



UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
CENTRO DE CIÊNCIAS EXATAS E DA NATUREZA
DEPARTAMENTO DE FÍSICA
PROGRAMA DE PÓS GRADUAÇÃO EM CIÊNCIA DE MATERIAIS

GUSTAVO HENRIQUE BASTOS DA SILVA

**MAGNETOIMPEDÂNCIA EM MULTICAMADAS
MAGNÉTICAS DEPOSITADAS EM SILÍCIO**

Recife

2022

GUSTAVO HENRIQUE BASTOS DA SILVA

**MAGNETOIMPEDÂNCIA EM MULTICAMADAS
MAGNÉTICAS DEPOSITADAS EM SILÍCIO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais da Universidade Federal de Pernambuco, como parte dos requisitos necessários para a obtenção do título de mestre em Ciência de Materiais.

Área de concentração: Ciência dos Materiais.

Orientador: Fernando Luis de Araujo Machado

Coorientador: Michael Cabrera-Baez

Coorientador externo: Pablo Rafael Trajano Ribeiro

Recife

2022

Catálogo na fonte
Bibliotecária Nataly Soares Leite Moro, CRB4-1722

S586m Silva, Gustavo Henrique Bastos da
Magnetoimpedância em multicamadas magnéticas depositadas em silício /
Gustavo Henrique Bastos da Silva. – 2022.
92 f.: il., fig.

Orientador: Fernando Luis de Araujo Machado.
Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal de Pernambuco. CCEN,
Ciência de Materiais, Recife, 2022.
Inclui referências.

1. Materiais não metálicos. 2. Magnetoimpedância. 3. Sensores magnéticos.
4. Multicamadas. 5. Filmes finos. I. Machado, Fernando Luis de Araujo
(orientador). II. Título.

620.19

CDD (23. ed.)

UFPE- CCEN 2022 - 91

GUSTAVO HENRIQUE BASTOS DA SILVA

**MAGNETOIMPEDÂNCIA EM MULTICAMADAS
MAGNÉTICAS DEPOSITADAS EM SILÍCIO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais da Universidade Federal de Pernambuco, como parte dos requisitos necessários para a obtenção do título de mestre em Ciência de Materiais.

Área de concentração: Ciência dos Materiais.

Aprovado em: 30 / 03 / 2022

BANCA EXAMINADORA

Prof^o. Dr.: Fernando Luis de Araujo Machado (Orientador)
Universidade Federal de Pernambuco – UFPE

Prof^o. Dr.: Eduardo Padrón Hernández (Examinador Interno)
Universidade Federal de Pernambuco – UFPE

Prof^a. Dr.: João Maria Soares (Examinador Externo)
Universidade Estadual do Rio Grande do Norte – UERN

Dedico aos grandes

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente à Deus por ter chegado aqui.

Agradeço à minha família, em especial aos meus pais, José Ailton da Silva e Ranailda Cerqueira Bastos, pelo apoio e incentivo. E também a Jaqueline P. P. de Andrade que com muito carinho me levantou muitas vezes! Sem você, Jaque, seria muito mais difícil, por isso te agradeço muito!

Ao Programa de Pós-Graduação em Ciência de Materiais e o Departamento de Física da Universidade Federal de Pernambuco, por oferecer toda infraestrutura de excelência necessária para aprendizagem.

Aos meus co-orientadores: Michael Cabrera-Baez e Pablo Rafael Trajano Ribeiro, pelas conversas e discussões muito construtivas.

Aos companheiros e amigos de laboratório, em especial, Alyson José, Danilo Ratkovsky, Daniel S. Maior, Diego Marques, Eduardo Santos, José E. Abrão, Kasio Mello e Lauretán Tavares, pelas valiosas instruções que foram muito enriquecedoras.

Na equipe técnica: aos companheiros da oficina mecânica, João e “Pena Branca”, ao genial Daniel (da eletrônica) e ao pessoal da organização e limpeza Ane e Evelin, todos eles deram suportes muitíssimos valiosos.

Ao órgão de fomento: CAPES pelo suporte financeiro à pesquisa desta dissertação. Também aos órgãos: FINEP, CNPQ e FACEPE pelo financiamento aos colaboradores que participaram desse trabalho.

Aos professores membros da banca examinadora: Fernando Machado (UFPE), Eduardo H. Padrón (UFPE) e João M. Soares (UERN), é com grande satisfação que os tenho como meus avaliadores.

E especialmente ao professor Fernando Machado por me aceitar e me guiar como orientador, pela enorme paciência de transmitir seus conhecimentos que foram de extrema importância para minha formação como cientista.

Para ser grande, sê inteiro: nada
Teu exagera ou exclui.
Sê todo em cada coisa. Põe quanto és
No mínimo que fazes.
Assim em cada lago a lua toda
Brilha, porque alta vive.

(Ricardo Reis, 1933)
(heterônimo de Fernando Pessoa)

RESUMO

Apresentamos um estudo da magnetoimpedância (MI) medida em elementos multicamadas preparadas através de fotolitografia óptica e pela técnica de deposição por sputtering. As nanoestruturas são compostas de camadas de [Py (100 nm) / Ti (6 nm)]₄ / Cu (400 nm) / [Py (100 nm) / Ti (6 nm)]₄ depositadas em silício (Si), onde Py (permalloy) é uma liga magnética com composição Ni₈₁Fe₁₉ e Ti e Cu representam, respectivamente, camadas metálicas de titânio e cobre. Foram feitas nanoestruturas na geometria de “fita”, um meandro com dois seguimentos na forma de “U”, bem como meandros com 12 seguimentos sendo um com os vértices “retangulares” e outro com os vértices “arredondados”. Laços de histerese foram obtidos à temperatura ambiente ($T = 298\text{K}$) utilizando um magnetômetro de amostra vibrante tipo *VSM (Vibrating Sample Magnetometer)*. A contribuição diamagnética do Si obtida, permitindo assim obter a magnetização a magnetização das multicamadas. Foi obtidos valores para o campo coercivo H_c de cerca de 5 Oe que é típico de ligas ferromagneticamente moles. As medidas da impedância elétrica (Z) foram feitas também em temperatura ambiente. O campo magnético for varrido no intervalo de $\pm 4,0$ kOe tanto na configuração longitudinal quanto na transversal ao plano das amostras. A amplitude da corrente I_{ac} foi mantida constante (= 2 mA) enquanto a frequência (f) da corrente elétrica foi varrida de 100 kHz a 30 MHz. Os dados da MI apresentaram dois regimes distintos. Abaixo de 5 MHz a dependência de Z com f é fortemente influenciada pela nanoestrutura magnética e pelo substrato, enquanto que acima de 15 MHz é observado uma ressonância associada a linha de transmissão composta pelos cabos coaxiais, conectores e pares contorcidos utilizados. Foram obtidos valores na faixa de 5 - 40 m Ω para a máxima variação de Z relativa ao valor medido em 4,0 kOe cujo valor depende da geometria da nanoestrutura. Foi investigada ainda a MI em uma estrutura com a geometria de fita depositada sobre vidro com os objetivos de confirmar a influência do substrato de Si e fazer uma comparação com dados medidos anteriormente em uma nanoestrutura similar. Para essa amostra obteve-se valores de ΔZ muito maiores (~ 600 m Ω) do que na depositada em Si (~ 40 m Ω). É também importante ressaltar que para as amostras depositadas sobre silício há uma forte dependência de Z com f no intervalo de 100 kHz até 10 MHz. Os valores da resisten-

cia dc para as amostras depositadas em silício forão: 8,1 Ω (fita), 6,8 Ω (2-traços), 20,1 Ω (meandro de bordas quadradas) e 45,2 Ω (meandro de bordas redondas). Já para a amostra sobre vidro a resistência elétrica foi de 3,2 Ω . A contribuição do substrato de Si foi contabilizada utilizando-se um modelo CPE (*Constant Phase Element*) enquanto que para a ressonância associada a linha de transmissão utilizou-se um circuito ressonante tipo RLC. Por fim, os resultados da GMI foram interpretados utilizando o modelo desenvolvido para estruturas planares com geometria semi-infinita.

Palavras-chave: magnetoimpedância; sensores magnéticos; multicamadas; filmes finos.

ABSTRACT

We present a study of the magnetoimpedance (MI) measured in multilayer elements prepared by optical photolithography and by the sputtering deposition technique. Nanostructures are composed of layers of [Py (100 nm) / Ti (6 nm)]₄ / Cu (400 nm) / [Py (100 nm) / Ti (6 nm)]₄ deposited on silicon (Si), where Py (permalloy) is a magnetic alloy with composition Ni₈₁Fe₁₉ and Ti and Cu represent, respectively, metallic layers of titanium and copper. Nanostructures were made in “ribbon” geometry, a meander with two segments in the form of “U”, as well as meanders with 12 segments, one with “rectangular” vertices and another with “rounded” vertices. Hysteresis loops were obtained at room temperature ($T = 298\text{K}$) using a VSM type vibrating sample magnetometer (Vibrating Sample Magnetometer). The diamagnetic contribution of Si obtained, thus allowing to obtain the magnetization and magnetization of the multilayers. Values were obtained for the coercive field H_c of about 5 Oe which is typical of ferromagnetically soft alloys. Measurements of electrical impedance (Z) were also made at room temperature. The magnetic field is swept in the range of ± 4.0 kOe in both the longitudinal and transverse configurations of the samples plane. The amplitude of the lac current was kept constant ($= 2$ mA) while the frequency f of the electrical current was swept from 100 kHz to 30 MHz. The MI data showed two distinct regimes. Below 5 MHz the dependence of Z with f is strongly influenced by the magnetic nanostructure and by the substrate, while above 15 MHz a resonance is observed associated with the transmission line composed of the coaxial cables, connectors and twisted pairs used. Values in the range of 5 – 40 m Ω were obtained for the maximum variation of Z relative to the value measured at 4.0 kOe whose value depends on the geometry of the nanostructure. MI was also investigated in a structure with a ribbon geometry deposited on glass in order to confirm the influence of the Si substrate and to make a comparison with data previously measured in a similar nanostructure. MI was also investigated in a structure with a ribbon geometry deposited on glass in order to confirm the influence of the Si substrate and to make a comparison with data previously measured in a similar nanostructure. For this sample, ΔZ values were much higher (~ 600 m Ω) than in the one deposited in Si (~ 40 m Ω). It is also important to note that for samples deposited on silicon there is a strong dependence of Z with f in the range from 100 kHz to 10 MHz. The dc resistance values for samples deposited on silicon were: 8.1 Ω (tape), 6.8 Ω (2-dash), 20.1 Ω (square-

edged meander) and 45.2Ω (round-edged meander). For the sample on glass, the electrical resistance was 3.2Ω . The contribution of the Si substrate was calculated using a CPE (Constant Phase Element) model, while for the resonance associated with the transmission line, an RLC-type resonant circuit was used. Finally, the GMI results were interpreted using the model developed for planar structures with semi-infinite geometry.

Keywords: magneto-impedance; magnetic sensors; multilayers; thin films.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Tetraedro representativo para a pesquisa e desenvolvimento	14
Figura 2 – Momentos de spin do elétron	18
Figura 3 – Ciclos de histereses de materiais ferromagnéticos.	22
Figura 4 – Dinâmica dos domínios magnéticos nos materiais.....	23
Figura 5 – Interações nas interfaces em estruturas de multicamadas.....	25
Figura 6 – Estrutura das multicamadas utilizadas nesse trabalho.....	26
Figura 7 – Momentos magnéticos em um condutor plano semi-finito.....	30
Figura 8 – Linha de transmissão equivalente utilizada no sistema experimental da MI	32
Figura 9 – Ressonância na linha de transmissão.....	34
Figura 10 – Comportamento da fase na linha de transmissão	35
Figura 11 – Circuito CPE equivalente	37
Figura 12 – Etapas gerais de um processo de fotolitografia e transferência de padrões	41
Figura 13 – Etapas principais para o tratamento das superfícies dos substratos.	42
Figura 14 – Configuração do magnetron DC Sputtering.....	45
Figura 15 – Instrumentação do magnetron <i>sputtering</i> DC.....	45
Figura 16 – Amostras preparadas pelos processos de litografia e deposição.	46
Figura 17 – Sistema operacional da perfilometria.	47
Figura 18 – Medidas no perfilômetro sobre a superfície das amostras.	48
Figura 19 – Layout das amostras depositadas.....	51
Figura 20 – Aparato experimental do magnetômetro VSM.....	52
Figura 21 – Configuração dos campos aplicados pelo VSM.	53
Figura 22 – Ajustes feitos em campos acima de 10 kOe.....	54
Figura 23 – Sistema experimental para medidas de MI	56
Figura 24 – Configurações de campo e corrente aplicado sobre as amostras.	57
Figura 25 – Configuração em blocos para o sistema experimental da MI.	58
Figura 26 – Análise da ressonância da linha de transmissão em sistemas distintos	59
Figura 27 – Tratamento da ressonância da linha pelo fit RLC.....	61
Figura 28 – Magnetização do substrato de silício	63
Figura 29 – Comparação dos momentos magnéticos das amostras	64
Figura 30 – Curvas de magnetização das amostras depositadas sobre Si	65
Figura 31 – Variação relativa da impedância ($\Delta Z = Z_{Hmax} - Z_0$) em função da frequência com $I_{ac}=2mA$ em 298 K	68
Figura 32 – Espectros de ΔZ em função de H das medidas de magnetoimpedância.....	70
Figura 33 – Espectro de dispersão da fase θ (°) em função do campo.	78
Figura 34 – Ajustes do R-CPE para $H=0$ e $H=4$ kOe.....	82
Figura 35 – Ajustes de R-CPE para o substrato de silício	85

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Relação entre as grandezas magnéticas no SI e CGS.....	21
Tabela 2 – Relação entre susceptibilidade e permeabilidade magnética nos materiais	22
Tabela 3 – Colisões inelásticas mais importantes em descargas luminescentes.	44
Tabela 4 – Dimensões dos substratos de silício para cada amostra.	51
Tabela 5 – Parâmetros do ajuste RLC para ressonância da linha em $H=0$	60
Tabela 6 – Parâmetros do ajuste RLC para ressonância da linha em $H=4$ kOe.....	60
Tabela 7 – Relação das massas para estimar o volume dos substratos	62
Tabela 8 – Susceptibilidade diamagnética do substrato de Si para cada amostra.	63
Tabela 9 – Ajustes R-CPE para $H = 0$	84
Tabela 10 – Ajustes R-CPE para $H = 4$ kOe.	84

SUMÁRIO

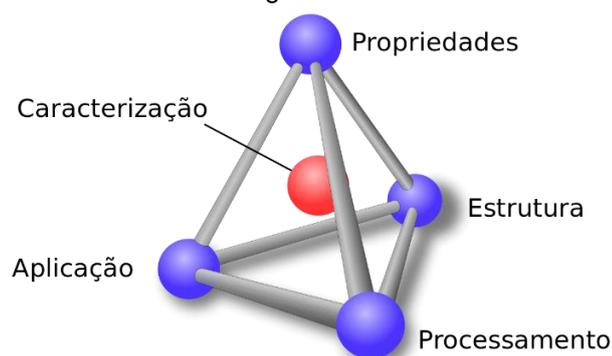
1	INTRODUÇÃO	14
1.1	MOTIVAÇÃO	16
1.2	OBJETIVOS GERAIS	16
1.3	OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	16
1.4	METODOLOGIA DA PESQUISA	17
1.5	ORGANIZAÇÃO DA DISSERTAÇÃO	17
2	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA	18
2.1	PROPRIEDADES MAGNÉTICAS DE MATERIAIS	18
2.2	ESTADOS DE ORDENAMENTOS MAGNÉTICOS DOS MATERIAIS.....	21
2.3	CICLOS DE HISTERESE E DOMÍNIOS MAGNÉTICOS EM MATERIAIS FERROMAGNÉTICOS	22
2.4	CARACTERÍSTICAS MAGNÉTICAS DE MULTICAMADAS	24
2.4.1	Estruturas de multicamadas ferromagnéticas	25
2.4.2	Sensores tipo multicamadas baseados no efeito da magnetoimpedância	26
2.5	MAGNETOIMPEDÂNCIA	27
2.5.1	Modelo teórico da magnetoimpedância em condutores planos semi-finitos.	27
2.5.2	Paredes dos domínios magnéticos em condutores de alta permeabilidade...	30
2.6	CARACTERÍSTICAS DA LINHA DE TRANSMISSÃO	31
2.7	MODELO CPE – <i>CONSTANT PHASE ELEMENT</i>	36
3	MATERIAIS E MÉTODOS	40
3.1	A TÉCNICA DE FOTOLITOGRAFIA.....	40
3.1.1	Principais etapas dos processos da técnica de fotolitografia	40
3.2	MÉTODOS DE DEPOSIÇÃO FÍSICA	43
3.2.1	O processo de deposição pelo magnetron DC <i>sputtering</i>	44
3.3	CARACTERIZAÇÃO SUPERFICIAL DAS AMOSTRAS.....	47
3.4	A TÉCNICA DE VSM (<i>VIBRATING SAMPLE MAGNETOMETER</i>).....	52
3.5	MEDIDAS DE MAGNETOIMPEDÂNCIA.	56
4	RESULTADOS E DISCUSSÕES	59
4.1	RESSONÂNCIA NA LINHA DE TRANSMISSÃO	59
4.2	MEDIDAS MAGNÉTICAS.....	62
4.3	RESULTADOS DAS MEDIDAS DE MAGNETOIMPEDÂNCIA	67
4.4	AJUSTES COM O MODELO R-CPE	82
5	CONCLUSÃO	86
5.1	PERSPECTIVAS FUTURAS	88
	REFERÊNCIAS	89

1 INTRODUÇÃO

Muitos de nossos dispositivos tecnológicos modernos dependem de materiais e fenômenos magnéticos; esses dispositivos incluem geradores e transformadores de energia elétrica, motores elétricos, rádios, televisões, telefones, computadores e componentes de sistemas de reprodução de som e vídeo. (CALLISTER; RETHWISCH, 2016)

Nas ciências dos materiais, desenvolver, caracterizar e estudar materiais, relacionando a microestrutura e a composição química com as propriedades desses materiais é um constante desafio. A influência da técnica de preparação e do processamento é também um fator decisivo no desenvolvimento de novos materiais. Na Figura 1 é mostrado a forma como esses conceitos estão interligados, sendo a base para a ciência e a engenharia de materiais.

Figura 1 – Tetraedro representativo para a pesquisa e desenvolvimento em ciência e engenharias de materiais



Fonte: Wikimedia Commons (2022).

No caso dos materiais magnéticos, um dos interesses é investigar como as propriedades magnéticas estão correlacionadas com a estrutura e a composição do material. Em razão disso encontrar uma aplicação que seja viável muitas vezes é uma longa jornada de pesquisa.

