cobre (Cu), de manera que todas las mediciones que aquí se presentan se han hecho con una radiación Cu  $K_{\alpha}$  ( $\lambda=0.154~nm$ ).

#### Resto de componentes:

- Atenuadores: Un atenuador reduce la intensidad de los rayos X por un factor específico. Se utilizan cuando la intensidad de los rayos X que llegan al detector excede un número máximo de unidades.
- Rendijas de divergencia: Este elemento se coloca en la trayectoria del haz incidente para controlar su divergencia ecuatorial, y por tanto, controlar la longitud de la muestra que va a ser irradiada por los rayos X.
- Máscaras: Las máscaras se introducen en la trayectoria del haz incidente para controlar su anchura axial

- Soiler Slit: Se trata de un conjunto de placas paralelas que se introducen tanto en el haz incidente como en el difractado, y que controlan la divergencia axial del haz de rayos X. Sirven para mejorar la forma del pico y la resolución en los escáneres tipo 2θ.
- Parallel Plate Collimator: consiste en un conjunto de placas paralelas que definen el ángulo de aceptación que ve el detector.
- Monocromador Híbrido: es capaz de convertir un haz de rayos X divergente en un haz paralelo con radiación  $K_{\alpha}$  casi pura. Esta formado por un espejo parabólico de rayos X y un cristal especial de germanio.
- El detector de rayos X es el último elemento en la trayectoria del haz. Se utiliza para medir el número de fotones, es decir, la intensidad del rayo difractado para una posición determinada 2θ del goniómetro.

# 3.3. Caracterización magneto-óptica: Generalized Magneto-optical Ellipsometry (GME)

Para la caracterización magneto-óptica completa de una muestra es necesario determinar al menos cuatro constantes del material. Estas cuatro constantes se escriben normalmente como dos números complejos. Por un lado se encuentra el índice de refracción complejo:

$$N = n + i k \tag{3.29}$$

Y por otro lado se la constante compleja de acoplamiento magneto-óptica:

$$Q = Q_r + i Q_i \tag{3.30}$$

Generalmente estas constantes se determinan en dos experimentos separados. Primero se obtienen las constantes n y k por medio de la elipsometría. Y luego, por medio de otro experimento se determinan la rotación inducida  $\phi_k$  y la elipticidad  $\epsilon_k$  para una orientación de la magnetización dada. Estas mediciones, en combinación con la teoría magnética de la reflexión, permiten la determinación de la constante de acoplamiento magneto-óptica Q.

El procedimiento convencional tiene la desventaja de que utiliza dos experimentos que hacen básicamente lo mismo, es decir, medir los cambios en la polarización de la luz tras una reflexión. Por medio del GME, se puede extraer toda la información en un solo experimento.

Tal y como se ha explicado en el apartado 2.2.3, según la teoría electromagnética, la reflexión en una superficie plana se puede describir por medio de una matriz 2x2 de coeficientes complejos, la matriz de Jones [R]. En un experimento de reflexión simple solo se pueden determinar tres de los cuatro números complejos. Sin embargo, conociendo estas tres constantes, que constituyen la matriz de reflexión reducida  $[\tilde{R}]$ , es suficiente para caracterizar magneto-ópticamente el material, es decir, para conocer N y Q. Además, se puede utilizar la matriz  $[\tilde{R}]$  para determinar la orientación magnética, porque las tres componentes de la magnetización tienen un efecto diferente en los coeficientes de reflexión. Por lo tanto, este método de medir la matriz de reflexión reducida  $[\tilde{R}]$  para un sistema magneto-óptico, que se denomina "Generalized Magneto-optical Ellipsometry", permite una caracterización magneto-óptica completa. Además tiene la ventaja de que no es necesario conocer a priori la orientación de la magnetización, como sí que ocurre en otras técnicas.

# 3.3.1. Configuración experimental

Para la determinación de  $[\tilde{R}]$  es necesario medir la polarización de la luz reflejada para al menos tres polarizaciones incidentes diferentes. Esto se puede conseguir fácilmente con dos polarizadores giratorios, uno para el haz de luz incidente y otro para el haz de luz reflejado. En la figura 92 se incluye una ilustración de la configuración experimental utilizada en este proyecto. La luz proviene de una laser ( $\lambda=635~nm$ ) con un ángulo de incidencia de 45°. El haz de luz incidente pasa a través de un polarizador Glan-Taylor (P1) y es reflejado en la muestra (S). Tras pasar por el segundo polarizador giratorio (P2), la luz reflejada es detectada por un fotodiodo (D). La muestra ferromagnética (S) se coloca en el hueco de un imán permanente toroidal. La muestra se fija por medio de un tubo absorbedor que tiene un pequeño motor acoplado, que nos permite poder girar la muestra y con ello variar el ángulo relativo entre el campo magnético aplicado y eje fácil de magnetización del cobalto.

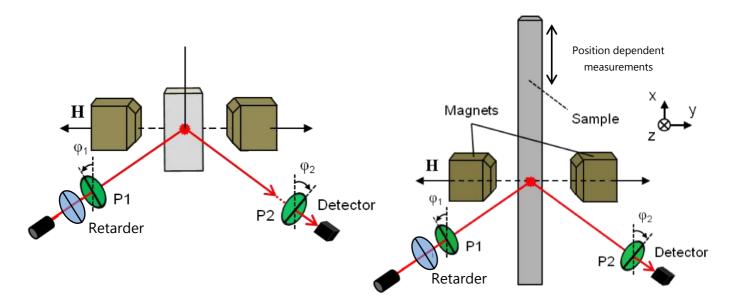


Figura 92 Representación esquemática del experimento GME. (a) En el caso de muestras individuales y (b) en el caso de muestras alargadas, que se mueven con el motor lineal controlado por Labview

# 3.3.2. Formalismo de Jones: Matriz de Reflexión

El vector de campo eléctrico en el detector,  $[E_D]$ , se puede determinar con el cálculo de Jones como:

$$[E_D] = [P2] \cdot [R] \cdot [P1] \cdot [E_L] \tag{3.31}$$

siendo  $[E_L]$  el vector de luz polarizada creada por el láser, y [P1] y [P2] las matrices de Jones para dos polarizadores lineales P1 y P2. La intensidad de la luz I en el detector D viene dada por:

$$I = [E_D] \cdot [E_D]^* \tag{3.32}$$

[P1] y [P2] se definen como:

$$[P] = \begin{bmatrix} \cos^2(\varphi) & \sin(\varphi)\cos(\varphi) \\ \sin(\varphi)\cos(\varphi) & \sin^2(\varphi) \end{bmatrix}$$
(3.33)

donde  $\varphi$  es el ángulo entre el eje de polarización y la orientación de polarización s. La matriz de reflexión [R] de un material magnetizado en el plano, incluyendo los términos de segundo orden en Q, se puede escribir como:

$$[R] = \begin{bmatrix} r_s & \alpha \\ -\alpha & r_p + \beta \end{bmatrix} = r_p \begin{bmatrix} \tilde{r}_s & \tilde{\alpha} \\ -\tilde{\alpha} & 1 + \tilde{\beta} \end{bmatrix} = r_p [\tilde{R}]$$
 (3.34)

donde  $r_s$  y  $r_p$  son los coeficientes de reflexión no magnética, y  $\alpha$  y  $\beta$  son los elementos de la reflexión inducida magnéticamente. En una aproximación lineal,  $\alpha$  y  $\beta$  cambian de signo al invertir la magnetización del material. Teniendo en cuenta esta hipótesis, el cambio de intensidad fraccional en el detector debido a la inversión de la magnetización,  $\delta I/I$ , se expresa como:

$$\frac{\delta I}{I} = 4 \frac{B_1 f_1 + B_2 f_2 + B_3 f_3 + B_4 f_4}{f_3 + B_5 f_5 + 2B_6 f_4}$$
(3.35)

siendo

$$f_1(\varphi_1, \varphi_2) = \sin^2(\varphi_1)\sin(\varphi_2)\cos(\varphi_2) - \sin^2(\varphi_2)\sin(\varphi_1)\cos(\varphi_1);$$
 (3.36)

$$f_2(\varphi_1, \varphi_2) = \cos^2(\varphi_2)\sin(\varphi_1)\cos(\varphi_1) - \cos^2(\varphi_1)\sin(\varphi_2)\cos(\varphi_2);$$
 (3.37)

$$f_3(\varphi_1, \varphi_2) = \sin^2(\varphi_1) \sin^2(\varphi_2);$$
 (3.38)

$$f_4(\varphi_1, \varphi_2) = \sin(\varphi_1)\cos(\varphi_1)\sin(\varphi_2)\cos(\varphi_2); \qquad (3.39)$$

$$f_5(\varphi_1, \varphi_2) = \cos^2(\varphi_1) \cos^2(\varphi_2);$$
 (3.40)

у

$$B_1 = Re(\tilde{\alpha}); \quad B_2 = Re(\tilde{r}_s \tilde{\alpha}^*);$$
 (3.41)

$$B_3 = Re(\tilde{\beta}); \quad B_4 = Re(\tilde{\gamma}_s \tilde{\beta}^*);$$
 (3.42)

$$B_5 = |\widetilde{r_s}|^2; \quad B_6 = Re(\widetilde{r_s}); \tag{3.43}$$

Los parámetros  $B_i$  se determinan experimentalmente midiendo  $\delta I/I$  para varios ángulos  $\varphi_1$  y  $\varphi_2$  y analizando esos datos según la ecuación 3.33. Conociendo estos valores  $B_i$  se pueden determinar los coeficientes de reflexión  $\widetilde{r_s}$ ,  $\widetilde{\alpha}$ ,  $\widetilde{\beta}$ , que a su vez determinan las constantes ópticas y magneto-ópticas N y Q y también el ángulo de magnetización en el plano.

Concretamente, para el cálculo del vector de magnetización, se miden ciclos de histéresis para varios ángulos  $\varphi_1$  y  $\varphi_2$  y a partir de esos ciclos de histéresis se calculan el cambio de intensidad de la luz  $\delta I/I$  en función de  $\varphi_1$  y  $\varphi_2$  y el campo aplicado y.

$$\frac{\delta I}{I} = \frac{(I(H) - I(-H))}{\frac{1}{2}(I(H) + I(-H))}$$
(3.44)

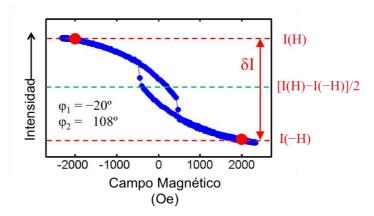


Figura 93 Representación de un ciclo de histéresis para una configuración de los polarizadores  $\varphi_1 = -20^\circ, \varphi_2 = 108^\circ$ . Se aprecia la magnitud  $\delta I$  y las intensidades I(H) y I(-H)

Tal y como se ilustra en la figura 94, estos datos  $\delta I/I(\varphi_1,\varphi_2)$  forman mapas de colores, donde cada eje hace referencia a las orientaciones angulares de los polarizadores P1 y P2. Se puede también apreciar que la señal GME cambia bruscamente con el campo magnético aplicado, ya que este campo magnético induce cambios en el estado de magnetización de la muestra.

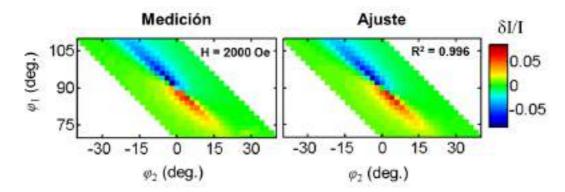


Figura 94 Gráficas del cambio de la intensidad de la luz para un campo magnético H determinado (H=2000 Oe), en función de los ángulos de polarización de los polarizadores. A la izquierda se aprecia el resultado experimental y a la derecha la misma gráfica tras realizar el ajuste. Se comprueba como la similitud entre ambas gráficas es muy alta.

Para el análisis de los datos, se ajusta cada mapa GME (cada uno correspondiente a un campo magnético concreto) con el modelo que se ha descrito anteriormente. Es decir, primero se determinan los factores  $B_i$ , que son las variables independientes del modelo. Con estos factores conocidos se deduce el tensor dieléctrico de la capa que se esta investigando, cobalto en nuestro caso. Para este segundo paso se utiliza la teoría de las multicapas magnéticas de Visnovsky, con las constantes ópticas del substrato y el espesor de la capa conocidas.

En el caso de una magnetización en el plano, que es el caso del cobalto HCP, se pueden distinguir los efectos de magnetización longitudinal, transversal y efectos ópticos.

Efecto Longitudinal Efecto Transversal Efectos ópticos 
$$[R] = r_p \begin{bmatrix} \widetilde{r_s} \\ \widetilde{\alpha} \end{bmatrix} \quad \frac{\delta I}{I} = 4 \underbrace{\frac{B_1 f_1 + B_2 f_2 + B_3 f_3 + B_4 f_4}{f_3 + B_5 f_5 + 2B_6 f_4}}$$

A continuación se muestran varios mapas  $\delta I/I(\varphi_1,\varphi_2)$  para diferentes intensidades de campos magnéticos en una muestra de cobalto. Se representa claramente la sensibilidad de los resultados del GME con la orientación de la magnetización. Este hecho se aprecia más claramente porque el ángulo entre el campo aplicado y el eje fácil de magnetización era alto, en torno a  $\beta\approx75^\circ$ . En estos mapas el efecto longitudinal Kerr y el efecto transversal Kerr están sobrepuestos. A medida que se cambia el campo aplicado cambia el patrón de los mapas. Para campos aplicados altos, como el de la figura 94, domina el efecto longitudinal y el mapa muestra dos lóbulos de signo opuesto. El punto en el cual cambia el signo corresponde con la configuración cruzada de los polarizadores, es decir,  $\varphi_1=90^\circ$  y  $\varphi_2=0^\circ$ . A medida que disminuye y cambia de signo la intensidad del campo magnético aplicado, la magnetización gira. Es entonces cuando el efecto transversal domina, lo que causa la aparición de dos lóbulos positivos.

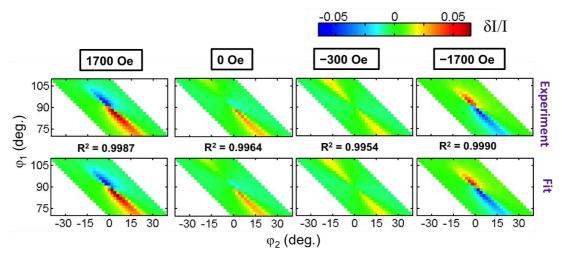


Figura 95 Representación del cambio de intensidad de la luz para diferentes campos magnéticos aplicados. Se ha incluido tanto la medida experimental como la gráfica modelada en cada caso.

Todos los mapas  $\delta I/I(\varphi_1,\varphi_2)$  se modelan con los elementos de la matriz de reflexión óptica  $\tilde{R}$ , y se consigue una concordancia muy buena y errores muy pequeños.

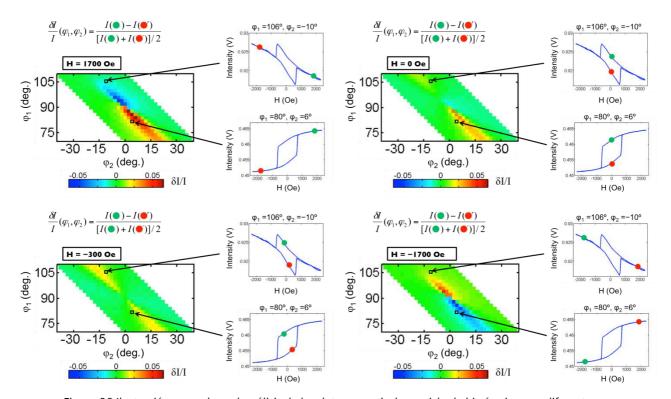


Figura 96 Ilustración que aclara el análisis de los datos a partir de un ciclo de histéresis, para diferentes campos aplicados

#### 3.3.3. Método de la matriz de transferencia

Para extraer el tensor dieléctrico de la capa de cobalto, se utiliza un modelo óptico y se aplica el Método de la Matriz de Transferencia para calcular  $\tilde{R}$  como función de los parámetros ópticos del modelo. El modelo óptico para este análisis se muestra en la Figura 97. Se utiliza un índice de refracción conocido para la capa de protección de  $SiO_2$  ( $n_{SiO_2}=1.46$ ) y se fija  $n_{Cr}=3.13+3.31i$  para la subcapa de cromo. Esta capa de cromo se considera como el substrato del modelo óptico, ya que la profundidad de penetración de la luz con  $\lambda=635\,nm$  es menor que el espesor total entre las capas de cobalto y cromo.

Primero se asume un tensor dieléctrico convencional para la capa de cobalto, en el que la constantes de acoplamiento magneto-óptica Q es isotrópica (figura 97). Esto se hace para comprobar las inconsistencias que ocurren por la presencia de la anisotropía magneto-óptica. Por cada matriz  $\tilde{R}$  determinada experimentalmente se obtienen las constantes ópticas (N = n + i k), magneto-ópticas ( $Q = Q_r + i Q_i$ ) y la orientación de la magnetización  $\Delta$  que mejor concuerdan con el modelo. Se trata de un proceso iterativo, en el que se intenta reducir el error total ( $\chi^2$ ) de las magnitudes  $n, k, Q_r, Q_i, \gamma$ .

SiO<sub>2</sub> 
$$n_{SiO2} = 1.46$$

Co
$$\mathcal{E} = N^2 \begin{pmatrix} 1 & 0 & -iQm_y \\ 0 & 1 & iQm_x \\ iQm_y & -iQm_x & 1 \end{pmatrix}$$
Cr
$$n_{Cr} = 3.13 + 3.31i$$

Figura 97 Representación de las tres capas superiores de las muestras, para un material magnético isótropo. Se incluyen los índices de refracción del  $SiO_2$  y del Cr utilizados para el método de la matriz de transferencia

Para describir correctamente el comportamiento anisotrópico del cobalto, se considera el tensor dieléctrico de la figura 98. Las cantidades  $Q_{\parallel}$  y  $Q_{\perp}$  denotan la intensidad de la constante de acoplamiento magneto-óptica para las orientaciones paralela y perpendicular al eje cristalográfico c. Para una magnetización en el plano, se cumple que:

$$Q(\Delta) = \frac{1}{2}(Q_{\parallel} + Q_{\perp}) \left[ 1 - \frac{\tau}{2} \cos 2\Delta \right]; \ \tau = (Q_{\perp} - Q_{\parallel}) / \frac{1}{2} (Q_{\perp} + Q_{\parallel})$$
(3.45)

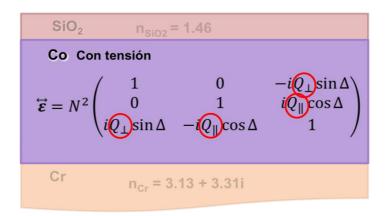


Figura 98 Representación de las tres capas superiores de las muestras, para un material magnético anisótropo. Cabe señalar las dos componentes de la constante de acoplamiento magneto-óptica. Se incluyen los índices de refracción del  $SiO_2$  y del Cr utilizados para el método de la matriz de transferencia

# 4. Metodología

Para realizar una muestra, siempre se llevaba a cabo el mismo procedimiento. Primero se realizaba el tratamiento de HF sobre los substratos de silicio, luego se llevaban al sistema de sputtering para depositar sobre ellos diferentes materiales. Después se caracterizaban mediante la técnica de rayos X y posteriormente, si las muestras eran válidas, se llevaban al laboratorio de óptica para realizar las medidas magnéticas por medio del GME.

# 4.1. Preparación de las películas delgadas

Tal y como se ha mencionado en el apartado de fabricación, las películas delgadas se han fabricado por medio de la técnica de deposición por pulverización catódica.

# 4.1.1. Utilización del sistema de sputtering

Una vez que el substrato de silicio se encuentra en la cámara secundaria, se procede a encender una de las bombas de vacío. La cámara principal se encuentra normalmente en rangos de  $10^{-6}$ - $10^{-7}$  Torr, por lo que es necesario esperar cierto tiempo hasta que la presión de las dos cámaras se iguala.

Cuando las presiones son del mismo orden de magnitud, se abre la válvula que separa las dos cámaras y se introduce el portamuestras, mediante un brazo móvil, y se amarra mecánicamente en la pared superior de la cámara principal. Estos

movimientos se realizan externamente, sin abrir la cámara. Una vez el portamuestras está amarrado, se retira el brazo y se vuelve a cerrar la válvula.

Para colocar el portamuestras, se tiene un sistema que nos permite controlar la altura a la cual se fija. Esta altura (30 en la escala de la máquina) es invariante para todas las deposiciones, ya que se sabe por experimentos previos que es la posición óptima para depositar.

El siguiente paso es fijar la inclinación del cañón, que depende de la muestra que se esté fabricando. Para muestras uniformes, la inclinación es 5-6, según la escala dada en los cañones. Para la calibración de la cuña de cromo, por ejemplo, se realizaron deposiciones desde el valor 8 hasta el 15.

Una vez tanto el portamuestras como el cañón se encuentran colocadas correctamente, todo se controla por medio de un programa de Labview. Primero se introduce el gas, en nuestro caso argón, y se determina la presión de la cámara a 3 mTorr, que es la presión habitual de deposición en el proyecto. Entonces se hace pasar corriente, aplicando una potencia determinada, por los imanes permanentes y se genera el campo magnético que atrae los electrones.

En dicho instante, se realiza una tarea de pre-sputtering sobre el target, que puede contener impurezas. Estas impurezas se retiran y son depositadas en la pared del cañón, que todavía se encuentra cerrada. Si se desea también se puede iniciar la rotación del portamuestras, para obtener una muestra más uniforme. Una vez han transcurrido 1 o 2 minutos, dependiendo del target, se abre el cañón y comienza la deposición.

Cuando termina el tiempo de deposición deseado, se sigue el procedimiento contrario, es decir, se cierra el cañón, se apagan los magnetrones y se retira el gas.

En el caso de los target aislantes, existe una variación a la hora de depositar. Y es que estos materiales sufren mucho más que los conductores al aplicarles una corriente alterna en vez de una corriente continua, por lo que requieren una mayor potencia de trabajo. En el momento que el portamuestras y el cañón están colocados correctamente, se aumenta la presión hasta el rango de 25-30 mTorr. Entonces se realiza un aumento progresivo de la potencia (hasta 60W en 60 segundos, por ejemplo) hasta que se genera el plasma. Tras ello se reduce la presión a 3 mTorr y se vuelve a aumentar la potencia hasta los 200W en el caso del dióxido de silicio. Tras depositar se reduce la potencia progresivamente hasta apagar el plasma.

Tras conocer los parámetros de la máquina, y antes de empezar a fabricar las muestras, es necesario conocer las tasas o velocidades de deposición para cada material.

# 4.1.2. Calibración del espesor

Las muestras de calibración se depositaron sobre silicio (110) a la potencia correspondiente para cada material: 40 W para la plata y 100 W para el cromo y el cobalto. Este proceso se realizó tres veces en cada material, variando el tiempo de deposición de la muestra.

Para la fabricación de muestras de espesor uniforme, se hace girar el portamuestras en la deposición y se alinea el cañón con el punto central del portamuestras. Todo ello para obtener la muestra más uniforme posible.

Estas nueve muestras se llevaron posteriormente al laboratorio de caracterización magnética, donde se realizaron análisis de reflectividad por rayos X (XRR) y se calculó el espesor de las muestras.

# 4.1.2.1. Cálculo de espesores

Como ya se ha explicado antes, al realizar las medidas se obtienen varios flecos de Kiessig. Para que el espesor calculado sea el más preciso posible, se tienen en cuenta todos los flecos que sea posible. La distancia entre máximos o entre mínimos es la variable que se tiene en cuenta en este caso. Lo que se hace es tomar la distancia desde el primer mínimo hasta cada uno de los demás mínimos, teniendo en cuenta en número de flecos entre cada uno. De esta manera, para cada par de mínimos x, y con n flecos entre ellos, se calcula la distancia media y con ello el espesor correspondiente:

$$d_i = \frac{x - y}{n} \longrightarrow t_i \tag{4.1}$$

Cuando se han recopilado todos los espesores posibles (N), se calcula el espesor medio y su desviación típica:

$$\bar{t} = \frac{\sum_{i} t_{i}}{i}$$
 ;  $\delta = \sqrt{\frac{\sum_{i} (t_{i} - \bar{t})^{2}}{N}}$  (4.2)

abla 3

SID2 dep. rate with A/2D3 substrates	0,03	H	20'	u o	36	2	200	w	SIG2 Calibration	23/07/2014
Due to maintenance in main chamber vacuum pump	0.165	75	721"	56	36	+	40	w	Dep. Rate Check	18/07/2014
Due to maintenance in main chamber vacuum auma	0,059	20	5'40"	5_6	36	x	100	w	Dep. Rate Check	18/07/2014
(Due to new Co target)	0,059 ± 0,025	28,35 ± 1,19	91	5.6	5	2	100	,	Re-Calibration Co	07/07/2014
(Due to new Co target)	0,0597 ± 0,0014	21,51 ± 0,51	ø,	5.6	8	x	100	w	Re-Calibration Co	07/07/2014
(Due to Sputter Chamber Opening)	0,077	77,14	16'37"	5,6	je je	2"	100	9	Calibration Check Cr	07/07/2014
(Due to Sputter Chamber Opening)	0.1716	75,69	721"	56	8	+	40	w	Calibration Check Ag	07/07/2014
	0,0548±0,003	65,70 ± 3,60	20'	io.	36	2	100	u	Co Cafbration	03/07/2014
	0,050 ± 0,0023	45,1 ± 2,11	15	ion Ion	8	ž	100	w	Co Calibration	03/07/2014
	0,051 ± 0,0026	30,55 ± 1,56	10'	G	30	ĭ	100	ш	Co Calibration	03/07/2014
	0,0779 ± 0,0033	56,09 ± 2,41	12'	26	30	7	100	а	Cr Calibration	03/07/2014
	0,0762 ± 0,0047	45,74 ± 2,77	10'	on on	36	7	100	3	Cr Calibration	03/07/2014
	0,0740 ± 0,0022	35,53 ± 1,07	Βę	5/6	8	×	100	w	Cr Calibration	03/07/2014
	0,1671 ± 0,0126	100,31 ± 7,56	10"	56	ĕ	H	40	4	Ag Calibration	03/07/2014
Ag depirate higher than previous works, maybe due to new own	0,1702 ± 0,0046	76,58 ± 2,05	730"	5_6	36	*	40	3	Ag Calibration	03/07/2014
	0,1798 ± 0,0104	53,94±3,11	sg.	8_8	30	H	40	3	Ag Calibration	03/07/2014
Comments	Dep. Rate (nm/s)	Thickness (ram)	Yime	Gun	Sample Position	Pre- sputtering	Power (W)	Pressure (mtorr)	Objetive	Date

# 4.1.3. Calibración de la cuña de Cr de espesor variable

Uno de las estrategias a seguir, entre las que se propusieron al comienzo del proyecto, fue la fabricación en una sola muestra de capas de cromo con diferentes espesores a lo largo de la longitud de la muestra. Para conseguir esto, se realizó un exhaustivo estudio de la inclinación óptima para la cual se conseguía la cuña deseada, ya que los cañones del sputtering se pueden inclinar manualmente.

Se fabricaron múltiples muestras para diferentes inclinaciones y diferentes tiempos de deposición. Se colocaron tres muestras individuales, en los extremos y en el centro del portamuestras, para medir su espesor posteriormente con la técnica de reflectividad de rayos X.

El cromo se deposita con una potencia de 100W a una presión de 3 mTorr. En este caso de muestras de espesor variable, no se rota el portamuestras y se desalinea el cañón para depositar más material en uno de los extremos.

El objetivo en cuanto a los espesores requeridos era el siguiente: 20 nm en el extremo menos depositado y 100 nm en el extremo más depositado. Dichos extremos distan 8 cm entre sí.