Segundo Ribeiro, para projetar e fabricar novos sensores é necessária uma profunda compreensão das propriedades estruturais e magnéticas dos materiais, sendo isto indispensável para se obter produtos com melhores características para aplicações tecnológicas específicas. Entender o processo de síntese desses materiais bem como os fundamentos físicos das interações microscópicas são de essencial relevância para compreender o fenômeno macroscópico, seja magnético ou de transporte. (RIBEIRO, 2018)

Compreender os mecanismos subjacentes aos processos de magnetização dos materiais nos ajuda a direcionar as aplicações específicas de engenharia, visto que a abordagem atual é fazer pequenos sensores GMI mantendo o comprimento efetivo longo o suficiente, para que a influência do campo de desmagnetização permaneça desprezível, é utilizando multicamadas de filmes finos (GARCÍA-ARRIBAS *et al.*, 2016; PANINA; MOHRI; UCHIYAMA, 1997; WANG, T. *et al.*, 2013; ZHU *et al.*, 2022)

Meydan, da *School of Electrical, Electronic and Systems Engineering*, destaca a relevância dos sensores magnéticos no mundo atual. Segundo ele, os sensores magnéticos exercem um papel fundamental em diversas áreas tecnológicas como, por exemplo, em gravação magnética de alta densidade de dados, em sistemas antifurto, ensaios não destrutivos, marcação ou rotulagem magnética, medidas geomagnéticas e medições biomagnéticas no corpo humano. (MEYDAN, 1994)

É imprescindível notar que os desenvolvimentos tecnológicos recentes foram possibilitados por inúmeros avanços científicos e por descobertas fundamentais. A importância da tecnologia dos dispositivos GMI no cenário científico mundial tem crescido expressivamente desde a sua redescoberta em 1993 por Machado e colaboradores (MACHADO; LOPES DA SILVA; MONTARROYOS, 1993). Em um trabalho seminal eles realizaram medidas de magnetoimpedância em ligas amorfas de $\text{Co}_{70,4}\text{Fe}_{4,6}\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$, utilizando medidas de transporte elétrico, o efeito foi denominado inicialmente de magnetorresistência AC gigante, pelo fato do fenômeno apresentar variações gigantescas da impedância mediante a aplicação de pequenos campos magnéticos e por ser fortemente dependente da frequência da corrente ac passou a ser chamada de magnetoimpedância gigante ou GMI (da sigla em inglês para *Giant Magneto-Impedance*).

A redescoberta desse fenômeno em ligas amorfas chamou a atenção da comunidade científica especialmente por causa de seu grande potencial no desenvolvimento de novos tipos de elementos sensores magnéticos. Desde então, a GMI vem sendo observada em uma grande variedade de materiais e estruturas magnéticas (BEACH *et al.*, 1995; CARARA *et al.*, 1998; HARRISON, E. P. H. *et al.*, 1936; KNOBEL, 1996; MELO *et al.*, 2020; RIBEIRO *et al.*, 2016, 2022; SILVA *et al.*, 2010; VILELA *et al.*, 2017; WANG, T. *et al.*, 2013).

1.1 MOTIVAÇÃO

O que motivou o presente trabalho é a premissa de que materiais com alta permeabilidade magnética exibem magnetoimpedância cujas observações datam de muitas décadas atrás (HARRISON, E. P. H. *et al.*, 1936; HARRISON, E.; TURNEY, G.; ROWE, 1935). Dentro dessa abordagem, uma das linhas de pesquisas atuais é buscar o desenvolvimento de sensores GMI com dimensões reduzidas mantendo o comprimento efetivo do elemento sensor suficientemente longo combinando estruturas do tipo multicamadas de filmes finos com estruturas semelhantes a de meandros. (GARCÍA-ARRIBAS *et al.*, 2016; LODEWIJK *et al.*, 2014; MELO *et al.*, 2020; PANINA; MOHRI; UCHIYAMA, 1997; VILELA *et al.*, 2017; WANG, T. *et al.*, 2013) Nessa dissertação abordaremos esse tipo de sensores. Marcelo Knobel e colaboradores, demonstraram que a GMI pode ser usada também como ferramenta empregada para fins de pesquisa (KNOBEL, M.; PIROTA, 2002). Nessa linha já existem relatos de vários trabalhos que utilizaram a GMI para investigar propriedades magnéticas de uma diversidade de materiais. (BARANDIARÁN, 1999; BETANCOURT, I.; VALENZUELA, R.; VAZQUEZ, 2003; KNOBEL, 1996; MACHADO; ARAUJO, DE; *et al.*, 1999; RIBEIRO *et al.*, 2016, 2022; SILVA *et al.*, 2010).

1.2 OBJETIVOS GERAIS

A proposta principal dessa pesquisa é caracterizar sensores baseados no efeito da magnetoimpedância formados por um conjunto de nanoestruturas de multicamadas de filmes finos depositados sobre o substrato de silício e vidro. A nanoestrutura do elemento sensor consiste de multicamadas de permalloy (Py=Ni₈₁Fe₁₉), que é uma liga metálica cuja principal propriedade é a permeabilidade magnética (μ) elevada, titânio (Ti) e cobre (Cu) com a composição: [Py (100 nm)/Ti (6 nm)]₄ / Cu (400 nm) / [Py (100 nm)/Ti (6 nm)]₄.

1.3 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Serão destacadas as seguintes linhas de desenvolvimento desse trabalho:

- Analisar a influência dos substratos de silício nas medidas de magnetoimpedância realizadas em uma nanoestrutura semelhantes à uma outra depositada em vidro.

- Verificar a influência da geometria de forma das multicamadas, i.e., na forma de fita e de meandros (na forma de “U” (*u-shape*) e em *Zig-Zag*) fez também parte dos objetivos dessa dissertação.

1.4 METODOLOGIA DA PESQUISA

As amostras investigadas no presente trabalho foram preparadas utilizando um magnetron DC *sputtering* pelo colega José Elias e pelos professores Eduardo Padrón e Gilvânia Vilela em associação com a técnica de fotolitografia. Essas técnicas permitem a confecção de estruturas compactas e de alto grau de reprodutibilidade.

As curvas de magnetização das amostras depositadas sobre o substrato de silício foram obtidas através do MAV (Magnetômetro de Amostra Vibrante) ou *VSM* (*Vibrating Sample Magnetometer*), pelo professor Alexandre Ricalde. A descrição das etapas para o preparo das amostras no sistema experimental da GMI, bem como a interpretação dos resultados das medidas de magnetização e da magnetoimpedância constituem a parte principal da presente dissertação.

1.5 ORGANIZAÇÃO DA DISSERTAÇÃO

A dissertação está dividida do seguinte modo: as motivações e os objetivos dessa pesquisa foram apresentados na introdução. Na Fundamentação Teórica serão mostrados os tópicos correlatos de alguns fenômenos em magnetismo e de propriedades magnéticas dos materiais.

Na sequência, serão mostrados os fenômenos e os conceitos fundamentais sobre a magnetoimpedância em materiais ferromagnéticos condutores em formas de fita. Na seção seguinte, será apresentado a descrição em detalhes do modelo teórico para a GMI em condutores planos semi-finitos e a apresentação do modelo *CPE* – (*Constant Phase Element*), utilizado na interpretação de parte dos resultados desse trabalho.

Em Materiais e Métodos, serão descritos as principais técnicas e equipamentos de medidas utilizados na pesquisa, sendo introduzido no início de cada seção uma abordagem geral dos conceitos mais importantes de cada técnica. Os resultados e as análises das medidas de magnetoimpedância serão apresentados em seguida. Por fim, as conclusões e perspectivas para trabalhos e pesquisas futuros.

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Serão abordados nas seções desse capítulo as fundamentações teóricas que servem de base conceitual para esta pesquisa.

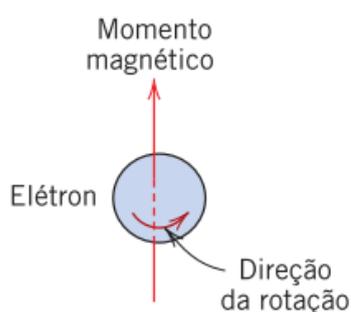
2.1 PROPRIEDADES MAGNÉTICAS DE MATERIAIS

As propriedades magnéticas macroscópicas dos materiais são uma consequência dos momentos magnéticos dos elétrons individuais. O momento magnético mais fundamental associado ao elétron é o magnétron de Bohr, μ_B , uma constante cuja a magnitude é de $9,274 \times 10^{-24}$ A.m². (CALLISTER; RETHWISCH, 2016) O magneton de Bohr pode ser expresso em termos de outras constantes elementares como indicado na relação 2.1:

$$\mu_B = \frac{eh}{4\pi m} \quad (2.1)$$

Onde $e = 1,602 \times 10^{-19}$ C é a carga do elétron, m é a massa de repouso do elétron, $h = 6,63 \times 10^{-34}$ J.s a constante de Planck. Para um átomo no estado fundamental, o momento magnético está associado ao spin nuclear e ao orbital atômico, como é mostrado na Figura 2.

Figura 2 – Momentos de spin do elétron



Fonte: Callister & Rethwisch (2016, pg. 744).

Para os materiais cujo momentos magnéticos não interagem entre si ou encontra-se em uma temperatura acima ao de ordenamento magnético o valor de equilíbrio do momento magnético líquido é proporcional e tem a mesma direção do campo magnético \vec{B} aplicado. Em unidades SI, esta relação é dada por (Equação 2.2):

$$\vec{\mu}_{induzido} = \mu_0^{-1} V \chi \vec{B}. \quad (2.2)$$

Na relação acima, $\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7}$ H/m, V é o volume da amostra e o χ é a susceptibilidade magnética do material, que expressa o quão magnético pode ficar ao ser exposto a um campo magnético externo. (LEVITT, 2000) Por fim, a intensidade do campo magnético e a densidade do fluxo magnético estão relacionadas com a equação 2.3:

$$\vec{B} = \mu_0 \vec{H} \quad \text{no sistema CGS, } \vec{B} = \vec{H}. \quad (2.3)$$

A susceptibilidade magnética linear é definida como a primeira derivada da magnetização M pela intensidade do campo magnético H , no limite de valores pequenos de H , sendo, portanto, uma grandeza adimensional:

$$\chi = \frac{dM}{dH}. \quad (2.4)$$

A magnetização \vec{M} é também uma propriedade intrínseca e que depende dos momentos magnéticos dos átomos contidos em um certo volume V do material e da forma como eles interagem uns com os outros. \vec{M} , é definida pela expressão 2.5, cuja unidade no SI é o A/m e no CGS o Oersted (1 Oe = 79,58 A/m).

$$\vec{M} = \frac{\sum \vec{\mu}}{V} \quad (2.5)$$

Para fins práticos, pode-se determinar a magnitude de magnetização M de um sólido, quando submetido a um campo magnético, pela razão entre o momento magnético líquido e o volume da amostra:

$$M = \frac{m}{V}. \quad (2.6)$$

Na expressão 2.6 o momento magnético m no CGS é expresso em erg/Oe, a magnetização M por erg/Oe.cm³. No entanto, M é representado em emu/cm³, onde "emu" é a unidade eletromagnética do momento magnético. (CULLITY; GRAHAM, 2009)

É importante lembrar que a indução magnética, indicada por \vec{B} , representa a magnitude do campo no interior de uma substância, sendo uma quantidade dependente de \vec{H} e \vec{M} como indicada pelas expressões 2.7 (S.I) e 2.8 (CGS):

$$\vec{B} = \mu_0 \vec{H} + \mu_0 \vec{M} = \mu_0 (\vec{H} + \vec{M}) \quad (2.7)$$

Ou ainda,

$$\vec{B} = \vec{H} + 4\pi \vec{M} \quad \text{no sistema CGS} \quad (2.8)$$

No regime de baixos valores de campo magnético aplicado \vec{M} é diretamente proporcional ao campo magnético \vec{H} , sendo o parâmetro de proporcionalidade a suscetibilidade magnética: $\vec{M} = \chi \vec{H}$.

Um parâmetro importante que descreve as propriedades magnéticas dos materiais é a permeabilidade magnética relativa μ_r , sendo a razão entre a permeabilidade em um material e a permissividade do vácuo μ_0 :

$$\mu_r = \frac{\mu}{\mu_0}. \quad (2.8)$$

Ou ainda no sistema SI:

$$\mu_r - 1 = \chi. \quad (2.9)$$

A permeabilidade relativa de um material é uma medida que indica o quanto um material pode ser magnetizado, ou da facilidade pela qual uma indução magnética \vec{B} pode ser gerada na pela aplicação de um campo magnético externo \vec{H} . (CALLISTER; RETHWISCH, 2016; CULLITY; GRAHAM, 2009; GUIMARÃES, 1998). Para consolidar o que é mostrado neste tópico, na Tabela 1 é mostrado as relações entre as grandezas magnéticas nos sistemas SI e CGS.

Tabela 1 – Relação entre as grandezas magnéticas no SI e CGS.

Grandeza	SI	CGS	Relação
B	tesla (T) = Wb/m ²	gauss (G)	1 T = 10 ⁴ G
H	A/m	oersted (Oe)	1 A/m = 4 π x 10 ⁻³ Oe
M	A/m	emu/cm ³	1 A/m = 10 ⁻³ Oe emu/cm ³
μ	N / A ²	adimensional	-
χ	adimensional	adimensional	-

Fonte: Adaptado de S.M. Rezende (2004).

2.2 ESTADOS DE ORDENAMENTOS MAGNÉTICOS DOS MATERIAIS

A grande maioria dos materiais podem ser classificados, quanto as suas propriedades magnéticas, como sendo diamagnéticos, paramagnéticos, ferromagnéticos, antiferromagnéticos e ferrimagnéticos.

O diamagnetismo é a única dessas propriedades que está presente em todas as substâncias; a magnitude do momento magnético induzido é extremamente pequena e ocorre em uma direção oposta à do campo aplicado. Dessa forma a susceptibilidade magnética χ , é negativa. Na presença de interações, os outros estados magnéticos predominam sobre o diamagnetismo. No paramagnetismo, as orientações dos momentos magnéticos estão aleatórias em razão da agitação térmica e o material não apresenta qualquer magnetização macroscópica resultante. Na presença de um campo magnético aplicado, os momentos tendem a alinhar-se na direção de \vec{H} , produzindo um momento magnético líquido proporcional ao campo com uma susceptibilidade χ positiva da ordem de 10⁻⁵ à 10⁻². Já os materiais ferromagnéticos tem momento magnético total não nulo mesmo na ausência de campo aplicado. A susceptibilidade magnética para esses materiais é relativamente maior, sendo da ordem de 10². Finalmente, como nos antiferromagnéticos, nos materiais ferrimagnéticos, o momento magnético líquido resulta da interação entre os momentos antiparalelos à duas sub-redes. (CALLISTER; RETHWISCH, 2016; CULLITY; GRAHAM, 2009)

Na Tabela 2 é mostrada as relações entre a susceptibilidade e a permeabilidade magnética para as classes aqui apresentadas.

Tabela 2 – Relação entre susceptibilidade e permeabilidade magnética nos materiais

Propriedades Magnéticas	χ	μ_r	exemplos
Diamagnético	< 0	< 1	Cu, Zn, Cd,
Paramagnético	> 0	> 1	Ti, Pt, Al
Ferromagnético	$\gg 0$	$\gg 1$	Fe, Ni, Co
Ferrimagnético	$\gg 0$	> 1	Óxidos metálicos

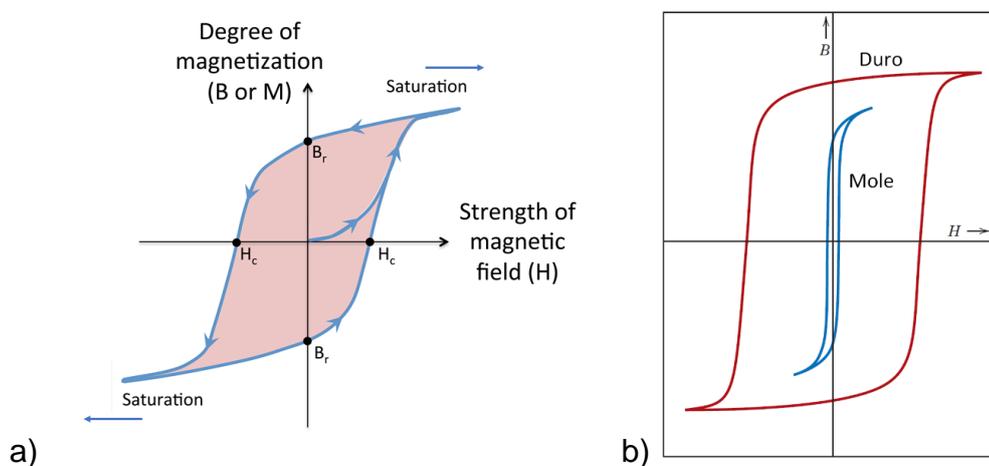
Fonte: Adaptado de Callister & Rethwish, 2016.

2.3 CICLOS DE HISTERESE E DOMÍNIOS MAGNÉTICOS EM MATERIAIS FERROMAGNÉTICOS

O ciclo de histerese representa a dependência da magnetização com o campo aplicado sobre um material em uma dada temperatura T . Na Figura 3(a) é representado uma curva de histerese característica dos materiais ferromagnéticos. Baseados nas curvas de histereses, os materiais ferromagnéticos podem ser classificados como sendo duros, que são os que possuem valores elevados de coercividade e conseqüentemente baixa permeabilidade. Já os ferromagnéticos moles possuem baixa coercividade, alta permeabilidade e baixas perdas magnéticas. Os ferromagnetos com valores de coercividade intermediários constituem também uma classe importante. A resposta magnética do material a aplicação de um campo magnético externo é representada qualitativamente na Figura 3(b), para os dois limites extremos, i.e., para os ferromagnetos mole e duros:

Figura 3 – Ciclos de histereses de materiais ferromagnéticos.

(a) ciclo de histeres dos ferromagnéticos; b) histereses de ferromagnetos mole e duro

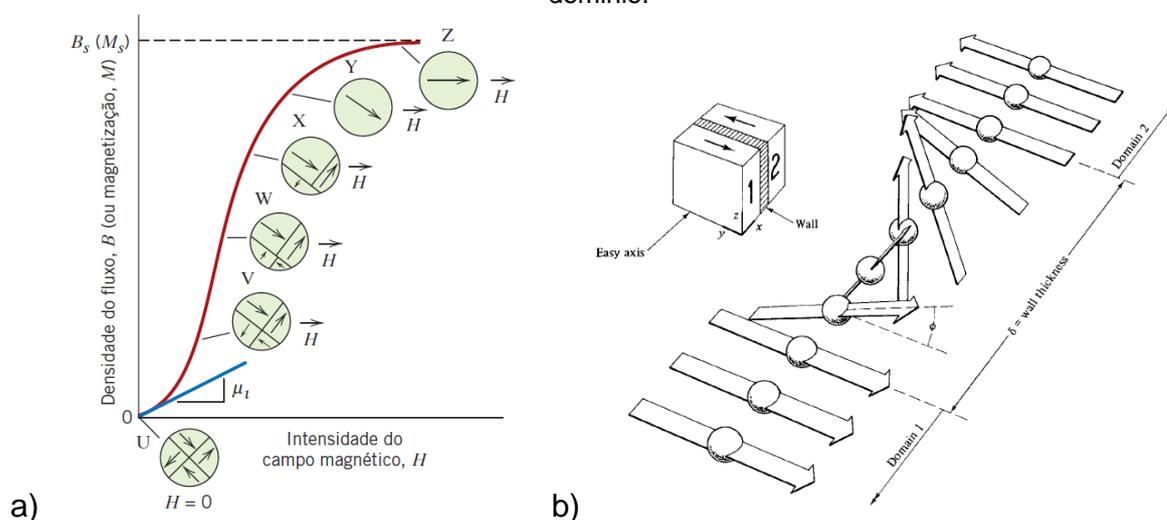


Fonte: Adaptado de wikimédia.org / Callister & Rethwish (2016, pg. 756)

Partindo da origem do plano H vs M , se um campo magnético externo for aplicado até certo valor H_{max} , a magnetização também aumenta até atingir um valor de saturação M_s , ou seja, todos os momentos magnéticos estarão alinhados ao campo magnético. Partindo agora de H_{max} até $H = 0$, a magnetização assume um valor finito chamado de remanência M_r , onde o material mantém-se magnetizado mesmo na ausência do campo externo. A aplicação de H no sentido oposto ao inicial, a magnetização da amostra será nula num dado campo negativo. O campo associado a este ponto na curva de histerese é denominado de campo coercivo H_C , que é o campo necessário para tornar nula a magnetização de um determinado material.

Nos materiais ferromagnéticos, tanto a remanência M_r quanto a coercitividade H_C são propriedades extrínsecas que caracterizam suas propriedades internas e delimitam possíveis utilizações práticas. (CALLISTER; RETHWISCH, 2016; CULLITY; GRAHAM, 2009; GUIMARÃES, 1998) Por outro lado, uma característica intrínseca desses materiais, desde que estejam abaixo da temperatura de Curie T_C , é que eles apresentam uma magnetização espontânea. Em 1907 o estadunidense P. Weiss afirmou que um ferromagneto possui um número de pequenas regiões microscópicas, em que os denominou de domínios "magnéticos". Cada um deles apresenta uma magnetização de saturação e que a direção de magnetização dos domínios não são necessariamente paralelos ao longo do eixo fácil de magnetização. Os domínios adjacentes são separados por contornos também chamados de paredes de domínio. O processo dinâmico de magnetização é ilustrado na Figura 4(a) e (b).

Figura 4 – Dinâmica dos domínios magnéticos nos materiais
a) estágios dos domínios durante a magnetização; b) Variação dos dipolos em uma parede de um domínio.



Fonte: Adaptado de Callister & Rethwish (2016, pg. 752) / B.D Cullity e C.D. Graham (2009, pg. 277).

Quando um campo magnético externo é aplicado sobre uma amostra ferromagnética, os domínios tendem a alinhar-se na mesma direção do campo, aumentando de tamanho através dos movimentos reversíveis das paredes de domínios. No entanto, se o campo externo continuar sendo incrementado, os deslocamentos de paredes passarão a ser irreversíveis em razão do processo de rotação dos domínios. Para um material policristalino, cada grão por exemplo, pode consistir em mais de um domínio, cada qual com uma orientação relativa diferente.

Sendo assim, a contribuição da soma vetorial de todas as magnetizações presentes, em cada domínio, de acordo com sua fração volumétrica, é igual a zero para uma amostra não magnetizada. Outros, fatores tais como a energia de troca, e as anisotropias magnetocristalina, magnetoestática ou magnetoelástica, influenciam na reordenação dos momentos magnéticos e também nas espessuras das paredes dos domínios. (COEY, 2010; CULLITY; GRAHAM, 2009; GUIMARÃES, 1998)

2.4 CARACTERÍSTICAS MAGNÉTICAS DE MULTICAMADAS

Conhecer a dinâmica das estruturas de um domínio em um material real é extremamente importante para melhorar ou adaptar as suas propriedades magnéticas para uma determinada aplicação.

Os desenvolvimentos recentes em materiais avançados foram possibilitados por inúmeras descobertas científicas, e ao desenvolvimento de técnicas que possibilitaram, por exemplo, o processamento de filmes finos, multicamadas e estruturas magnéticas na escala nanométrica.

Muitos materiais empregados em dispositivos eletrônicos são fabricados na forma de filmes finos, isto é, camadas com espessuras que variam desde alguns angstroms (Å) até dezenas de micrômetros (μm). A composição dos filmes e suas espessuras influenciam diretamente na aplicação desses tipos de materiais. Os filmes finos podem ser preparados por métodos, como: vaporização catódica (*Sputtering*) e epitaxia de feixe molecular. (*Molecular Beam Epitaxy* – MBE) Dentre as inúmeras vantagens dos filmes finos está no fato deles exibirem propriedades magnéticas que diferem sensivelmente em relação à um material *bulk*, com composição semelhante. O efeito de seu tamanho, pode, entre outros, gerar fenômenos como o de superparamagnetismo e o da magnetorresistência gigante. (COEY, 2010; REZENDE, S. M., 2004).

2.4.1 Estruturas de multicamadas ferromagnéticas

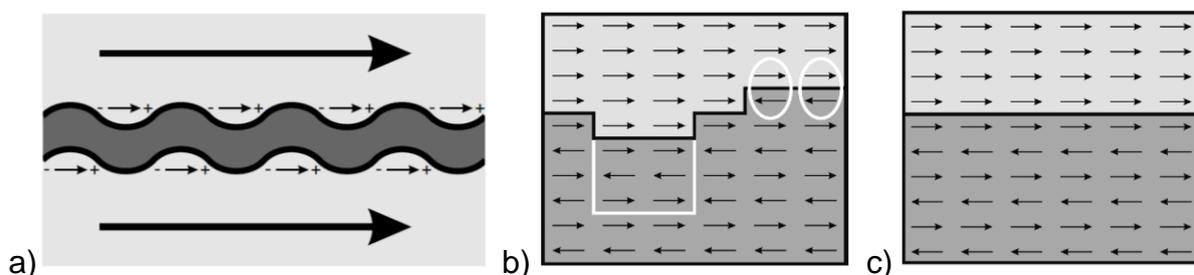
Como foi visto, filmes finos possuem características magnéticas distintas de materiais tradicionais. Em metais, observa-se que o livre caminho médio dos elétrons é da ordem de 1000 Å ou 100 nm. Dessa forma, ao atravessar um material massivo ou um filme, com espessura da ordem ou maior que 1 μm , o elétron sofre inúmeras colisões perdendo assim a orientação de seu spin. Entretanto, também é possível combinar heteroestruturas sobre forma de multicamadas alternadas com filmes magnéticos e não magnéticos sobre um substrato, afim de se obter novas propriedades.

As multicamadas formam hoje a base da tecnologia magnética moderna. Numa estrutura de várias camadas metálicas finas, as colisões ocorrem principalmente nas interfaces. Em razão disso ocorrem efeitos de espalhamento dependente do spin do elétron que são fortemente influenciados por acoplamentos de troca direto e indireto, bem como por interação dipolar entre as camadas, como ilustrado na Figura 5(a).

Em algumas estruturas de multicamadas formadas com filmes magnéticos, intercalados por filmes metálicos não magnéticos, as orientações relativas das magnetizações dependem da direção e da intensidade do campo magnético aplicado, no entanto, as magnetizações nas interfaces terão certos desvios em relação ao interior do filme para um material real, devido a hibridização entre os estados eletrônicos dos átomos em um filme fino ferromagnético, como mostrado na Figura 5(b) e 5(c). (COEY, 2010; GETZLAFF, 2008; KITTEL, 2005; REZENDE, Sergio M, 2020)

Figura 5 – Interações nas interfaces em estruturas de multicamadas.

a) acoplamento ferromagnético entre duas camadas magnéticas rugosas; b) e c) momentos magnéticos em um material real e ideal respectivamente.



Fonte: adaptado de M. Getzlaff (2010, pg. 252).

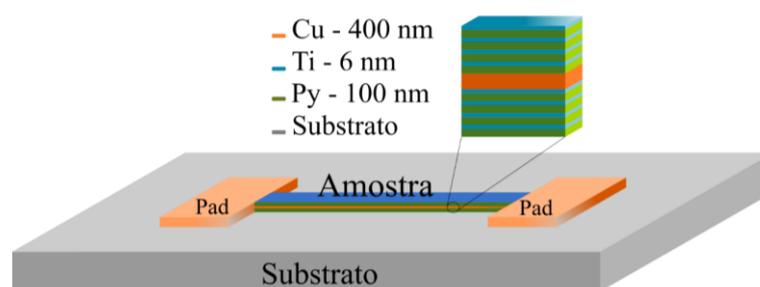
2.4.2 Sensores tipo multicamadas baseados no efeito da magnetoimpedância

Sensores magnéticos tipo multicamadas baseados no efeito da MI apresentam um número grande de vantagens sobre aqueles que fazem uso de fitas e fios amorfos. Eles permitem, por exemplo, uma redução significativa do tamanho dos dispositivos bem como a reprodutibilidade no formato e dimensões dos elementos sensores.

A permeabilidade magnética, por outro lado, é um parâmetro chave para determinar a aplicação dos materiais ferromagnéticos moles, empregados em dispositivos GMI. Um alto valor de permeabilidade está relacionado à estruturas de domínios, à geometria das amostras, e as configurações internas de magnetização. (HAUSER; KRAUS; RIPKA, 2001; PHAN; PENG, H. X., 2008)

Na Figura 6 é ilustrada a disposição das camadas nanoestruturadas depositadas sobre um substrato, que no presente trabalho pode ser tanto o vidro quanto o silício. É importante ressaltar que o elemento sensor não é formado uma estrutura única, mas por filmes finos dispostos em multicamadas.

Figura 6 – Estrutura das multicamadas utilizadas nesse trabalho.



Fonte: O autor (2022).

Em relação aos materiais utilizados: O permalloy é uma liga de níquel (Ni) e ferro (Fe), que possui altos valores de permeabilidade magnética, em torno de 10^4 a 10^5 , por se tratar de um material magnético mole (*soft*) uma de suas propriedades é produzir uma grande indução magnética a partir de pequenos incrementos de um campo magnético externo. O titânio (Ti) é paramagnético e as camadas de apenas 6 nm separa as camadas de permalloy, evitando assim o acoplamento direto dos materiais ferromagnéticos. O cobre (Cu) é o espessador e por possuir uma condutividade elétrica de $6,0 \times 10^7 (\Omega.m)^{-1}$ que é superior aos outros materiais presentes, torna-se o elemento condutor principal da corrente I_{ac} . A escolha do substrato de silício (*wafers*) foi feita afim de projetar as estruturas dos elementos sensores com base na tradicional eletrônica de semicondutores.

2.5 MAGNETOIMPEDÂNCIA

Nesta seção serão abordados os conceitos fundamentais sobre a magnetoimpedância em condutores em formas de fita.

Essencialmente, o efeito da magnetoimpedância em fitas é devido ao comprimento de penetração δ (*skin-depth*) que, por sua vez, é determinado pela dependência da permeabilidade magnética transversal μ_t , com a frequência f e com campo magnético criado pela corrente elétrica alternada (h_{ac}) usada para medir a MI. O acoplamento dos domínios magnéticos com a corrente alternada se dá através da energia Zeeman entre a magnetização dos domínios e h_{ac} . (MACHADO; REZENDE, S. M., 1996).

2.5.1 Modelo teórico da magnetoimpedância em condutores planos semi-finitos.

Em 1996, Machado e Rezende desenvolveram um modelo teórico que explica a variação da magnetoimpedância com o campo magnético aplicado e sua dependência com a frequência da corrente alternada, em condutores planos semi-finitos. (MACHADO; REZENDE, S. M., 1996). É observado que o efeito de magnetoimpedância consiste em mudanças da impedância complexa Z de materiais mediante a aplicação de um campo magnético \vec{H} externo. Através das anisotropias magnéticas presentes no material, além de outros fatores, tornam esses fenômenos magnéticos muito peculiares.

Começando pelas equações de Maxwell para um condutor no qual se propaga uma corrente elétrica:

$$\vec{\nabla} \times \vec{E} = -\frac{\mu}{c} \frac{\partial \vec{H}}{\partial t} \quad (2.10)$$

$$\vec{\nabla} \times \vec{H} = \frac{4\pi}{c} \vec{J} \quad (2.11)$$

Onde \vec{E} é o campo elétrico, μ é a permeabilidade magnética \vec{H} é o campo magnético e \vec{J} a densidade de corrente (JACKSON, 1975)

Usando a formulação macroscópica da Lei de Ohm $\vec{j} = \frac{\vec{E}}{\rho}$ e resolvendo as equações de Maxwell apresentadas acima com respeito as coordenadas ortogonais á superfície, encontra-se para a solução para o campo \vec{H} :

$$\vec{H} = \vec{H}_{||} e^{-(1-i)\frac{z}{\delta}}. \quad (2.12)$$

Esta equação mostra que a intensidade do campo \vec{H} decai de forma exponencial à medida que penetra no interior do condutor. Assim, o comprimento de penetração δ (equação 2.13) associado ao campo alternado, determina a região efetiva por onde passa a corrente elétrica:

$$\delta = \sqrt{\frac{\rho}{\pi f \mu_T}}. \quad (2.13)$$

Logo, δ possui dependência explícita com a resistividade do material ρ , a frequência da corrente f , $\omega = 2\pi f$, e a permeabilidade magnética do material μ .

Podemos ainda deduzir o valor do campo elétrico, através das equações de Maxwell (2.10) e (2.11) no interior (2.14) e paralelo à superfície (2.15) do condutor em relação ao skin-depht:

$$\vec{E} \approx \sqrt{\frac{\mu_T \omega \rho}{8\pi}} (1 - i) (\hat{n} \times \vec{H}_p) e^{-(1-i)\frac{z}{\delta}}, \quad (2.14)$$

$$\vec{E}_p \approx \sqrt{\frac{\mu_T \omega \rho}{8\pi}} (1 - i) (\hat{n} \times \vec{H}_p). \quad (2.15)$$

Já a densidade de corrente \vec{j} pode ser encontrada utilizando a formulação macroscópica da lei de Ohm $\vec{j} = \frac{\vec{E}}{\rho}$:

$$\vec{j} \approx \sqrt{\frac{\mu_T \omega}{8\pi \rho}} (1 - i) (\hat{n} \times \vec{H}_p) e^{-(1-i)\frac{z}{\delta}}. \quad (2.16)$$

A densidade da corrente superficial \vec{K} para um condutor plano retangular de espessura t , onde a corrente em uma das superfícies só poderá penetrar até metade da espessura ($t/2$) é obtida integrando \vec{j} , $\vec{K} = \int_0^{t/2} \vec{j} dz$:

$$\vec{K} = \sqrt{\frac{\mu_T \omega}{8\pi\rho}} \delta(\hat{n} \times \vec{H}) \left(1 - e^{-(1-i)\frac{z}{\delta}}\right) \quad (2.17)$$

Por fim, como a impedância está associada a forma como a corrente alternada se distribui no interior de um condutor, para uma amostra em forma de fita, Z pode ser descrito em termos do *skin-depth* através da expressão 2.18:

$$Z_s = (1 - i) \frac{\rho L}{2w\delta} \frac{1}{1 - \exp\left[\frac{-(1-i)t}{2\delta}\right]}, \quad (2.18)$$

Onde, L , w e t são, respectivamente, o comprimento, a largura e a espessura da amostra, e ρ a resistividade elétrica do material. Por conta da dependência do campo H e da μ_T , a corrente *ac* flui da superfície para o interior da amostra a medida em que se aumenta o campo magnético aplicado. O limite da expressão 2.18 para frequências muito baixas é a própria resistência *dc* da amostra ($R_{dc} = \frac{\rho L}{t\omega}$) enquanto que para o regime de frequências altas ($\omega \rightarrow \infty$), temos:

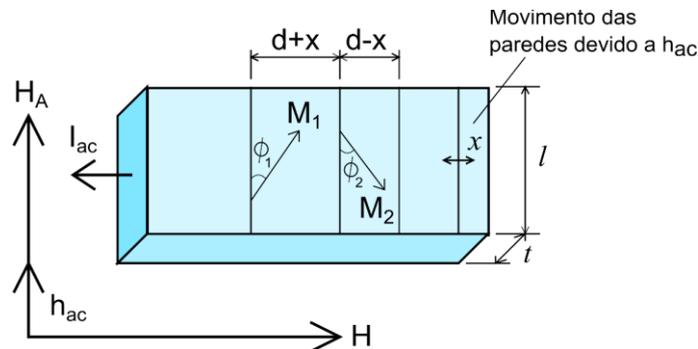
$$Z_s = (1 - i) \frac{t}{2\delta} R_{dc} \quad (2.19)$$

Por fim, as estruturas de picos características encontradas nos espectros de magnetoimpedância Z em função de H , que serão apresentadas no Capítulo 4, são resultados das modificações do comprimento de penetração para uma dada frequência em decorrência da variação da magnetização transversal induzida pela corrente *ac* que cresce inicialmente com H , diminuindo em seguida em razão do alinhamento dos domínios com o campo magnético aplicado.

2.5.2 Paredes dos domínios magnéticos em condutores de alta permeabilidade

A dinâmica da magnetização transversal, M_T , está associada em parte aos movimentos das paredes de domínios que, por sua vez, dependente da amplitude e da frequência da corrente alternada bem como do campo magnético aplicado. Para um condutor de geometria plana, representado na Figura 7, o modelo apresentado a seguir supõe a presença de domínios vizinhos com magnetizações alternadas em sentidos contrários, resultante da minimização global da energia magnética. Por outro lado, na saturação a magnetização precessiona em torno do campo aplicado H em razão da ressonância ferromagnética. Essas duas contribuições são indicadas na expressão (2.20), no SI, que descreve a permeabilidade transversal. O primeiro termo leva em conta a contribuição dos movimentos das paredes dos domínios magnéticos, caracterizado pelo tempo de relaxação τ e da suscetibilidade transversal $dc \chi_T(H)$. Já o termo associado a ressonância ferromagnética é caracterizado pela largura de linha da ressonância ΔH e pela magnetização de saturação M_s (MACHADO; ARAUJO, DE; *et al.*, 1999; MACHADO; RODRIGUES; *et al.*, 1999; MACHADO; REZENDE, S. M., 1996)

Figura 7 – Momentos magnéticos em um condutor plano semi-finito



Fonte: Adaptado de A. Einstein de Araújo (2002).

$$\mu_T = \mu_0 \left(1 + \frac{4\pi\chi_T}{1 - i\omega\tau} - \frac{(\gamma\mu_0)^2 4\pi M_s \left(H + M_s + i\frac{\Delta H}{2} \right)}{(\gamma\mu_0)^2 \left(H + M_s + i\frac{\Delta H}{2} \right) \left(H + i\frac{\Delta H}{2} \right) - \omega^2} \right), \quad (2.20)$$

Na expressão acima (2.20), μ_T é a permeabilidade magnética transversal complexa, $\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7}$ H/m é a permeabilidade do vácuo, e $\gamma_0 = 0,176 \times 10^{12}$ rd/Ts é a constante giromagnética.