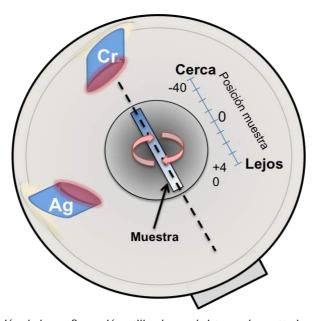
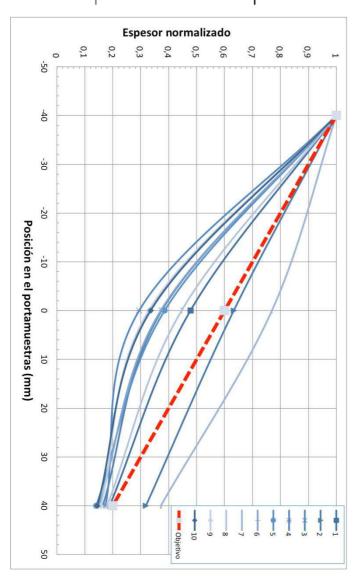
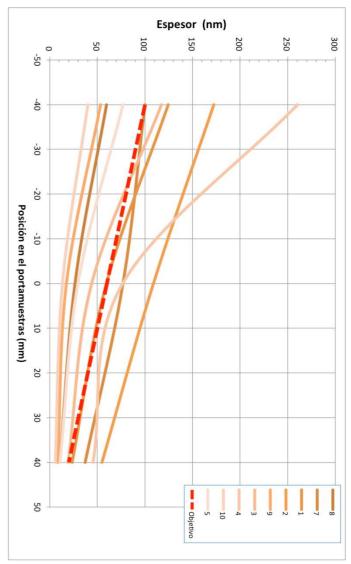


Figura 99 Ilustración de la configuración utilizada en el sistema de sputtering para la deposición sobre substratos alargados de silicio, donde se muestra el alineamiento del cañón de cromo

Concretamente se realizaron 10 deposiciones, tal y como se indica a continuación:

*(C, M y F se refieren a close, medium y far)	ren a close, r	- se refie	c, M y	*	a 4	Tabla 4
0,009641667	23,14	40	40	T		
0,023816667	57,16	40	0	Ζ		6
	153,8	40	-40	С		
0,0090075	10,809	20	40	Ŧ		
0,024716667	29,66	20	0	Ξ	14 15	5
0,128235	76,941	20	-40	С		
0,009666667	5,8	10	40	Ŧ		
0,022333333	13,4	10	0	Ξ		10
0,01665	39,96	10	-40	С		
0,018941667	45,46	40	40	ъ		
0,031935	76,644	40	0	≤		4
	260,48	40	-40	С		
0,0161	19,32	20	40	т		
0,036716667	44,06	20	0	Ζ	12 13	ω
	117,48	20	-40	С		
0,014	8,4	10	40	Ŧ		
0,02925	17,55	10	0	Ζ		9
0,02225	53,4	10	-40	С		
0,022860833	54,866	40	40	П		
0,045416667	109	40	0	≤		2
0,14355	172,26	40	-40	С		
0,01959775	23,5173	20	40	ъ		
0,049621667	59,546	20	0	≤	10 11	1
0,2077	124,62	20	-40	С		
0,017833333	10,7	10	40	Ŧ		
0,04425	26,55	10	0	≤		00
0,049595	59,514	10	-40	С		
0,031	37,2	20	40	TI		
0,064108333	76,93	20	0	≤	8 9	7
	100	20	-40	С		
Dep Rate	Thickness	Time	Position*	Pos	Tilt	z





De forma más resumida, se incluye este gráfico que resume todas estas deposiciones:

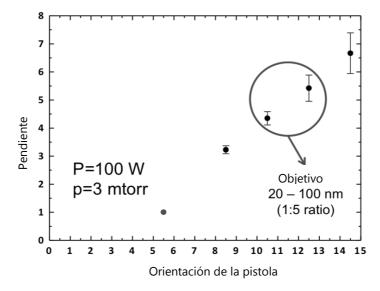


Figura 100 Resultados de la calibración de la cuña de cromo en función de la orientación del cañón para una potencia de 100W y presión de 3 mTorr. Se ha incluido el rango del objetivo deseado para las muestras del proyecto.

Por lo tanto, tras la deposición y la caracterización del espesor, se determinó, que lo más adecuado era optar por las orientaciones de 10-11 o 12-13. A continuación se han incluido las representaciones gráficas de las previsiones de espesores según los datos disponibles:

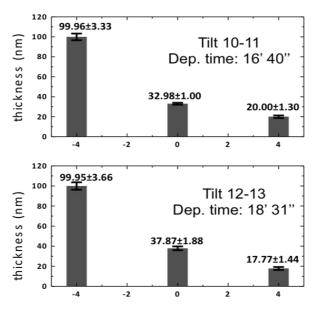


Figura 101 Estimación de los espesores en tres puntos de las muestras alargadas para dos orientaciones del cañón de cromo. También se han incluido los tiempos estimados de deposición para obtener el perfil de espesor más parecido al objetivo

Finalmente se escogió la opción de 12-13, por ser la opción que mejor recogía un crecimiento lineal a lo largo de la muestra.

# 4.1.4. Calibración de la capa de CrRu

La calibración del rutenio se realizó más tarde en el proyecto, pero se llevó a cabo análogamente a lo explicado.

Date	Objetive	Pressure (mtorr)	Power (W)	Pre- sputtering	Sample Position	Gun Position	Rotation	Time (min)	Thickness (nm)	Dep. Rate (nm/s)
01/08/14	Ru Calibration	3	15	2'	30	5_6	MAX	25'	17,51±1,3	0,0116± 0,0008
01/08/14	Ru Calibration	3	15	2'	30	5_6	MAX	40'	27,61±1,32	0,012± 0,0005

Tabla 5

# 4.1.4.1. Enfoque de la capa de CrRu

Mediante este enfoque se pretende introducir una capa de cromo puro y otra de cromo-rutenio ( $Cr_{1-x}Ru_x$ ). Esto quiere decir que por cada x átomos de Ru se tienen que depositar 1-x átomos de cromo. Existe un rango de valores de x para los cuales habrá crecimiento epitaxial.

Para conseguir variar la composición de Ru a lo largo de la muestra, se va a colocar el mismo espesor de Ru y un espesor de Cr variable. Con ello vamos a tener un extremo con mucho cromo y otro extremo con poco cromo, es decir, que donde el espesor de cromo es alto (bajo), la fracción x será baja (alta).

Para calcular la fracción x a partir de los ratios de espesores del cromo y del rutenio se sigue el siguiente planteamiento:

$$\frac{t_{Ru}}{t_{Cr}} = \frac{A \cdot t_{Ru}}{A \cdot t_{Cr}} = \frac{V_{Ru}}{V_{Cr}} = \frac{m_{Ru}}{m_{Cr}} \cdot \frac{\rho_{Cr}}{\rho_{Ru}}$$
Depositados sobre
$$\rho = m/V$$

$$\rho = m/V$$

Cabe señalar que  $m_{Ru}$ , la masa de Ru depositada, es equivalente al número de átomos depositados por la masa de un átomo de Ru:

$$m_{Ru} = x M_{Ru} \tag{4.4}$$

Por lo tanto:

$$\frac{t_{Ru}}{t_{Cr}} = \frac{x}{1-x} \cdot \frac{M_{Ru}}{M_{Cr}} \cdot \frac{\rho_{Cr}}{\rho_{Ru}} \tag{4.5}$$

Teniendo en cuenta los siguientes datos:

	Cr	Ru
$M_A(emu)$	51.9961	101.07
$ ho(g/cm^3)$	7.19	12.2
Velocidad de deposición (R)	0.625Å/s (100W)	0.198Å/s (25W)

Tabla 6

$$\frac{t_{Ru}}{t_{Cr}} = 1.15 \frac{x}{1-x} \; ; \; \frac{R_{Ru}}{R_{Cr}} \approx 1/3$$
 (4.6)

$$x = \frac{t_{Ru}/t_{Cr}}{1.15 + t_{Ru}/t_{Cr}} \tag{4.7}$$

Si se considera que el tiempo de deposición es  $\tau$ , entonces se puede calcular la velocidad de deposición:

$$\frac{R_{Ru}}{R_{Cr}} = \frac{t_{Ru}/\tau}{t_{Cr}/\tau} \tag{4.8}$$

Por lo tanto, se necesitan  $t_{Ru}/t_{Cr}$  bajos, veamos algunos ejemplos:

٠	Espesor de Cr		Espesor de Ru	>	(	
	Cerca	Lejos	_	Cerca	Lejos	_
	100	20	10	0.08	0.30	Región de interés
	100	20	5	0.042	0.179	
	100	20	2	0.017	0.08	
	100	20	1	0.009	0.041	
			Tahla 7			

Para obtener el rango de x que nos interesa, se pueden escoger dos estrategias:

- Por un lado, tratar de encontrar una velocidad de deposición baja para el Ru, bajando la potencia a 15W, por ejemplo. Con ello deberíamos obtener aproximadamente una velocidad de deposición de 0.1Å/s.
- Por otro lado, tratar de encontrar una tasa de deposición alta para el Cr, subiendo la potencia a 175 o 200W. Con ello se debería obtener aproximadamente una velocidad de deposición de 1.5-2Å/s.

Dado que no se ha tratado con potencias tan altas para el cromo, se decidió optar por bajar la potencia del rutenio a 15W.

#### 4.1.5. **Imprevistos**

Durante la realización del proyecto, en lo que se refiere a la fabricación, nos encontramos ante dos imprevistos.

Por un lado, las bombas turbomoleculares que generan el vacío en las dos cámaras de sputtering tuvieron que pasar su control de mantenimiento anual. Por ello, se rompió el vacío que se había obtenido y se tuvieron que comprobar que las velocidades de deposición del cobalto y la plata no habían cambiado.

Por otro lado, nada más empezar la fabricación hubo que cambiar el target de cobalto, dado que estaba gastado. Señalar también que dado el plan de uso que se tenía del cobalto, lo más recomendable fue sustituirlo cuanto antes. Por esto se tuvieron que comprobar las velocidades de deposición del cromo y de la plata, y volver a calibrar el target de cobalto.

# 4.2. Descripción de las muestras utilizadas en el estudio

Para el crecimiento epitaxial de las películas delgadas  $(10\overline{1}0)$  de cobalto, se ha seguido una receta determinada que optimiza las condiciones de crecimiento en el sistema de deposición catódica ATC series UHV. La secuencia de crecimiento del sistema ya se ha mostrado anteriormente, y ahora se muestra en la figura 102. Como substratos se han utilizado obleas de silicio con orientación (110), que tienen una simetría superficial y uniaxial. Antes de depositar, se eliminan los óxidos de cada oblea por medio de ácido fluorhídrico (HF).

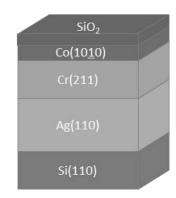
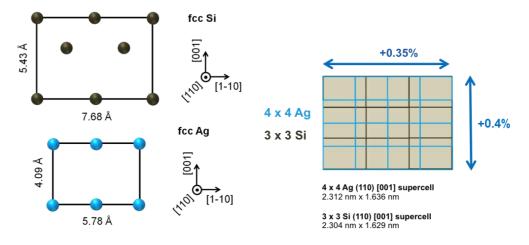


Figura 102 Secuencia de capas

# 4.2.1. Secuencia de capas y su estructura atómica

Encima de las obleas monocristalinas de Si(110), se depositan 75nm de Ag y una capa de Cr para facilitar el desead crecimiento epitaxial de la capa de Co. Tanto las capas de plata como la de cromo se fabrican por medio del sputtering por magnetrón en corriente continua, a una potencia de 40W y 100W, respectivamente. Tras estas capas se deposita el cobalto, con una potencia de 100W. Encima del cobalto se deposita el  $SiO_2$ , por medio del sputtering por magnetrón en corriente alterna, con el objetivo de prevenir la oxidación o deterioro del cobalto ante las condiciones ambientales. Todas las capas se fabrican a temperatura ambiente con una presión de 3 mTorr del gas argón y un flujo de argón de 20 centímetros cúbicos por minuto. Todos las tasas o velocidades de deposición se han determinado por medio de las medidas de reflectividad de rayos X. Para estas mediciones se han realizado muestras de prueba con una sola capa, para cada material.

Las relaciones epitaxiales entre las distintas capas se muestran en las figuras 103, 104 y 105, y se basan en los parámetros de red respectivos de cada material. El silicio tiene una estructura cúbica centrada en las caras (FCC) con una celda unidad de dos átomos y con una longitud de 0.543 nm, de manera que el plano cristalográfico (110) del Si resulta en una celda rectangular de dimensiones 0.768nm x 0.543 nm, tal y como se indica en la figura 102. Por otro lado, la plata también tiene una estructura cristalográfica cúbica centrada en las caras (FCC), pero con una longitud de 0.409 nm, lo que da lugar a que la orientación cristalográfica (110) de la plata tenga una celda unidad rectangular de dimensiones 0.578 nm x 0.409 nm. Por lo tanto, una supercelda 2x4 de Ag (110) [001] de dimensiones 1.156 nm x 1.636 nm coincide casi a la perfección con los 1.152 nm x 1.629 nm que mide la mitad de una supercelda 3x3 de Si (110) [001]. Entre ellas, la discordancia es solo del 0.4% en la dirección Si(110)[001]/Ag(110)[001], la dirección mientras que  $Si(110)[1\overline{10}]/Ag(110)[1\overline{10}]$  es del 0.35%. Por lo tanto, es viable obtener un buen crecimiento epitaxial para esta orientación particular de la plata.



### Si(110)[001]/Ag(110)[001]

Figura 103 llustraciones de las estructuras atómicas del silicio y la plata, con sus parámetros de red, orientaciones cristalográficas y la supercelda que forman al crecer epitaxialmente.

La siguiente capa de cromo tiene una estructura cristalografica cubica centrada en el cuerpo (BCC) y su orientación (211)[011] coincide bastante bien con la de la plata (110)[001], tal y como se puede ver en la figura 103. Se aprecia que solo existe una discordancia de -0.25% en la dirección Ag(110)[001]/Cr (211)[011], aunque se genera una discordancia bastante alta en la dirección Ag(110)[110]/Cr (211)[111], del -13.5%. Sin embargo, tal y como se comprobará posteriormente en las mediciones de difractometría por rayos X, esta discordancia no prohíbe tener una crecimiento epitaxial de la orientación (211) del Cr sobre la capa de Ag (110).

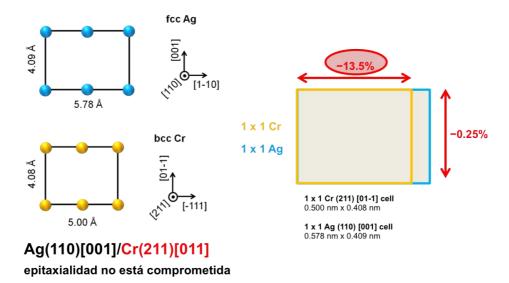


Figura 104 Ilustraciones de las estructuras atómicas de la plata y el cromo, con sus parámetros de red, orientaciones cristalográficas y la supercelda que forman al crecer epitaxialmente.

Por último, la superficie (211) del cromo aporta una plantilla perfecta para el crecimiento de la capa de cobalto con estructura cristalográfica hexagonal compacta (HCP). El cromo encaja muy bien con la orientación del plano ( $10\overline{1}0$ ), que alinea la dirección [0001] con la superficie (211) del cromo, causando una discordancia de solo el -0.5% en dicha dirección. En la dirección  $Cr(211)[\overline{1}11]/Co(10\overline{1}0)$ , la discordancia es solo del 0.4%. En esta orientación y cristalografía específica del cobalto, el eje c, que también es el eje fácil de magnetización, se encuentra en el plano de la muestra.

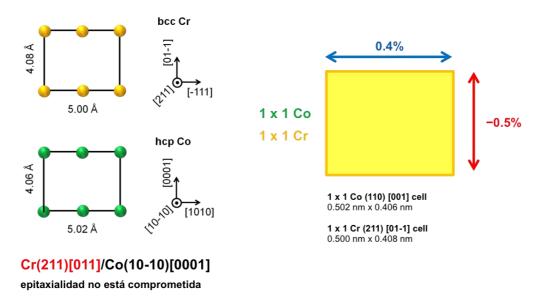


Figura 105 llustraciones de las estructuras atómicas del cromo y del cobalto, con sus parámetros de red, orientaciones cristalográficas y la supercelda que forman al crecer epitaxialmente.

Dado que las películas delgadas tienen una estructura casi relajada y tienen suficiente espesor, se espera que el eje c sea el eje fácil de magnetización.

Cabe señalar que el cobalto que se crece en esta secuencia de muestras muestra una anisotropía magneto-cristalina uniaxial, y el vector de magnetización se encuentra en el plano de la muestra.

#### 4.2.2. Tratamiento HF

Antes de realizar cualquier deposición de las muestras más importantes, se procede a realizar un tratamiento de ácido fluorhídrico (HF) sobre las obleas ya cortadas de Si(110). De esta manera se consigue que cualquier impureza, óxido o partícula que no sea silicio sea eliminada del substrato donde se va a depositar.

El ácido fluorhídrico posee ciertas propiedades químicas, físicas y toxicológicas que hacen que la manipulación de este material sea especialmente peligrosa, porque este tratamiento se lleva a cabo dentro de la sala "blanca" que hay en el centro nanoGUNE. La sala blanca proporciona una zona segura, aislada, limpia y con las medidas de seguridad adecuadas (tratamiento para quemaduras por HF).

Dado que para su utilización es necesario una formación previa por parte de un técnico, se consideró lo más adecuado que el alumno no tomara parte en este procedimiento.

En este trabajo se ha utilizado una solución de 2.5% de HF en agua, durante 5 minutos a temperatura ambiente. Tras ello el substrato es trasladado inmediatamente al sistema de sputtering UHV.

Para minimizar el tiempo entre el tratamiento de HF y la deposición de las capas, los substratos ya tratados se colocaban en el portamuestras dentro de la sala blanca, y mediante una doble ventana el alumno llevaba rápidamente el portamuestras a la cámara secundaria del sputtering. Una vez colocada la muestra y encendida la bomba de vacío, el silicio se encontraba preparado para la deposición y con altas garantías de obtener un crecimiento epitaxial.

#### 4.2.3. Proceso de corte de las obleas de Si

Para la realización de las muestras individuales, las obleas de silicio (110) se cortaban en piezas de 6x6 mm, ya que era el tamaño adecuado para depositar y medir por rayos X sin problemas. Estos cortes se realizaban con una máquina de corte por sierra automatizada.

Las muestras alargadas, sin embargo, no se podían cortan en cualquier dirección.

Según el fabricante de las obleas de silicio, el plano de la oblea era el plano (110) y la dirección del lado principal era el [111], tal y como se ve en la figura 106. El lado principal hace referencia a un plano cortado por el fabricante para que se puedan hallar otras direcciones en el material.

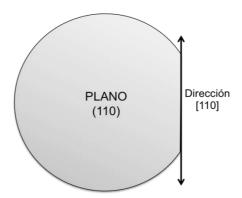


Figura 106 Ilustración de las obleas de silicio utilizadas en la deposición. Caben señalar el plano de la muestra y la dirección del lado plano principal

En nuestra secuencia epitaxial,  $Si(110)/Ag(110)/Cr(211)/Co(10\overline{1}0)$ , el eje c del cobalto crece paralelamente a la orientación [001] del silicio. Por consiguiente, debemos localizar el eje cristalográfico fácil del cobalto, que es paralelo al eje c, en la oblea de silicio.

Se puede apreciar que la definición del signo en los índices de Miller es relativamente ambigua cuando se representan las orientaciones cristalográficas en las obleas de silicio:

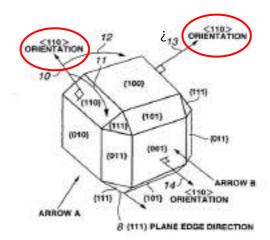


Figura 107 Representación que ilustra la ambigüedad de las orientaciones de los planos cristalográficos y sus signos

Y además, como se ve en la figura 107, el vector [110] no está contenido en el plano (110), lo cual no concuerda con los datos proporcionados por el fabricante.

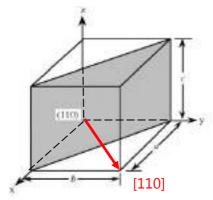


Figura 108 Representación del plano de la oblea y de la dirección del lado plano principal sobre las coordenadas de una celda unitaria

Sin embargo, consideramos que vamos a trabajar con la figura (109), donde se ha representado un plano equivalente al (110), en el cual el vector [110] sí que está contenido y es perpendicular a la dirección [001], que es el eje que buscamos:

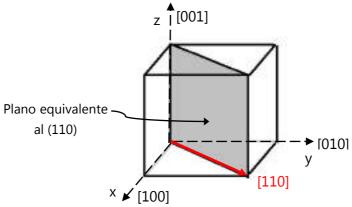


Figura 109 Representación de un plano equivalente al plano de la oblea, donde la dirección del lado plano principal está contenida en dicho plano

En el GME el campo magnético va a estar aplicado en la dirección perpendicular a la muestra alargada, pero no queremos que el eje c del cobalto esté situado perpendicularmente al campo, sino que forme un ángulo  $\beta$  adecuado: 75° y 45°.

Si trasladamos este planteamiento a la figura de la oblea de silicio (figura 110), se contemplan dos cortes:

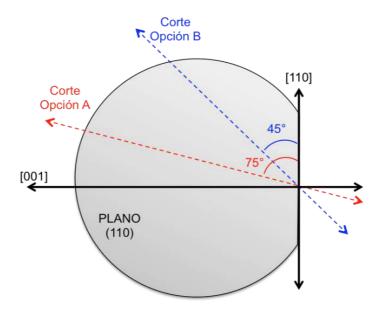


Figura 110 Planos de corte a realizas sobre la oblea de silicio para obtener las orientaciones deseadas en la medición en GME

Por lo tanto con dos obleas y haciendo uso de la máquina de corte automatizada por sierra, se fabricaron las muestras alargadas ya mencionadas.

# 4.2.3.1. Imprevistos

Al cortar una de las obleas, el ángulo de corte no fue el correcto y se tuvieron que cortar otra vez las muestras y volver a depositarlas.

# 4.3. Utilización del sistema de rayos X

Para realizar las distintas de rayos X que se han descrito en apartados anteriores, hay que seguir el siguiente procedimiento:

- En primer lugar, se conecta el software del fabricante con la máquina, que detecta que el portamuestras está conectado.
- Tras verificar que está conectado, hay que cambiar los valores por defecto de la alimentación eléctrica, pasando de 40 a 45 kV y de 20 a 40 mA.
- Posteriormente hay que indicarle al software los diferentes componentes ópticos que se han colocado en las ópticas incidente y refractada, así como que el detector que está siendo utilizado. Estos datos son los que aparecen en la tabla 2.
- Entonces se elimina cualquier dato de calibraciones previas y se retira el disco de silicio amorfo que sirve de base para la colocación de la muestra.
- El primer dato que se calibra es el offset entre la haz incidente y el detector, realizando un escáner 2θ, normalmente de rango angular 1°. El pico de intensidad resultante debería aparecer en torno a cero. La diferencia entre la posición angular del pico y los 0° es el offset que se introduce en el software para saber la posición real en la que el máximo de haces salientes llegan al detector.
- Una vez realizados los pasos anteriores, se debe introducir el disco de silicio amorfo y comprobar el alineamiento del eje Z, de manera que al mover el goniómetro en el escáner de reflectividad, nos aseguremos de que el área incidente coincida con el área de la muestra. Para ello se mide la intensidad cuando tanto la fuente como el detector están horizontales, es decir, con  $\omega=\theta=0^{\circ}$ . La intensidad que llega al detector tiene que ser aproximadamente la mitad de la intensidad máxima. Si esto no es así, se modifica manualmente la altura del portamuestras, parando la irradiación de rayos X cada vez que se abren las puertas de la máquina.
- Tras el alineamiento del eje Z, se debe introducir otro offset debido a la curvatura de la muestra. Por tanto, se ha de introducir la muestra encima del disco de silicio amorfo. Entonces se realiza un escáner  $\omega$ , de rango angular 1°, tras situar  $\omega$  en 0.3°, y 2 $\theta$  en 0.6°. El pico de intensidad resultante debería estar cerca de 0.3°. La diferencia entre la posición angular del pico y los 0.3° es el offset que se introduce en el software.

- Por último, hay que comprobar que el eje Z sigue alineado tras esta última calibración, así que hay que repetir la calibración del eje Z y la calibración de la curvatura de la muestra tantas veces como sea necesario hasta que se obtengan los resultados esperados.

Cabe señalar que en el caso de análisis de cristalinidad, es necesario utilizar un "receiving slit" para la óptica del detector, ya que de otra manera, al detector llegaría demasiada intensidad y podría dañar las celdas fotosensibles.

# 4.4. Motor lineal GME

Para la medición de las muestras alargadas en el GME, se procedió a la colocación, instalación y configuración de un motor lineal comercial, de la compañía ThorLabs, modelo LTS150. Este motor permitía el movimiento relativo de la muestra alargada con respecto a los imanes permanentes, de manera que se pueden realizar las medidas de toda la muestra de una sola tirada. Esto se consiguió modificando el programa de Labview ya existente.





Figura 111 Ilustración de la configuración GME tras la instalación del motor lineal que permite el movimiento relativo de la pieza respecto al campo magnético aplicado



Figura 112 Fotografía del motor lineal ThorLabs utilizado

# 4.5. Herramientas y software utilizado

- Microsoft Office 2010: Word, Excel, PowerPoint
- Origin Lab: Origin Pro. Para la realización, análisis y ajuste de gráficas.
- PANalytical: XRD software: Paquetes Reflectivity y Epitaxy. Para el control del sistema de rayos X y posterior análisis de las mediciones)
- LabView: Para el control sistema sputtering, adquisición de datos GME y control del motor lineal.

# 5. Resultados

En este apartado se muestran y se analizan las medidas realizadas durante el proyecto. Se trata de medidas realizas mediante las técnicas experimentales explicadas anteriormente. Tal y como se ha aclarado previamente, durante el proyecto ocurrieron varios imprevistos que dificultaron la fabricación y caracterización de las muestras, por lo que se produjeron varias muestras no satisfactorias para el proyecto. Aquí se incluyen las muestras representativas del trabajo realizado.

Cabe señalar que debido a la gran cantidad de muestras<sup>d</sup> fabricadas y datos medidos, se ha considerado no incluir en esta memoria todas las gráficas y datos. Dichos datos se van a incluir en un compact-disc externo (CD) que viene acompañado junto con esta memoria escrita.

<sup>-</sup>

<sup>&</sup>lt;sup>d</sup> La notación de las muestras que se escogió en el proyecto fue: ISXX-Y. IS se refiere a "Iñigo Sample" y XX el número de muestra. En varias muestras también se añade otro número Y, que representa una de las muestras individuales que se han cortado de la muestra alargada completa.

# 5.1. Caracterización estructural

En primer lugar, es importante incluir los resultados de las calibraciones llevadas a cabo con objeto de determinar a tasa de deposición para los diferentes materiales utilizados. Para cada material se realizaron varias deposiciones de diferente duración, para asegurarnos de obtener resultados fiables y con poca variabilidad.

# 5.1.1. Calibraciones

Para las calibraciones, se realiza la medición de reflectividad por rayos X (XRR),y se tienen en cuenta los flecos que se distinguen con claridad. Se mide la distancia entre cada fleco y también la distancia entre el primero y el último, de donde se obtiene la distancia media entre flecos. En el cálculo de la distancia media también se tiene en cuenta la transformada rápida de Fourier, en cuyo máximo hallamos dicho valor.

Con la distancia media y las distancias de cada fleco se calcula el espesor estimado de la muestra, tal y como se ha explicado previamente.

# 5.1.1.1. Ag

La calibración de la plata se lleva a cabo con una potencia de 40W, que corresponde aproximadamente con una tensión de 388V y corriente de 103mA. La atmósfera de argón se encuentra a 3 mTorr. Se realiza un pre-sputtering de 60 segundos. El cañón está orientado de manera que se deposita uniformemente sobre el portamuestras, que gira continuamente a velocidad constante.

# 5.1.1.1.1. Ag 5min

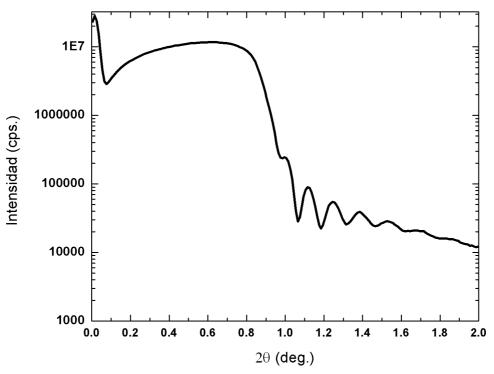


Figura 113 Medida de reflectividad de la plata con un tiempo de deposición de 5 minutos.