2.6 CARACTERÍSTICAS DA LINHA DE TRANSMISSÃO

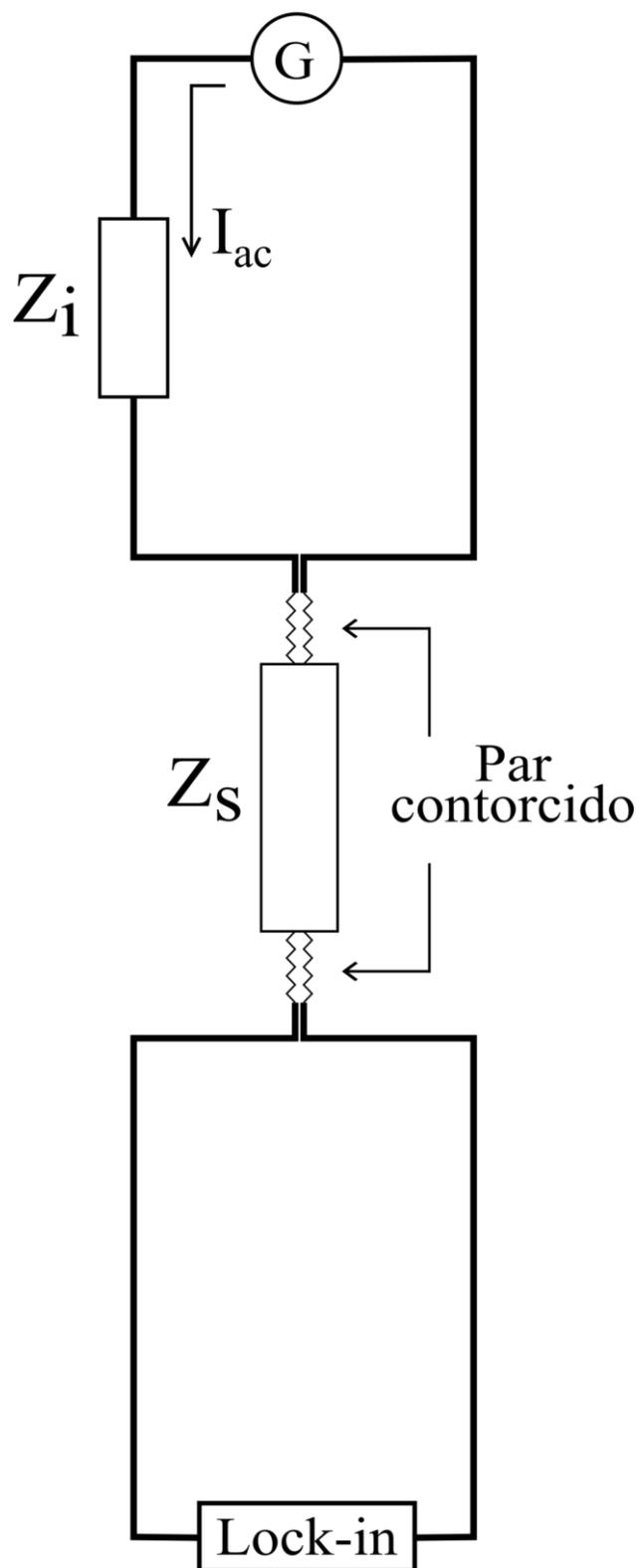
O tópico sobre linha de transmissão discutido a seguir irá ajudar no entendimento da presença de uma ressonância observada nas medidas de $|Z|$ em função de f originada no circuito experimental utilizado nesse trabalho. A frequência de ressonância foi observada durante o experimento e, como esperado, ela independe do campo aplicado. É um efeito que não está diretamente associada a resposta das amostras e sim à presença de indutância e capacitância distribuídas ao longo dos cabos coaxiais e pares contorcidos que fazem parte do circuito.

Na Figura 8 é mostrado a configuração da linha de transmissão utilizada nas medidas de magnetoimpedância. A linha é formada por dois pares contorcido de fio de cobre com $0,10 \pm 0,01$ mm de espessura e $41,0 \pm 0,1$ cm de comprimento, estando conectadas aos cabos coaxiais através de conectores tipo BNC e na amostra utilizando tinta de prata. Na figura esquemática, Z_i é a carga em série com o gerador G e Z_s é a impedância associada a amostra. A presença dos pares contorcidos elimina ruídos magnéticos e a amostra encontra-se imersa no campo magnético de um eletroímã.

Linhas de transmissão apresentam ressonâncias características que são fortemente influenciadas pelos elementos distribuídos ao longo da linha bem como pela presença de cargas e fontes ligadas a elas. Para caracterizar a ressonância do circuito utilizado foram feitos vários ensaios variando o comprimento dos cabos coaxiais utilizados tanto para passar a corrente quanto para ler a tensão sobre a amostra. Foi também realizada uma análise sistemática variando a carga Z_i colocada em série com a amostra e o comprimento total dos cabos BNCs (Amphenol RF – Microwave) utilizados para limitar o valor da corrente.

De uma forma simplificada, pode-se descrever uma linha de transmissão como sendo uma rede de parâmetros distribuídos, onde tensões e correntes podem variar em magnitude e fase ao longo de seu comprimento, enquanto a análise de circuito comum lida com elementos concentrados, onde tensão e corrente não variam consideravelmente ao longo da dimensão física dos elementos. (POZAR, 2011)

Figura 8 – Linha de transmissão equivalente utilizada no sistema experimental da MI



Fonte: O autor (2022).

Nessa direção, a ressonância associada a linha de transmissão, será descrita a seguir através do modelo usado para um oscilador amortecido. A resposta de oscilação do sistema em função do tempo, para uma frequência ω é dada por:

$$x(t) = A \cdot \cos(\omega t - \delta), \quad (2.21)$$

onde A é a amplitude de oscilação:

$$A = \frac{f_0}{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + \beta\omega^2} \quad (2.22)$$

Uma característica importante na expressão 2.22 é que a amplitude A da resposta é proporcional à amplitude da força motriz, que no caso é fornecida pelo gerador de RF. Outra observação igualmente importante é a dependência de A nas frequências ω_0 , que é a frequência natural do oscilador, ω que é a frequência da força motriz e a constante de amortecimento β . Isso significa que, ao variar ω_0 ou ω , pode haver mudanças bastante significativas na amplitude do movimento do oscilador. (TAYLOR, 2005)

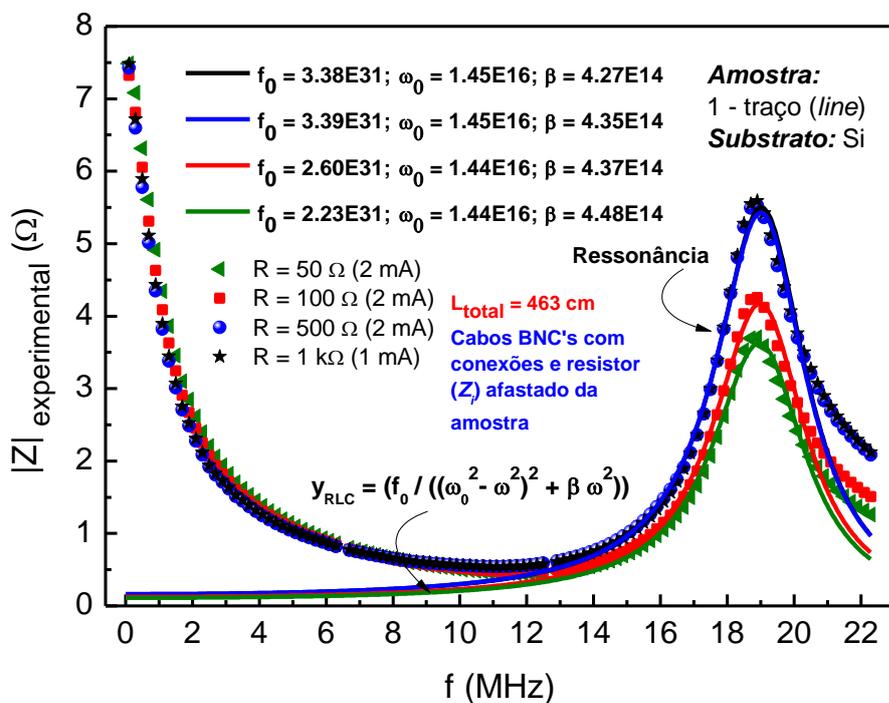
Com base nos conceitos apresentados acima, o modelo equivalente para um circuito oscilador amortecido foi utilizado para descrever o comportamento da ressonância da linha de transmissão. Os parâmetros de ajuste permitiram estimar a contribuição da linha de transmissão e, conseqüentemente, fazer uma melhor estimativa contribuição da magnetoimpedância da amostra para frequências menores que a de ressonância.

Como pode ser observado na Figura 9(a), o máximo na ressonância para uma linha com comprimento total de cabos $L_{\text{total}} = (463,0 \pm 0,5)$ cm ocorre em uma frequência de aproximadamente 19 MHz. Nessa configuração o resistor Z_i encontra-se afastado da amostra e há um ponto de conexão entre cabos coaxiais. Já na Figura 9b, pode-se observar que a frequência de ressonância para uma linha com $L_{\text{total}} = (311,0 \pm 0,5)$ cm foi deslocada para 25 MHz aproximadamente. Para esses dados o resistor Z_i foi colocado próximo da amostra e não há conexões intermediárias ao longo da linha.

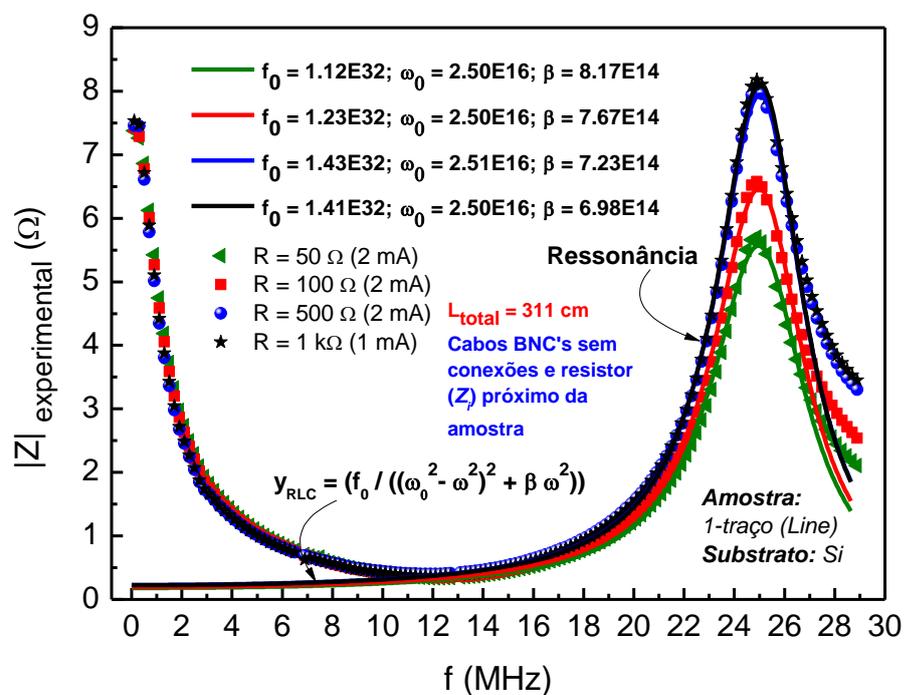
É ainda possível observar nas Figuras 9(a) e 9(b) nos dados de Z em função de f (MHz) o efeito devido a variação da carga Z_i quando foram utilizados os valores de para 50Ω , 100Ω , 500Ω e $1 \text{ k}\Omega$, ligadas em série com a amostra Z_s .

Figura 9 – Ressonância na linha de transmissão.

a) comprimento total da linha L de 463 cm; b) comprimento total L de 311 cm.



a)

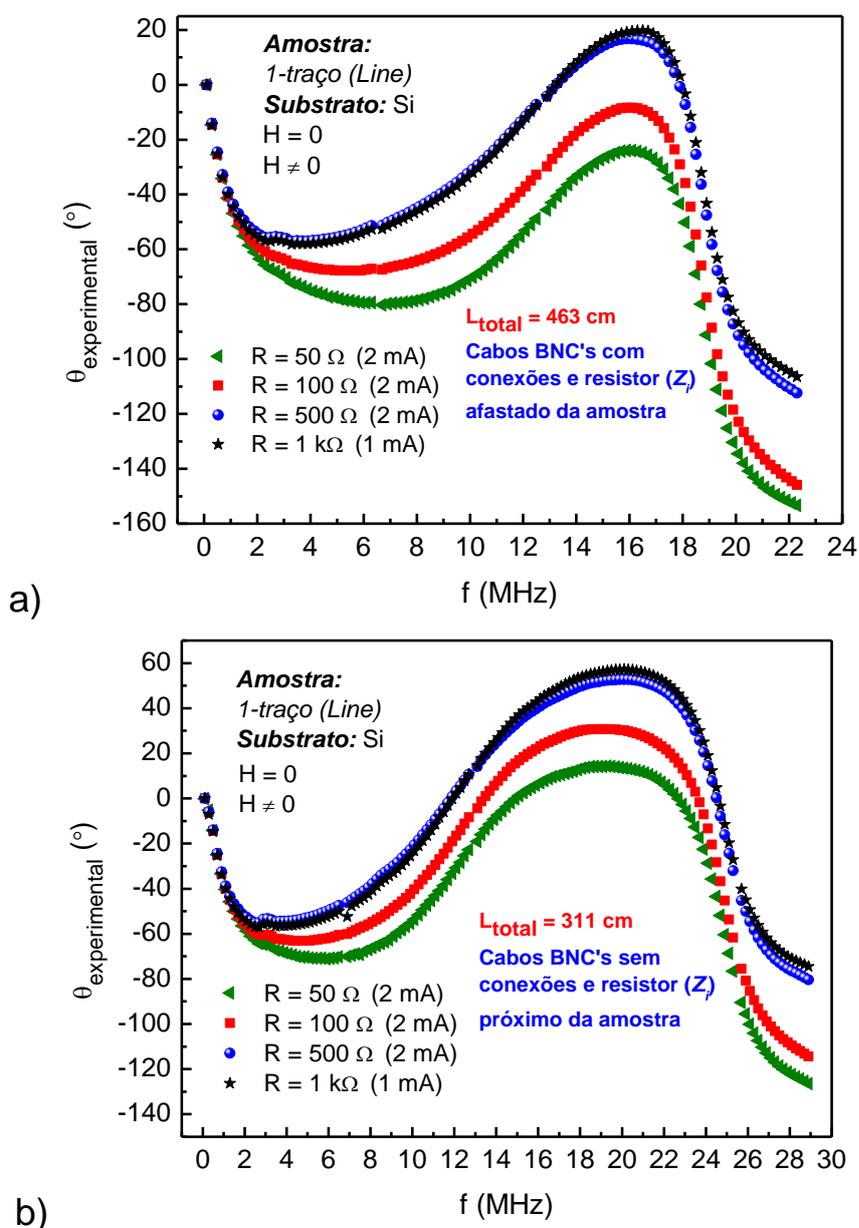


b)

Fonte: O autor (2022).

A fase (θ) da tensão com relação a corrente elétrica também foi registrada conforme mostrado nas Figura 10(a) e 10(b). Pode-se observar uma variação de θ utilizando como referência ($\theta = 0^\circ$) o valor em 100 kHz, em torno 20 MHz. É importante ressaltar que a fase é predominantemente devido a ressonância da linha variando muito pouco com a aplicação do campo externo. Uma outra observação é que a fase não depende do valor do campo magnético externo aplicado.

Figura 10 – Comportamento da fase na linha de transmissão
a) comprimento total L de 463 cm; b) comprimento L de 311 cm.



Fonte: O autor (2022).

Através da análise de ω_0 (frequência de ressonância) vs L_{cm} na linha de transmissão, é possível estimar o fator de velocidade na linha de transmissão de RF e compara-la com a velocidade da luz no vácuo para extrair o fator de atenuação $n_{efetivo} = c/v$.

Sobre a dependência da frequência de ressonância ω_0 na linha de transmissão, temos:

$$\omega_0 = v \cdot K_0 = v \frac{2\pi}{\lambda}. \quad (2.23)$$

Na ressonância $\lambda = L$ então, $\omega_0 = v \frac{2\pi}{L}$, dessa forma, é esperado que a frequência de ressonância possa ser ajustada pela função do tipo:

$$\omega_0 = 2a \cdot L^{-1} \quad (2.24)$$

Sendo assim, a velocidade do sinal nos cabos coaxiais utilizados, que é significativamente menor do que a velocidade da luz no vácuo, $v = 1/\sqrt{\mu\epsilon} = c/n$, pelo ajuste apresentado: $v = a \cdot \pi^{-1} = 5,1 \times 10^{10} \cdot \pi^{-1} = 1,6 \times 10^{10}$ cm/s. Comparando com a velocidade da luz no vácuo o fator de atenuação = $1,6/2,9 = 55,2\%$, estimando com o valor da incerteza = $(1,6 \pm 0,6) \times 10^{10}$ cm/s. O índice de refração efetivo $n_{efetivo} = c/v = 1/0,55 = 1,8$.

2.7 MODELO CPE – CONSTANT PHASE ELEMENT

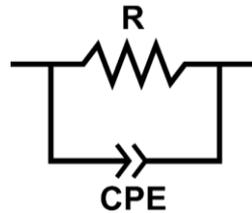
Um método frequentemente usado para analisar dados de impedância é modelar o amostra por um circuito equivalente apropriado e comparando o resposta elétrica teórica deste circuito com o experimental dados.

Em uma abordagem bastante simples, as propriedades elétricas de um estado sólido condutor de íons pode ser descrito por um circuito equivalente que consiste em um conexão paralela de um resistor ôhmico R e um capacitor C. No entanto, na maioria dos casos, os dados experimentais revelam um desvio significativo deste comportamento RC simples. (MACDONALD, 1987; SHOAR ABOUZARI *et al.*, 2009)

Substituindo o capacitor por o CPE – (*Constant Phase Element*), como mostra a Figura 11, mas preservando o resistor no circuito tem a prática vantagem de que a condutividade *dc* ainda pode ser determinada diretamente por ajustando o parâmetro R (Resistor). Uma vez que na maioria dos casos os resultados experimentais concordam razoavelmente bem com o circuito equivalente R-CPE, é um amplamente utilizado modelo empírico, embora seu significado físico seja mal compreendido. Assim, o elemento CPE pode ser apenas justificado pela praticabilidade, mas carece de qualquer base física sólida.