El ángulo crítico se encuentra en  $\approx 0.8^{\circ}$ . Se pueden distinguir con claridad 4 flecos.

Espesor	$(t_i-\bar{t})^2$
$t_1 = 58.215  nm$	$e_1 = 18.276$
$t_2 = 56.194  nm$	$e_2 = 5.081$
$t_3 = 50.547 \ nm$	$e_3 = 17.512$
$t_4 = 51.959  nm$	$e_4 = 3.924$
$\bar{t} = 53.94  nm$	$\delta = 3.11  nm$

Velocidad de deposición	$R = 0.1798 \pm 0.0104  nm/s$
velocidad de deposición	

# 5.1.1.1.2. Ag 7.5min

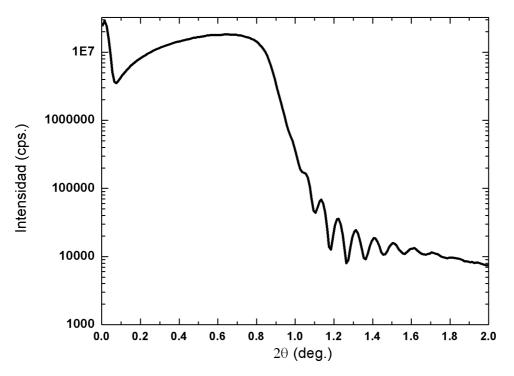


Figura 114 Medida de reflectividad de la plata con un tiempo de deposición de 7.5 minutos El ángulo crítico se encuentra en  $\approx 0.8^{\circ}$ . Se pueden distinguir con claridad 5 flecos.

Espesor	$(t_i-\bar{t})^2$
$t_1 = 79.120 \ nm$	$e_1 = 6.45$
$t_2 = 77.033  nm$	$e_2 = 0.205$
$t_3 = 77.362  nm$	$e_3 = 0.611$
$t_4 = 73.152  nm$	$e_4 = 11.751$
$t_5 = 75.170 \ nm$	$e_5 = 1.98$
$\bar{t}=76.58nm$	$\delta = 2.05 nm$

Velocidad de deposición	$R = 0.1702 \pm 0.0046  nm/s$
velocidad de deposición	$K = 0.1702 \pm 0.0010 \text{ till } / 3$

# 5.1.1.1.3. Ag 10min

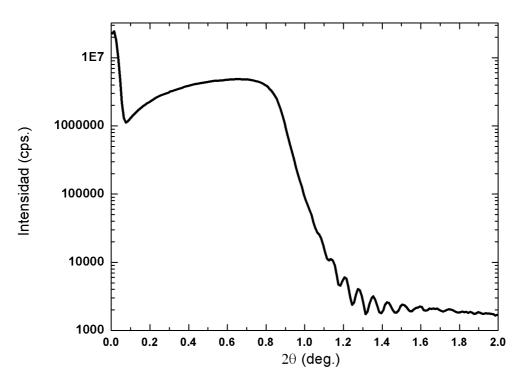


Figura 115 Medida de reflectividad de la plata con un tiempo de deposición de 10 minutos El ángulo crítico se encuentra en  $\approx 0.85^\circ$ . Se pueden distinguir con claridad 6 flecos.

Espesor	$(t_i-\bar{t})^2$
$t_1 = 109.73 \ nm$	$e_1 = 88.73$
$t_2 = 111.72 \ nm$	$e_2 = 130.188$
$t_3 = 99.35  nm$	$e_3 = 0.92$
$t_4 = 91.268  nm$	$e_4 = 81.72$
$t_5 = 94.788  nm$	$e_5 = 30.47$
$t_6 = 97.004  nm$	$e_6 = 10.95$
$\bar{t} = 100.308  nm$	$\delta = 7.56  nm$

Velocidad de deposición	$R = 0.1671 \pm 0.0126  nm/s$
-------------------------	-------------------------------

#### 5.1.1.4. Comparación Ag

Con las velocidades de deposición anteriores se calcula la velocidad de deposición media, realizando un ajuste lineal, fijando una intersección con el origen. La pendiente aproximada con estos puntos es la velocidad de deposición media.

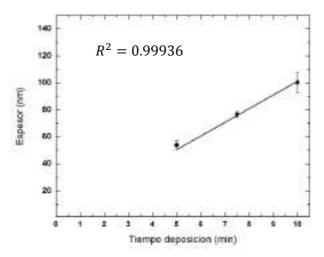


Figura 116 Ajuste lineal de los espesores de la plata en función del tiempo de deposición

Velocidad de deposición media	R = 0.17236  nm/s

Por lo tanto, para obtener los 75 nm de Ag que se necesitan en nuestras muestras, serán necesarios 438 segundos de deposición, es decir, 7 minutos y 18 segundos.

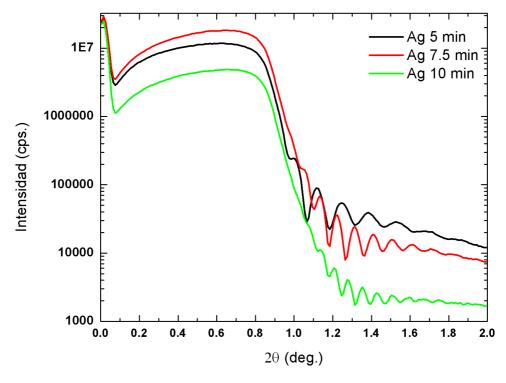


Figura 117 Comparación de las medidas de reflectividad de la plata para diferentes tiempos de deposición

### 5.1.1.2. Cr

La calibración del cromo se lleva a cabo con una potencia de 100W, que corresponde aproximadamente con una tensión de 388V y corriente de 257mA. La atmósfera de argón se encuentra a 3 mTorr. Se realiza un pre-sputtering de 120 segundos. El cañón está orientado de manera que se deposita uniformemente sobre el portamuestras, que gira continuamente a velocidad constante.

#### 5.1.1.2.1. Cr 8min

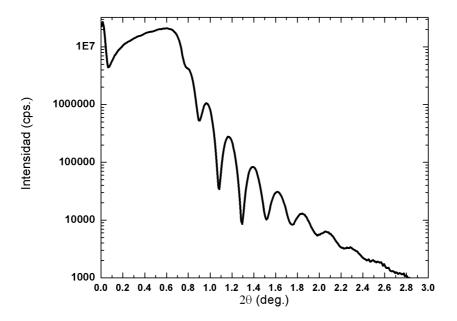


Figura 118 Medida de reflectividad del cromo con un tiempo de deposición de 8 minutos.

El ángulo crítico se encuentra en  $\approx 0.7^{\circ}$ . Se pueden distinguir con claridad 6 flecos.

Espesor	$(t_i - \bar{t})^2$
$t_1 = 37.448  nm$	$e_1 = 3.6618$
$t_2 = 35.398  nm$	$e_2 = 0.0186$
$t_3 = 35.666  nm$	$e_3 = 0.0173$
$t_4 = 33.964  nm$	$e_4 = 2.466$
$t_5 = 36.069  nm$	$e_5 = 0.2858$
$t_6 = 34.846  nm$	$e_6 = 0.4739$
$\overline{t} = 35.5344 \ nm$	$\delta = 1.0742  nm$

Velocidad de deposición	$R = 0.0740 \pm 0.0022  nm/s$
-------------------------	-------------------------------

## 5.1.1.2.2. Cr 10min

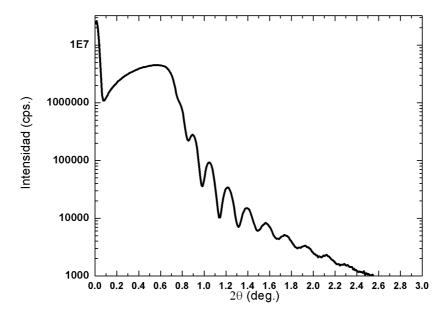


Figura 119 Medida de reflectividad del cromo con un tiempo de deposición de 10 minutos.

El ángulo crítico se encuentra en  $\approx 0.7^{\circ}$ . Se pueden distinguir con claridad 6 flecos.

Espesor	$(t_i - \bar{t})^2$
$t_1 = 50.184  nm$	$e_1 = 19.749$
$t_2 = 46.097 \ nm$	$e_2 = 0.1275$
$t_3 = 43.616  nm$	$e_3 = 4.511$
$t_4 = 44.732 \ nm$	$e_4 = 1.016$
$t_5 = 42.221  nm$	$e_5 = 12.383$
$t_6 = 48.603  nm$	$e_6 = 8.196$
$\bar{t} = 45.74  nm$	$\delta = 2.768 nm$

Velocidad de deposición	$R = 0.07623 \pm 0.0046  nm/s$
-------------------------	--------------------------------

# 5.1.1.2.3. Cr 12min

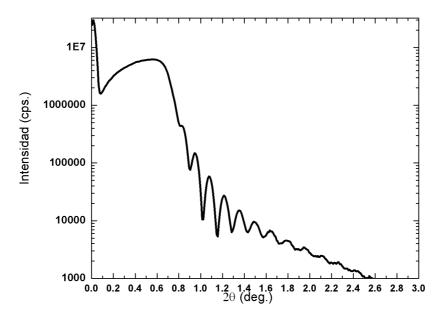


Figura 120 Medida de reflectividad del cromo con un tiempo de deposición de 12 minutos.

El ángulo crítico se encuentra en  $\approx 0.65^{\circ}$ . Se pueden distinguir con claridad 6 flecos.

Espesor	$(t_i - \bar{t})^2$
$t_1 = 59.215 \ nm$	$e_1 = 9.755$
$t_2 = 53.877 \ nm$	$e_2 = 4.904$
$t_3 = 58.682 \ nm$	$e_3 = 6.710$
$t_4 = 52.831  nm$	$e_4 = 10.632$
$t_5 = 57.231  nm$	$e_5 = 1.298$
$t_6 = 54.805  nm$	$e_6 = 1.655$
$\bar{t} = 56.0916  nm$	$\delta = 2.4136  nm$

Velocidad de deposición	$R = 0.077905 \pm 0.0033  nm/s$
-------------------------	---------------------------------

### 5.1.1.2.4. Comparación Cr

Con las velocidades de deposición anteriores se calcula la velocidad de deposición media, realizando un ajuste lineal, fijando una intersección con el origen.

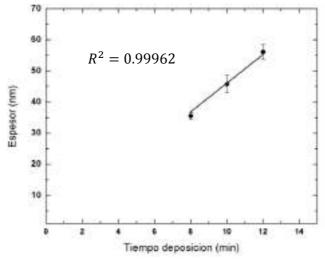


Figura 121 Ajuste lineal de los espesores del cromo en función del tiempo de deposición La pendiente aproximada con estos puntos es la velocidad de deposición media.

Velocidad de deposición media  $R = 0.07603 \ nm/s$ 

Este dato se utiliza para calcular los tiempos de deposición de las diferentes muestras que se han llevado a cabo. Se plantea realizar 4 muestras multicapa con espesores de cromo de 150, 50, 20 y 10 nm:

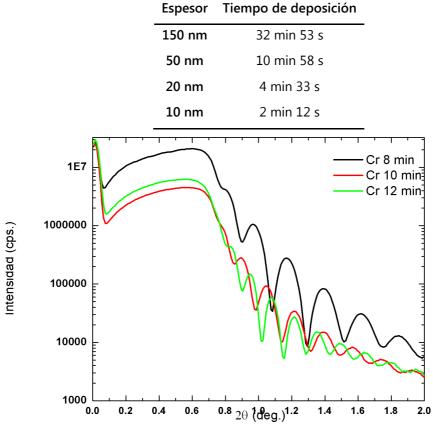


Figura 122 Comparación de las medidas de reflectividad de la plata para diferentes tiempos de deposición

### 5.1.1.3. Co

La calibración del cobalto se lleva a cabo con una potencia de 100W, que corresponde aproximadamente con una tensión de 290V y corriente 350mA. La atmósfera de argón se encuentra a 3 mTorr. Se realiza un pre-sputtering de 120 segundos. El cañón está orientado de manera que se deposita uniformemente sobre el portamuestras, que gira continuamente a velocidad constante.

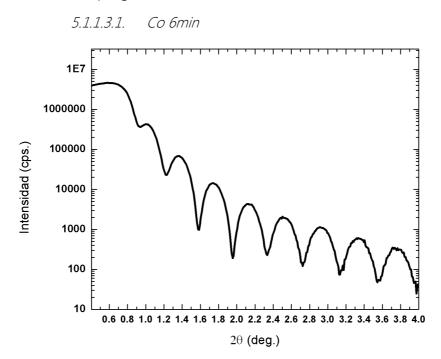


Figura 123 Medida de reflectividad del cobalto con un tiempo de deposición de 6 minutos.

El ángulo crítico se encuentra en  $\approx 0.75^{\circ}$ . Se pueden distinguir con claridad 6 flecos.

Espesor	$(t_i - \bar{t})^2$
$t_1 = 21.853  nm$	$e_1 = 0.1176$
$t_2 = 22.097 nm$	$e_2 = 0.3446$
$t_3 = 21.830  nm$	$e_3 = 0.1024$
$t_4 = 21.850  nm$	$e_4 = 0.1156$
$t_5 = 20.721  nm$	$e_5 = 0.6225$
$t_6 = 21.01  nm$	$e_6 = 0.2500$
$\bar{t} = 21.51  nm$	$\delta = 0.5087 nm$

Velocidad de deposición	$R = 0.05975 \pm 0.001413  nm/s$
-------------------------	----------------------------------

## 5.1.1.3.2. Co 8min

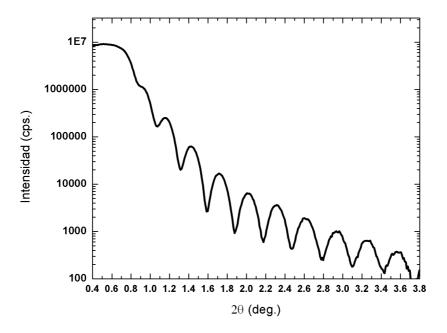


Figura 124 Medida de reflectividad del cobalto con un tiempo de deposición de 8 minutos.

El ángulo crítico se encuentra en  $\approx 0.7^{\circ}$ . Se pueden distinguir con claridad 7 flecos.

Espesor	$(t_i-\bar{t})^2$
$t_1 = 28.94  nm$	$e_1 = 0.3481$
$t_2 = 30.46  nm$	$e_2 = 4.4521$
$t_3 = 28.18  nm$	$e_3 = 0.0289$
$t_4 = 27.82 \ nm$	$e_4 = 0.2809$
$t_5 = 28.69  nm$	$e_5 = 0.1156$
$t_6 = 27.02  nm$	$e_6 = 1.7689$
$t_7 = 27.47 \ nm$	$e_7 = 0.7744$
$\bar{t}=28.35 nm$	$\delta = 1.0535  nm$

## 5.1.1.3.3. Co 10min

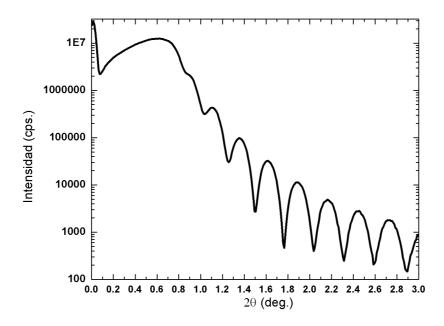


Figura 125 Medida de reflectividad del cobalto con un tiempo de deposición de 10 minutos.

El ángulo crítico se encuentra en  $\approx 0.7^{\circ}$ . Se pueden distinguir con claridad 7 flecos.

Espesor	$(t_i-\bar{t})^2$
$t_1 = 33.051  nm$	$e_1 = 3.236$
$t_2 = 35.914  nm$	$e_2 = 1.1321$
$t_3 = 35.864  nm$	$e_3 = 1.0282$
$t_4 = 35.562  nm$	$e_4 = 0.5069$
$t_5 = 34.989  nm$	$e_5 = 0.01932$
$t_6 = 36.467  nm$	$e_6 = 2.6147$
$t_7 = 31.624  nm$	$e_7 = 10.407$
$\bar{t} = 34.848  nm$	$\delta = 1.6451  n \mathrm{m}$

Velocidad de deposición	$R = 0.05808 \pm 0.00274  nm/s$
-------------------------	---------------------------------

### 5.1.1.3.4. Co 15min

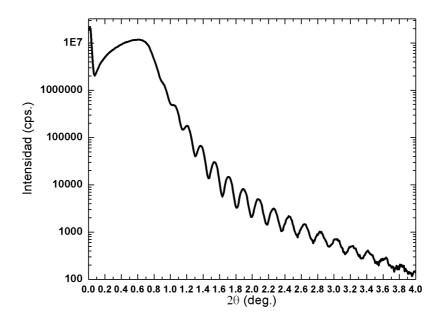


Figura 126 Medida de reflectividad del cobalto con un tiempo de deposición de 15 minutos.

El ángulo crítico se encuentra en  $\approx 0.7^{\circ}$ . Se pueden distinguir con claridad 11 flecos.

Espesor	$(t_i-\bar{t})^2$
$t_1 = 55.71  nm$	$e_1 = 9.3636$
$t_2 = 54.55 \ nm$	$e_2 = 3.610$
$t_3 = 55.13 \ nm$	$e_3 = 6.1504$
$t_4 = 52.96 \ nm$	$e_4 = 0.0961$
$t_5 = 49.26  nm$	$e_5 = 11.4921$
$t_6 = 54.85 \ nm$	$e_6 = 4.840$
$t_7 = 51.97 \ nm$	$e_7 = 0.4624$
$t_8 = 50.02 \ nm$	$e_8 = 6.9169$
$t_9 = 51.22 \ nm$	$e_9 = 2.0449$
$t_{10} = 50.35  nm$	$e_{10} = 5.29$
$t_{11} = 51.98  nm$	$e_{11} = 0.4489$
$\bar{t} = 52.65  nm$	$\delta = 2.1478  nm$

Velocidad de deposición	$R = 0.05850 \pm 0.002386  nm/s$

## 5.1.1.3.5. Co 20min

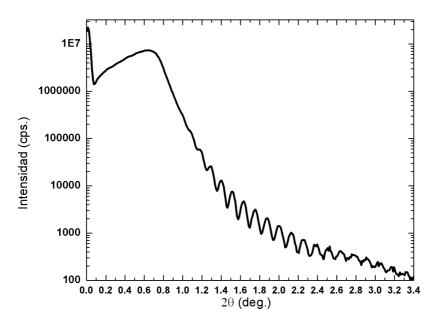


Figura 127 Medida de reflectividad del cobalto con un tiempo de deposición de 20 minutos.

El ángulo crítico se encuentra en  $\approx 0.7^{\circ}$ . Se pueden distinguir con claridad 9 flecos.

Espesor	$(t_i-\bar{t})^2$
$t_1 = 68.60  nm$	$e_1 = 0.2043$
$t_2 = 70.217nm$	$e_2 = 1.3572$
$t_3 = 67.122  nm$	$e_3 = 3.7249$
$t_4 = 68.150  nm$	$e_4 = 0.8136$
$t_5 = 69.55  nm$	$e_5 = 0.248$
$t_6 = 68.239  nm$	$e_6 = 0.6609$
$t_7 = 60.553  nm$	$e_7 = 72.233$
$t_8 = 70.092  nm$	$e_8 = 1.0816$
$t_9 = 65.204  nm$	$e_9 = 14.8071$
$\bar{t} = 69.052 \ nm$	$\delta = 3.2511  nm$

Velocidad de deposición	$R = 0.05754 \pm 0.00271  nm/s$
-------------------------	---------------------------------

### 5.1.1.3.6. Comparación Co

Con las velocidades de deposición anteriores se calcula la velocidad de deposición media, realizando un ajuste lineal, fijando una intersección con el origen.

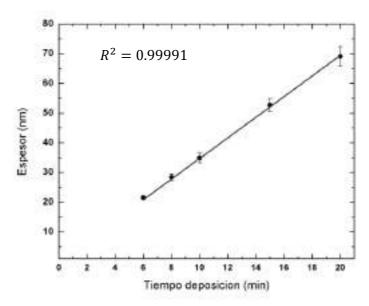


Figura 128 Ajuste lineal de los espesores del cobalto en función del tiempo de deposición

La pendiente aproximada con estos puntos es la velocidad de deposición media.

Velocidad de deposición media  $R = 0.07603 \, nm/s$ 

#### 5.1.1.4. Ru

La calibración del rutenio se lleva a cabo con una potencia de 15W, que corresponde aproximadamente con una tensión de 285V y corriente 52mA. La atmósfera de argón se encuentra a 3 mTorr. Se realiza un pre-sputtering de 120 segundos. El cañón está orientado de manera que se deposita uniformemente sobre el portamuestras, que gira continuamente a velocidad constante.

#### 5.1.1.4.1. Ru 25min

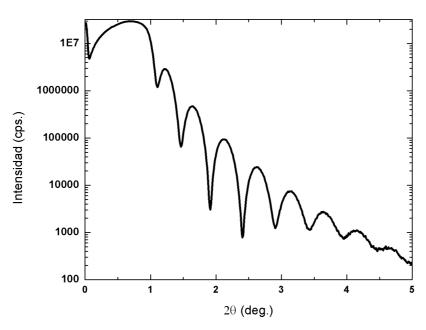


Figura 129 Medida de reflectividad del rutenio con un tiempo de deposición de 25 minutos.

El ángulo crítico se encuentra en  $\approx 1^{\circ}$ . Se pueden distinguir con claridad 5 flecos.

Espesor	$(t_i - \bar{t})^2$
$t_1 = 20.13  nm$	$e_1 = 6.8644$
$t_2 = 17.72nm$	$e_2 = 0.0441$
$t_3 = 16.98  nm$	$e_3 = 0.2809$
$t_4 = 16.99  nm$	$e_4 = 0.2704$
$t_5 = 16.36  nm$	$e_5 = 1.3225$
$\overline{t} = 17.51  nm$	$\delta = 1.3253  nm$

Velocidad de deposición	$R = 0.01167 \pm 0.00088  nm/s$
-------------------------	---------------------------------

# 5.1.1.4.2. Ru 40min

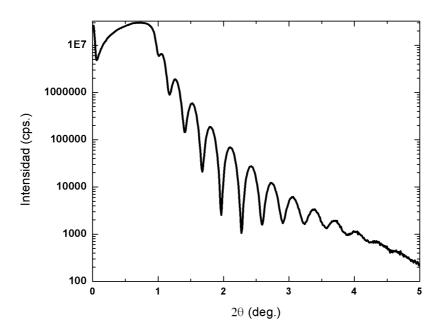


Figura 130 Medida de reflectividad del rutenio con un tiempo de deposición de 40 minutos.

El ángulo crítico se encuentra en  $\approx 0.8^{\circ}$ . Se pueden distinguir con claridad 6 flecos.

Espesor	$(t_i - \bar{t})^2$
$t_1 = 30.04  nm$	$e_1 = 5.9049$
$t_2 = 28.73nm$	$e_2 = 1.2544$
$t_3 = 27.41  nm$	$e_3 = 0.04$
$t_4 = 26.44nm$	$e_4 = 1.3689$
$t_5 = 26.65  nm$	$e_5 = 0.9216$
$t_6 = 26.70 \ nm$	$e_6 = 0.8281$
$\overline{t} = 27.61  nm$	$\delta = 1.5426  nm$

Velocidad de deposición	$R = 0.011504 \pm 0.00064  nm/s$
velocidad de deposición	$K = 0.011304 \pm 0.00004 \text{ mit/s}$

### 5.1.1.4.3. Comparación Ru

Con las velocidades de deposición anteriores se calcula la velocidad de deposición media, realizando un ajuste lineal, fijando una intersección con el origen. La pendiente aproximada con estos puntos es la velocidad de deposición media.

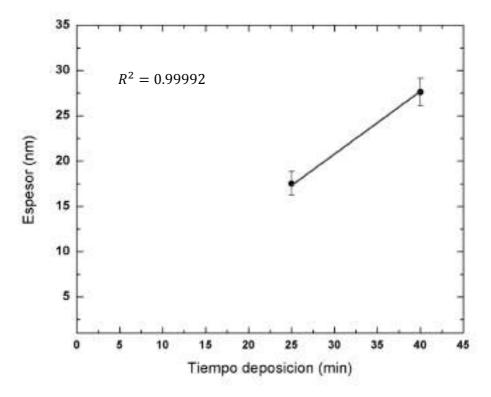


Figura 131 Ajuste lineal de los espesores del rutenio en función del tiempo de deposición

Velocidad de deposición	R = 0.011504nm/s

#### 5.1.1.5. SiO2

La calibración del dióxido de silicio se lleva a cabo con una potencia de 200W, y se realiza por sputtering con corriente alterna sobre un substrato de óxido de aluminio (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). La atmósfera de argón se encuentra a 3 mTorr. Se realiza un presputtering de 120 segundos. El cañón está orientado de manera que se deposita uniformemente sobre el portamuestras, que gira continuamente a velocidad constante.



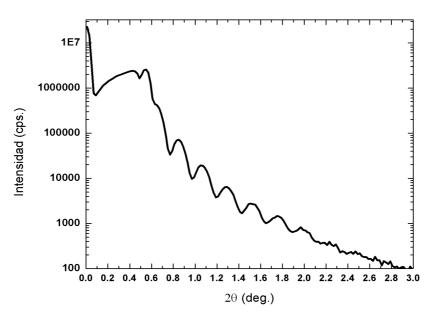


Figura 132 Medida de reflectividad del óxido de silicio con un tiempo de deposición de 20 minutos.

El ángulo crítico se encuentra en  $\approx 0.5^{\circ}$ . Se pueden distinguir con claridad 5 flecos.

Espesor	$(t_i-\bar{t})^2$
$t_1 = 35.87 \ nm$	$e_1 = 0.0784$
$t_2 = 36.76  nm$	$e_2 = 0.3721$
$t_3 = 36.08  nm$	$e_3 = 0.0049$
$t_4 = 35.78  nm$	$e_4 = 0.1369$
$t_5 = 37.97  nm$	$e_5 = 3.3124$
$\bar{t} = 36.15 nm$	$\delta = 0.8837nm$

Velocidad de deposición	$R = 0.030125 \pm 0.00073  nm/s$
-------------------------	----------------------------------

## 5.1.1.6. Cuña Cr

La calibración de la cuña de cromo ya se ha mencionado y explicado en el apartado de "Metodología", de manera que se considera que no es necesario incluir de nuevo los resultados obtenidos. Sólo se incluye la siguiente gráfica, que refleja el espesor esperado para la inclinación del cañón de cromo.

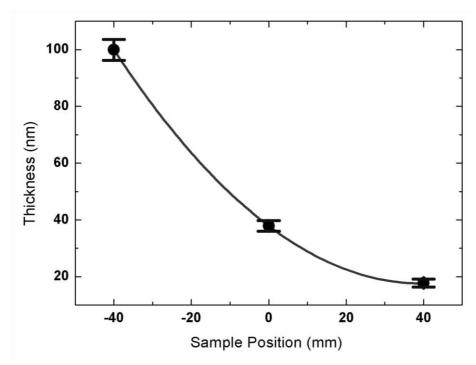


Figura 133 Representación del espesor de cromo según la posición en la muestra.

## 5.1.2. Muestras epitaxiales

5.1.2.1. ISO2-03-04-05

Antes de realizar las muestras alargadas, que son las más relevantes en el estudio de las propiedades magnéticas y magneto-ópticas, se fabricaron muestras individuales con diferente espesor de la capa de cromo.

En este ámbito se planteó fabricar esta secuencia de capas:

HF Si(110)/Ag(110) 75 nm/Cr(211) x nm/Co(10-10) 20 nm /SiO<sub>2</sub> 10nm

Siendo x el espesor de la capa de cromo. Con objeto de ser capaces de ver el comportamiento de la tensión en dicha capa se establecieron 4 espesores a estudiar: 150, 50, 20 y 10 nm.

Por medio de la difractometría de rayos X, se realiza el escáner  $\theta/2\theta$ , y se mide la cristalinidad de las muestras:

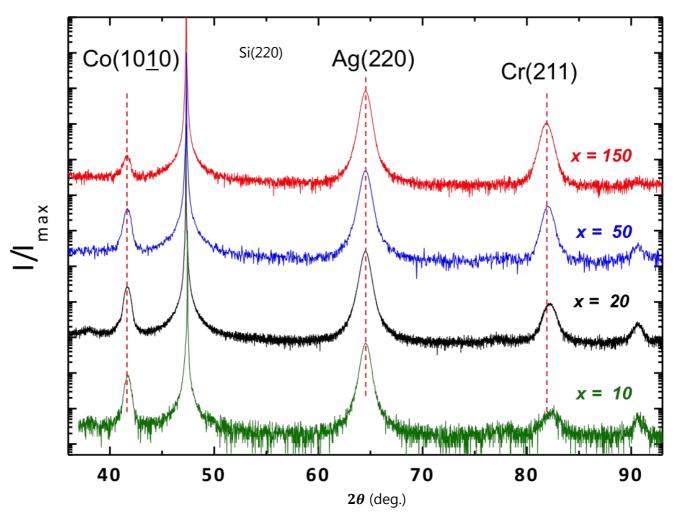


Figura 134 Medidas de difractometría de rayos X para cuatro muestras individuales con diferentes espesores de cromo, fabricadas en deposiciones separadas.

Por medio de la base de datos PDF-4+, se sabe que los picos de ciertas estructuras cristalinas deben encontrarse en unos ángulos determinados. Aquellos que nos interesan se incluyen en la siguiente tabla:

Elemento	h	k	l	<b>d</b> (Å)	$2\theta  (\mathrm{d} e g.)$
Ag	2	2	0	2.014280	64.458
Co	1	0	0	2.17110	41.562
Co	2	0	0	1.08560	90.399
Cr	2	1	1	1.17740	81.724
Si	2	2	0	1.92020	47.301

Tabla 8 Ángulos de difracción para los materiales utilizados en las muestras

Analizando la figura 134, podemos comentar ciertos aspectos:

El pico que corresponde con la base de silicio permanece inmóvil en las cuatro muestras, en el valor de 47.3°. Encontrar un movimiento en la posición de este pico significaría que la medición de rayos X no ha sido realizada correctamente, ya sea por los componentes ópticos utilizados como por la calibración del sistema de rayos X. Otra opción, muy poco probable, es que la oblea de silicio no presentara esa cristalinidad, pero el fabricante garantiza que esto no sea posible.

La posición angular del pico de la plata también tiene el mismo valor en todas las muestras (64.46°). Esto indica un muy buen crecimiento epitaxial de la capa de plata sobre el substrato de silicio y una muy buena cristalinidad de la plata.

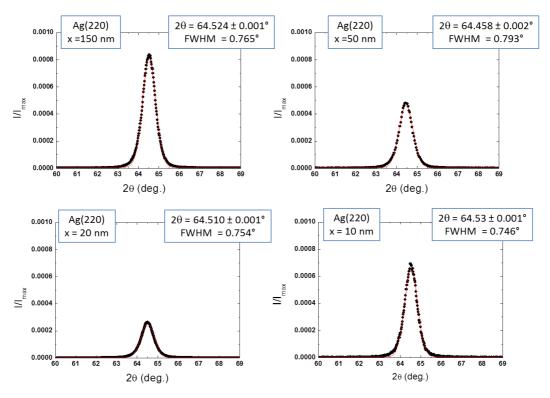


Figura 135 Ilustración detallada de los picos de plata para diferentes espesores de cromo. Los datos se encuentran normalizados por el valor de la intensidad máxima del silicio.

A partir de los datos de la medida se realiza un ajuste de la curva del pico, asimilándola a una función gaussiana, de donde se pueden obtener con precisión la posición del máximo del pico y su anchura a la mitad de la intensidad máxima (FWHM). En una curva gaussiana centrada en el origen, la función se puede expresar como:

$$f(x) = A \exp\left(-\frac{x^2}{b^2}\right) \tag{5.1}$$

siendo A y b constantes que representan la intensidad máxima y desviación de la curva respectivamente. Para determinar la anchura del pico a la mitad de la intensidad máxima

$$\exp\left(-\frac{x^2}{h^2}\right) = \frac{1}{2} \Longrightarrow x^2 = b^2 \ln(2) \tag{5.2}$$

$$FWHM = 2x = 2b\sqrt{\ln(2)} \tag{5.3}$$

Utilizando la ley de Scherrer, se puede estimar el tamaño de los granos de la plata en la dirección z. Para una muestra de 75 nm de espesor, se obtienen tamaños de grano de aproximadamente 18 nm:

2θ (deg.)	B (deg)	Tamaño Grano en z (nm)
64,524	0,765	18,4355
64,458	0,793	17,8028
64,51	0,754	18,7085
64,53	0,746	18,9033

A continuación se ha incluido una gráfica que resume las posiciones de los picos de la plata. Se puede apreciar que la posición de los picos permanece inalterada en las cuatro muestras. (la escala de la posición está en centésimas de grado centígrado).

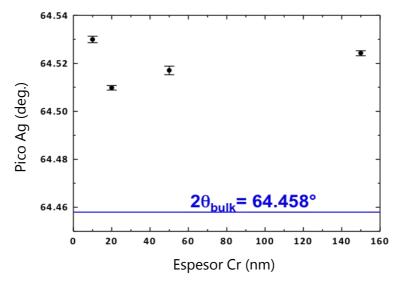


Figura 136 Posición angular de los picos de la plata en función del espesor de la capa de cromo

En cuanto a la capa de cromo, se puede apreciar en la figura 137, que a medida que se aumenta el espesor de dicha capa, la posición del pico de cobalto tiene a su valor relajado (bulk), lo cual concuerda con la hipótesis inicial de la relajación de las tensiones y la propagación de las dislocaciones a medida que se aumenta el espesor de la capa.

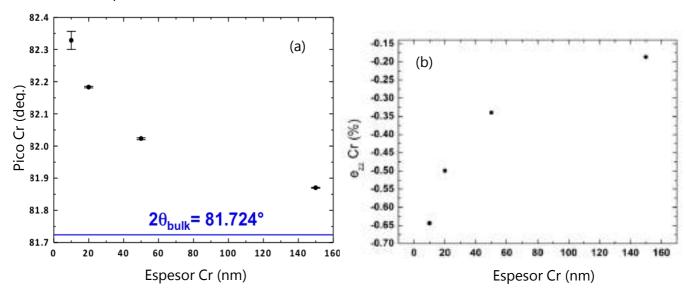


Figura 137 (a) Posición angular de los picos del cromo en función del espesor de la propia capa de cromo. (b) Deformación en el eje z dela capa de cromo, según el espesor de dicha capa.

Sin embargo, si atendemos al pico de cobalto, vemos que la posición del pico no varía apenas en las cuatro muestras. Nótese otra vez la escala de la figura 138, que está en las centésimas de grado.

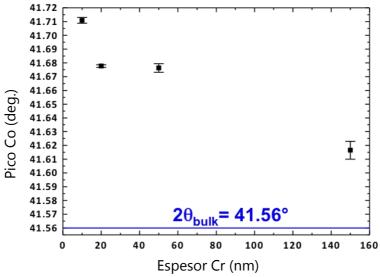


Figura 138 Posición angular de los picos del cobalto en función del espesor de la capa de cromo

Lo que se hubiera esperado de las hipótesis iniciales era que el estado tensional del cromo, que sí que se da, afectara al cobalto de la misma manera, pero según las medidas realizadas parece ser que no ocurre así. Tal y como se verá más adelante en las medidas del RSM (mapeado del espacio recíproco), parece que la

ilustración inicial de las redes atómicas estirándose y comprimiéndose no es del todo completa, por lo que la modulación del estado tensional del cobalto que ocurre no es visible en esta medida.

Se puede comprobar que estado de deformación de la capa de cromo varía hacia el valor relajado. En el caso de la muestra de 10 nm de espesor, la deformación máxima que se obtiene es del 0.65%

Por lo tanto, de momento no se ha conseguido variar el estado tensional de la capa de cobalto, pero vemos que en la figura 134, aparece un pico en torno a los 90.5° que corresponde con otra orientación del cobalto, concretamente con la (200). La aparición de esta orientación cristalográfica representa una gran calidad de la muestra, puesto que para que se produzcan interferencias constructivas es necesario un alto ordenamiento de la capa. También es importante resaltar que la intensidad de este pico se va reduciendo a medida que se aumenta el espesor de la capa, por lo que podemos afirmar que en el caso de altos espesores domina la orientación (100).

En la figura (139) se incluye la deformación en el eje z de la capa de cobalto, que se define como:

$$e_{zz} Co (\%) = \frac{a - a_{bulk}}{a_{bulk}} x 100$$
 (5.4)

 $a_{bulk}$  es un dato del propio material, y a se obtiene a partir de la posición del pico de cada muestra, utilizando la ley de Bragg y las propiedades de la estructura hexagonal compacta:

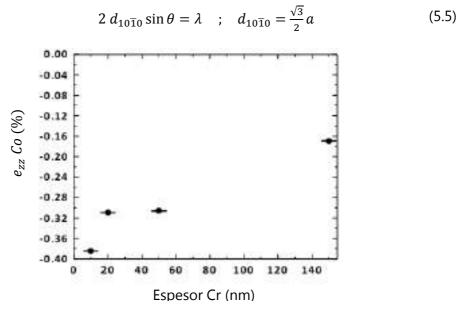


Figura 139 Deformación en el eje z de la capa de cobalto en función del espesor de la capa de cromo

Vemos que en estas muestras individuales no ha sido posible lograr exceder una deformación del 1.5% en el cobalto, llegando sólo al 0.4%.

## 5.1.2.2. IS08: Close y Far

En este apartado de muestras epitaxiales también se incluye una muestra representativa, la ISO8:

HF Si(110)/Ag(110) 75 nm/Cuña Cr(211) 20 a 100 nm/Co(10-10) 20 nm /SiO<sub>2</sub> 10 nm

Tras calibrar la inclinación de los cañones para conseguir la cuña de cromo deseada, se planteó realizar la fabricación de dos muestras multicapa. El objetivo de esta muestra era comprobar si se podía obtener un crecimiento epitaxial con dicho método. Estas dos muestras se colocarían en los extremos del portamuestras, separadas entre sí 8 cm, de manera que una muestra se encontrara más cerca (close) o más lejos (far) del cañón. Tras varios imprevistos con el sistema de sputtering y la forma de fijar correctamente dichas muestras, se pudo llevar a cabo la deposición.

En la figura 140 se incluye el escáner de cristalinidad de las dos muestras. La posición de los picos corresponde a las mismas orientaciones cristalográficas de los materiales que se han mencionado en el apartado previo.

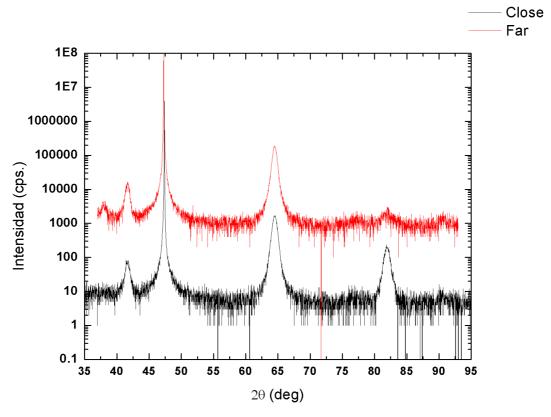


Figura 140 Medidas de difractometría de rayos X para dos muestras individuales con diferentes espesores de cromo, fabricadas al mismo tiempo en posiciones del portamuestras diferentes.

Lo primero que llama la atención entre las dos medidas es la diferencia en intensidad del pico de cobalto. Esta intensidad es directamente proporcional al espesor de la capa de cobalto, por lo que podemos afirmar que el método de inclinar el cañón para obtener diferentes espesores funciona satisfactoriamente en este caso.

Tal y como se comprobará en las mediciones de espacio recíproco, este hecho no se cumple siempre.

Los picos de silicio (220), plata (220), y cobalto (10-10) permanecen en la misma posición. Sin embargo, hay que señalar que la plata no crece correctamente en toda su estructura, puesto que se aprecia un pequeño pico en torno a los 38°, que corresponde con la orientación cristalográfica de la plata (111).

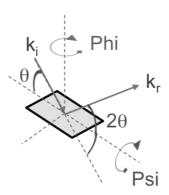


Figura 141 Ilustración de los ángulos en la medición de rayos X

Debido a este hecho se planteó realizar numerosas medidas con objeto de encontrar la orientación adecuada de los ángulos phi  $(\varphi)$  y psi  $(\psi)$  (se incluye la figura (141) ya mostrada anteriormente). En dichas posiciones de los ángulos phi y psi se realizaron las medidas de cristalografía para la plata, el cromo y el cobalto, en el caso de la posición cercana y la lejana en el portamuestras.

Lo que se hace en el escáner  $\varphi$  es fijar el detector y la fuente en ángulos característicos de cada material y girar el portamuestras, variando únicamente el ángulo  $\varphi$  360°.

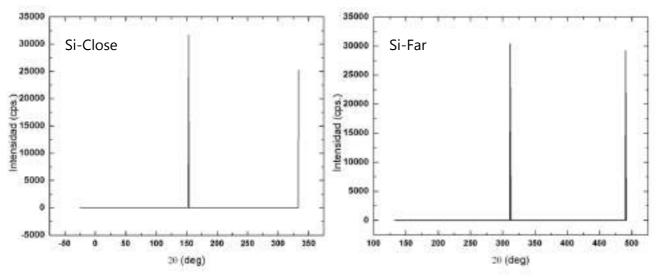


Figura 142 Resultado del escáner  $\varphi$  para el silicio en la muestra cercana y en la lejana.

Para el silicio vemos que, tanto en la muestra cercana como en la lejana al cañón, los picos de máxima intensidad aparecen en las posiciones:

Si	4	p
Close	153.31°	333.31°
Far	311.41°	490.41°

Dado que en el crecimiento epitaxial las capas superiores crecen en la misma orientación que el substrato, el resto de los materiales deberían mostrar sus picos de máxima intensidad en las mismas posiciones.

Para la plata vemos que, tanto en la muestra cercana como en la lejana al cañón, los picos de máxima intensidad aparecen exactamente en las mismas posiciones que en el caso del silicio:

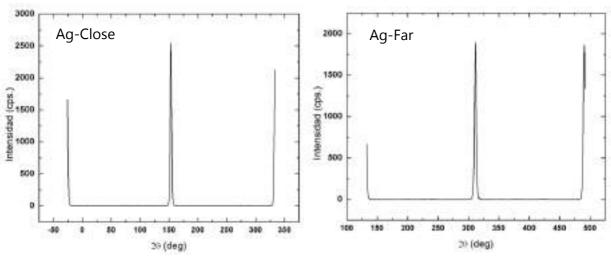


Figura 143 Resultado del escáner  $\varphi$  para la plata en la muestra cercana y en la lejana.

Ag	$oldsymbol{arphi}$		
Close	153.31°	333.31°	
Far	311.41°	490.41°	

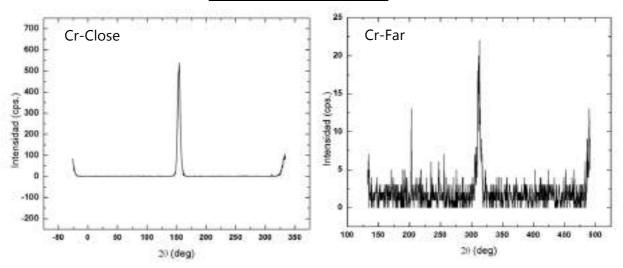


Figura 144 Resultado del escáner  $\varphi$  para el cromo en la muestra cercana y en la lejana.

En el caso el cromo, vemos en la figura 144 que existe una diferencia notable en la intensidad máxima de las muestras. Este hecho era esperable, dado que la intensidad es directamente proporcional al espesor de la capa de cromo. Atendiendo a las posiciones de los picos del cromo, se aprecian ligeros cambios, pero no muy significativos, con lo que no se puede extraer ninguna conclusión firme de esta medición, sólo las posiciones de los picos:

Cr	$\boldsymbol{\varphi}$		
Close	154.31°	332.81°	
Far	312.91°	489.91°	

Atendiendo al cobalto si vemos ciertas diferencias entre las intensidades máximas de las dos muestras, pero no son muy reseñables:

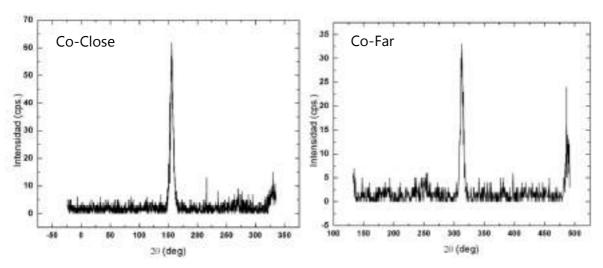


Figura 145 Resultado del escáner  $\varphi$  para el cobalto en la muestra cercana y en la lejana.

Со	$\varphi$		
Close	155.38°	330.36°	
Far	312.91°	485.91°	

Una vez encontradas las posiciones adecuadas del ángulo  $\varphi$  para todos los materiales, se realizaron los escáneres  $\theta/2\theta$ . Dado que la orientación  $\varphi$  se ha modificado, los ángulos  $2\theta$  no coinciden con los habituales. No obstante, estas medidas dan constancia de las diferencias entre las muestras con mucho cromo y con poco cromo.

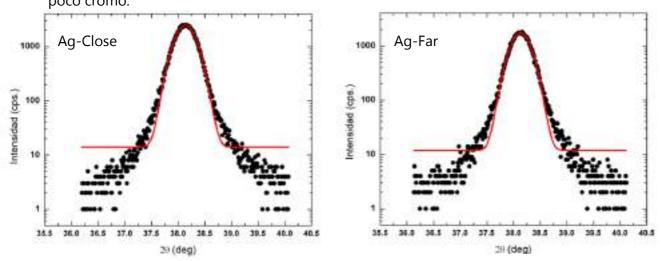


Figura 146 Gráficas del escáner  $\theta/2\theta$  de la plata, en las muestras cercana y lejana.

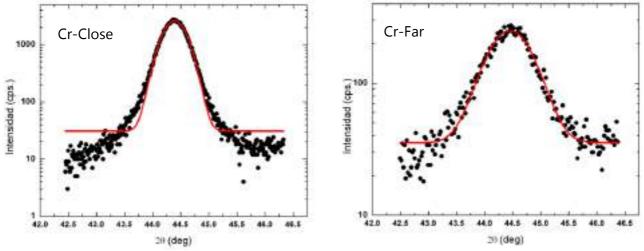


Figura 147 Gráficas del escáner  $\theta/2\theta$  del cromo, en las muestras cercana y lejana.

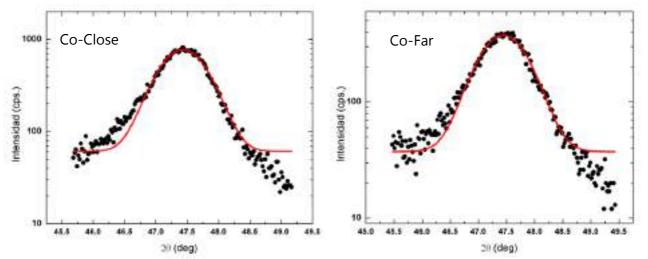


Figura 148 Gráficas del escáner  $\theta/2\theta$  del cobalto, en las muestras cercana y lejana.

A continuación se incluye la tabla resumen de estas gráficas:

	Ag	Cr	Со
Close	38.136°	44.388°	47.428°
Far	38.130°	44.451°	47.444°

Los picos de la plata y cobalto no varían mientras que el pico del cromo sí que sufre la variación esperada.

## 5.1.3. Muestras alargadas

En este apartado se van a tratar las muestras de 8 cm de largo, también llamadas muestras alargadas. Por un lado, se encuentran las muestras alargadas con la cuña de cromo variable (IS09 y IS13) y por otro lado están las muestras con la capa de cromo rutenio variable (IS10).

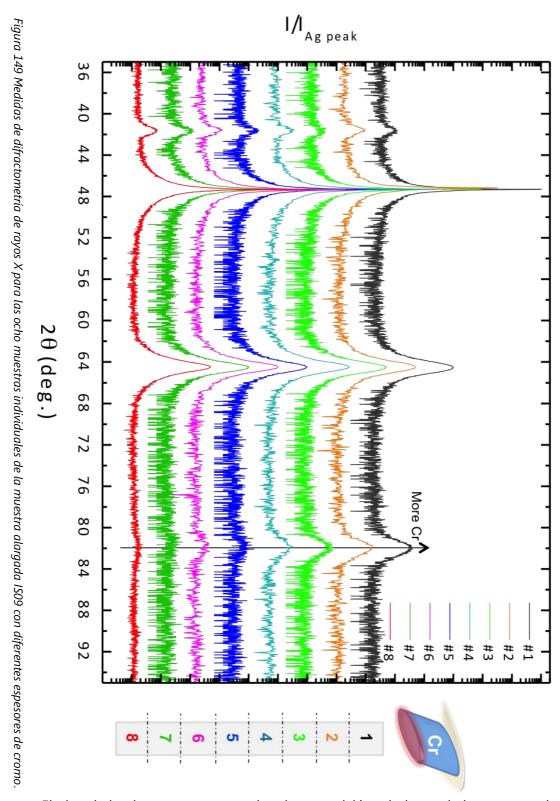
En primer lugar, se tratan las muestras con la capa de cromo de espesor variable.

Esta muestra es una de las más relevantes en este proyecto, dado que es la muestra de la que se han realizado más mediciones, tanto de caracterización estructural como de caracterización magnética. La diferencia entre esta muestra (ISO9) y la IS13 es el ángulo que forma el eje fácil de magnetización del cobalto con la dirección longitudinal de la muestra. En el caso de la ISO9 son 45° y en el caso de la IS13 son 75°.

HF Si(110)  $\beta$ =45°/Ag(110) 75nm/Cuña Cr(211) 13 a 100nm /Co(10-10) 20nm /SiO<sub>2</sub> 10nm

Lo primero que se hizo fue cortar la muestra alargada en 8 muestras, para poder realizar la medición de rayos X. Por cada muestra individual se realizó un análisis de difractometría por rayos X, que se muestra en la figura 149. Tal y como se aprecia en la ilustración del lateral derecho de la figura, el cañón del sputtering deposita más cantidad de cromo en la parte 1 que en la parte 8.

Los picos que aparecen en las mediciones corresponden a los materiales que ya se han mencionado. De manera fiable, podemos afirmar que el silicio se encuentra en la posición esperada, tal y como se ha visto en todas las muestras hasta ahora incluidas. Por ello, no se ha realizado un análisis exhaustivo de la subcapa de silicio.



El pico de la plata permanece en la misma posición a lo largo de la muestra y la forma del pico no sufre cambios importantes, tal y como se ilustra en las siguientes figuras (150):



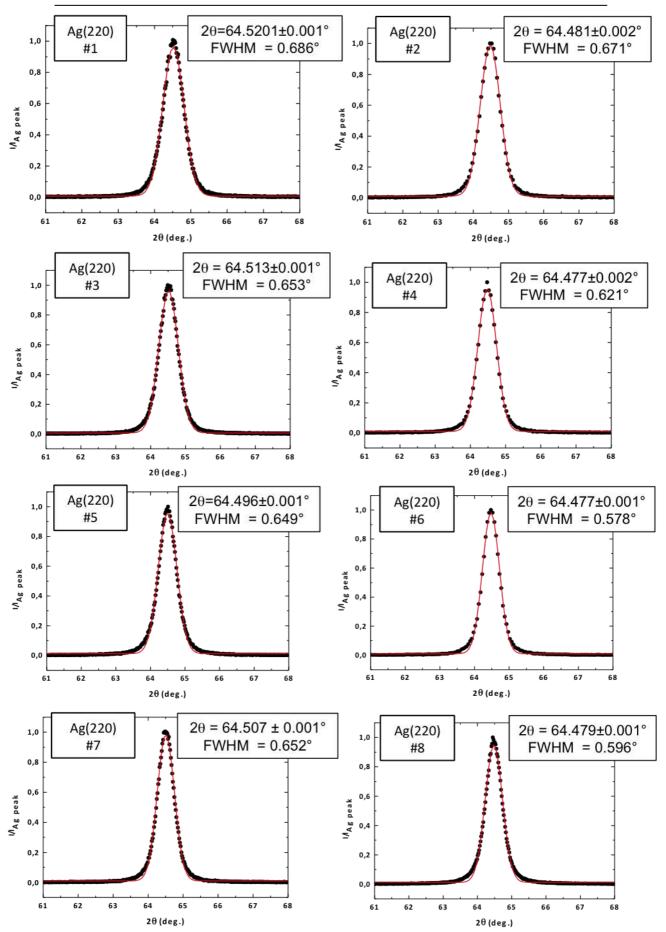


Figura 150 Representación detallada de los picos de la plata en la muestra alargada. Se ha incluido el ángulo para la intensidad máxima y la anchura del pico a la mitad de su intensidad máxima.

El pico de plata ha sido ajustado a una función gaussiana, de donde se ha obtenido la posición del máximo de intensidad, y la anchura a la mitad de la intensidad máxima (FWHM). Como se ve, la desviación del ángulo  $2\theta$  es mínima, por lo que el ajuste de la curva es muy bueno. Analizando los datos incluidos en la figura 150, se aprecia que el tanto la posición  $2\theta$  como el FWHM apenas varían a lo largo de la muestra. A continuación se resumen dichos datos:

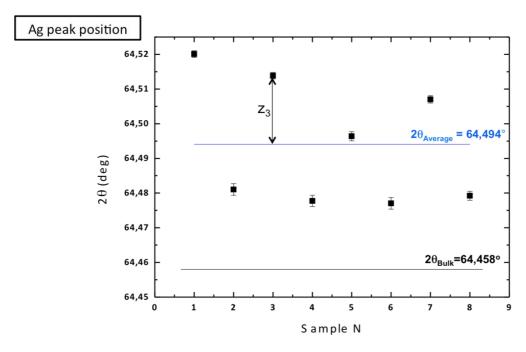


Figura 151 Posición de los picos de la plata en función de la zona de la muestra alargada.

En esta figura llama la atención el hecho de que existe una diferencia palpable entre ciertas muestras, ya que parece que la mitad se encuentra en torno a  $64.48^{\circ}$  y la otra mitad por encima de dicho valor. Esto se debe a que la medición de estas muestras se llevó a cabo de manera saltada, es decir, que primero se midieron las muestras 1,3,5,7 y posteriormente las muestras 2,4,6,8. Estas dos mediciones difieren en dos variables de medición. Por un lado está la variable del tiempo de integración del detector, que tarda más o menos tiempo en detectar los rayos X difractados y realizar un integral que calcula la media de la intensidad. Y por otro lado está el intervalo de medición, que indica cada cuántos grados se mide la intensidad. (se puede apreciar en la figura 150 que las mediciones 2,4,6 y 8 tienen menos puntos que las 1,3,5, y 7. Por ello, lo que se decidió fue calcular la posición  $2\theta$  media entre todas las medidas, y calcular la diferencia de ángulos entre cada muestra y dicha media, que se denominó como variable z.

En cuanto al cromo, se aprecia en la figura inicial 149 que a medida que aumenta la cantidad o espesor de cromo a lo largo de la longitud, mayor es el máximo de intensidad del pico. A continuación se incluyen, en detalle, los picos del cromo:

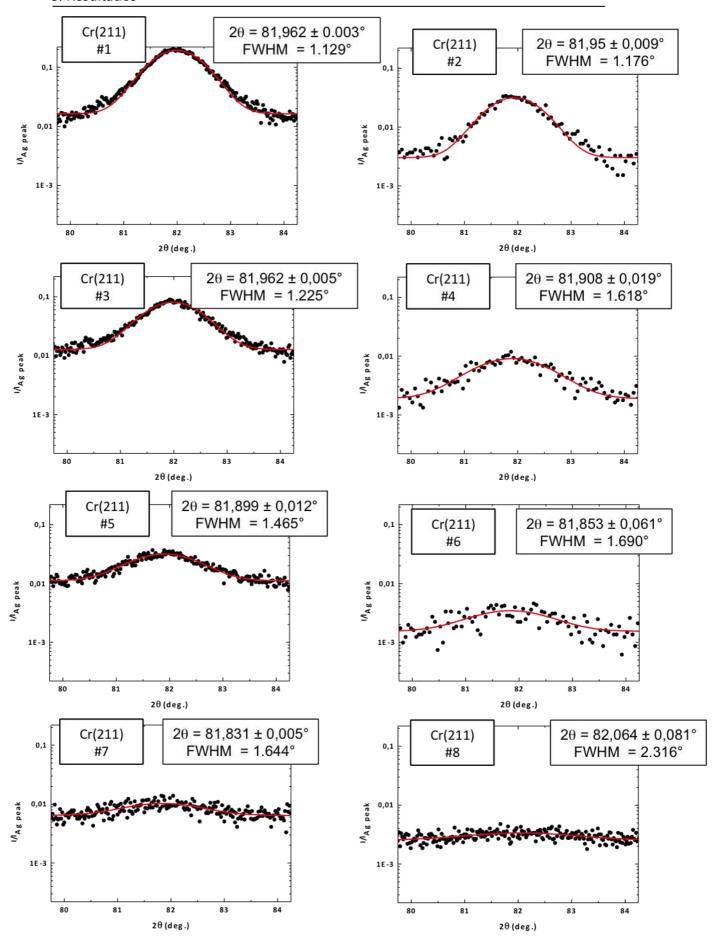


Figura 152 Representación detallada de los picos del cromo en la muestra alargada. Se ha incluido el ángulo para la intensidad máxima y la anchura del pico a la mitad de su intensidad máxima.