Para o modelo de circuito R-CPE, a dependência *f* do capacitor de placa paralela é combinado com dielétricos que preenchem o capacitor, produzindo uma impedância efetiva para o CPE que é dada por $|Z_{CPE}| = 1/(i\omega)^\beta C_p$ (β e C_p são parâmetros de ajuste e $\omega = 2\pi f$) Por isso, para o circuito da série R-CPE, a dependência *f* para Z' (parte real) e para Z'' (imaginária) é dada por (2.25) e (2.26) respectivamente:

Figura 11 – Circuito CPE equivalente



Fonte: o autor (2022).

$$\text{Real} \quad Z' = \frac{\omega^\beta C_p R + \text{sen}(p\pi)}{\omega^\beta C_p} \quad (2.25)$$

$$\text{Imaginária} \quad Z'' = \frac{\text{cos}(p\pi)}{\omega^\beta C_p} \quad (2.26)$$

A possível dependência da impedância das amostras depositadas com a frequência, o efeito pode ser simulado como um Z_p com CPE em paralelo com R:

$$\frac{1}{Z_p} = \frac{1}{R} + \omega^\beta C_p e^{i(\beta\frac{\pi}{2})} \quad (2.27)$$

Pelo complexo conjugado, e deixando Z em evidencia:

$$Z_p = R \frac{1 + \omega^\beta RC_p e^{-i(\frac{\beta\pi}{2})}}{\left(1 + \omega^\beta RC_p e^{i(\frac{\beta\pi}{2})}\right) \left(1 + \omega^\beta RC_p e^{-i(\frac{\beta\pi}{2})}\right)} \quad (2.28)$$

Desenvolvendo os termos no denominador da expressão (2.28) e aplicando a relação fundamental de Euler $e^{-i\theta} = \cos\theta - i\text{sen}\theta$ a expressão toma a seguinte forma:

$$Z_p = \frac{R + \omega^\beta R^2 C_p \left(\cos\left(\frac{\beta\pi}{2}\right) - i\text{sen}\left(\frac{\beta\pi}{2}\right) \right)}{1 + (\omega^\beta RC_p)^2 + 2\omega^\beta RC_p \cos\left(\frac{\beta\pi}{2}\right)} \quad (2.29)$$

Separando a parte real e imaginária de Z :

$$Z_p^{Real} = \frac{R + \omega^\beta R^2 C_p \cos\left(\frac{\beta\pi}{2}\right)}{1 + (\omega^\beta RC_p)^2 + 2\omega^\beta RC_p \cos\left(\frac{\beta\pi}{2}\right)} \quad (2.30)$$

$$Z_p^{imaginária} = -\frac{\omega^\beta R^2 C_p \text{sen}\left(\frac{\beta\pi}{2}\right)}{1 + (\omega^\beta RC_p)^2 + 2\omega^\beta RC_p \cos\left(\frac{\beta\pi}{2}\right)} \quad (2.31)$$

Em termos da constante de tempo, $\tau = RC_p$, a parte real Z_p^{Real} de (2.30), toma seguinte forma:

$$Z_p^{Real} = R \left(\frac{1 + \omega^\beta \tau \cos\left(\frac{\beta\pi}{2}\right)}{1 + (\omega^\beta \tau)^2 + 2\omega^\beta \tau \cos\left(\frac{\beta\pi}{2}\right)} \right), \quad (2.32)$$

E a parte imaginária $Z_p^{imaginária}$ de (2.31):

$$Z_p^{imaginária} = - \frac{\omega^\beta R \tau \operatorname{sen}\left(\frac{\beta\pi}{2}\right)}{1 + (\omega^\beta \tau)^2 + 2\omega^\beta \tau \operatorname{cos}\left(\frac{\beta\pi}{2}\right)} \quad (2.33)$$

Como $|Z_{CPE}| = 1/(i\omega)^\beta C_p$, é possível calcular o módulo de $|Z_p|$, em (2.32) apenas com dois parâmetros β e τ :

$$Z_{CPE} = \frac{R}{1 + \omega^\beta R C_p e^{i\left(\frac{\beta\pi}{2}\right)}} \quad (2.34)$$

Sendo $|Z| = \sqrt{Z \cdot Z^*}$, a expressão (2.34) passa a ser:

$$|Z_{CPE}| = \frac{R}{\sqrt{\left(1 + \omega^\beta R C_p e^{i\left(\frac{\beta\pi}{2}\right)}\right) \left(1 + \omega^\beta R C_p e^{-i\left(\frac{\beta\pi}{2}\right)}\right)}} \quad (2.35)$$

Desenvolvendo o denominador de (2.35) e simplificando:

$$|Z_{CPE}| = \frac{R}{\sqrt{1 + \omega^{2\beta} \tau^2 + 2\omega^\beta \tau \operatorname{cos}\left(\beta \frac{\pi}{2}\right)}} \quad (2.36)$$

A expressão (2.36) para o módulo do $|Z_{CPE}|$, descreve o comportamento capacitivo ou indutivo das amostras em função da frequência de acordo com os ajustes dos parâmetros de β e τ dos dados experimentais. Nos Resultados e discussões será mostrado com mais detalhes a aplicação direta desse modelo nos espectros de dispersão de $|Z|$ em função de f (MHz), ou seja, a parte real dos dados experimentais coletados.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo serão apresentados os materiais e equipamentos utilizados nesse trabalho, bem como os conceitos principais de cada técnica, as etapas para o preparo das amostras e a elaboração do sistema experimental para as medidas de transporte e magnetoimpedância.

3.1 A TÉCNICA DE FOTOLITOGRAFIA

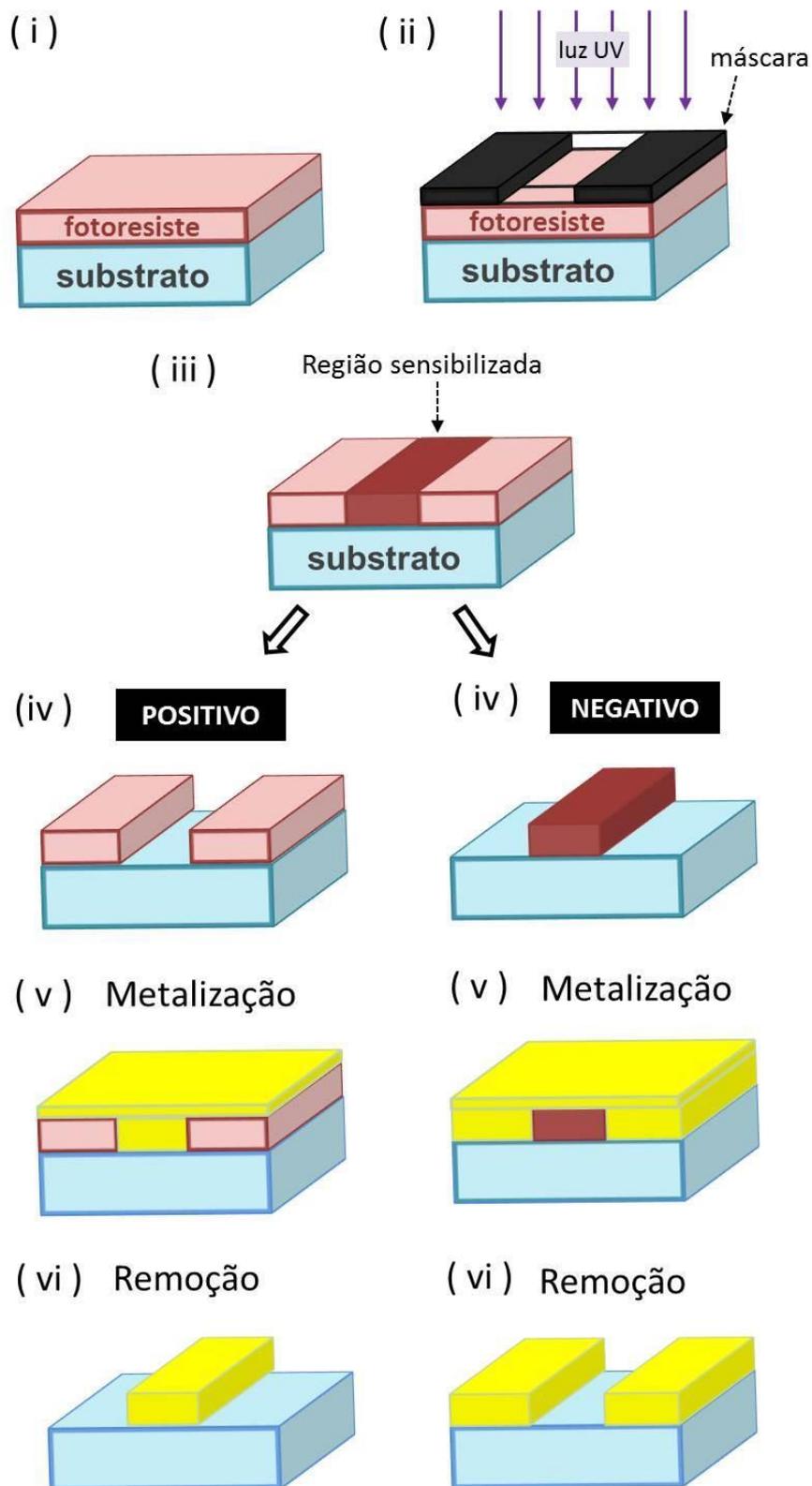
Fotolitografia é uma técnica que consiste em utilizar uma fonte de radiação luminosa, geralmente na faixa do espectro ultravioleta (UV), para sensibilizar e transferir padrões desenhados em uma máscara, previamente projetadas em um *software* CAD, para uma resina ou um polímero orgânico, fotossensível. Na indústria de semicondutores, a fotolitografia ou litografia óptica, é a maneira mais comum para se transferir os padrões e *layouts* de um circuito para o *wafer* (lâmina de silício). (FERLA, 2014; LABORATÓRIO NACIONAL DE NANOTECNOLOGIA, 2021)

3.1.1 Principais etapas dos processos da técnica de fotolitografia

Para se obter um bom desempenho na preparação dos padrões, mesmo que seja feita uma única iteração de fotolitografia, as etapas resultam numa sequência coordenada de processos que são fundamentais. De maneira simplificada, os processos de litografia podem ser resumidos em alguns passos como é mostrado na Figura 12: em (i) um filme uniforme de fotorresiste é espalhado através do *spin-coating* sobre o substrato; na sequência, em (ii) a resina fotossensível é exposta de maneira seletiva à luz UV (ultravioleta); na etapa (iii) a região sensibilizada toma a forma da máscara (*layout*); em seguida (iv) a amostra é tratada com o revelador, onde é removido parte do fotorresiste; em (v) é feita a metalização/deposição e por fim (vi) remoção do polímero remanescente, permanecendo apenas o padrão litografado.

Uma observação é que no caso de fotorresistes positivos, onde a luz é irradiada, ocorre a fragmentação da resina durante a etapa de revelação, já com os fotorresistes negativos o ocorre o contrário, as regiões que foram incididas pela luz desencadeiam uma reação de *crosslinking* e com isso, estas regiões não são sensibilizadas pela radiação incidente.

Figura 12 – Etapas gerais de um processo de fotolitografia e transferência de padrões



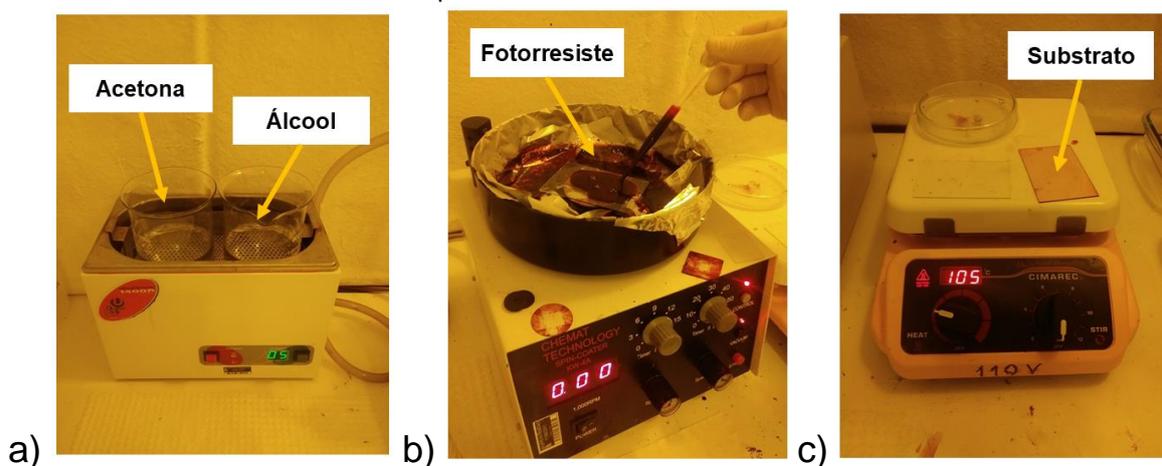
Fonte: Barcelos (2015, p. 123).

Neste trabalho, foram realizadas as seguintes etapas no processo de litografia: primeiro, as superfícies dos substratos utilizados foram limpas; o material é colocado em banho de ultrassom imerso em acetona por 5 minutos, em seguida, é novamente feito um banho de ultrassom, porém, com álcool isopropílico por mais 5 minutos, como mostra a Figura 13(a). Para terminar o processo de limpeza, o substrato é lavado com água deionizada e seco com jato de ar comprimido, na sequência é colocado sobre uma chapa aquecida em aproximadamente 100°C por 5 minutos para garantir que nenhum resquício de água fique sobre a sua superfície. Após esse procedimento, o substrato é posicionado sobre a válvula de vácuo do *spin-coater* (CHEMAT Technology KW-4A) e com o auxílio de uma pipeta é gotejado a polímero fotossensível AZ-1518 Photoresist positive da RIGK (Merck Performance Materials GmbH) sobre sua superfície, como mostra a Figura 13(b).

No *spin-coater*, foram ajustados uma rotação inicial de 20 segundos numa taxa de giro de 1000 rpm seguido de uma rotação final de 60s em 4000 rpm; o tempo e a taxa de rotação são parâmetros essenciais para garantir o revestimento total e uniforme da fotorresiste. Em seguida o substrato é colocado sobre uma chapa pré-aquecida, em aproximadamente 100°C por 1 minuto, ver Figura 13(c). Após resfriar até a temperatura ambiente, o material é levado ao gravador de máscara a laser (Heidelberg Instruments DWL-66) para o processo de exposição seletiva.

Figura 13 – Etapas principais para o tratamento das superfícies dos substratos.

a) banho em ultrassom em acetona e álcool isopropílico; b) revestimento por *spin-coater*; c) aquecimento e cura da fotorresina.



Fonte: O autor (2022).

Após a exposição, o substrato é mergulhado num intervalo entre 10 e 30 segundos em uma solução de água deionizada com revelador (AZ 351B) na proporção de 2:1 que é utilizada para remover os padrões sensibilizados pela luz UV, com isso a resina é removida deixando somente a máscara com as estruturas predefinidas nos *layouts* e só então encaminhados para a deposição das multicamadas através da técnica do *Sputtering*.

Um fator importante é que a máscara seja mais profunda do que a espessura total das multicamadas, de modo que, após a remoção do fotorresiste, as estruturas moldadas permaneça presa aos substratos.

3.2 MÉTODOS DE DEPOSIÇÃO FÍSICA

Métodos de deposição física de vapor com base em plasma PVD – (*physical vapor deposition*), encontraram uso generalizado em várias aplicações industriais. Em processos de PVD baseados em plasma, as espécies de deposição são vaporizadas por evaporação térmica ou por pulverização catódica de uma fonte (o catodo alvo) por bombardeio iônico. (GUDMUNDSSON; LUNDIN, 2019)

A formação do filme utilizando deposição por pulverização catódica, onde o alvo do cátodo é a fonte do material formador do filme, foi relatada pela primeira vez por Wright na década de 1870. (WRIGHT, 1877) A deposição por pulverização catódica de filmes finos já havia encontrado aplicação comercial na década de 1930 (FRUTH, 1932; HULBURT, 1934) mas ganhou um interesse significativo no final dos anos 1950 e início dos anos 1960 com a tecnologia de vácuo aprimorada e a constatação de que uma ampla gama de materiais poderia ser depositado usando pulverização catódica DC. (KAY, 1962).

Muitos avanços e aperfeiçoamentos recentes vem sendo aplicados nos processos de vaporização catódica o que têm tornado estas técnicas cada vez mais precisas. Os filmes produzidos por *sputtering*, por exemplo, são bastante utilizados na produção de dispositivos eletrônicos bem como no recobrimento de superfícies de diversos tipos de materiais, sendo portanto, uma técnica uma alternativa, simples e menos dispendiosa (BERG; NYBERG, 2005; SMITH, 1995).

3.2.1 O processo de deposição pelo magnetron DC *sputtering*

O processo tem início com a excitação elétrica de um gás inerte, como o argônio, por exemplo, que acontece devido à presença de eletrodos dentro de uma câmara em vácuo. A exposição do gás a uma excitação elétrica faz com que sejam retirados elétrons das moléculas que constituem o gás. Dessa forma, são gerados íons positivos, elétrons e átomos neutros, que constituem o plasma. Os principais processos que ocorrem no plasma são: ionização, excitação, relaxação e recombinação, como é mostrado na Tabela 3. Assim, na ionização por exemplo, um elétron colide com um átomo e lhe remove um íon: O processo, então, ocorre quando dois eletrodos, em áreas de baixa pressão de um gás, são submetidos a uma tensão suficientemente alta, de modo que o gás possa ser ionizado e uma descarga elétrica se forme. Esse processo se sustenta uma vez que íons positivos são acelerados em direção ao cátodo e, nesse meio, há emissão de elétrons secundários, que são acelerados na direção do campo elétrico e geram novos íons. (CHAPMAN, 1980; GUDMUNDSSON; LUNDIN, 2019)

Tabela 3 – Colisões inelásticas mais importantes em descargas luminescentes.

Processos (colisões inelásticas)	Exemplos de reações
Ionização	$e + \text{Ar} \rightarrow \text{Ar}^+ + 2 e$
Excitação	$e + \text{Ar} \rightarrow \text{Ar}^* + e$
Relaxação	$\text{Ar}^* \rightarrow \text{Ar} + h\nu$
Recombinação	$e + \text{Ar}^+ + \text{meio} \rightarrow \text{Ar} + \text{meio}$

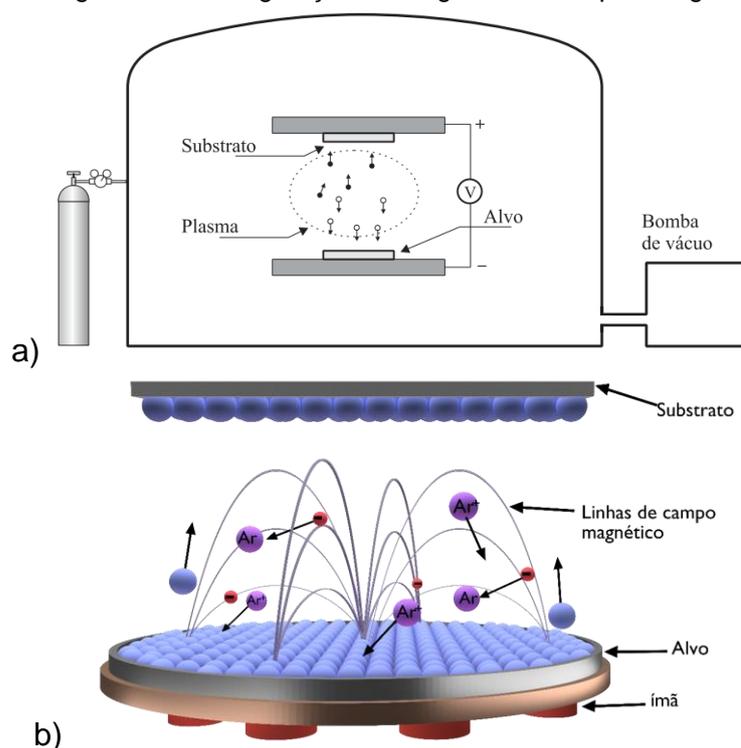
Legenda: e = elétron; Ar = argônio.

Fonte: adaptado de Gudmundsson & Lundin (2019).

Quando as energias internas das partículas em colisão não mudam, a soma das energias cinéticas é conservada e a colisão é considerada elástica, porém quando a soma não é conservada, a colisão é referida como inelástico.

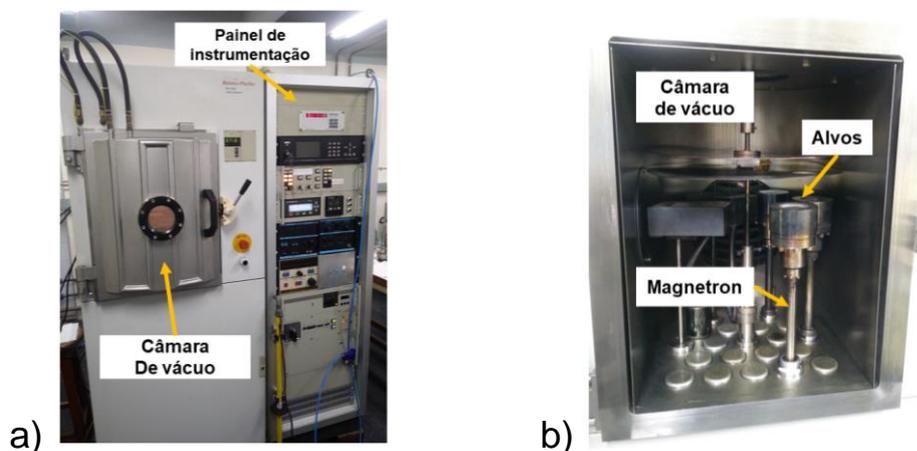
Um esquema de uma configuração de pulverização catódica de magnetron planar DC é mostrado na Figura 14(a) e 14(b), as trajetórias dos elétrons ocorrem dentro do plasma. Nesse trabalho, as camadas de metal foram depositadas nas estruturas predefinidas por meio de um magnetron DC *sputtering* (Balzers Pfeiffer – PLS 500) A Figura 15(a) e 15(b) mostram o painel de instrumentação e a câmara de deposição do magnetron respectivamente. É possível ver os detalhes dos suportes dos alvos e o disco onde ficam presos os substratos.