De la misma manera que la plata, el pico de cromo ha sido ajustado a una función gaussiana, Analizando los datos incluidos en la figura 152, se aprecia que el tanto la posición  $2\theta$  como el FWHM varían considerablemente a medida que se modifica el espesor de la capa de cromo. La posición  $2\theta$  de la muestra 8 no es representativa del comportamiento general de la muestra, dado que al existir unos pocos nanómetros de cromo ( $\sim 13 nm$ ), la medición del pico de cromo es muy complicada. El ruido de la medición XRD no facilita la caracterización de esta muestra, por lo que se considera que no es representativa. Para evitar la posible influencia de las variables de la medición, como se ha visto en la plata, se ha restado la variable z antes calculada (puntos azules) a la medición original (puntos negros). A continuación se resumen dichos datos:

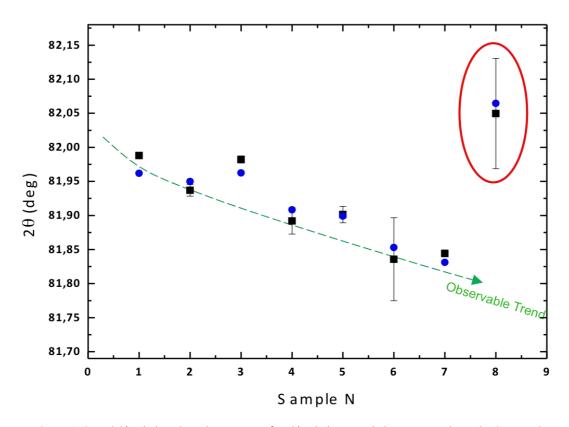


Figura 153 Posición de los picos de cromo en función de la zona de la muestra alargada. Se aprecia una tendencia de las muestras hacia su valor relajado. Se ha restado la variable z a los datos, con objeto de eliminar el efecto de la plata. También se ha señalado con un círculo rojo el valor en la octava muestra, que no es representativo del comportamiento general de la muestra.

Por último cabe estudiar el pico de cobalto. Se aprecia en la figura inicial 149 que aunque aumente la cantidad o espesor de cromo a lo largo de la longitud, la posición e intensidad del pico de cobalto se mantiene constante. A continuación se incluyen, en detalle, los picos del cobalto:

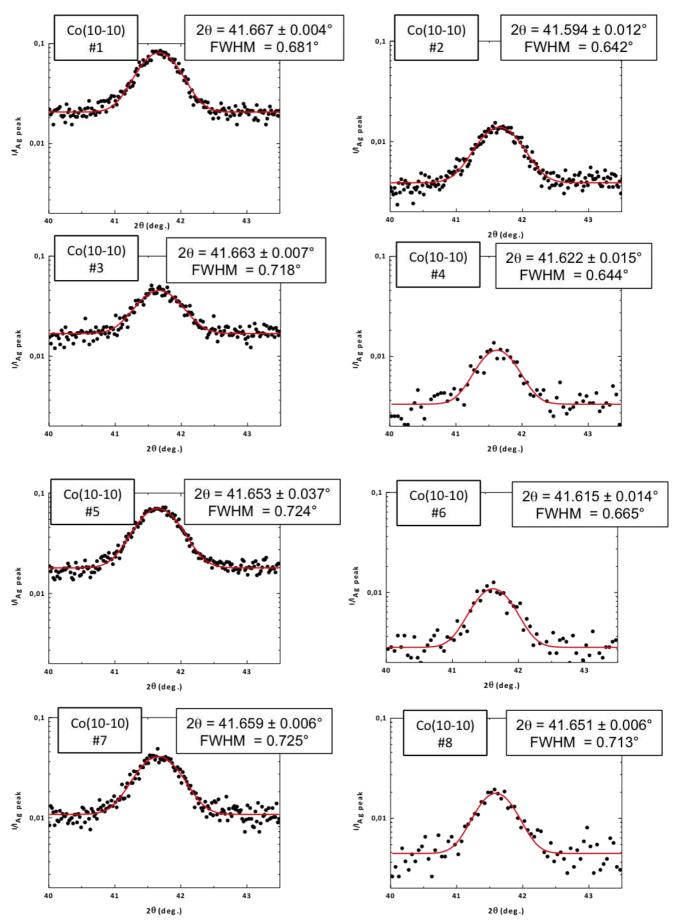


Figura 154 Representación detallada de los picos del cobalto en la muestra alargada. Se ha incluido el ángulo para la intensidad máxima y la anchura del pico a la mitad de su intensidad máxima.

De la misma manera que la plata, el pico de cobalto ha sido ajustado a una función gaussiana, Analizando los datos incluidos en la figura 154, se aprecia que el tanto la posición  $2\theta$  como el FWHM apenas varían a lo largo de la muestra. Este hecho no era esperable en el caso del cobalto, ya que una variación del espesor del cromo debería afectar en el cobalto. De la misma manera que con el cromo, en la medición inicial del cobalto se ha restado la variable z obtenida de la medición del pico de la plata, y dicho resultado se ha representado de azul. A continuación se resumen dichos datos:

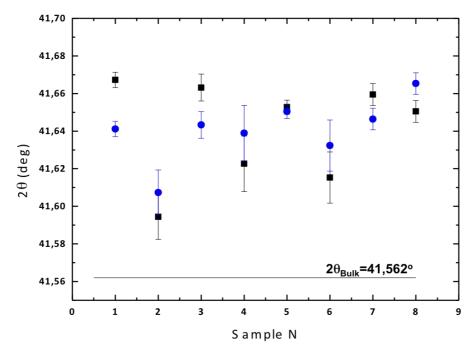


Figura 155 Posición de los picos del cobalto en función de la zona de la muestra alargada. Se ha restado la variable z para aislar el resultado de los efectos de la plata.

Como se puede comprobar, no existe un patrón claro sobre la posición del pico de cobalto. Por ello se las mediciones del espacio recíproco, que se analizan en apartados posteriores.

#### 5.1.3.2. IS13

Esta muestra es idéntica a la ISO9, y sólo varía en la orientación del eje fácil de magnetización, por lo que en principio la caracterización estructural no se ve afectada por este hecho.

HF Si(110)/Ag(110) 75 nm/Cuña de Cr(211) 13 a 100 m/Co(10-10) 20 nm /SiO2 10nm

En un primer intento de comprobar la calidad de las mediciones de esta muestra alargada, se decidió realizar numerosos escáneres  $\omega$  y  $\varphi$ . Este tipo de escáner es útil para determinar si la orientación  $\varphi$  de la muestra afecta en el estudio de la cristalinidad de la muestra. Se realizó este escáner para cada material, variando el ángulo de incidencia  $\omega$ .

Si no existiera dependencia alguna respecto de la orientación  $\varphi$ , se deberían obtener rectas verticales con el valor de  $\omega=\theta$ . Estas rectas se han representado como líneas rojas a puntos. Si existiera esta dependencia, lo lógico es que apareciera un patrón periódico cada  $180^\circ$  en  $\varphi$ .

En el silicio ( $\omega=23.65^\circ$ ) ya se aprecia este comportamiento periódico y se verifica que el máximo de intensidad se da en el valor de  $\omega$  esperado, pero con un ángulo  $\varphi=90^\circ$ .

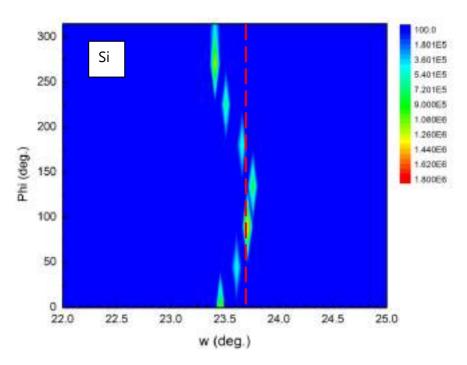


Figura 156 Resultado del escáner  $\varphi$  / $\omega$  en la configuración del silicio.

En la plata ( $\omega=32.23^\circ$ ) vemos que no existe un movimiento del pico al variar el ángulo  $\varphi$ , pero si que existe una orientación en la que obtenemos el máximo de intensidad, en  $\varphi=135^\circ$ .

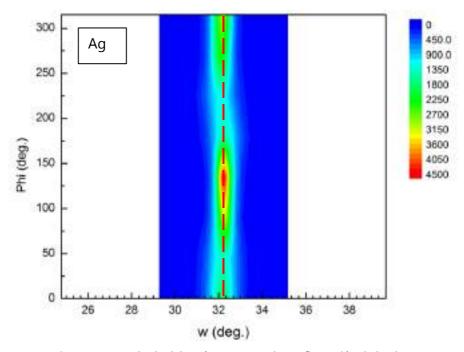


Figura 157 Resultado del escáner  $\varphi$  / $\omega$  en la configuración de la plata.

En el cromo ( $\omega=40.86^\circ$ ) se ilustra un comportamiento periódico y una alineación del valor de  $\omega$  del cromo con el punto de intensidad máximo, en  $\varphi=135^\circ$ . Según esta medida, es posible que las mediciones anteriores del pico del cromo no se hicieran en la orientación adecuada, ya que en  $\varphi=0^\circ$  no se ve la verdadera magnitud de la intensidad.

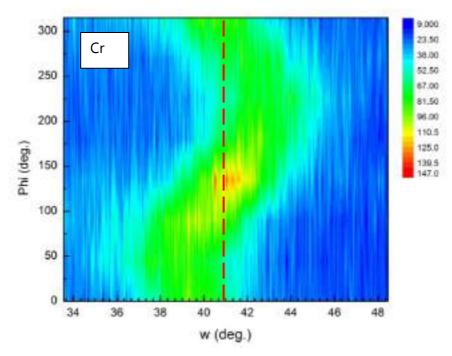


Figura 158 Resultado del escáner  $\varphi$  / $\omega$  en la configuración del cromo.

Y por último, el cobalto ( $\omega=20.78^\circ$ ) muestra un comportamiento muy parecido al cromo y el máximo también aparece en  $\varphi=135^\circ$ . Por ello se puede afirmar que tanto el cromo como el cobalto muestran un comportamiento inusual.

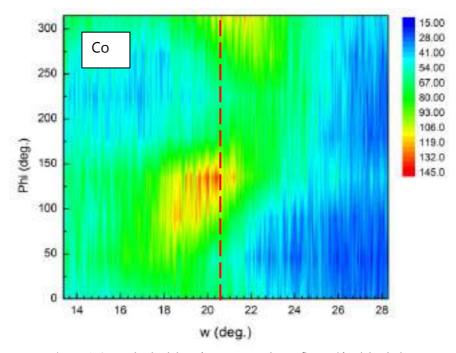


Figura 159 Resultado del escáner  $\varphi$  / $\omega$  en la configuración del cobalto

#### 5.1.3.3. ISO8: Muestra de CrRu

Esta muestra es la única muestra alargada con la cuña de composición variable de rutenio que se fabricó en el proyecto.

HF Si(110)/Ag(110) 75 nm/Cr y Ru depositados simultáneamente x  $\sim$  0.05-0.32 nm /Cr(211) 20 nm /Co(10-10) 20 nm /SiO2 10nm

Lo primero que se hizo fue cortar la muestra alargada en 8 muestras, para poder realizar la medición de rayos X. Por limitaciones de tiempo, solo se realizó el análisis de cristalinidad para las muestras 1,2,3,4 y 8. Dicho estudio es muy similar al realizado en la muestra ISO9, por lo que ciertas conclusiones pueden ser repetidas. En este caso, la muestra con más rutenio es la número 8, mientras que la que tiene un mayor porcentaje de cromo es la número 1.

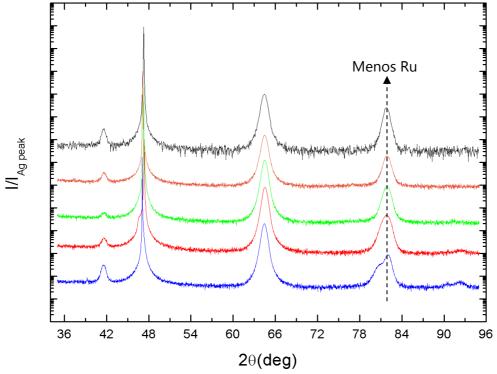


Figura 160 Medidas de difractometría de rayos X para tres muestras individuales de la muestra alargada IS08 con diferentes composiciones de la capa de cromo rutenio

Los picos que aparecen en las mediciones corresponden a los materiales que ya se han mencionado. Se puede asegurar que el silicio se encuentra en la posición esperada, tal y como se ha visto en todas las muestras hasta ahora incluidas. Para poder comparar la amplitud de la intensidad de los materiales, se decidió normalizar los datos respecto al valor de la intensidad máxima en el pico de plata. Por ello en los picos de la plata de cada muestra el máximo se encuentra en la unidad.

El pico de la plata permanece en la misma posición a lo largo de la muestra y la forma del pico no sufre cambios importantes, tal y como se ilustra en las siguientes figuras:

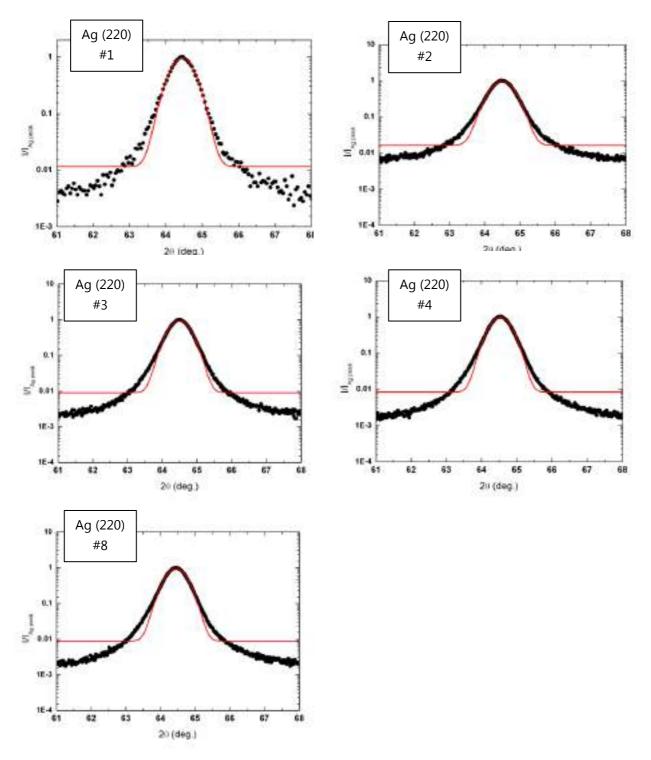


Figura 161 Representación detallada de los picos de la plata en la muestra alargada de CrRu. Se ha incluido el ángulo para la intensidad máxima y la anchura del pico a la mitad de su intensidad máxima.

El pico de plata ha sido ajustado a una función gaussiana. Analizando los datos incluidos en la figura 161, se aprecia que la posición  $2\theta$  varía ligeramente a lo largo de la muestra. Es cierto que este cambio en la posición del pico no se tendría que dar en la plata. Se desconoce la razón exacta por la cual el pico de la plata no se mantiene constante, aunque podría estar relacionado con las condiciones de deposición. A continuación se resumen dichos datos:

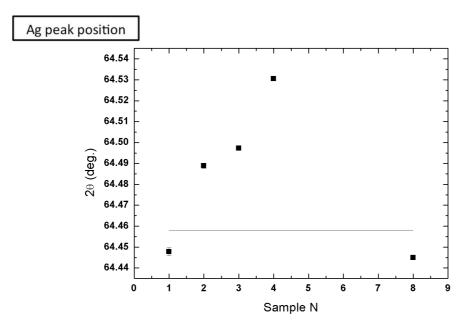


Figura 162 Posición de los picos de la plata en función de la zona de la muestra alargada de CrRu.

En cuanto al pico de cromo-rutenio (CrRu), se aprecia en la figura inicial 160 que a medida que aumenta la cantidad de rutenio en la cuña de composición a lo largo de la longitud, mayor es el desplazamiento que sufre el pico de cromo. Como se verá en las siguientes gráficas, con cada muestra se ha realizado un ajuste de la curva con una función multipico que incluye el software OriginPro. Con este ajuste se pueden distinguir las dos curvas gaussianas que producen la curva total, con lo que tenemos datos tanto de la capa de cromo puro como de la capa de cromo-rutenio. El pico de la derecha corresponde con el pico del cromo puro, y el pico de la izquierda es el pico del cromo-rutenio continuación se incluyen, en detalle, los picos del cromo rutenio:

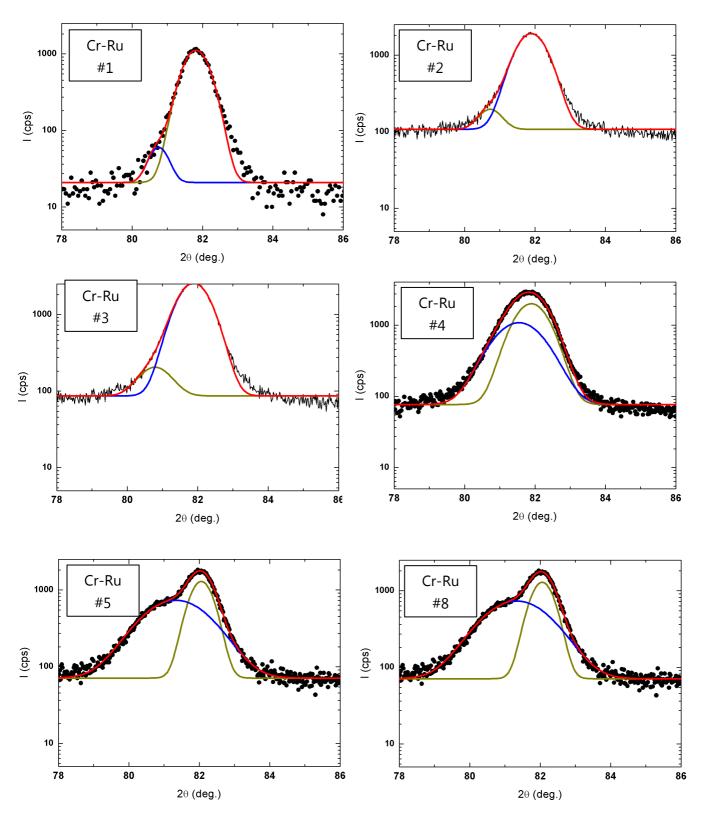


Figura 163 Representación detallada de los picos de cromo rutenio en la muestra alargada de CrRu. Se ha incluido el ángulo para la intensidad máxima y la anchura del pico a la mitad de su intensidad máxima.

Se aprecia con mucha claridad que a medida que aumenta la cantidad de rutenio, mayor es la intensidad del pico de cromo-rutenio, mientras que la posición del cromo puro no sufre alteraciones de gran calibre en este proceso. La posición del pico de cromo-rutenio tiene un comportamiento extraño, puesto que parece que sufre un salto repentido de la muestra #3 a la #4. Una de las hipótesis que se plantean en este aspecto es que el procedimiento de fabricación de la capa compuesta no sea del todo preciso y que exista mucho rutenio en una parte de la muestra y muy poco en el otro extremo. Dado que este comportamiento no es del todo claro, se decidió no realizar la mediciones de caracterización magnética para esta muestra.

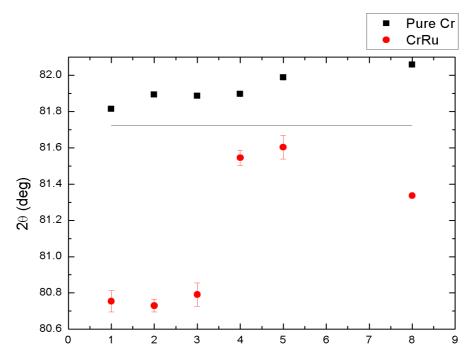


Figura 164 Posición de los picos del cromo puro y del cromo rutenio en función de la zona de la muestra alargada de CrRu.

Por último cabe estudiar el pico de cobalto. Se aprecia que si se varía la composición de la subcapa de CrRu a lo largo de la longitud, la posición e intensidad del pico de cobalto sufren una variación, pero es muy pequeña en comparación con lo esperado. A continuación se incluyen, en detalle, los picos del cobalto:

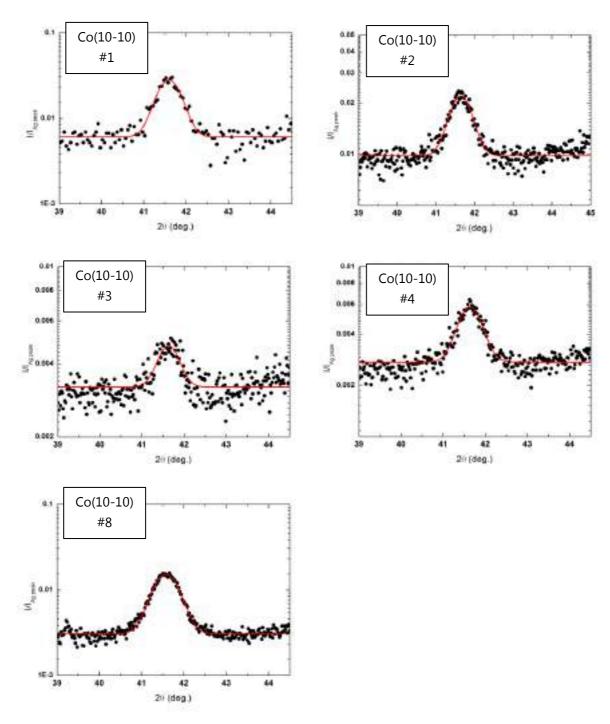


Figura 165 Representación detallada de los picos de cobalto en la muestra alargada de CrRu. Se ha incluido el ángulo para la intensidad máxima y la anchura del pico a la mitad de su intensidad máxima.

De la misma manera que la plata, el pico de cobalto ha sido ajustado a una función gaussiana. A continuación se resumen dichos datos:

Como se puede comprobar, tampoco existe un patrón claro sobre la posición del pico de cobalto, aunque se encuentra cierta similitud entre el salto que se daba en el pico de CrRu entre las muestras #4 y #8. También cabe la posibilidad, por la analogía de las medidas, que sea la subcapa de plata la que afecte de esta manera en el comportamiento del cobalto. Por ello, con la intención de eliminar efectos por la desalineación de la plata, en la medición inicial del cobalto se ha restado la variable z obtenida de la medición del pico de la plata, y dicho resultado se ha representado de azul. Pero aun así es ciertamente complejo dar con un comportamiento concreto en esta muestra.

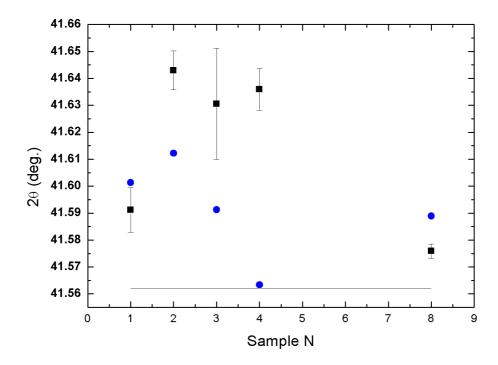


Figura 166 Posición de los picos del cobalto en función de la zona de la muestra alargada de CrRu. También en este caso se ha restado la variable z con objeto de eliminar el efecto de la capa de plata.

## 5.1.4. Mapeado del espacio recíproco-RSM

La medición cristalográfica por el habitual escáner  $\theta/2\theta$  no ha mostrado el comportamiento esperado de los picos de cobalto. Sin embargo, los diversos escáneres  $\omega$  y  $\varphi$  mostraban una discordancia, pues la máxima intensidad de los picos no aparecía en su posición correspondiente. Por ello se decidió que lo más adecuado era realizar un mapeado del espacio recíproco. Este tipo de escáner es el más completo de todos y requiere de un sistema de difracción de rayos x de alta resolución. El sistema de rayos X utilizado en este proyecto no tenía los componentes ópticos adecuados (concretamente, detector y portamuestras) para una medición de alta resolución. No obstante, con el sistema presente era posible realizar el mapeado del espacio recíproco realizando escáneres modificando continuamente varios ángulos. Es por ello que la duración de estas mediciones aumentaba mucho (unas 14-16 horas) en comparación con la duración habitual de un escáner de cristalografía (1-2 horas).

Dado que los escáneres  $\omega$  y  $\varphi$  se habían realizado sobre la muestra IS09, se decidió realizar el mapeado del espacio recíproco para dos de dichas muestras, en las que variaba el espesor de la capa de cromo. En la IS09-1 el cromo se estima entorno a los 100nm de espesor y en la IS09-4 se estima un espesor de cromo de Para evitar efectos ocultos por la orientación  $\varphi$  se realizaron dos mediciones por cada material, una con  $\varphi=0^\circ$  y otra con  $\varphi=180^\circ$ .

En estos escáneres, primero se coloca la fuente en un ángulo  $\omega$  determinado y el detector en un ángulo  $2\theta=2\omega$ . Entonces se realiza un escáner tipo  $\omega_{2\theta}$  de cierta amplitud, por ejemplo  $\pm 3^{\circ}$ , fijando el detector y variando  $\omega$ . Tras este escáner, se vuelve a variar el ángulo  $\omega$  incidente y se vuelve a realizar el escáner  $\omega_{2\theta}$ . El ángulo incidente  $\omega$  se varía 5-6° de su valor relajado.

En las siguientes páginas se han incluido las gráficas resultantes. El eje de coordenadas representa la diferencia del ángulo  $\omega$  aplicado respecto del ángulo  $\omega_0$  donde debería aparecer el pico del material relajado y con una estructura cristalográfica determinada. El eje de abscisas representa el ángulo  $\omega_{2\theta}$  de cada escáner. Por último, el mapa de colores representa, para cada punto, la intensidad de rayos X difractados que ha sido recogida por el detector.

En las próximas dos páginas se muestran todas las mediciones realizadas, ordenadas según la muestra y la orientación del ángulo  $\varphi$ . Posteriormente, se han reordenado las mismas gráficas según el material y se han los aspectos más importantes en cada caso.