Figura 14 – Configuração do magnetron DC Sputtering.



Fonte: S.M.Rezende, (2004, pg. 24); D. S. Maior (2022).

Figura 15 – Instrumentação do magnetron *sputtering* DC.
a) painel frontal do equipamento; b) câmara de vácuo.



Fonte: o autor (2022).

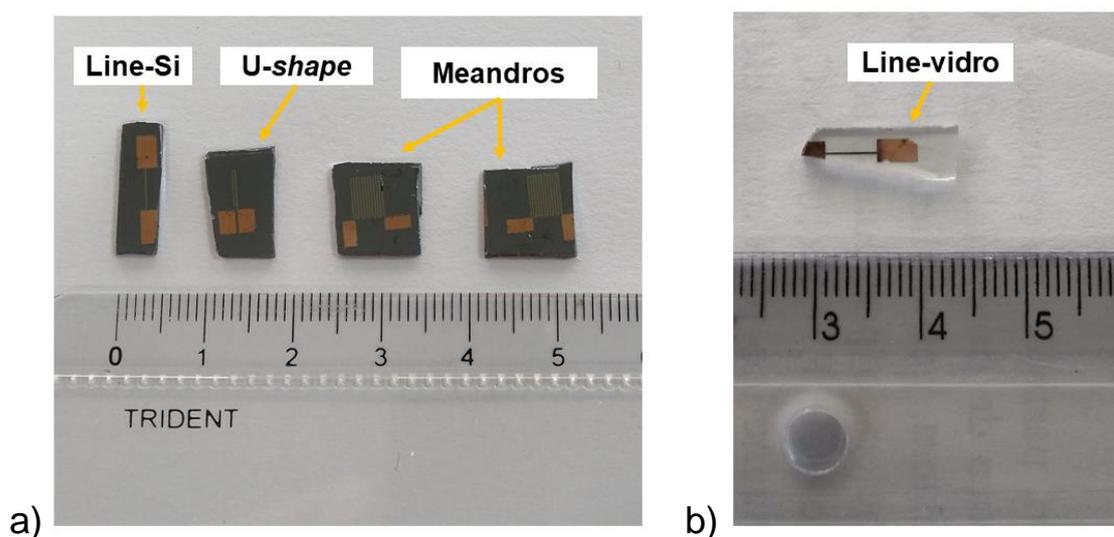
A câmara de pulverização catódica é evacuada para pressões tipicamente da ordem de $5 \cdot 10^{-7}$ Torr e, em seguida, o gás de pulverização (argônio de alta pureza) é alimentado na câmara, por meio de controladores de fluxo de massa, a uma pressão de deposição de $3,3 \cdot 10^{-3}$ Torr ao longo do processo de deposição.

As estruturas das multicamadas de $[\text{Py} (100 \text{ nm}) / \text{Ti} (6 \text{ nm})]_4 / \text{Cu} (400 \text{ nm}) / [\text{Py} (100 \text{ nm}) / \text{Ti} (6 \text{ nm})]_4$ foram obtidas pela deposição em sequência de Py (permalloy $\text{Fe}_{81}\text{Ni}_{19}$) Ti (titânio) e Cu (cobre) respectivamente. As taxas usadas foram de: 13,4 nm / min, 2,11 nm / min e 6,18 nm / min para Cu, Ti e Py, respectivamente.

Após a deposição, as multicamadas de Py, Ti e Cu recobrem todo o substrato sensibilizado, incluindo também toda a área das regiões periféricas, para isso, o fotorresiste sob a multicamada é removido com acetona, restando apenas as camadas que foram depositadas diretamente no substrato. É importante mencionar que os *peds* de cobre (que servem como suporte aos contatos elétricos), foram adicionadas durante a deposição da camada de cobre.

A Figura 16(a) e 16(b) mostram as amostras depositadas sobre o substrato de Si e vidro respectivamente ao final do processo. As configurações de perfil das amostras foram depositadas em um único *wafer* de Si e posteriormente cortadas.

Figura 16 – Amostras preparadas pelos processos de litografia e deposição.
a) amostras com o substrato de Si; b) amostra sobre com o substrato de vidro.



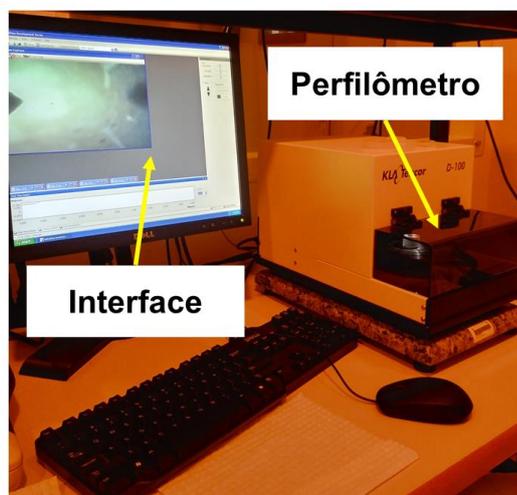
Fonte: O autor (2022).

3.3 CARACTERIZAÇÃO SUPERFICIAL DAS AMOSTRAS.

A textura ou rugosidade superficial caracteriza-se pelas micro-irregularidades geométricas deixadas na superfície do material trabalhado decorrentes do processo de fabricação. Diferentes métodos e instrumentos são usados para a quantificação da rugosidade de superfícies. Convencionalmente, a medição de rugosidade é feita utilizando-se perfilômetros de contato mecânico. (CARPINETTI *et al.*, 1996)

Medidas realizadas no perfilômetro KLA-Tencor (Model D-100), sobre a superfície das amostras e sobre o substrato de silício, pelo perfil gerado é possível analisar as dimensões do material depositado pelo *sputtering*. Na Figura 17 é mostrado a interface do usuário e o perfilômetro usado para coletar as medidas.

Figura 17 – Sistema operacional da perfilometria.



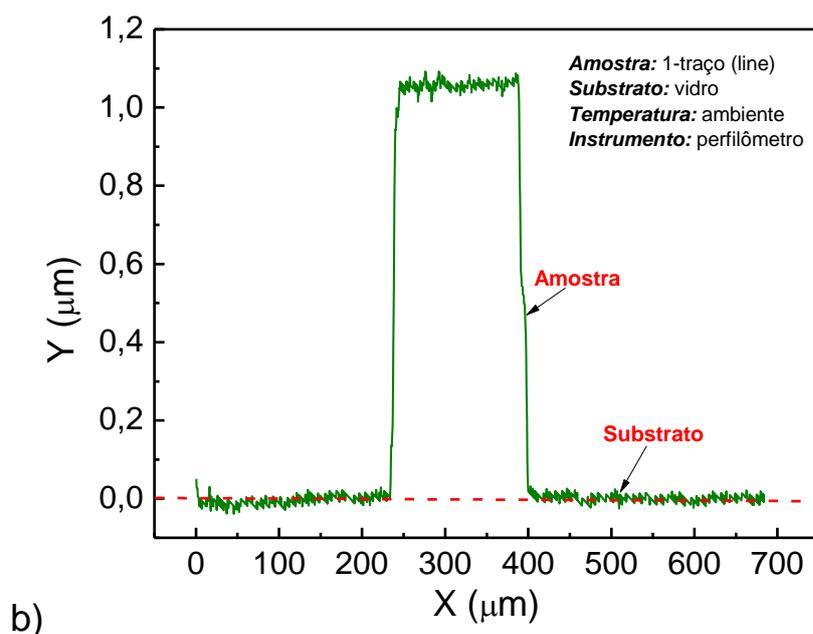
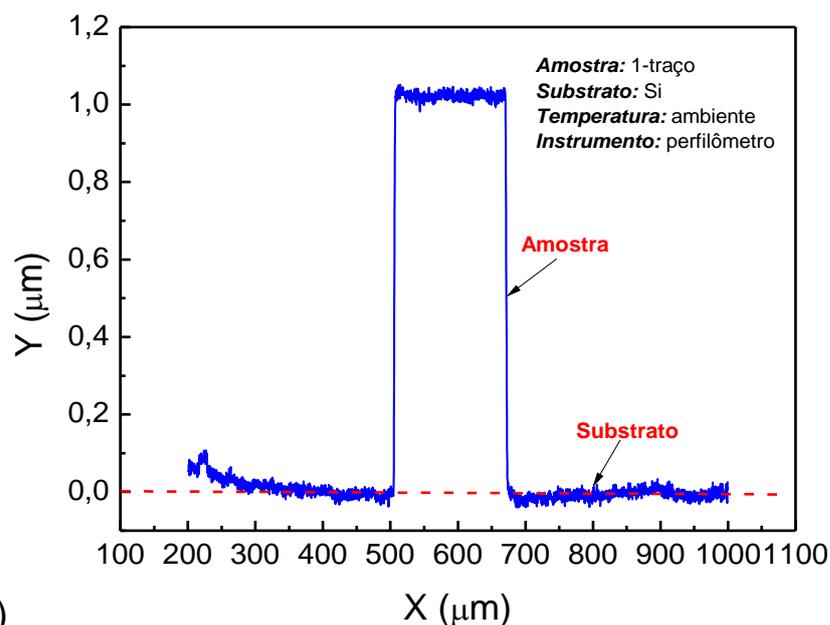
Fonte: o autor (2022).

Para a coleta das medidas no perfilômetro, em temperatura ambiente, as amostras foram fixadas em uma base cilíndrica de quartzo polida e plana e colocadas sobre a mesa de apoio do perfilômetro, onde o *stylus* (apalpador que toca a amostra) é movimentado por um motor de passo sobre a superfície da amostra. Um transdutor de posição converte simultaneamente os movimentos verticais do *stylus* em sinais elétricos que são enviados à uma unidade computacional, onde um *software* modifica os sinais em dados. Os parâmetros de escaneamento iniciais foram: velocidade de 0,03 mm/s, para um comprimento de 2 mm, num range de 2,5 μm , a força aplicada pelo *stylus* foi de 0,10 mg. Levando em consideração que o perfilômetro utilizado mede de forma rápida e quantitativa a topografia de superfícies bidimensionais com comprimento de varredura de até 30 mm, o sistema inclui uma faixa de sensor de até 1,2 milímetros, para resoluções de sub-angstrom, 6 Å ou 0,1%.

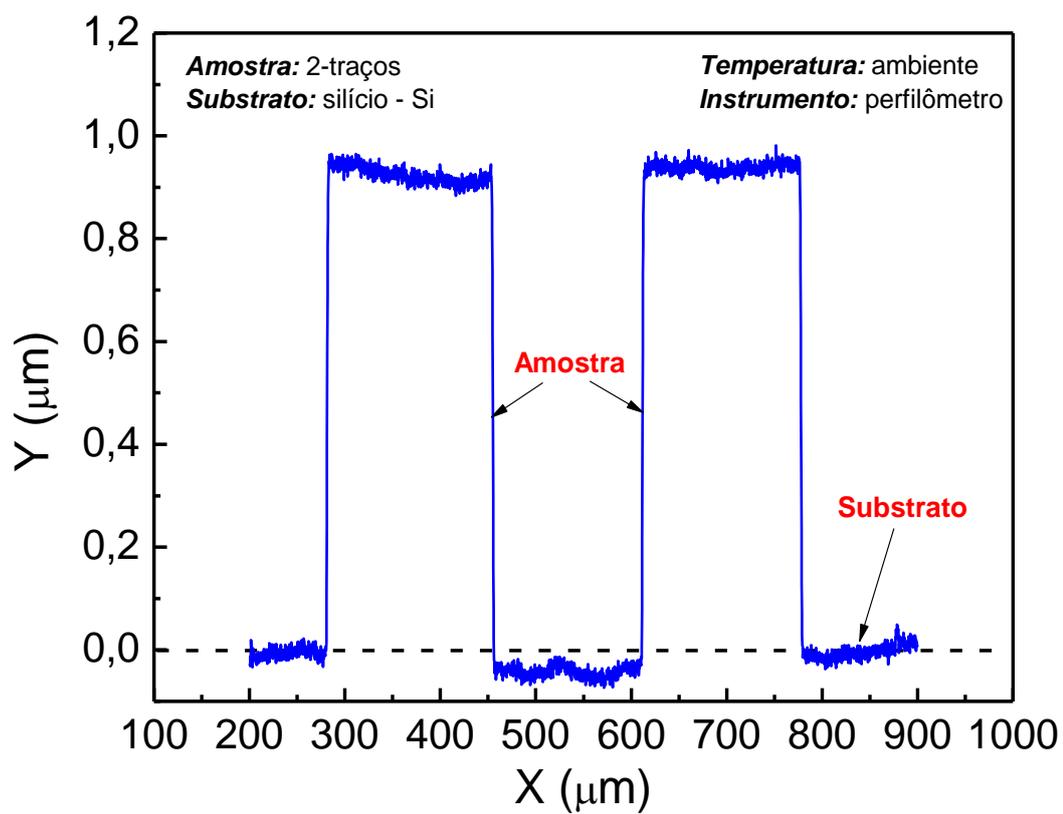
Na Figura 18(a) – (f) são mostrados os perfis registrados pela técnica, a linha tracejada serve de guia para os olhos indicando uma linha de base em relação ao substrato em que o material está depositado. Uma observação é que na Figura 18(f) tem-se somente o perfil do substrato de silício, na inserção destacada, mostra que a superfície é rugosa, porém, a variação dos picos e vales da rugosidade é da ordem de no máximo $0,1 \mu\text{m}$.

Figura 18 – Medidas no perfilômetro sobre a superfície das amostras.

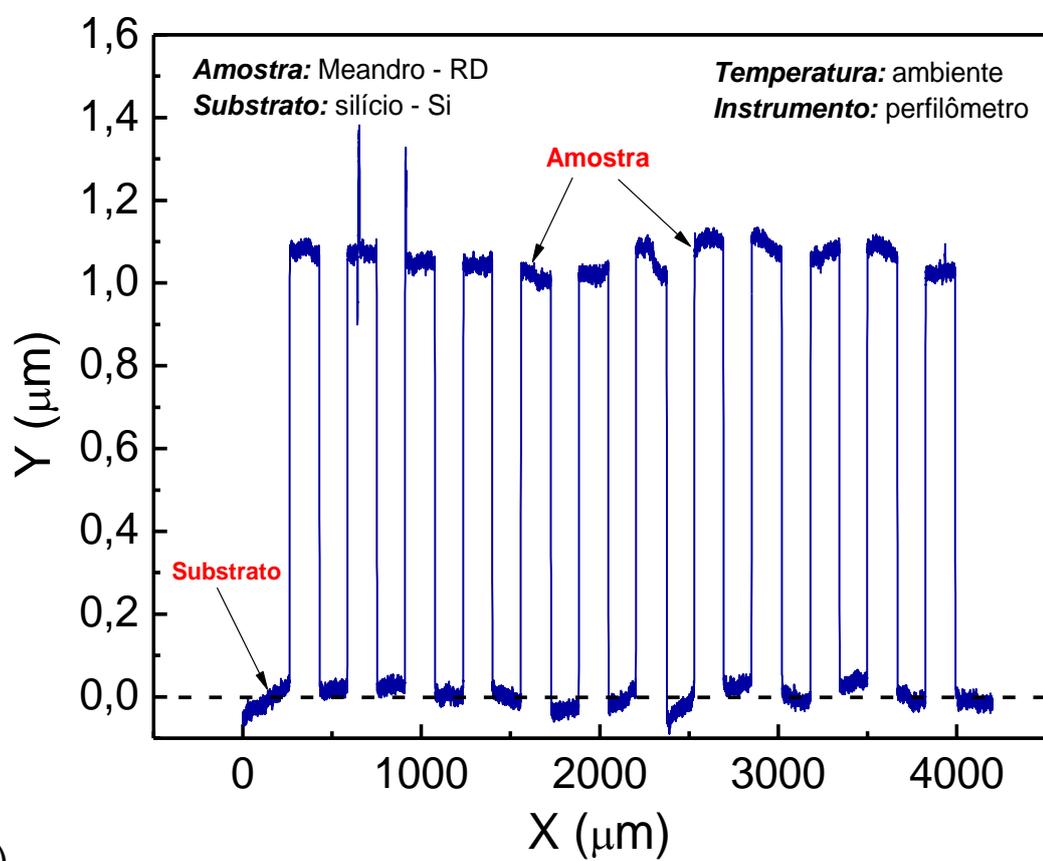
a) amostra de 1-traço (*line*) sobre silício; b) 1-traço (*line*) sobre vidro c) 2-traços (*u-shape*); d) meandro-RD (redondo); e) meandro-QD (quadrado); f) substrato de silício.



Fonte: o autor (2022).