## Reciprocal Space Mapping IS09\_1 (phi +0)

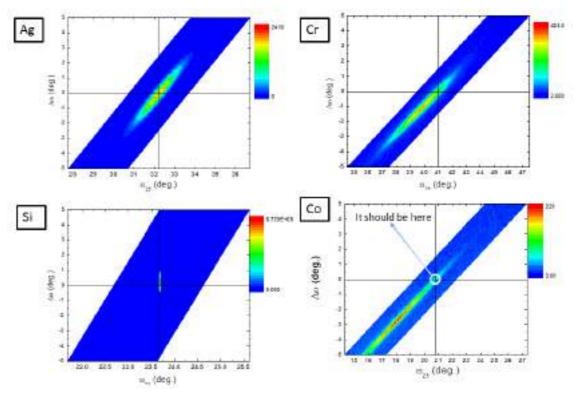


Figura 167 Representaciones del mapeado del espacio recíproco en la muestra ISO9\_1, con la orientación  $\varphi=0^\circ$ 

#### Reciprocal Space Mapping ISO9\_1 (phi +180)

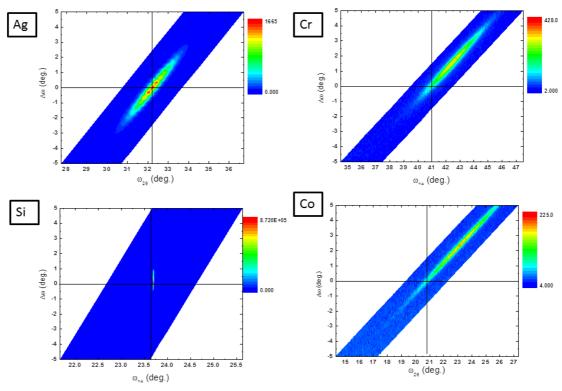


Figura 168 Representaciones del mapeado del espacio recíproco en la muestra ISO9\_1, con la orientación  $\varphi=180^\circ$ 

## Reciprocal Space Mapping IS09\_4 (phi +0)

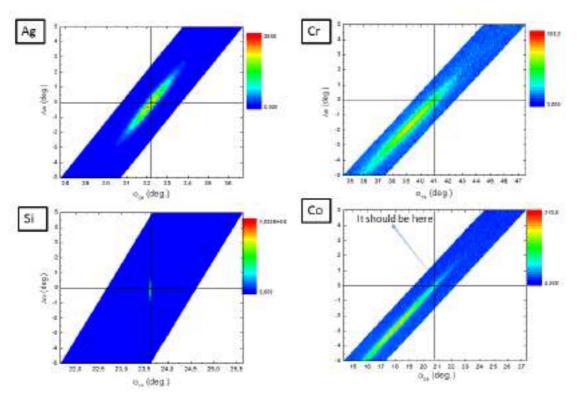


Figura 169 Representaciones del mapeado del espacio recíproco en la muestra ISO9\_4, con la orientación  $\varphi=0^\circ$ 

### Reciprocal Space Mapping ISO9\_4 (phi +180)

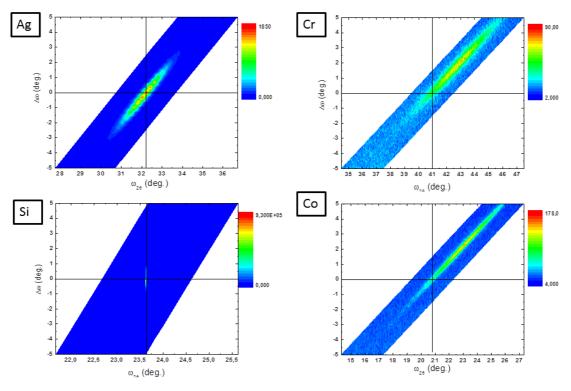


Figura 170 Representaciones del mapeado del espacio recíproco en la muestra ISO9\_4, con la orientación  $\varphi=180^\circ$ 

El silicio monocristalino sólo presenta un punto de intensidad en todas las mediciones. Este punto corresponde con el punto del espacio recíproco para el silicio (110) relajado. Al tratarse del substrato cristalino, esta era la respuesta esperada para el mapeado del espacio recíproco en la dirección del silicio, ya que la cantidad de cromo no influye en el silicio. De la misma manera, vemos cómo existe una simetría entre las mediciones cuando se cambia 180° el ángulo  $\varphi$ .

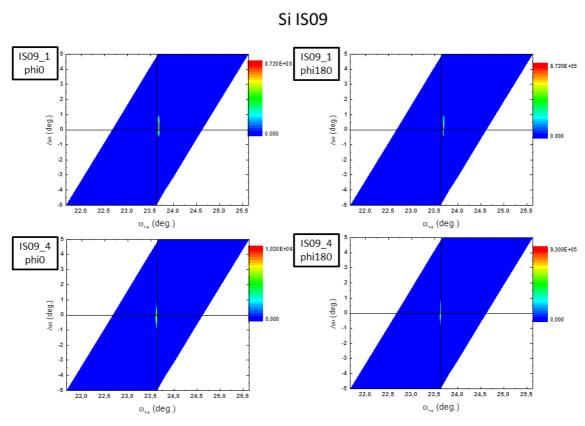


Figura 171 Mapeado del espacio recíproco en la posición del silicio, para las cuatro muestras estudiadas

La plata presenta un comportamiento muy parecido al silicio, pues vemos que la intensidad máxima se encuentra en el punto esperado, que es el punto correspondiente para la plata (110) relajada. Vemos que no se trata de una capa monocristalina perfecta como la del silicio, pero presenta una alta cristalinidad, que se aprecia en las pequeñas ondulaciones de las mediciones. También se aprecia que la orientación  $\varphi$  en 0° y en 180° solo produce una simetría en la gráfica, por lo se puede concluir que la cristalinidad de la muestra no varía al girarla 180°. Tambíen cabe señalar que en esta dos muestras no influye el espesor de la capa de cromo.

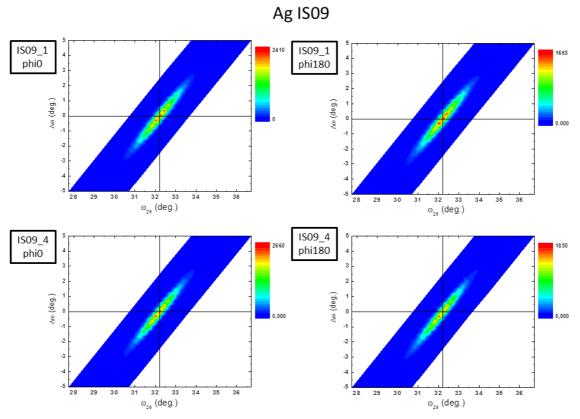


Figura 172 Mapeado del espacio recíproco en la posición de la plata, para las cuatro muestras estudiadas

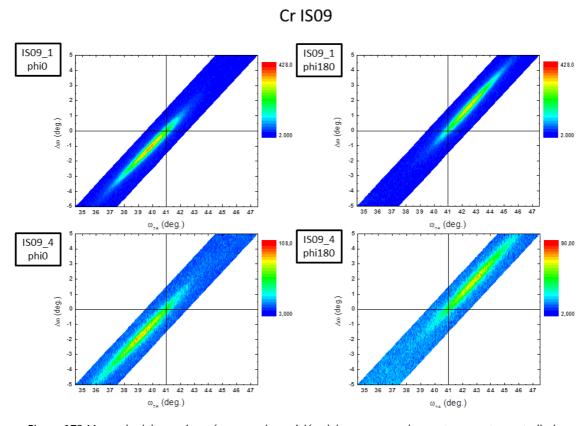


Figura 173 Mapeado del espacio recíproco en la posición del cromo, para las cuatro muestras estudiadas

En cuanto al cromo (Figura 173), se deben comentar varios aspectos.

En primer lugar, llama la atención la diferencia entre las muestras 1 y 4, por la presencia de muchos puntos azules dispersos lejos del punto relajado. Esto se debe a la resolución y al tiempo de integración de la detección en los escáneres  $\omega$ . No obstante, este hecho no es relevante para el estudio de las mediciones, puesto que la zona de mayor interés es la de mayor intensidad.

En segundo lugar, vemos que existe una diferencia entre los puntos de intensidad máxima en el caso de la muestra con más cromo (1) y de menos cromo (4). Esta diferencia se representa en la siguiente tabla, considerando todos los datos de mapeado:

	IS09_1 $\varphi$ =0°	IS09_1 $\varphi$ =180°	IS09_4 $\varphi$ =0°	IS09_4 $\varphi = 180^{\circ}$
Diferencia	1.233°	2.415°	1.3464°	3.462°

En los datos se aprecia cómo la variación de  $180^\circ$  en la orientación  $\varphi$  afecta considerablemente en la diferencia. Esto se puede traducir en una alta dependencia de las cristalinidad con la orientación de la muestra. Se puede afirmar que el método de fabricación del cañón inclinado produce ciertos efectos sobre el cobalto, entre los cuales puede estar el autosombreado, y ello distorsiona la red y genera esta mayor diferencia en una orientación determinada. Este hecho no ocurría en la muestra epitaxial individual (ISO8), y la razón de ello puede ser que en este caso la muestra es alargada y se deposita sobre toda la longitud mientras que en el otro caso se trata de dos muestras individuales colocadas en sitios diferentes.

Por medio de esta medición queda mucho más patente que el método de fabricación no es del todo exacto y preciso a la hora de obtener una orientación cristalográfica tensionada y uniforme en toda la muestra alargada.

Una diferencia menor indica una distancia cristalográfica más próxima al valor relajado (por la ley de Bragg) y por tanto un menor parámetro de red del cromo, que indica una relajación de la red. Es decir, que si aumenta el espesor de cromo y la red cristalográfica se relaja, entonces se debe apreciar un aumento en la diferencia entre el pico de intensidad máxima obtenido y el relajado. Por consiguiente, nuestra hipótesis inicial de la relajación del cromo se confirma con esta medida y su análisis.

Esta diferencia se aprecia mucho más en la orientación de  $\varphi$ =180°. Por ello se podría deducir que existe una orientación particular de  $\varphi$  entre 0° y 180°donde esta diferencia es máxima. Aun así, con las mediciones existentes se puede afirmar que el pico de cromo no se encuentra uniformemente distribuido en toda la orientación de la muestra.

El cobalto presenta un comportamiento muy similar al cromo:

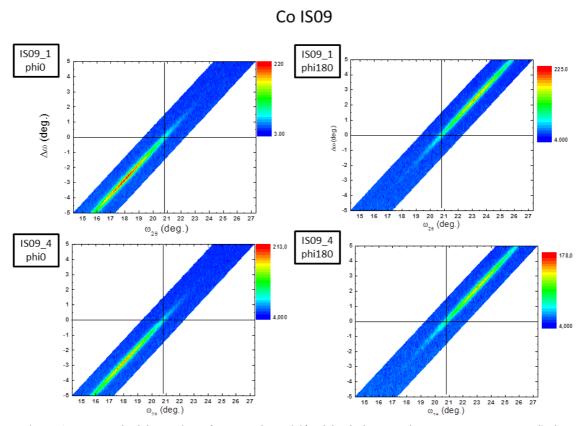


Figura 174 Mapeado del espacio recíproco en la posición del cobalto, para las cuatro muestras estudiadas

Se aprecia que existe una diferencia entre los puntos de intensidad máxima en el caso de la muestra con más cromo (1) y de menos cromo (4). Esta diferencia se representa en la siguiente tabla, considerando todos los datos de mapeado:

	IS09_1 $\varphi$ =0°	IS09_1 $\varphi$ =180°	IS09_4 $\varphi$ =0°	IS09_4 $\varphi$ =180°
Diferencia	3.932°	4.046°	3.406°	3.138°

En los datos se aprecia cómo la variación de 180° en la orientación  $\varphi$  no afecta tanto en la diferencia. Esto implica que la inclinación del cañón del sputtering para una deposición uniforme funciona correctamente. Esto no ocurre así para una deposición no uniforme, como se ha visto en el cromo.

Tal y como se ha indicado en el cromo, una diferencia mayor indica una distancia cristalográfica menor y por tanto un menor parámetro de red del cobalto. En este caso vemos que el pico de cobalto se encuentra muy alejado de su valor relajado, es decir, que se encuentra tensionado por la subcapa de cromo. Sin embargo, según los datos obtenidos, esta diferencia permanece casi inalterada ante diferentes espesores de la subcapa de cromo.

Por lo tanto, por medio de estas mediciones hemos sido capaces de identificar el desplazamiento del pico de cobalto respecto a su valor relajado. Esto no había sido posible determinarlo con las muestras de difractometría mostradas anteriormente, por lo que podemos afirmar que el tiempo invertido en la calibración y medición del mapa del espacio recíproco ha sido de gran ayuda.

Por último, se ha decidido incluir los escáneres del espacio recíproco en esta forma debido a su fácil representación. Sin embargo, el propio software de X-Pert PANalytical, permite representar el mapeado del espacio recíproco sobre la esfera de Ewald (figura 175) o con los ejes  $\omega$  vs  $\omega/2\theta$  (figura 176).

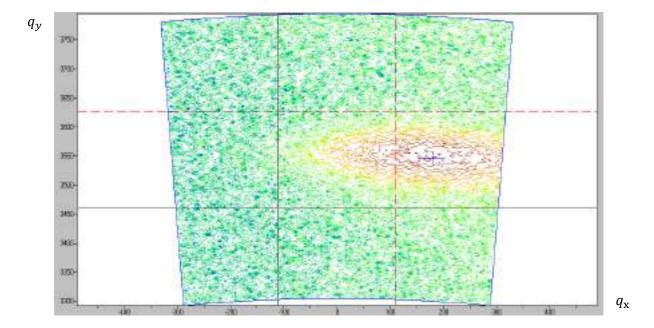


Figura 175 Mapeado del espacio recíproco en la posición del cobalto, representado en la esfera de Ewald

De la figura 175, donde se representa la esfera de Ewald, se puede extraer mucha información a partir de la forma del punto de la red recíproca. El punto de la red recíproca, que en la medición se muestra como una elipse, se encuentra estirado. Si se estira en la dirección radial de la esfera ello indica que existe un cambio en el parámetro de red de la estructura cristalina. Un estiramiento en la dirección circunferencial indica que existe cierta curvatura y mosaicidad en la muestra. Si se estira en la dirección vertical ello indica que la capa se encuentra tensionada. El análisis de este tipo de muestras es complejo y dado que la realización de estas muestras no estaba planteada, se consideró que solo se obtendrían las conclusiones más importantes.

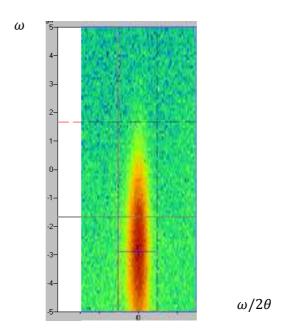


Figura 176 Forma alternativa de representación del espacio recíproco, con los ejes  $\omega$  vs  $\omega/2\theta$ 

## 5.2. Caracterización magnética

Para la caracterización magnética se ha utilizado la técnica de la elipsometría magneto-óptica (GME). Esta es una técnica experimental que aporta mucha información de la muestra. Es por ello que se han obtenido muchísimos datos en este aspecto. Con objeto de representar los principales resultados de las muestras, en este apartado sólo se incluye una pequeña parte de dichos datos. El resto de los datos se va a adjuntar en el disco compacto externo.

#### 5.2.1. Medidas GME

En primer lugar, se estudiaron las muestras individuales de la muestra IS09 y posteriormente se instaló el motor lineal y se procedió al estudio milímetro a milímetro de la muestra alargada. Este último es el estudio más completo, pero su análisis es ciertamente complejo. Por ello se han escogido las muestras individuales para dar una idea general del funcionamiento de la técnica y de los resultados obtenidos.

Dado que esta los datos de la medición GME de la muestra alargada son abundantes, en esta memoria solo se van a ilustrar las muestras individuales.

Tal y como ya se ha comentado previamente, la muestra alargada se cortó en 8 piezas individuales, tal y como se representa en la figura 177.

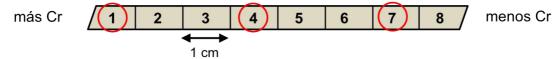


Figura 177 Ilustración de la muestra alargada, los cortes realizados, y de la numeración de la muestras individuales en función de la cantidad de cromo. Tambíen se han indicado con un círculo las muestras estudiadas en este apartado.

Con objeto de modelizar el comportamiento general, se decidió estudiar las muestras 1,4 y 7. Dado que cada medida GME supone una gran cantidad de tiempo, aquí se van a intentar mostrar todos los resultados relevantes.

Para cada muestra individual, se realizaron dos medidas, que difieren en el ángulo  $\beta$  que forma el campo magnético aplicado H y el eje fácil de magnetización del cobalto. Tal y como se aprecia en la ilustración 176, la dirección longitudinal de la muestra y el eje fácil forman 45° entre sí. Para variar el ángulo  $\beta$ , se rota la muestra con el motor rotativo acoplado a la muestra, de manera que conseguimos dos ángulos  $\beta$ : 75° y 45°. Para facilitar la colocación de la muestra, se define la variable  $\beta'$ , que representa la desviación angular de la muestra de su posición vertical:

$$\beta = 45^{\circ} - \beta' \tag{5.6}$$

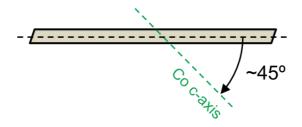


Figura 178 llustración del ángulo formado por el eje fácil del cobalto y el eje longitudinal de la muestra

Por lo tanto, las dos disposiciones que se ha medido en este proyecto se resumen en la figura 178. Se realizan estas dos disposiciones para poder visualizar correctamente la rotación del vector de magnetización, de manera que en la muestra de  $\beta=75^\circ$  se tiene que ver una amplitud mayor del vector de magnetización antes de que se produzca el salto.

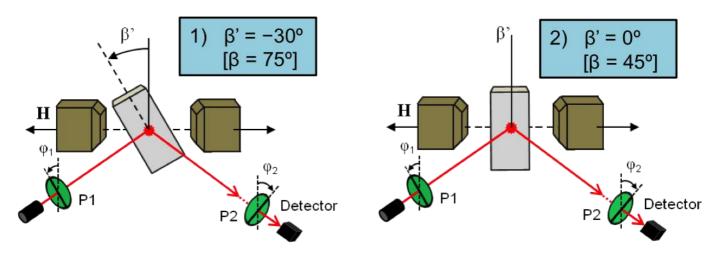


Figura 179 Ilustración de las dos disposiciones estudiadas, cambiando el ángulo  $\beta$ 

#### 5.2.1.1. Propiedades magnéticas

En las mediciones GME, los datos que se obtienen son intensidades de voltaje, que son proporcionales a la magnetización de la muestra. De esta manera, el gráfico de la intensidad en función del campo aplicado forma ciclos de histéresis, que son los que se analizan.

La numerosa cantidad de datos que se recoge se debe a que en estas medidas se varían ampliamente los ángulos de los polarizadores ( $\phi_1$  y  $\phi_2$ ). Es decir, en un principio se fijan unos ángulos  $\phi_1$  y  $\phi_2$ , y se mide el ciclo de histéresis tantas veces como haga falta. Esto se consigue invertiendo la intensidad de campo magnético aplicado numerosas veces y realizando el ciclo de histéresis medio entre todas las medidas. Esta acción de repetir la medida aumenta mucho la duración total, pero asegura una buena precisión.

A continuación se muestran los ciclos de histéresis de las tres muestras en las dos disposiciones explicadas, para unos ángulos de los polarizadores determinados ( $\phi_1 = -20^\circ$ ;  $\phi_2 = 108^\circ$ ).

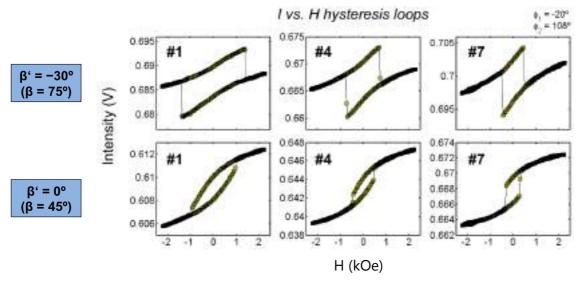


Figura 180 Representación de los ciclos de histéresis en las muestras estudiadas, para las dos disposiciones establecidas.

Cabe señalar ciertos efectos que se aprecian en estos ciclos de histéresis. Por un lado, vemos que efectivamente, al colocar la muestra con un ángulo  $\beta' = -30^\circ$ , el campo de salto  $H_S$  es mucho mayor que en la medición de las mismas muestras con  $\beta' = 0^\circ$ , lo cual evidencia que el vector de magnetización rota un ángulo mayor en el primer caso. Por otro lado, independientemente del ángulo  $\beta'$ , también se aprecia que el campo coercitivo, que en este caso coincide con el de salto, tiene una relación con el espesor de la capa de cromo. Cuanto menor es el espesor de la capa de cromo, menor es el campo coercitivo del ciclo de histéresis. Esto se conoce como efecto coercitivo.

Una vez obtenido el ciclo de histéresis, se varía el ángulo  $\phi_2$ , manteniendo el  $\phi_1$  constante y se vuelve a medir el ciclo de histéresis. Este proceso se repite hasta que el ángulo  $\phi_2$  ha recorrido  $\pm 20^\circ$  alrededor del ángulo  $90^\circ - \phi_1$ . Al finalizar este barrido del ángulo  $\phi_2$ , se cambia el ángulo  $\phi_1$  y se repite todo el proceso.

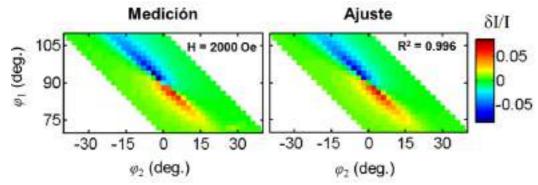


Figura 181 Gráficas del cambio de la intensidad de la luz para un campo magnético H determinado (H=2000 Oe), en función de los ángulos de polarización de los polarizadores. A la izquierda se aprecia el resultado experimental y a la derecha la misma gráfica tras realizar el ajuste.

La medida finaliza cuando el ángulo  $\phi_1$  ha recorrido  $\pm 20^\circ$  de su posición inicial. Es por ello que los mapas de colores que se mostrarán inmediatamente tienen forma de rombo, pues el barrido del ángulo  $\phi_2$  depende del ángulo  $\phi_1$ .

En estos mapas se ve con detalle cómo cambia la magnetización del cobalto a medida que se cambia el campo magnético. Dado que por cada campo aplicado existe un mapa que hay que ajustar, es muy difícil ver en varios mapas el comportamiento general de la muestra. Por ello se adjuntan, en el CD, todos los mapas obtenidos en forma de película, donde cada mapa es un fotograma del vídeo.

A partir del ajuste de estos mapas, se obtienen los parámetros  $\beta_i$  por medio del método de la matriz de transferencia. Tal y como se ha explicado previamente, se trata de un proceso iterativo, en el que se intenta reducir el error total  $(\chi^2)$  de las magnitudes  $n, k, Q_r, Q_i, \gamma$ , como se ve en la figura 182. En dicha ilustración se aprecia una buena convergencia del método en muy pocas iteraciones., lo cual garantiza una buena respuesta sin un coste computacional elevado. Este hecho es muy importante ya que es vital que el procesamiento de tal cantidad de datos sea rápido y eficaz.

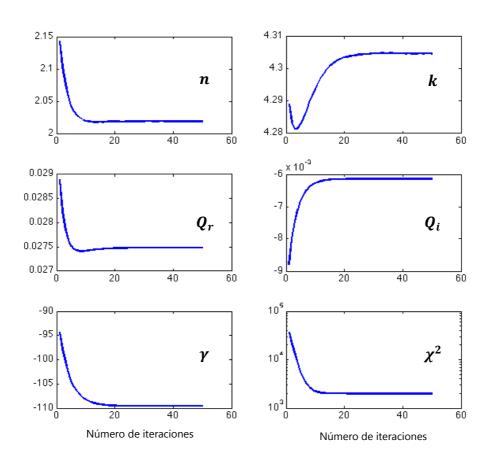


Figura 182 Representación de la convergencia del índice de refracción, de la constante de acoplamiento magneto-óptica y del ángulo de magnetización

Dado que en este apartado sólo se van a estudiar 3 muestras, en dos disposiciones diferentes, se considera adecuado incluir los parámetros  $\beta_i$  de cada muestra:

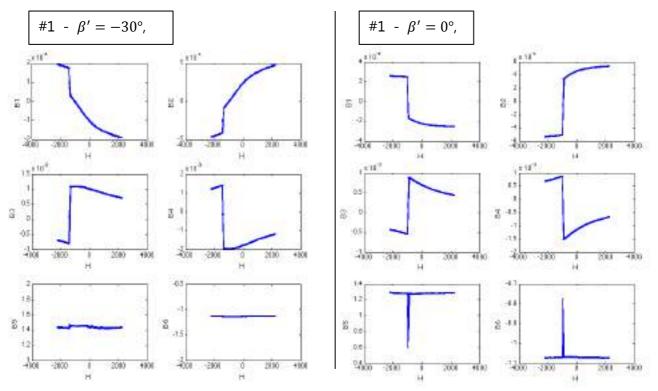


Figura 183 Representación de los parámetros del modelo ( $\beta_i$ ), en función de la intensidad de campo magnético aplicado, para la muestra #1, en las dos disposiciones estudiadas.

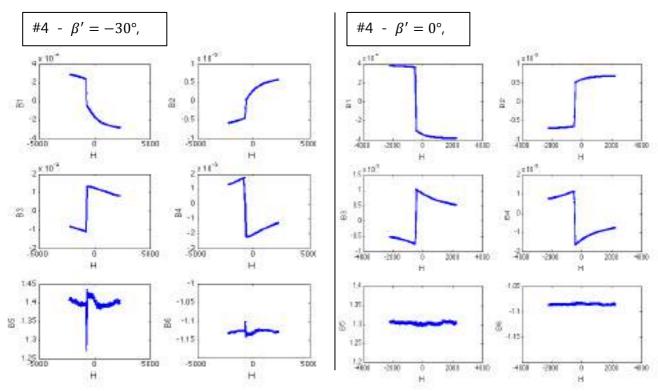


Figura 184 Representación de los parámetros del modelo ( $\beta_i$ ), en función de la intensidad de campo magnético aplicado, para la muestra #4, en las dos disposiciones estudiadas.

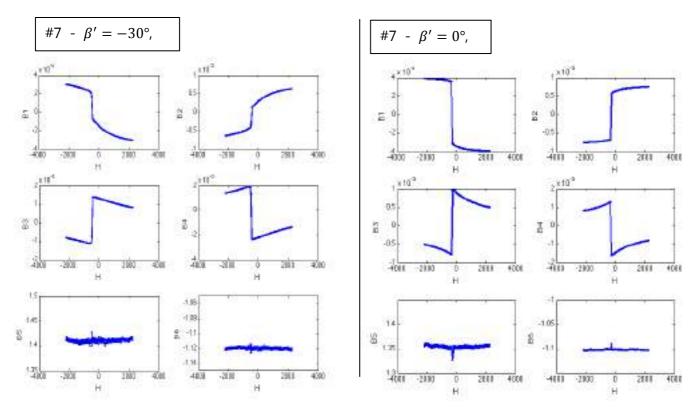


Figura 185 Representación de los parámetros del modelo ( $\beta_i$ ), en función de la intensidad de campo magnético aplicado, para la muestra #7, en las dos disposiciones estudiadas.

Cabe recordar que los parámetros  $\beta_1$  y  $\beta_2$  representan el efecto de la magnetización longitudinal, mientras que  $\beta_3$  y  $\beta_4$  representan el efecto de la magnetización transversal. Es por ello que se ve un salto finito en estos parámetros, dado que el vector de magnetización salta al llegar al campo magnético de salto.

También apuntar que se aprecia mucho mejor la rotación de la magnetización en las muestras con la orientación  $\beta'=-30^\circ$ .

Por otro lado, los parámetros  $\beta_5$  y  $\beta_6$  representan los efectos ópticos del sistema, que en principio deberían ser prácticamente constantes, pues no se ven afectados por la intensidad del campo magnético externo aplicado. Sin embargo, en ciertas medidas existe un punto donde estos parámetros cambian abruptamente. Dicho punto coincide con el punto de salto de la magnetización, y es donde el ajuste de los datos sufre por el salto discontinuo de la función del ciclo de histéresis.

Conocidos los 6 parámetros  $\beta_i$  del modelo, somos capaces de determinar la matriz de reflexión del experimento. Y conocida esta matriz, somos capaces de realizar una caracterización completa de las propiedades magneto-ópticas.

Tras el estudio y modelización de las propiedades magnéticas, se pueden estudiar la anisotropía magnética.

#### 5.2.1.2. Anisotropía magnética

La magnitud que mejor representa la anisotropía magnética es el ángulo de magnetización  $\gamma$ . En la figura 186 se ha ilustrado el sistema de coordenadas utilizado para referenciar las diferentes direcciones. En la dirección y se aplica el campo magnético H. El ángulo que forma el vector de magnetización M con el eje positivo x es el ángulo de magnetización  $\gamma$ . Por aclarar la representación también se ha incluido el ángulo  $\beta$  que forma el eje fácil del cobalto con el eje y. Por último se puede definir el ángulo  $\Delta$ , que representa la desviación de la magnetización respecto el eje fácil del cobalto, como función de  $\gamma$  y  $\beta$  ( $\Delta = 90^{\circ} + \beta - \gamma$ ).

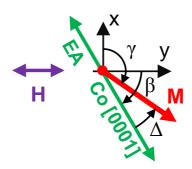


Figura 186 Sistema de coordenadas y ángulos utilizados en el análisis de las medidas GME.

A continuación se representa el ángulo de magnetización respecto del campo aplicado para cada muestra estudiada. Se aprecia que para cada muestra se han representado las dos disposiciones del ángulo  $\beta$ . En cada caso, se recogen los datos (puntos azules en la figura 185), se analizan y se ajustan según el modelo de Stoner-Wohlfarth. El ajuste se representa con la línea de color rojo.

Para ajustar el ángulo de magnetización en función del campo magnético aplicado (Figura 185), se utiliza el ya explicado modelo Stoner-Wohlfarth, teniendo en cuenta la contribución de las energías de segundo orden, por lo que la expresión de la energía total es la siguiente:

$$E = K_1 \sin^2(\gamma - \beta) + K_2 \sin^4(\gamma - \beta) - H.M_s \cos(\gamma - 90^\circ)$$
 (5.7)

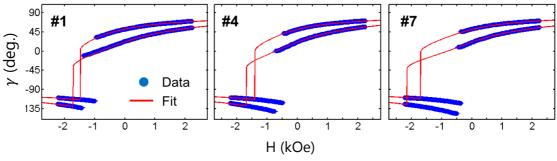


Figura 187 Representación del ángulo de magnetización en función del campo H aplicado, para las tres puestras estudiadas. En cada muestra se han analizado dos disposiciones.  $\beta' = -30^{\circ}$  y  $\beta' = 0^{\circ}$ .

Concretamente, las mediciones con  $\beta' = -30^{\circ}$  muestran una mayor rotación.

Donde se pueden definir los campos de anisotropía  $H_{K1}$  y  $H_{K2}$ :

$$H_{K1} = \frac{2K_1}{M_S}$$
 ;  $H_{K2} = \frac{4K_2}{M_S}$  (5.8)

Y a partir de estos campos se define la anisotropía magnética total  $H_K$ :

$$H_K = H_{K1} + H_{K2} (5.9)$$

Dentro de ala anisotropía magnética, es también importante el estudio de los campos de anisotropía  $H_{K1}$  y  $H_{K2}$ . En la tabla 9 se han incluido los dos campos de anisotropía  $H_{K1}$  y  $H_{K2}$ , la anisotropía magnética total  $H_{K}$ , el ángulo  $\beta_0$  y la calidad del ajuste  $R^2$ . También se ha incluido una gráfica que ilustra los datos de la tabla.

	#1	#4	#7
H <sub>K1</sub> (Oe)	$2184 \pm 38$	$1878 \pm 18$	$2112 \pm 36$
H <sub>K2</sub> (Oe)	$1384 \pm 64$	$1628 \pm 32$	$2236 \pm 58$
H <sub>K</sub> (Oe)	$3568 \pm 74$	$3506 \pm 37$	$4348 \pm 68$
$\beta_0$ (deg.)	$-37.86 \pm 0.09$	$-38.52 \pm 0.06$	$-38.54 \pm 0.10$
R <sup>2</sup>	0.99929	0.99979	0.99979

Tabla 9

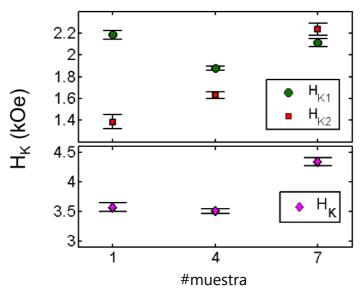


Figura 188 Representación de los campos de anisotropía  $H_{K1}$  y  $H_{K2}$  y de la anisotropía magnética total  $H_{Kr}$ , para las tres muestras analizadas.

Del análisis de los datos de la anisotropía magnética podemos concluir que:

- Mejora la coercividad a medida que el espesor de la capa de cromo es menor.
- Existe un cambio muy claro en los campos de anisotropía  $H_{K1}$  y  $H_{K2}$  a medida que se varía el espesor de la subcapa. Esto indica que el estado tensional del cobalto afecta en la anisotropía magnética.
- Sin embargo, cabe señalar que la anisotropía magnética total  $H_K$  no muestra una tendencia clara en este aspecto.

#### 5.2.1.3. Propiedades magneto-ópticas

Una vez se han ajustado los datos de la anisotropía magnética, es posible obtener las propiedades magneto-ópticas del cobalto HCP. En este aspecto se van a incluir el índice de refracción N y las partes real y compleja de la constante de acoplamiento magneto-óptica  $Q_r$  y  $Q_i$ .

Teniendo en cuenta el modelo óptico se puede determinar el índice de refracción complejo: N = n + i k. A continuación se incluyen los valores de n y k para las tres muestras estudiadas en las dos disposiciones:

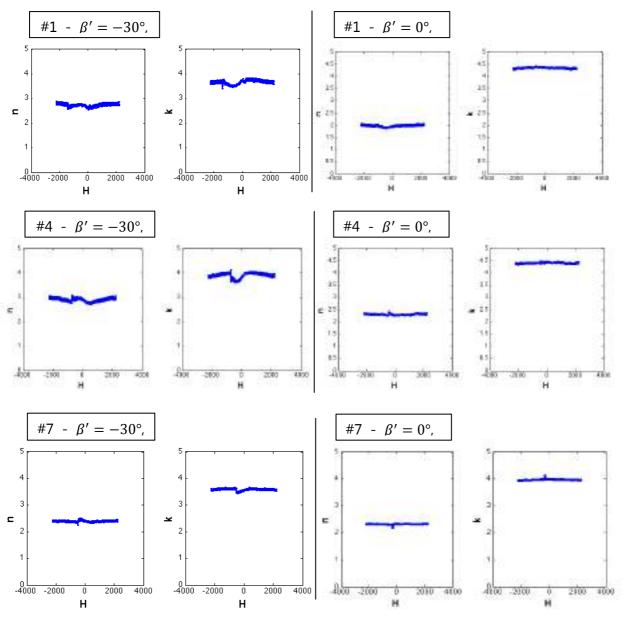


Figura 189 Representación del indice de refracción, tanto en su parte real como compleja, para las tres muestras y para las dos disposiciones estudiadas.

Como se puede ver, tanto la parte real como la imaginaria del índice de refracción no sufren cambios representativos al cambiar el cambio magnético aplicado. La parte real n se mantiene en valores entre 2 y 3 en todas las muestras, mientras que la parte imaginaria k se mantiene entre 3.5 y 4.5.

Para determinar completamente las propiedades magneto-ópticas, queda por estudiar la constante de acoplamiento magneto-óptica, tanto en su parte real como en su parte imaginaria.

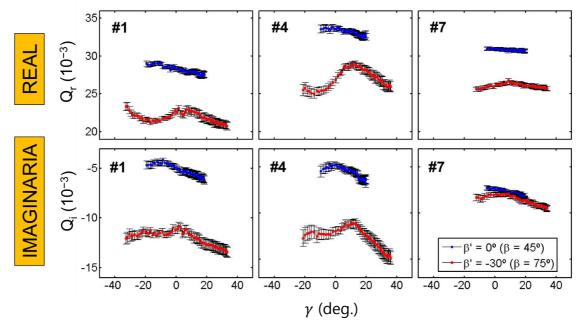


Figura 190 Partes real e imaginaria de la constante de acoplamiento magneto-óptica, para las tres muestras y para las dos disposiciones estudiadas.

En algunas de estas medidas, las curvas de la constante de acoplamiento magneto-óptica Q en función de la orientación de la magnetización muestran una forma funcional diferente de las medidas que se habían obtenido en experimentos previos del departamento. Es decir, si atendemos a la parte real  $Q_r$ , se aprecia que muestra una curva convexa, mientras que previamente se ha visto que era cóncava. Este comportamiento se acentúa mucho en la muestra #4.

Por otro lado, y como conclusión a este apartado, podemos afirmar que tanto la anisotropía óptica como la anisotropía magneto-óptica tienen a aumentar si se incrementa el espesor de la subcapa de cromo.

#### 5.2.1.4. Estudio magnético en la muestra alargada ISO9

Aunque la mayoría de los datos de esta muestra se van a incluir en el CD adjunto, es conveniente incluir varias gráficas muy concluyentes.

Para comprender la notación de las muestras, en la figura 191 se ha ilustrado la muestra alargada y su relación con el espesor de la subcapa de cromo.



Figura 191 Ilustración esquemática de la muestra alargada con el espesor variable de la capa de cromo.

Aquí se muestran los ciclos de histéresis en diferentes posiciones de la muestra. La variable representa la distancia desde el extremo con menor espesor de cromo.

Tras realizar el mismo ajuste que con las muestras individuales, se obtiene la constante de acoplamiento magneto-óptica. Se han escogido 3 puntos de la muestra como puntos representativos (y=5, 33, 59 mm). A continuación se incluye el valor de Q en función del ángulo  $\Delta$  definido previamente. La variable  $\tilde{Q}_0$  es el valor del módulo en  $\Delta=0^\circ$ , que permite poder comparar la representación de  $\tilde{Q}$ . Es por ello

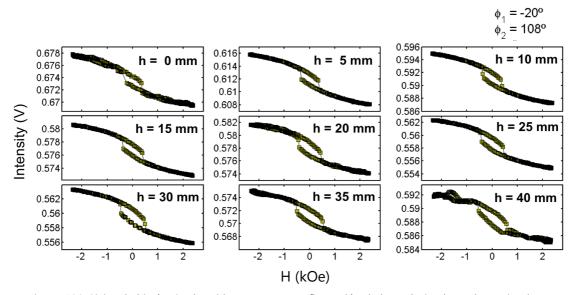


Figura 192 Ciclos de histéresis obtenidos para una configuración de los polarizadores determinada, en función de la distancia en la muestra alargada, desde el extremo con menos cromo.

que se ha decidido representar  $\tilde{Q}$ - $\tilde{Q}_0$ .

 $\tilde{Q}$  es el módulo de la constante de acoplamiento magneto-óptica y se define como:

$$\tilde{Q} = \sqrt{{Q_r}^2 + {Q_i}^2} \tag{5.10}$$

Estos datos se pueden ajustar al tensor dieléctrico de un material con anisotropía magneto-óptica en el plano de la muestra. En la figura 195 se muestra el porcentaje de modulación en el ajuste de los datos.

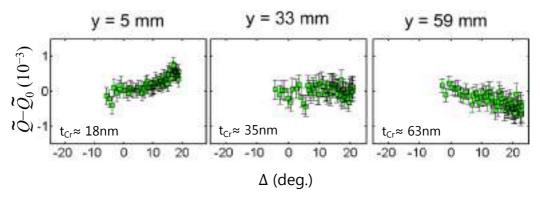


Figura 193 Valor normalizado de la constrante de acoplamiento magneto-óptica en tres puntos diferentes de la muestra (y=5, 33 y 59 mm), con espesores de cromo de 18, 35 y 63 nm, respectivamente.

Con estas medidas y su posterior ajuste, podemos afirmar que la anisotropía magnética depende del estado tensional. La constante de acoplamiento magnetoóptica muestra una clara modulación, que varía en función del espesor de cromo existente. Con mucho cromo el ajuste determinar una tendencia cónvexa, mientras que al reducir el espesor de cromo esta tendencia cambia de orientación, y pasa a ser cóncava.

$$\begin{split} \ddot{\varepsilon} &= (n+i\kappa)^2 \begin{pmatrix} 1 & 0 & -iQm_y \\ 0 & 1 & iQm_x \\ iQm_y & -iQm_x & 1 \end{pmatrix} & \text{MAGNETO-} \\ \ddot{\varepsilon} &= (n+i\kappa)^2 \begin{pmatrix} 1 & 0 & -iQ_ym_y \\ 0 & 1 & iQm_x \\ iQ_ym_y & -iQ_xm_x & 1 \end{pmatrix} & \text{MAGNETO-} \\ \dot{\sigma} &= (n+i\kappa)^2 \begin{pmatrix} 1 & 0 & -iQ_ym_y \\ 0 & 1 & iQm_x \\ iQ_ym_y & -iQ_xm_x & 1 \end{pmatrix} & \text{MAGNETO-} \\ \dot{\sigma} &= (n+i\kappa)^2 \begin{pmatrix} 1 & 0 & -iQ_ym_y \\ 0 & 1 & iQm_x \\ iQ_ym_y & -iQ_xm_x & 1 \end{pmatrix} & \text{MAGNETO-} \\ \dot{\sigma} &= (n+i\kappa)^2 \begin{pmatrix} 1 & 0 & -iQ_ym_y \\ 0 & 1 & iQm_x \\ iQ_ym_y & -iQ_xm_x & 1 \end{pmatrix} & \text{MAGNETO-} \\ \dot{\sigma} &= (n+i\kappa)^2 \begin{pmatrix} 1 & 0 & -iQ_ym_y \\ 0 & 1 & iQm_x \\ iQ_ym_y & -iQ_xm_x & 1 \end{pmatrix} & \text{MAGNETO-} \\ \dot{\sigma} &= (n+i\kappa)^2 \begin{pmatrix} 1 & 0 & -iQ_ym_y \\ 0 & 1 & iQm_x \\ iQ_ym_y & -iQ_xm_x & 1 \end{pmatrix} & \text{MAGNETO-} \\ \dot{\sigma} &= (n+i\kappa)^2 \begin{pmatrix} 1 & 0 & -iQ_ym_y \\ 0 & 1 & iQm_x \\ iQ_ym_y & -iQ_xm_x & 1 \end{pmatrix} & \text{MAGNETO-} \\ \dot{\sigma} &= (n+i\kappa)^2 \begin{pmatrix} 1 & 0 & -iQ_ym_y \\ 0 & 1 & iQm_x \\ iQ_ym_y & -iQ_xm_x & 1 \end{pmatrix} & \text{MAGNETO-} \\ \dot{\sigma} &= (n+i\kappa)^2 \begin{pmatrix} 1 & 0 & -iQ_ym_y \\ 0 & 1 & iQm_x \\ iQ_ym_y & -iQ_xm_x & 1 \end{pmatrix} & \text{MAGNETO-} \\ \dot{\sigma} &= (n+i\kappa)^2 \begin{pmatrix} 1 & 0 & -iQ_ym_y \\ 0 & 1 & iQm_x \\ iQ_ym_y & -iQ_xm_x & 1 \end{pmatrix} & \text{MAGNETO-} \\ \dot{\sigma} &= (n+i\kappa)^2 \begin{pmatrix} 1 & 0 & -iQ_ym_y \\ 0 & 1 & iQm_x \\ iQ_ym_y & -iQ_xm_x & 1 \end{pmatrix} & \text{MAGNETO-} \\ \dot{\sigma} &= (n+i\kappa)^2 \begin{pmatrix} 1 & 0 & -iQ_ym_y \\ 0 & 1 & iQm_x \\ iQ_ym_y & -iQ_xm_x & 1 \end{pmatrix} & \text{MAGNETO-} \\ \dot{\sigma} &= (n+i\kappa)^2 \begin{pmatrix} 1 & 0 & -iQ_ym_y \\ 0 & 1 & iQm_x \\ iQ_ym_y & -iQ_xm_x & 1 \end{pmatrix} & \text{MAGNETO-} \\ \dot{\sigma} &= (n+i\kappa)^2 \begin{pmatrix} 1 & 0 & -iQ_ym_y \\ 0 & 1 & iQm_x \\ iQ_ym_y & -iQ_xm_x & 1 \end{pmatrix} & \text{MAGNETO-} \\ \dot{\sigma} &= (n+i\kappa)^2 \begin{pmatrix} 1 & 0 & -iQ_ym_y \\ 0 & 1 & iQm_x \\ iQ_ym_y & -iQ_xm_x & 1 \end{pmatrix} & \text{MAGNETO-} \\ \dot{\sigma} &= (n+i\kappa)^2 \begin{pmatrix} 1 & 0 & -iQ_ym_y \\ 0 & 1 & iQm_x \\ 0 & 1 & iQ$$

Figura 194 Tensor dieléctrico para un material magneto-ópticamente isotrópico y para uno anisotrópico.

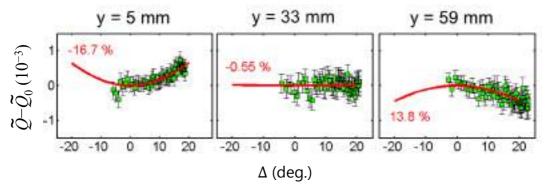


Figura 195 Modulación de la constante de acoplamiento magneto-óptica en función del espesor de cromo.

# 6. Conclusiones

En este proyecto, entre otros aspectos, se ha pretendido conseguir un mejor comprensión de los procesos de inversión de la magnetización y se ha determinado un método para controlar de manera efectiva el estado tensional de películas delgadas.

Para ello se ha realizado un análisis detallado de la influencia del orden cristalográfico, de la composición y del espesor en la inversión de la magnetización del cobalto HCP.

## 6.1. Objetivos cumplidos

En primer lugar, es fundamental verificar que los principales objetivos de este proyecto se han cumplido:

- ✓ El hecho más importante es que en la mayoría de la muestras fabricadas se ha logrado un crecimiento epitaxial. Tanto en las muestras individuales como en las alargadas se ha dado la epitaxialidad, con lo que podemos afirmar que la técnica de fabricación por pulverización catódica es adecuada para obtener muestras multicapa epitaxiales.
- ✓ Se han fabricado las **muestras alargadas**, con crecimiento epitaxial, para dos condicionamientos, variando el espesor de la capa inferior de cromo y la composición de la aleación de la capa inferior de cromo rutenio.
- ✓ Se ha investigado correctamente la dependencia de las propiedades magnéticas y magneto-ópticas en el estado tensional de las películas delgadas de cobalto HCP. Esto se ha realizado de manera satisfactoria por medio de la técnica GME, y por la cual también se ha podido estudiar la dependencia de la anisotropía en el estado tensional del cobalto.
- ✓ Se han corroborado la **validez** de los experimentos realizados previamente, puesto que se han conseguido diferentes estados tensionales en varias muestras.
- ✓ Se ha obtenido un método para modificar el **estado tensional** de una manera continua, tal y como se ha visto en la muestra ISO9 y en sus medidas de rayos X. Finalmente se ha visto que no ha sido posible exceder una deformación de más del 1.5% en el cobalto ni en el cromo.

## 6.2. Conclusiones finales

A continuación se resumen las principales conclusiones de este proyecto:

- Ha sido posible crecer películas delgadas de cobalto en la orientación deseada, por medio de una secuencia de capas crecidas epitaxialmente, con el objetivo de variar su estado tensional.
- La **reflectividad** de rayos X ha servido para la correcta caracterización de los espesores y de las velocidades de deposición de los materiales utilizados en este proyecto.
- Las mediciones de **difracción** de rayos X no han mostrado una clara tendencia en la variación en el estado tensional del cobalto. Sin embargo, las mediciones del mapeado del **espacio recíproco** muestran, efectivamente, que la variación del espesor del cromo afecta de manera significativa en el estado tensional del cobalto HCP.
- La variación del espesor de la **capa de cromo** ha sido una estrategia más adecuada que la variación de la composición de la **capa de cromo-rutenio**. Aunque la composición del rutenio sobre el cromo se ha controlado de manera adecuada, es más complicado determinar el efecto de esta subcapa sobre las propiedades del cobalto. Por ello la variación del espesor del cromo ha sido el enfoque más correcto.
- La **técnica GME** es muy precisa y adecuada para el estudio de la inversión de la magnetización y los efectos magneto-ópticos. Con esta técnica se han podido estudiar variables magnéticas como el ángulo de magnetización, la constante de acoplamiento magneto-óptica, los ciclos de histéresis o los campos de anisotropía. Es por ello que es una de las técnicas más completas y precisas actualmente.
- Se puede afirmar que los **efectos de anisotropía magneto-óptica** no son despreciables, incluso en los sistemas metálicos.
- Existe un **mecanismo específico** como origen: la tensión epitaxial de las películas delgadas induce la anisotropía magneto-óptica.
- La anisotropía magneto-óptica depende del estado tensional del cromo. Como se ha visto en las medidas del GME, la constante de acoplamiento magneto-óptica muestra una clara modulación, que varía en función del espesor de cromo existente.

- La **anisotropía magnética** depende del estado tensional. El ángulo de magnetización y el campo coercitivo se ven afectados por el espesor del cromo y por tanto por el estado tensional del cobalto.

# 6.3. Visión prospectiva

De cara a próximos trabajos, sería interesante continuar con el estudio de las muestras alargadas con la cuña de cromo.

En este aspecto podría resaltarse el hecho de fabricar muestras alargadas con un gradiente de espesor de cromo mucho mayor. De esta manera, sería posible realizar un estudio más completo de las propiedades magneto-ópticas del cobalto ante un rango de espesores de cromo mayor.

En referencia a la secuencia de capas crecida epitaxialmente, cabe señalar la posibilidad de investigar nuevas formas de obtener el cobalto HCP en la orientación estudiada en este proyecto. Sería una línea de investigación solo centrada en conseguir una fabricación más controlada de los diferentes materiales. No obstante, también mencionar que la secuencia de fabricación utilizada ya proporciona la calidad necesaria para el estudio de las muestras.

Por último, se debería obtener una mayor seguridad y control con la cuña de cromo-rutenio. Al tratarse de una aleación, no es sencillo controlar las propiedades estructurales de esta capa, y por tanto, su efecto sobre el resto de materiales. Por consiguiente, un estudio más en detalle de esta sub-capa ayudaría a caracterizar mejor el sistema en su conjunto.

# Bibliografía y referencias

# Por apartados:

- 1.1.1 Anisotropía magneto-óptica en películas delgadas epitaxiales de cobalto HCP:
  - J.A. Arregi, J.B. González-Díaz, O.Idigoras y A.Berger, Strain induced magneto-optical anisotropy in epitaxial hcp Co-films (2014)

#### 1.4. Estado del arte:

- D.D. Awschalom, L.C. Bassett, A.S. Dzurak, E.L. Hu, and J.R. Petta, Science 339, 1174 (2013).

# 2.1. Ferromagnetismo y la inverisón de la magnetización (a lo largo del todo el apartado)

- Sultan, Musaab, Salman (2013), Experimental and micromagnetic study of magnetisation behaviour in isolated ferromagnetic nanowires. Durham theses, Durham University. capítulos 1.3 and 2.
- Idigoras O., Magnetization reversal behavior of ferromagnetic thin films and nano-structures (2013)
- S. Blundell, Magnetism in Condensed Matter (Oxford University Press, Oxford 2001) capítulos 1-6
- Fishbane, M. Paul, Gasiorowicz, G. Stephen & Thornton, T. Stephen "Physics for scientists and engineers with modern physics", Pearson Education Inc., New Jersey, 2005.
- Carey, R. & Isaac, E. D. "Magnetic domains and techniques for their observations" The English Universities Press Ltd., UK, 1966.

# 2.1.2. Definiciones y unidades magnéticas

- Jiles D. "Introduction to magnetism and magnetic materials" New York, 1998.
- Cullity, B. D. & Graham, C.D. "Introduction to magnetic materials" John Wiley and Sons Inc., Hoboken, New Jersey, 2009.

#### 2.1.3. Origen microscópico del magnetismo

- Kittel, C. "Introduction to solid state physics", John Wiley & Sons, Inc., 2000.
- Turton, Richard "The physics of solids" Oxford University Press Inc., New York, 2000.
- Omar, M. A. "Elementary solid state physics: Principles and applications", 1975.
- Cullity, B. D. & Graham, C. D."Introduction to magnetic materials", USA, 2009.

## 2.1.4. Clasificación de los materiales magnéticos

- Jiles, D. "Introduction to magnetism and magnetic materials" Chapman and Hall/CRC, New York, 1998.

# 2.16 Interacción del intercambio magnético

- Aharoni, Amikam "Introduction to the theory of ferromagnetism" Clarendon Press Inc., Oxford, 1998.
- C. Sánchez del Río, ed. (2003). Física cuántica. Ediciones Pirámide.
- Tebble, R. S. "Magnetic Domains" Butler and Tanner Ltd., France & London, 1969

# 2.1.7.1. Anisotropía magnetocristalina

- Chikazumi, Soshin "Physics of ferromagnetism", Clarendon Press, Oxford, 1997.

#### 2.1.11. Rotación coherente de la magnetización – El modelo Stoner Wohlfarth

- Stoner, E. C. & Wohlfarth, E. P. "A mechanism of magnetic hysteresis in heterogeneous alloys" Phil. Trans. R. Soc. Lond. A, 240 (826), 599, 1948.
- Tannous C. & Gieraltowski J. "The Stoner–Wohlfarth model of ferromagnetism" Eur. J. Phys., 29(3), 475, 2008.

#### 2.2.1. Historia de la luz

- http://www.colorado.edu/physics/phys3220/phys3220\_sp15/LectureNotes/lecturenotes\_1\_part2.pdf

## 2.2.2. Polarización de la luz

- G. R. Fowles, Introduction to Modern Optics (Dover, New York, 1989) capítulos 1,2,6
- "A New Class of Polarization Optics Designed Specifically for Lasers," Semrock White Paper Series, www.semrock.com.

#### 2.2.4. Efecto-Magneto-óptico Kerr

- Idigoras O., Magnetization reversal behavior of ferromagnetic thin films and nano-structures (2013)

#### 3.1. Fabricación

- L. Smith, Thin-Film Deposition-Principles & Practice (McGraw Hill, New York, 1995) chapters 5, 6, 8.5.4
- R. Skomski, J. Phys.: Condens. Matter 15, R841 (2003).

#### 3.2. Caracterización estructural

- Hermann Haken, Hans Christoph Wolf and W.D. Brewer, The Physics of Atoms and Quanta: Introduction to Experiments and Theory (Advanced Texts in Physics) chapters 1-14
- Harald Ibach and Hans Lüth, Solid-State Physics: An Introduction to Principles of Materials Science (Advanced Texts in Physics) chapters 1-8
- Rosenberg, H. M. "The solid state: An introduction to the physics of crystals for students of physics, materials science and engineering", Oxford University Press Inc., New York, 1978.