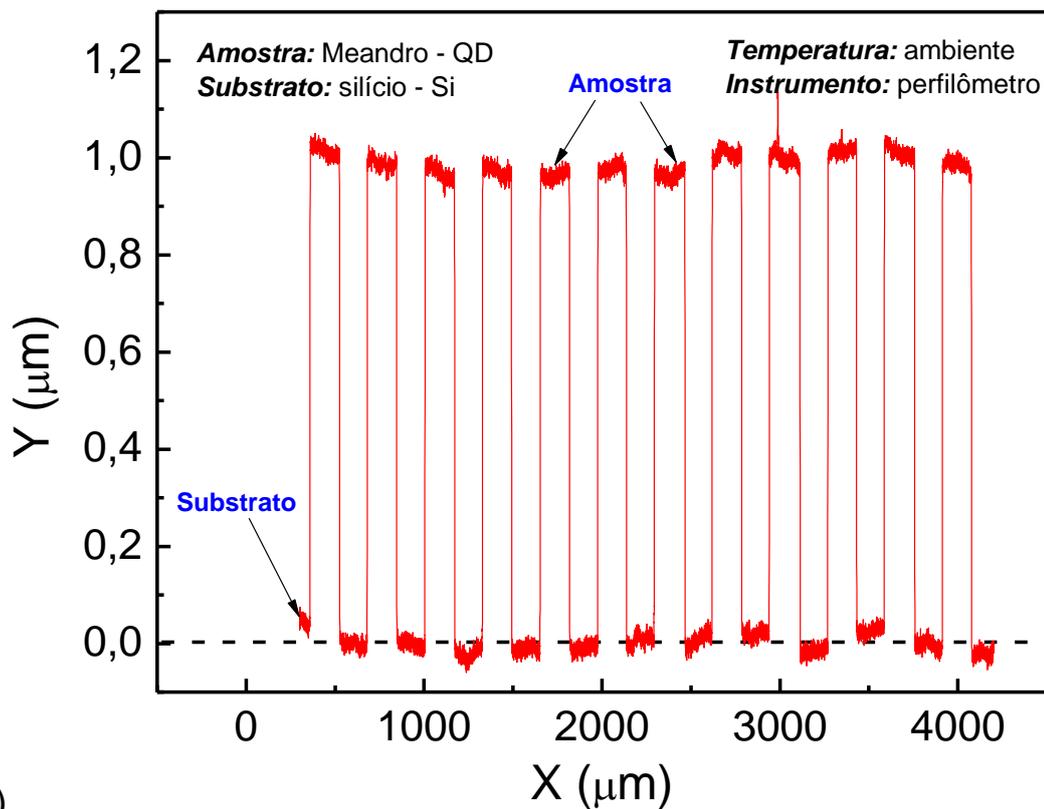


c)

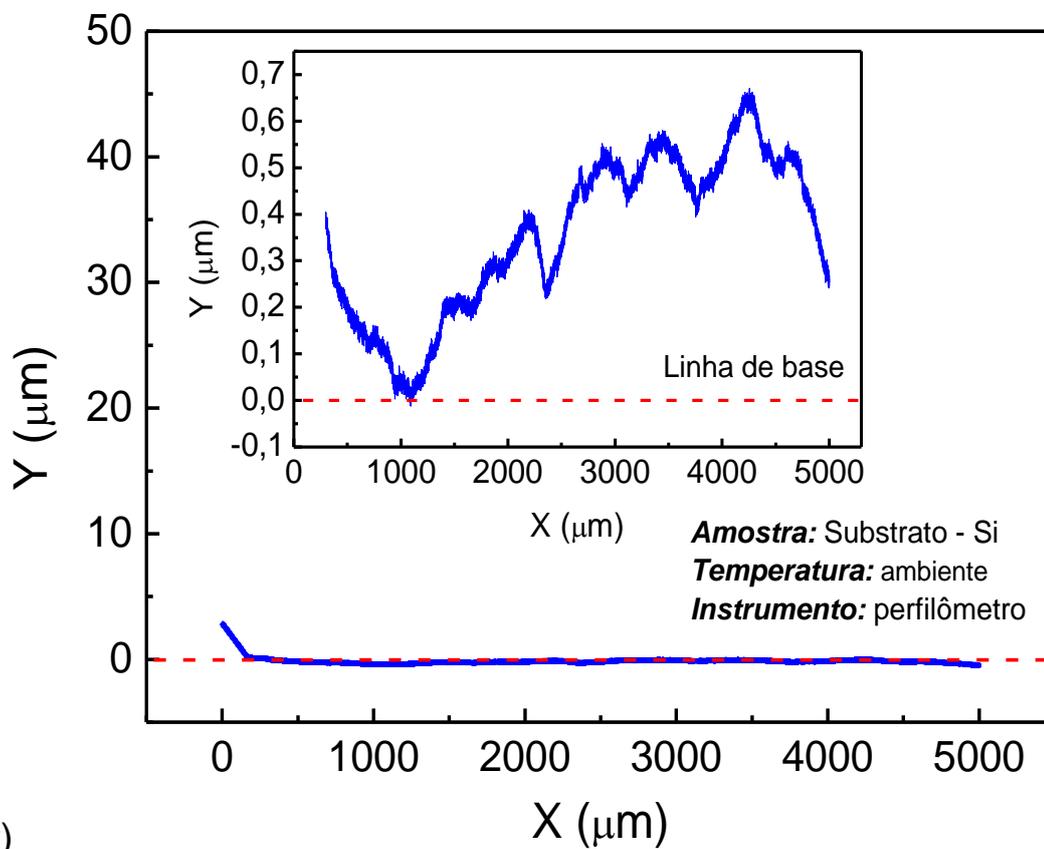


d)

Fonte: o autor (2022).



e)

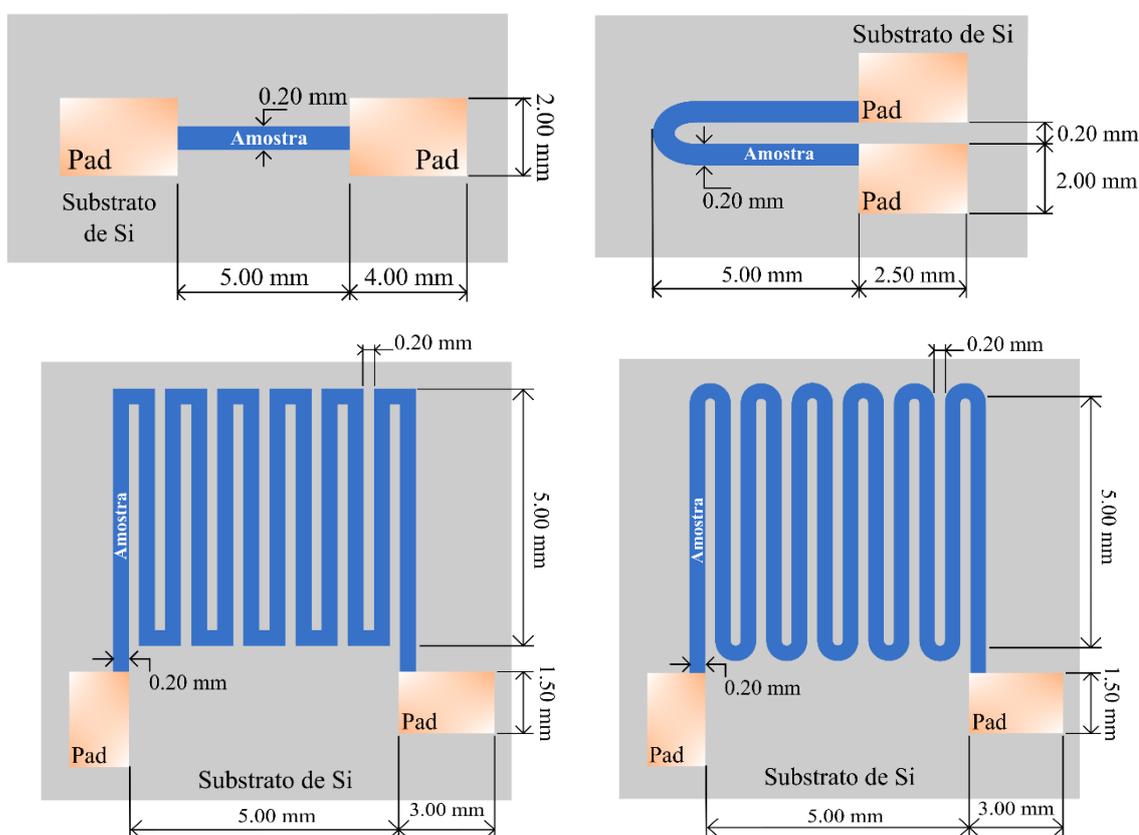


f)

O perfil obtido também mostra a disposição das multicamadas depositadas sobre o substrato. As superfícies, do substrato e dos filmes depositados, são irregulares, no entanto numa magnitude desprezível para o escopo dessas medidas.

As amostras foram medidas com o auxílio de um paquímetro, as relações entre as medidas estão destacadas na Figura 19. São apresentadas na Tabela 4 as medidas de área (cm^2) e volume (cm^3) para cada substrato correspondente. Para estimar as medidas de área e volume foi utilizado o método de integração através do recorte de folhas de ofício A4 ($75\text{g}/\text{cm}^3$) no formato geométrico dos substratos.

Figura 19 – Layout das amostras depositadas.



Fonte: o autor (2022).

Tabela 4 – Dimensões dos substratos de silício para cada amostra.

Amostras	Área ($\bar{x} \pm 0,02$) cm^2	Volume ($\bar{x} \pm 0,02$) cm^3
1 – traço (<i>strip-line</i>)	0,90	0,07
2 – traços (<i>u-shape</i>)	1,13	0,08
Meandro – QD (quadrado)	1,27	0,09
Meandro – RD (redondo)	1,32	0,10

Fonte: o autor (2022).

3.4 A TÉCNICA DE VSM (VIBRATING SAMPLE MAGNETOMETER).

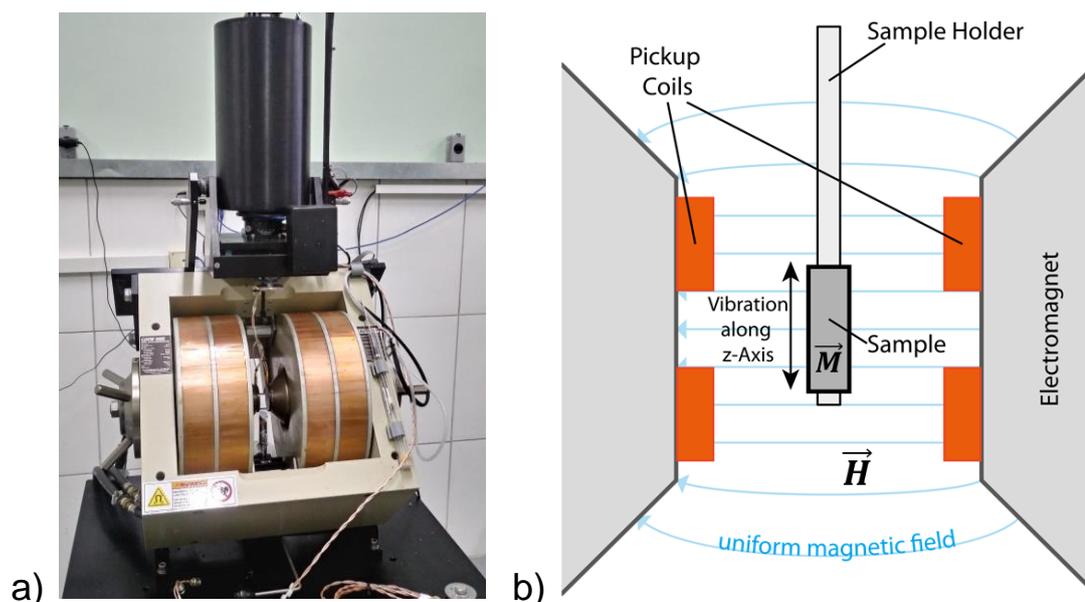
Desenvolvido por S. Foner em 1955 o VSM é provavelmente o magnetômetro mais usado nos laboratórios de pesquisa e caracteriza-se pela sua boa performance, baixo custo e simplicidade de funcionamento. (FONER, 1959; SAMPAIO *et al.*, 2000)

Um magnetômetro de VSM é constituído por um conjunto de equipamentos usados para medir os momentos magnéticos de uma amostra através de um determinado valor de campo aplicado. O princípio de funcionamento depende da detecção do campo de dipolo de uma amostra magnética oscilante na presença de um campo magnético uniforme. Em geral uma fonte fornece corrente elétrica para as bobinas do eletroímã que geram um campo magnético na região onde se encontra a amostra. A amostra é magnetizada e por sua vez produz um campo induzido que é lido pelo sensor. Através deste campo induzido e de um modelo teórico, obtemos o momento magnético da amostra para cada valor de campo aplicado. (BARBOSA, 2011; SAMPAIO *et al.*, 2000)

Na Figura 20 é mostrado um esquema da seção transversal do eletroímã no sistema de operação do VSM; pode-se observar a haste rígida e não magnética entre os polos, que geram um campo magnético, onde a amostra é fixa em sua extremidade.

Figura 20 – Aparato experimental do magnetômetro VSM.

a) eletroímã do magnetômetro VSM (MicroSense-EV7); b) secção transversal do eletroímã e seus mecanismos de funcionamento



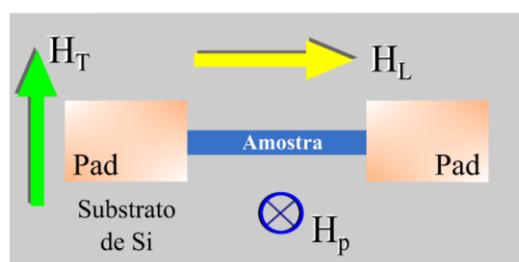
Fonte: o autor (2022) / adaptado de Wikimedia Commons (2022).

Por padrão, a amostra é posicionada em uma das extremidades de uma haste rígida não-magnética e a outra extremidade da haste está fixada por meio de um suporte cônico na membrana de um alto-falante, que é responsável pela vibração a uma frequência f . Os momentos magnéticos das amostras estão em função da tensão induzida E e da geometria G das bobinas de detecção e também da amplitude A da vibração, como mostra a expressão 3.1

$$E = \sigma G A 2\pi f \cos(2\pi f t). \quad (3.1)$$

Um magnetômetro VSM, modelo (MicroSense-EV7), ver Figura – 20a, foi usado para medir os momentos magnéticos líquidos das amostras depositadas sobre o silício, em temperatura ambiente de aproximadamente ($\approx 298\text{K}$). Três configurações de campo magnético foram aplicadas sobre as amostras: H_L – (longitudinal no plano), H_T – (transversal no plano) e H_p – (perpendicular fora do plano), conforme é ilustrado na Figura 21. Um amplificador *lock-in* (Modelo SR844 RF da Stanford Research Systems) foi empregado para medir a tensão através das amostras. A frequência e a amplitude da corrente ac foram variadas na faixa de 100 kHz – 20 MHz entre 0,35 – 6,50 mA, respectivamente. Um eletroímã convencional foi usado para aplicar o campo magnético H na faixa de -20 kOe à +20 kOe.

Figura 21 – Configuração dos campos aplicados pelo VSM.

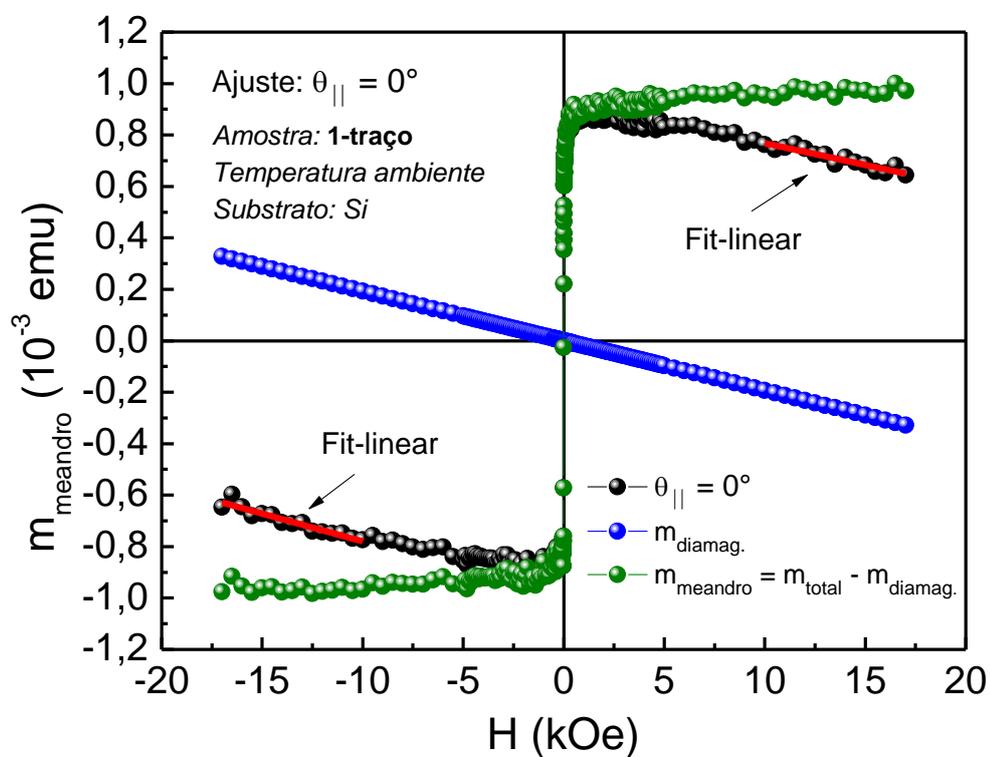


Fonte: o autor (2022)

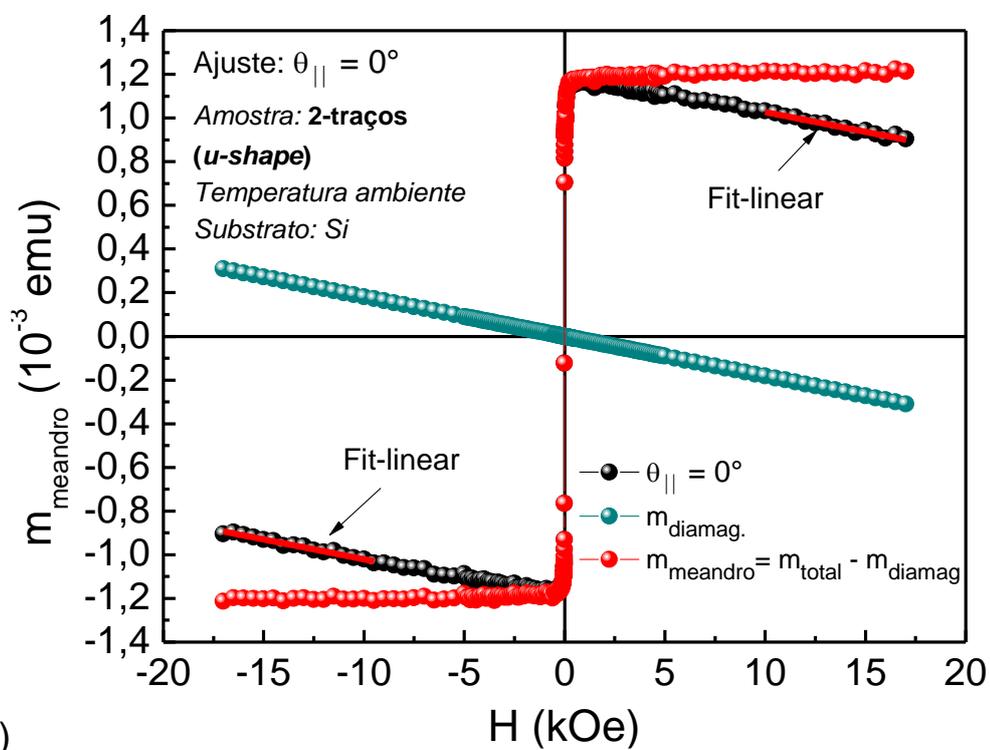
Na Figura 22 (a) – (d), é mostrado as curvas de magnetização obtidas através VSM, para a amostras depositadas sobre silício, nas configurações de aplicação campo H_L – ($\theta_{\parallel} = 0^\circ$, longitudinal no plano); pode-se observar que há uma pequena contribuição diamagnética que provém do substrato de silício, que foi subtraída através dos ajustes lineares acima da região de campo, ± 10 kOe, onde as amostras estão saturadas, restando somente o momento magnético total do material depositado. Os mesmos ajustes também foram feitos para as configurações de: H_T – ($\theta_{\parallel} = 90^\circ$, transversal no plano) e H_p – ($\theta_{\perp} = 90^\circ$, perpendicular fora do plano).

Figura 22 – Ajustes feitos em campos acima de 10 kOe.

a) ajuste para a configuração do campo em $\theta_{||} = 0^\circ$ para a amostra de 1-traço (*strip-line*) b) 2-traços (*u-shape*); c) e d) meandro-QD quadrado e redondo-RD.