## 3.2.2. Difractometría y reflectividad con rayos X

- D. Cullity, Elements of X-ray Diffraction (Addison-Wesley, Massachusetts, 1959) - capítulos 1, 2.1- 2.10, 3

#### 3.3.2. Formalismo de Jones: Matriz de reflexión GME

- Berger and M. R. Pufall, Appl. Phys. Lett. 71, 965 (1997)
- Berger and M. R. Pufall, J. Appl. Phys. 85, 4583 (1999)
- J.A. Arregi et al., J. Appl. Phys. 111, 103912 (2012)

# Lista de Figuras

Figura 1 llustración de la estructura hexagonal del cobalto y su orientación en las muestras multicapa	_ 2
Figura 2 Disposición de la secuencia de capas en las muestras del trabajo previo	_ 2
Figura 3 Representación de la discordancia entre los parámetros de red del cobalto y el cromo	_ 3
Figura 4 Representación del proceso de relajación del estado tensional a medida que la capa de cobalto es más gruesa	5 _ 3
Figura 5 (a) Representación esquemática de la técnica de difracción de rayos X y (b) Gráfica del resultado de la medición, que muestra la relajación de la tensión a medida que se aumenta el grosor de la muestra	
Figura 6 Representación de la muestra con espesores variables de cromo	_ 5
Figura 7 (a) Representación aproximada de los parámetros de red del cobalto, del cromo y de la plata. (b) Relajación de la tensión en el cromo y en el cobalto al aumentar el espesor de la capa de cromo	_ 6
Figura 8 Secuencia de crecimiento epitaxial con la capa de cromo de espesor variable a lo largo de la longitud_	_ 6
Figura 9 Secuencia de crecimiento epitaxial con un capa de cromo-rutenio de composición variable a lo largo de longitud	
Figura 10 Definición de momento magnético	12
Figura 11 Representación esquemática del movimiento de un electrón en un átomo:	14
Figura 12 Representación de los espines de los electrones de las capas 3d y 4f de diferentes elementos	17

Figura 13 Diamagnetismo: Representación esquemática de los momentos magnéticos. Relación de la susceptibilidad con el campo magnético aplicado18
Figura 14 Paramagnetismo: Representación esquemática de los momentos magnéticos. Relación de la inversa de la susceptibilidad la temperatura18
Figura 15 Diagramas esquemáticos mostrando el alineamiento de los momentos magnéticos en diferentes materiales magnéticos: (a) Ferromagnéticos, (b) Antiferromagnéticos y (c) Ferrimagnéticos19
Figura 16 Antiferromagnetismo: Representación esquemática de los momentos magnéticos. Relación de la inversa de la susceptibilidad con la temperatura20
Figura 17-Ferrimagnetismo: Representación esquemática de los momentos magnéticos. Relación de la inversa de la susceptibilidad con la temperatura. Se ha indicado la temperatura de Curie en el gráfico 20
Figura 18 (a) Alineamiento paralelo de los momentos magnéticos individuales de un material ferromagnético y (b) alineamiento antiparalelo de los espines en un material antiferromagnético21
Figura 19 Alineamiento de los momentos magnéticos en el interior de dominios de materiales ferromagnéticos en dos casos: estado de desmagnetización, donde los momentos magnéticos varían de dominio a dominio, y en el estado de saturación, donde todos los momentos magnéticos se alinean paralelamente cuando se aplica un campo magnético suficientemente grande
Figura 20 Comparación de la dependencia de la temperatura de sustancias paramagnéticas, ferromagnéticas y antiferromagnéticas. (a) una muestra paramagnética siguiendo la Ley de Curie21
Figura 21 Ilustración de las estructuras cristalinas más habituales23
Figura 22 Curvas de magnetización para tres estructuras cristalinas diferentes 24
Figura 23 Energía superficial para la anisotropía de sistemas cúbicos. A la izquierda: Hierro (Fe) BCC con K1 positivo. A la derecha: Niquel (Ni) con K1 negativo. Los vectores indican los ejes de magnetización fácil y difícil. 25
Figura 24 Vista de la energía de anisotropía magnetocristalina para un sistema uniaxial con el eje c según el eje Z.  (a) Representación 3D. (b) Corte con el plano XZ 26
Figura 25 Diagrama esquemático que muestra el cambio $\Delta l$ en la longitud del material como resultado de aplicar un campo magnético $H_{\rm ext}$ para efectos magneto-estrictivos positivos ( $+\Delta l$ ) y negativos ( $-\Delta l$ .)27
Figura 26 Representación de un imán uniforme mostrando el campo desmagnetizador H <sub>d</sub> creado por los momentos magnéticos28
Figura 27 Diagrama que muestra la idea subyacente en la formación de dominios en un cristal uniaxial perfecto con forma de una barra magnética. La formación de dominio reduce la energía magnetostática del sistema. Se parte desde un estado saturado mostrado en (a) con un campo desmagnetizante muy grande hasta un sistema de flujo cerrado como el que se muestra en (d).
Figura 28 Formación de patrones de dominios como proceso de minimización de la energía. (a) Configuración que minimiza la energía de intercambio, pero con una energía magnetostática muy alta. (b) Configuración que minimiza la suma de la energía de intercambio y la energía magnetostática. (c) Configuración que minimiza la energía de intercambio, la energía magnetostática y la energía de los espines cercanos a la frontera entre dominios. (d) Igual que (c) pero considerando además la minimización de la energía magnetostrictiva 31 magnetocristalina, (e) Igual que (d) pero considerando además la minimización de la energía magnetostrictiva

Figura 29 Esquema que muestra los momentos de espín localizados en los dominios y en las paredes del dominio en un material ferromagnético. Se dispone de dos tipos de paredes de dominio: (a) La pared de Bloch y (b) la pared de Néel, dependiendo del grosor del material ferromagnético.
Figura 30 Ciclo de histéresis que muestra el estado de saturación, el estado remanente y la coercitividad. Los diagramas esquemáticos incluidos muestras la orientación de los momentos magnéticos en saturación en el estado remanente32
Figura 31 Ciclo de histéresis utilizando el modelo SW para un campo aplicado a 60° del eje fácil. Las cruces naranjas representan la magnetización remanente, las verdes el campo coercitivo, las azules el campo de salto y las rosas el campo de cierre 33
Figura 32 Representación del campo de nucleación para diferentes modos de inversión de la magnetización 34
Figura 33 (a) Representación esquemática de la distribución de los momentos magnéticos en una partícula, según el modelo Stoner-Wohlfarth, donde los momentos magnéticos rotan simultáneamente y coherentemente durante la inversión. (b) Sistema de coordenadas utilizado para el análisis teórico35
Figura 34 Esquema del mecanismo de rotación coherente como resultado de un campo magnético de intensidad variable aplicado a 80° del eje fácil de magnetización 36
Figura 35 Esquema del salto de la magnetización para un campo magnético aplicado en la dirección del eje fácil. 36
Figura 36 Representación de los saltos de Barkhausen en un ciclo de histéresis 37
Figura 37 Sistema de coordenadas para la resolución analítica del mínimo de energía en el modelo SW 38
Figura 38 Ciclo de histéresis longitudinal para varios ángulos $\theta$ (0°, 30°, 60° $y$ 90°) del campo aplicado $h$ con el eje fácil. Cabe destacar el ciclo cuadrado para $\theta=0$ ° $y$ la línea diagonal $m$ $\parallel=h$ para $\theta=90$ °. Éste último muestra una discontinuidad en la pendiente en el valor del campo de anisotropía39
Figura 39 Ciclo de histéresis transversal para varios ángulos $\theta$ (0°, 30°, 60° $y$ 90°) del campo aplicado $h$ con el eje fácil. Cabe destacar la línea horizontal $m \perp = 0$ para $\theta = 0$ ° $y$ el círculo para $\theta = 90$ °40
Figura 40 Representación del modelo SW: (a)-(c) Mapas de colores de la energía libre en función del campo aplicado normalizado con el campo de anisotropía y del ángulo de magnetización con respecto el eje fácil.  Específicamente, (a) muestra el perfil de energía libre para un campo aplicado en según el eje fácil, (b) para un campo aplicado a 45° del eje fácil y (c) para un campo aplicado en el eje difícil. También se incluyen los ciclos de histéresis respectivos.
Figura 41 Disposición del vector de magnetización durante el proceso de inversión de la magnetización desde saturación positiva a negativa. El campo aplicado tiene la dirección del eje fácil de magnetización ( $\theta=0^{\circ}$ ).  Nótese que hasta que h no es menor que -1, no se da el salto discontinuo de la magnetización42
Figura 42 Disposición del vector de magnetización durante el proceso de inversión de la magnetización desde saturación positiva a negativa. El campo aplicado tiene un ángulo con la dirección del eje fácil de magnetización $(\theta=-45^\circ)$ . Nótese que hasta que h no es menor que -0.5, no se da el salto discontinuo de la magnetización 43
Figura 43 Disposición del vector de magnetización durante el proceso de inversión de la magnetización desde saturación positiva a negativa. El campo aplicado tiene la dirección del eje difícil de magnetización ( $\theta=-90^\circ$ ). Nótese que no se da el salto discontinuo de la magnetización, sino que es un proceso continuo de rotación de los momentos magnéticos.

Figura 44 Los valores del campo magnético que se encuentren dentro del dominio del astroide son aquellos para los cuales la inversión de la magnetización es posible. Fuera del astroide, no hay inversión 45
Figura 45 Sistema de coordenadas para la representación de la frontera de la histéresis del modelo SW en forma de un astroide45
Figura 46 Campo crítico normalizado HS/HK versus el ángulo $\alpha$ , mostrando el mínimo campo para invertir la magnetización46
Figura 47 Representación habitual de una onda electromagnética, compuesta por un campo eléctrico E y por un campo magnético B 48
Figura 48 Sistema de coordenadas utilizado para la explicación de la polarización de la luz. Cabe señalar que se utilizan dos sistemas diferentes: Uno en los ejes $x$ e $y$ ; Otro en los ejes $a$ y b 50
Figura 49 Representación de una onda linealmente polarizada según las componentes Ex y Ey 51
Figura 50 Representación de la proyección del campo eléctrico en una onda linealmente polarizada 51
Figura 51 Representación de una onda circularmente polarizada según las componentes Ex y Ey 52
Figura 52 Diferentes representaciones de una onda circularmente polarizada 53
Figura 53 Representación de luz polarizada elípticamente para diferentes casos: (a) Para distintas amplitudes y desfase de $\pi/2$ (b) Para mismas amplitudes y desfase distinto de $0,\pm\pi/2$ (c) para distintas amplitudes y desfase distinto de $0,\pm\pi/2$ 54
Figura 54 Resumen ilustrativo de los tres tipos de polarización: (a) Lineal (b) Circular (c) Elíptica. Nótese la proyección de la onda sobre el plano t=054
Figura 55 Representación de un polarizador lineal actuando según el eje $x$ 55
Figura 56 Esquema de un polarizador absorbente y un polarizador reflectante o divisor de haz actuando sobre un onda con componentes iniciales en $x$ e $y$ 55
Figura 57 Representación de un lámina de cuarto de onda actuando sobre una onda polarizada linealmente según una recta que forma $45^{\circ}$ con los ejes $x$ e $y$ .
Figura 58 Refracción de una onda electromagnética en un medio. La onda incidente kise reflejada (kr) y transmitida(kt). n es el vector unitario normal a la superficie. s y p representan los ejes del sistema de referencia utilizado 57
Figura 59 Representación esquemática de la reflexión de luz polarizada sobre una superficie58
Figura 60 Representación de los cambios de polarización en la luz (a) transmitida (efecto Faraday) y (b) reflejada (efecto Kerr) en un medio magnetizado 60
Figura 61 Geometrías del efecto Kerr. (a) Polar (b) Longitudinal (c) Tranversal63
Figura 62 Representación esquemática de la cámara principal del sistema de sputtering. En ella se visualiza el principio de funcionamiento de este sistema: Los iones de argón son acelerados hacia el target de plata, que se erosiona. Estos átomos de plata saltan a la cámara y se depositan en la muestra67

Figura 63 Ilustración de las interacciones ion-target 68
Figura 64 Distribución del potencial de plasma cuando se introduce un objeto con carga negativa muy grande_ 70
Figura 65 Representación de la sección transversal de un magnetrón circular equilibrado: Los imanes se colocan debajo del cátodo (target); los campos magnéticos provocan las trayectorias helicoidales de los electrones que son atrapados, lo que incrementa localmente la ionización y hace que aparezca un perfil de erosión
Figura 66 Esquema de un magnetrón circular no equilibrado: La configuración no equilibrada de los imanes lleva a tener una gran densidad de plasma cerca del substrato
Figura 67 Sistema de deposición de sputtering UHV de AJA. (a) Vista exterior de la cámara principal y la cámara secundaria. (b) Vista interior de la cámara principal
Figura 68 llustración general del sistema de sputtering utilizado. En la parte de la izquierda están las dos cámaras y por debajo se puede acceder para el manejo de la inclinación de los cañones. En la parte de la derecha se sitúan todos los sistemas de control, fuentes de alimentación e indicadores de presión de la cámara principal. (b) llustración del ordenador con el programa de Labview que permite el control de todo el sistema
Figura 69 (a) Ilustración del conjunto target y magnetrón (b) Fotografía del sistema de sputtering en funcionamiento. La luz que se emite es la de fotones del argón, cuando se produce el plasma. (c) Ilustración del conjunto del cañón, el target, el magnetrón y el shutter. Se visualiza que el control de la inclinación de la pistola se encuentra en la parte inferior del cañón.
Figura 70 Esquema del sistema de sputtering seccionado por la mitad. Cabe señalar la válvula que separa ambas cámaras, y los dos movimientos manuales de la inclinación del cañón y de la altura del portamuestras. También señalar el movimiento de giro automatizado del portamuestras 74
Figura 71 Procesos atómicos durante la etapa inicial del crecimiento de películas delgadas 75
Figura 72 La curva de energía potencial para una partícula en estado de fisisorción en función de la distancia a la superficie 76
Figura 73 Esquema resumen del proceso de absorción por etapas
Figura 74 Ilustración del fenómeno del autosombreado 79
Figura 75 (a) Red espacial con dos elecciones de celda unidad; (b) Base atómica; (c) Cristal bidimensional resultante80
Figura 76 (a) Representación de los ejes coordenados en una estructura cristalina. (b) Tres ejemplos de planos y direcciones en una celda unidad, utilizando la notación y los índices de Miller81
Figura 77 Vectores a1 a2 y c en una estructura hexagonal compacta y con alto empaquetamiento atómico. La celda unidad está limitada por los vectores a1 a2 y c, y en ella caben 6 átomos82
Figura 78 (a) Celdas unitarias del substrato y la capa en estado estable y relajado. Representación esquemática de una película (b) pseudomórfica, (c) parcialmente relajada, y (d) totalmente relajada83
Figura 79 (a) Dislocación helicoidal, con el vector de Burgers b paralelo a la dislocación. (b) Dislocación de borde con el vector de Burgers b perpendicular a la dislocación. Nótese que en ambos casos se ha representado el circuito de 360° que se realiza para el cálculo del vector de Burgers b

Figura 80 (a) Vista esquemática de una película delgada epitaxial en la que se muestra la inclinación de las cristalitas o granos (b) Vista superior	84
Figura 81 Esquema de los principales componentes y ángulos en el experimento de difracción de rayos X	84
Figura 82 Representación esquemática del proceso de dispersión. El punto D marca la posición del detector para el cual la hipótesis $R'\gg r$ es valida	a 85
Figura 83 (a) Representación del vector de onda incidente, reflejado y del vector de dispersión y su relación angular. (b) llustración de la Ley de Bragg	87
Figura 84 Esfera de Ewald	89
Figura 85 Representación de los vectores de incidencia, difracción y dispersión y sus ángulos en la difracción de rayos X	90
Figura 86 Comparación entre las dos mediciones principales con la técnica de difracción de rayos X	91
Figura 87 Representación de los barridos que hace cada escáner sobre la esfera de Ewald	92
Figura 88 Representación de los posibles casos en el análisis de cristalinidad	93
Figura 89 Representación de los ángulos relevantes en la difracción de rayos X	94
Figura 90 Fotografía del sistema de rayos X y sus componentes importantes	95
Figura 91 llustración detallada de los componentes del sistema de rayos X.	95
Figura 92 Representación esquemática del experimento GME. (a) En el caso de muestras individuales y (b) en el caso de muestras alargadas, que se mueven con el motor lineal controlado por Labview	99
Figura 93 Representación de un ciclo de histéresis para una configuración de los polarizadores $\phi 1=-20^\circ$ , $\phi 2=108^\circ$ . Se aprecia la magnitud $\delta I$ y las intensidades $IH$ y $I-H$	
Figura 94 Gráficas del cambio de la intensidad de la luz para un campo magnético H determinado (H=2000 Oe), en función de los ángulos de polarización de los polarizadores. A la izquierda se aprecia el resultado experiment y a la derecha la misma gráfica tras realizar el ajuste. Se comprueba como la similitud entre ambas gráficas es muy alta.	
Figura 95 Representación del cambio de intensidad de la luz para diferentes campos magnéticos aplicados. Se h incluido tanto la medida experimental como la gráfica modelada en cada caso1	
Figura 96 llustración que aclara el análisis de los datos a partir de un ciclo de histéresis, para diferentes campos aplicados1	
Figura 97 Representación de las tres capas superiores de las muestras, para un material magnético isótropo. Se incluyen los índices de refracción del SiO2 y del Cr utilizados para el método de la matriz de transferencia 1	
Figura 98 Representación de las tres capas superiores de las muestras, para un material magnético anisótropo. Cabe señalar las dos componentes de la constante de acoplamiento magneto-óptica. Se incluyen los índices de refracción del SiO2 y del Cr utilizados para el método de la matriz de transferencia	04

Figura 99 llustración de la configuración utilizada en el sistema de sputtering para la deposición sobre substra alargados de silicio, donde se muestra el alineamiento del cañón de cromo	itos 109
Figura 100 Resultados de la calibración de la cuña de cromo en función de la orientación del cañón para una potencia de 100W y presión de 3 mTorr. Se ha incluido el rango del objetivo deseado para las muestras del proyecto	111
Figura 101 Estimación de los espesores en tres puntos de las muestras alargadas para dos orientaciones del cañón de cromo. También se han incluido los tiempos estimados de deposición para obtener el perfil de espes más parecido al objetivo	or 111
Figura 102 Secuencia de capas	114
Figura 103 llustraciones de las estructuras atómicas del silicio y la plata, con sus parámetros de red, orientacio cristalográficas y la supercelda que forman al crecer epitaxialmente.	
Figura 104 llustraciones de las estructuras atómicas de la plata y el cromo, con sus parámetros de red, orientaciones cristalográficas y la supercelda que forman al crecer epitaxialmente.	115
Figura 105 llustraciones de las estructuras atómicas del cromo y del cobalto, con sus parámetros de red, orientaciones cristalográficas y la supercelda que forman al crecer epitaxialmente.	116
Figura 106 llustración de las obleas de silicio utilizadas en la deposición. Caben señalar el plano de la muestra dirección del lado plano principal	y la 117
Figura 107 Representación que ilustra la ambigüedad de las orientaciones de los planos cristalográficos y sus signos	118
Figura 108 Representación del plano de la oblea y de la dirección del lado plano principal sobre las coordenad de una celda unitaria	as 118
Figura 109 Representación de un plano equivalente al plano de la oblea, donde la dirección del lado plano principal está contenida en dicho plano	118
Figura 110 Planos de corte a realizas sobre la oblea de silicio para obtener las orientaciones deseadas en la medición en GME	119
Figura 111 llustración de la configuración GME tras la instalación del motor lineal que permite el movimiento relativo de la pieza respecto al campo magnético aplicado	121
Figura 112 Fotografía del motor lineal ThorLabs utilizado	121
Figura 113 Medida de reflectividad de la plata con un tiempo de deposición de 5 minutos	125
Figura 114 Medida de reflectividad de la plata con un tiempo de deposición de 7.5 minutos	126
Figura 115 Medida de reflectividad de la plata con un tiempo de deposición de 10 minutos	127
Figura 116 Ajuste lineal de los espesores de la plata en función del tiempo de deposición	128
Figura 117 Comparación de las medidas de reflectividad de la plata para diferentes tiempos de deposición	128
Figura 118 Medida de reflectividad del cromo con un tiempo de deposición de 8 minutos	129

Figura 119 Medida de reflectividad del cromo con un tiempo de deposición de 10 minutos	_ 130
Figura 120 Medida de reflectividad del cromo con un tiempo de deposición de 12 minutos	_ 131
Figura 121 Ajuste lineal de los espesores del cromo en función del tiempo de deposición	_ 132
Figura 122 Comparación de las medidas de reflectividad de la plata para diferentes tiempos de deposición_	_ 132
Figura 123 Medida de reflectividad del cobalto con un tiempo de deposición de 6 minutos	_ 133
Figura 124 Medida de reflectividad del cobalto con un tiempo de deposición de 8 minutos	_ 134
Figura 125 Medida de reflectividad del cobalto con un tiempo de deposición de 10 minutos	_ 135
Figura 126 Medida de reflectividad del cobalto con un tiempo de deposición de 15 minutos	_ 136
Figura 127 Medida de reflectividad del cobalto con un tiempo de deposición de 20 minutos	_ 137
Figura 128 Ajuste lineal de los espesores del cobalto en función del tiempo de deposición	_ 138
Figura 129 Medida de reflectividad del rutenio con un tiempo de deposición de 25 minutos	_ 139
Figura 130 Medida de reflectividad del rutenio con un tiempo de deposición de 40 minutos	_ 140
Figura 131 Ajuste lineal de los espesores del rutenio en función del tiempo de deposición	_ 141
Figura 132 Medida de reflectividad del óxido de silicio con un tiempo de deposición de 20 minutos.	_ 142
Figura 133 Representación del espesor de cromo según la posición en la muestra	_ 143
Figura 134 Medidas de difractometría de rayos X para cuatro muestras individuales con diferentes espesores cromo, fabricadas en deposiciones separadas	s de 144
Figura 135 llustración detallada de los picos de plata para diferentes espesores de cromo. Los datos se encuentran normalizados por el valor de la intensidad máxima del silicio	_ 145
Figura 136 Posición angular de los picos de la plata en función del espesor de la capa de cromo	_ 146
Figura 137 (a) Posición angular de los picos del cromo en función del espesor de la propia capa de cromo. (b, Deformación en el eje z dela capa de cromo, según el espesor de dicha capa.	
Figura 138 Posición angular de los picos del cobalto en función del espesor de la capa de cromo	_ 147
Figura 139 Deformación en el eje z de la capa de cobalto en función del espesor de la capa de cromo	_ 148
Figura 140 Medidas de difractometría de rayos X para dos muestras individuales con diferentes espesores d cromo, fabricadas al mismo tiempo en posiciones del portamuestras diferentes	e _ 149
Figura 141 Ilustración de los ángulos en la medición de rayos X	_ 150
Figura 142 Resultado del escáner φ para el silicio en la muestra cercana y en la lejana	150

Figura 143 Resultado del escáner $\phi$ para la plata en la muestra cercana y en la lejana.	_ 151
Figura 144 Resultado del escáner $\phi$ para el cromo en la muestra cercana y en la lejana.	_ 151
Figura 145 Resultado del escáner $\phi$ para el cobalto en la muestra cercana y en la lejana	_ 152
Figura 146 Gráficas del escáner $\theta/2\theta$ de la plata, en las muestras cercana y lejana.	_ 153
Figura 147 Gráficas del escáner $\theta/2\theta$ del cromo, en las muestras cercana y lejana.	_ 153
Figura 148 Gráficas del escáner $ heta/2 heta$ del cobalto, en las muestras cercana y lejana.	_ 153
Figura 149 Medidas de difractometría de rayos X para las ocho muestras individuales de la muestra alargada con diferentes espesores de cromo.	ISO9 _ 155
Figura 150 Representación detallada de los picos de la plata en la muestra alargada. Se ha incluido el ángulo la intensidad máxima y la anchura del pico a la mitad de su intensidad máxima.	
Figura 151 Posición de los picos de la plata en función de la zona de la muestra alargada.	_ 157
Figura 152 Representación detallada de los picos del cromo en la muestra alargada. Se ha incluido el ángulo pla intensidad máxima y la anchura del pico a la mitad de su intensidad máxima.	
Figura 153 Posición de los picos de cromo en función de la zona de la muestra alargada. Se aprecia una tende de las muestras hacia su valor relajado. Se ha restado la variable z a los datos, con objeto de eliminar el efect la plata. También se ha señalado con un círculo rojo el valor en la octava muestra, que no es representativo d comportamiento general de la muestra.	o de
Figura 154 Representación detallada de los picos del cobalto en la muestra alargada. Se ha incluido el ángulo para la intensidad máxima y la anchura del pico a la mitad de su intensidad máxima.	
Figura 155 Posición de los picos del cobalto en función de la zona de la muestra alargada. Se ha restado la variable z para aislar el resultado de los efectos de la plata.	_ 161
Figura 156 Resultado del escáner $arphi$ / $\omega$ en la configuración del silicio	_ 162
Figura 157 Resultado del escáner $arphi$ / $\omega$ en la configuración de la plata	_ 163
Figura 158 Resultado del escáner $arphi$ / $\omega$ en la configuración del cromo	_ 163
Figura 159 Resultado del escáner $arphi$ / $\omega$ en la configuración del cobalto	_ 164
Figura 160 Medidas de difractometría de rayos X para tres muestras individuales de la muestra alargada ISO8 diferentes composiciones de la capa de cromo rutenio	
Figura 161 Representación detallada de los picos de la plata en la muestra alargada de CrRu. Se ha incluido e ángulo para la intensidad máxima y la anchura del pico a la mitad de su intensidad máxima.	
Figura 162 Posición de los picos de la plata en función de la zona de la muestra alargada de CrRu	_ 167
Figura 163 Representación detallada de los picos de cromo rutenio en la muestra algraada de CrRu	169

Figura 164 Posición de los picos del cromo puro y del cromo rutenio en función de la zona de la muestra alargada de CrRu.
Figura 165 Representación detallada de los picos de cobalto en la muestra alargada de CrRu. Se ha incluido el ángulo para la intensidad máxima y la anchura del pico a la mitad de su intensidad máxima 17
Figura 166 Posición de los picos del cobalto en función de la zona de la muestra alargada de CrRu. También en este caso se ha restado la variable z con objeto de eliminar el efecto de la capa de plata 17
Figura 167 Representaciones del mapeado del espacio recíproco en la muestra ISO9_1, con la orientación $\varphi=0^\circ$
Figura 168 Representaciones del mapeado del espacio recíproco en la muestra ISO9_1, con la orientación $\varphi=180^\circ$ 17
Figura 169 Representaciones del mapeado del espacio recíproco en la muestra ISO9_4, con la orientación $\varphi=0^\circ$ 17
Figura 170 Representaciones del mapeado del espacio recíproco en la muestra ISO9_4, con la orientación $\varphi=180^\circ$ 17
Figura 171 Mapeado del espacio recíproco en la posición del silicio, para las cuatro muestras estudiadas 17
Figura 172 Mapeado del espacio recíproco en la posición de la plata, para las cuatro muestras estudiadas 17
Figura 173 Mapeado del espacio recíproco en la posición del cromo, para las cuatro muestras estudiadas 17
Figura 174 Mapeado del espacio recíproco en la posición del cobalto, para las cuatro muestras estudiadas 17
Figura 175 Mapeado del espacio recíproco en la posición del cobalto, representado en la esfera de Ewald 17
Figura 176 Forma alternativa de representación del espacio recíproco, con los ejes $\omega$ vs $\omega/2\theta$ 18
Figura 177 llustración de la muestra alargada, los cortes realizados, y de la numeración de la muestras individuales en función de la cantidad de cromo. Tambíen se han indicado con un círculo las muestras estudiadas en este apartado18
Figura 178 llustración del ángulo formado por el eje fácil del cobalto y el eje longitudinal de la muestra 18
Figura 179 llustración de las dos disposiciones estudiadas, cambiando el ángulo $\beta$ 18
Figura 180 Representación de los ciclos de histéresis en las muestras estudiadas, para las dos disposiciones establecidas18
Figura 181 Gráficas del cambio de la intensidad de la luz para un campo magnético H determinado (H=2000 Oe), en función de los ángulos de polarización de los polarizadores. A la izquierda se aprecia el resultado experimenta y a la derecha la misma gráfica tras realizar el ajuste
Figura 182 Representación de la convergencia del índice de refracción, de la constante de acoplamiento magneto óptica y del ángulo de magnetización 18
Figura 183 Representación de los parámetros del modelo (βi), en función de la intensidad de campo magnético aplicado, para la muestra #1, en las dos disposiciones estudiadas18

Figura 184 Representación de los parámetros del modelo (βi), en función de la intensidad de campo magnético aplicado, para la muestra #4, en las dos disposiciones estudiadas 18	;5
Figura 185 Representación de los parámetros del modelo (βi), en función de la intensidad de campo magnético aplicado, para la muestra #7, en las dos disposiciones estudiadas 18	16
Figura 186 Sistema de coordenadas y ángulos utilizados en el análisis de las medidas GME 18	17
Figura 187 Representación del ángulo de magnetización en función del campo H aplicado, para las tres puestras estudiadas. En cada muestra se han analizado dos disposiciones. $\beta'=-30^\circ$ y $\beta'=0^\circ$ . Concretamente, las mediciones con $\beta'=-30^\circ$ muestran una mayor rotación 18	
Figura 188 Representación de los campos de anisotropía HK1 y HK2 y de la anisotropía magnética total HK, para las tres muestras analizadas18	35
Figura 189 Representación del indice de refracción, tanto en su parte real como compleja, para las tres muestras y para las dos disposiciones estudiadas 18	
Figura 190 Partes real e imaginaria de la constante de acoplamiento magneto-óptica, para las tres muestras y para las dos disposiciones estudiadas 19	ıc
Figura 191 llustración esquemática de la muestra alargada con el espesor variable de la capa de cromo 19	11
Figura 192 Ciclos de histéresis obtenidos para una configuración de los polarizadores determinada, en función de la distancia en la muestra alargada, desde el extremo con menos cromo 19	
Figura 193 Valor normalizado de la constrante de acoplamiento magneto-óptica en tres puntos diferentes de la muestra (y=5, 33 y 59 mm), con espesores de cromo de 18, 35 y 63 nm , respectivamente 19	12
Figura 194 Tensor dieléctrico para un material magneto-ópticamente isotrópico y para uno anisotrópico 19	12
Figura 195 Modulación de la constante de acoplamiento magneto-óptica en función del espesor de cromo 19	12