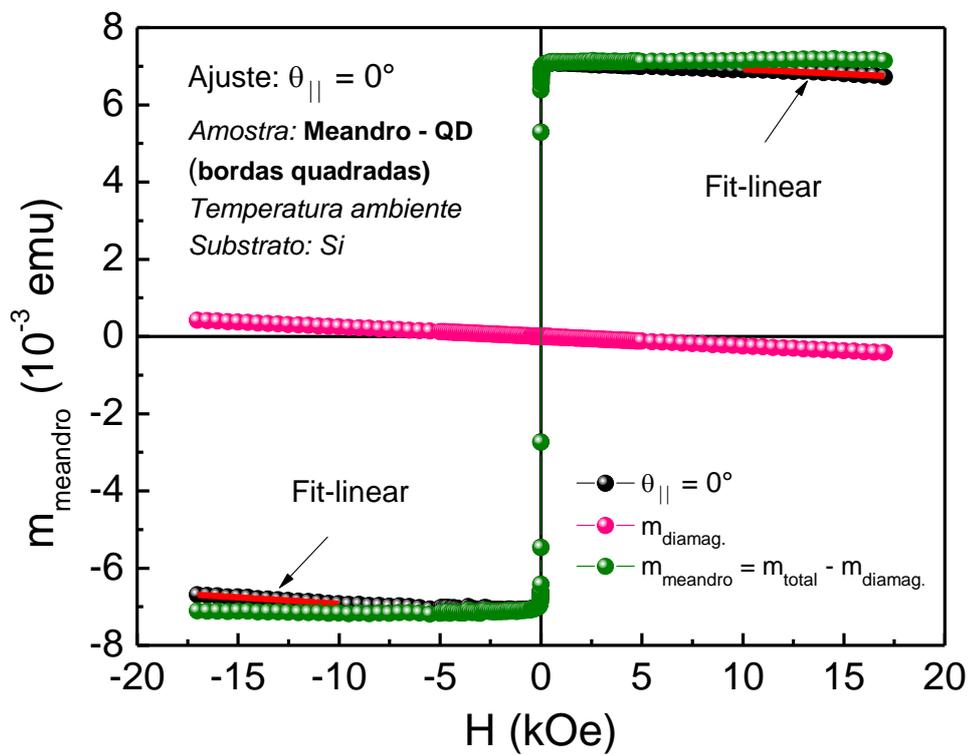


a)

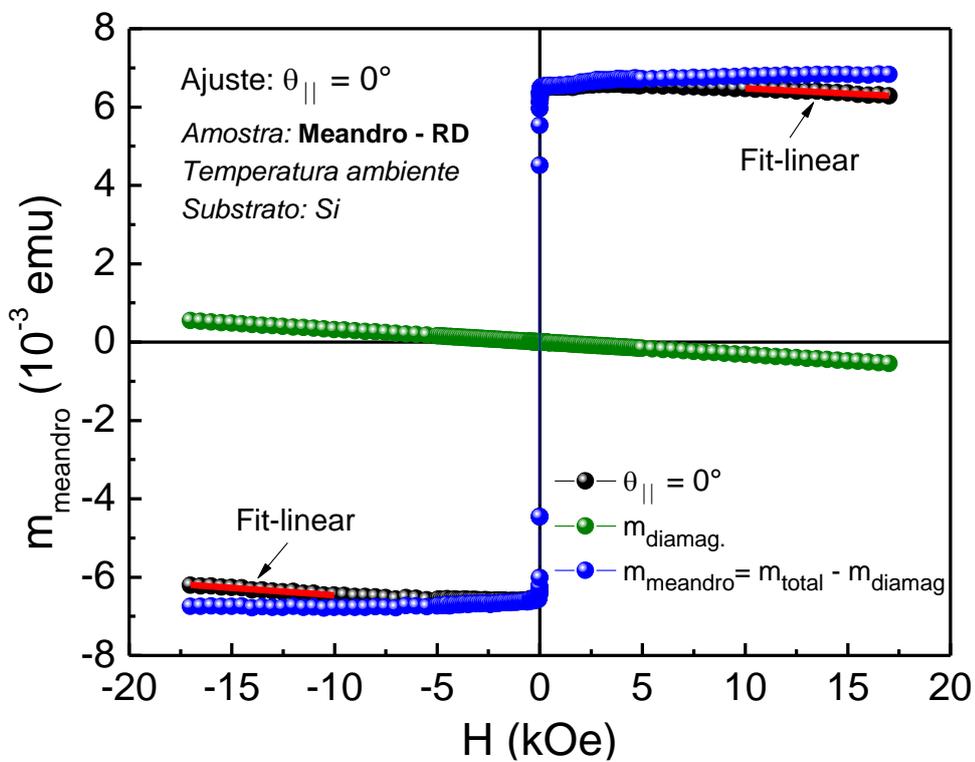


b)

Fonte: o autor (2022).



c)



d)

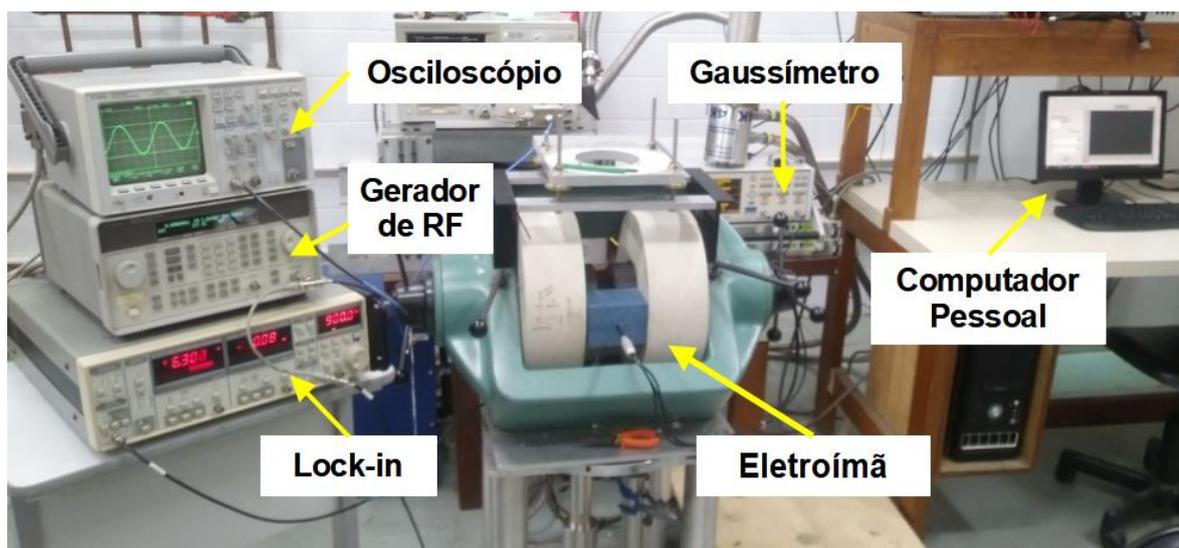
Fonte: o autor (2022).

3.5 MEDIDAS DE MAGNETOIMPEDÂNCIA.

Nessa pesquisa, todas as medidas de transporte e magnetoimpedância foram realizadas na temperatura ambiente, de aproximadamente $T = 298$ K. Os contatos elétricos foram feitos com cola prata 4929N da *Dupont*, pelo método de pseudo-quatro pontas sobre os *pads* de cobre depositados no substrato: dois terminais são destinados para a fornecer a corrente I_{ac} e os outros dois para a leitura da tensão na amostra. A vantagem de utilizar esta técnica é que ela minimiza os efeitos de resistência dos contatos durante as medidas, permitindo que a queda de tensão seja a mínima possível entre eles. Previamente foi feita uma limpeza sistemática nas amostras e nos *pads* com uma solução diluída de acetona, afim de remover qualquer material isolante que poderia estar presente na superfície.

Na Figura 23 é mostrado todo o sistema para a medida de magnetoimpedância no Laboratório de Calorimetria Transporte e Magnetometria. No centro da figura está o eletroímã que é usado para gerar o campo magnético, à esquerda estão os equipamentos de detecção e medidas, *Lock-in* (Stanford Research System – SR844) e osciloscópio (Agilent 54616B-500MHz), e o gerador de RF (Agilent 33140A), a direita está o computador pessoal, com a programação necessária para a coleta e tratamento de dados.

Figura 23 – Sistema experimental para medidas de MI

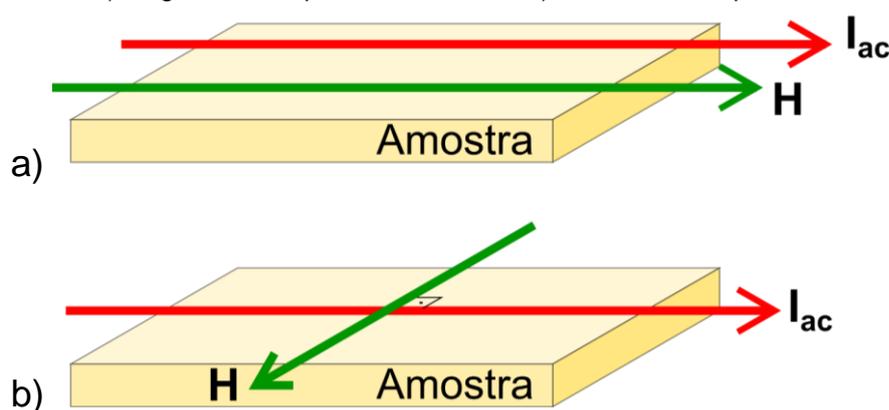


Fonte: O autor (2022).

A corrente alternada foi obtida a partir de um gerador de RF (Agilent 33140A), colocado em série com um resistor de 500Ω . A corrente é estimada a partir da razão entre a tensão entregue pelo gerador pela resistência Z_i do circuito, que geralmente é de pelo menos 10 vezes a ordem de grandeza das resistências *dc* das amostras. Os valores de frequência, bem como a amplitude da corrente, são previamente definidos e ajustados no gerador de RF a cada medida realizada.

Um campo magnético externo de $H = 4,0 \text{ kOe}$, gerado pelo eletroímã, foi aplicado sobre o plano das amostras nas configurações longitudinal e transversal, como mostra a Figura 24 (a) e (b). A leitura da intensidade do campo externo, foi medida e através de um sensor Hall, acoplada na sonda do gaussímetro modelo (FW-BELL Model 7000).

Figura 24 – Configurações de campo e corrente aplicado sobre as amostras.
a) longitudinal no plano da amostra; b) transversal no plano.

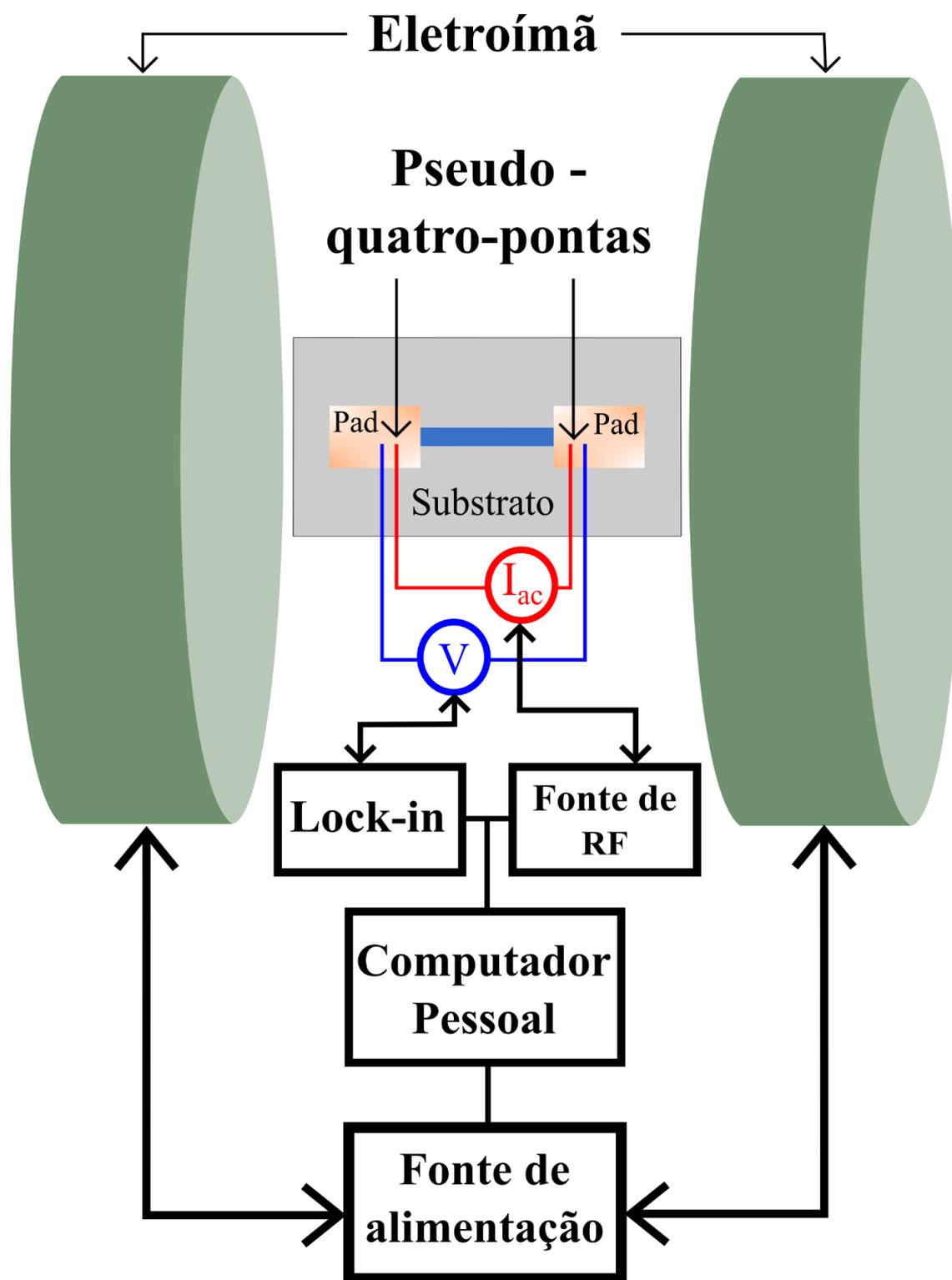


Fonte: O autor (2022).

A aquisição dos dados experimentais é feita de maneira instantânea via comunicação serial do computador através de uma placa GPIB – (*General Purpose Interface Bus*) com os equipamentos utilizados. Usando um *software* de programação em linguagem *LabVIEW*®, foi possível enviar comandos aos equipamentos de bancada, *Lock-in* e gerador RF, e também controlar a fonte de alimentação do eletroímã, para gerar simultaneamente, o valor de campo e monitorar a tensão que é aplicada sobre as amostras. Através dos recursos dessa ferramenta de programação, foi possível observar as curvas de MI em tempo real.

Na Figura 25 é mostrado a configuração, em forma de blocos, para o sistema experimental da MI usado nesse trabalho. É destacado no esquema a ligação da pseudo-quatro pontas sobre a amostra.

Figura 25 – Configuração em blocos para o sistema experimental da MI.



Fonte: O autor (2022).

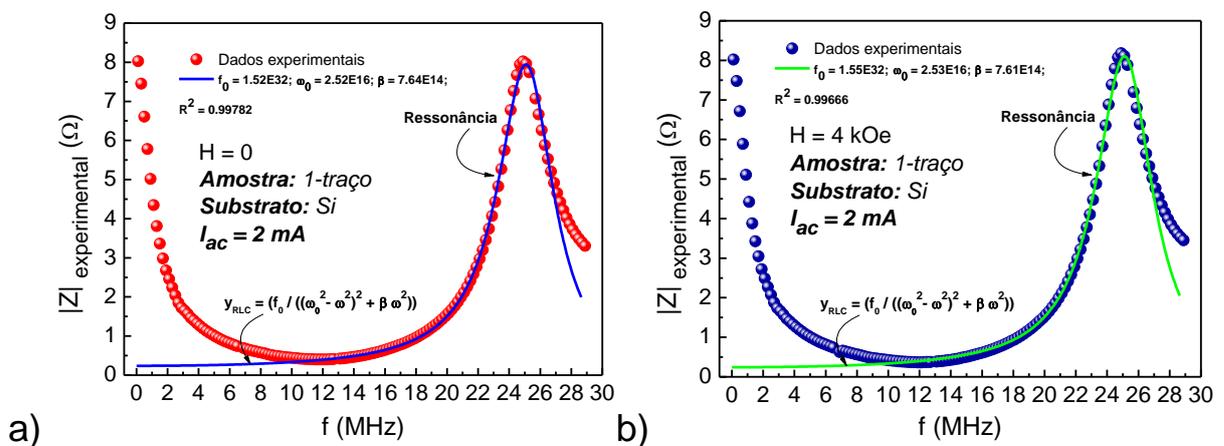
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

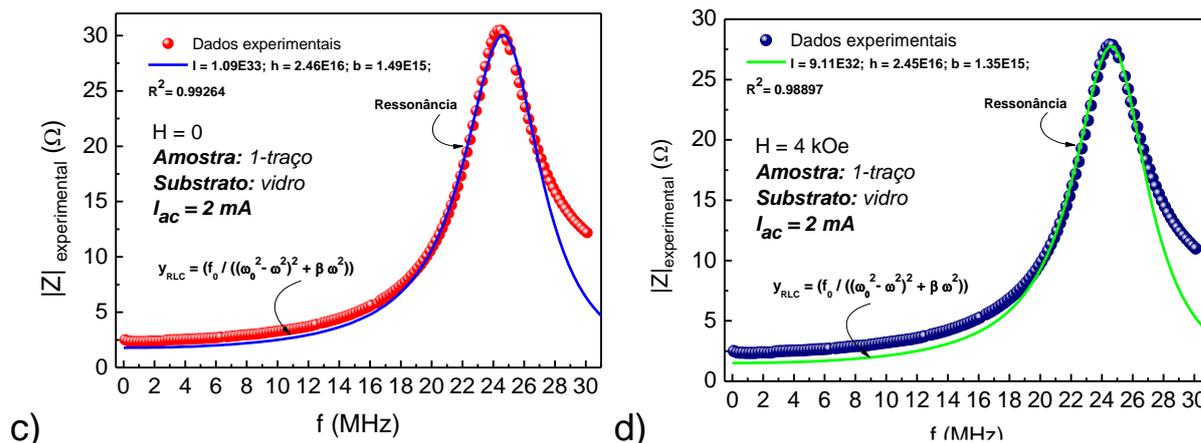
Serão discutidos neste capítulo os resultados obtidos, bem como a relação entre eles e os modelos teóricos discutidos anteriormente. É importante ressaltar que uma das motivações também foi analisar a influência dos substratos de silício nas medidas de magnetoimpedância realizadas em uma nanoestrutura semelhantes à uma outra que havia sido deposita em vidro. Foi verificado uma forte influência do substrato de silício nas medidas de Z . Os resultados serão comparados com outras nanoestruturas encontradas na literatura.

4.1 RESSONÂNCIA NA LINHA DE TRANSMISSÃO

A título de verificar a influência do substrato de silício nos valores da magnetoimpedância foi feita também uma análise da ressonância da linha de transmissão em uma amostra depositada em um substrato de vidro. Na Figura 26(a) e 26(b) é mostrado o comportamento da ressonância da linha para a amostra, na geometria de “fita”, 1-traço (line), depositada em silício com $H = 0$ e $H = 4,0$ kOe, enquanto que nas Figuras 26(c) e 26(d) são mostrados os resultados correspondentes para a amostra de mesma geometria, porém, depositada em vidro, para os mesmos valores de campo, $H = 0$ e $H = 4,0$ kOe. A configuração de cabos foi para $L_{total} = (311,0 \pm 0,5)$ cm com o resistor Z_i próximo da amostra.

Figura 26 – Análise da ressonância da linha de transmissão em sistemas distintos
a) e b) amostra depositada sobre o Si com $H = 0$ e $H = 4$ kOe respectivamente; enquanto c) e d) é a amostra depositada sobre o vidro, com $H = 0$ e $H = 4$ kOe.





Fonte: O autor (2022).

Os parâmetros dos ajustes do modelo RLC, extraídos das análises apresentadas na Figura 26, estão listados nas Tabelas 5 e 6. É possível observar, para a os meandros depositados em substrato de silício, que a impedância elétrica diminui rapidamente com a frequência.

Tabela 5 – Parâmetros do ajuste RLC para ressonância da linha em H=0.

Substrato H = 0	$f_0 - (10^{32} \text{ Hz})$	$\omega_0 - (10^{16} \text{ rd/s})$	$\beta - (10^{15})$	R^2
silício	$1,52 \pm 0,02$	$2,521 \pm 0,003$	$0,8 \pm 0,1$	0,99769
vidro	$10,90 \pm 0,02$	$2,469 \pm 0,005$	$1,49 \pm 0,05$	0,99264

Fonte: O autor (2022).

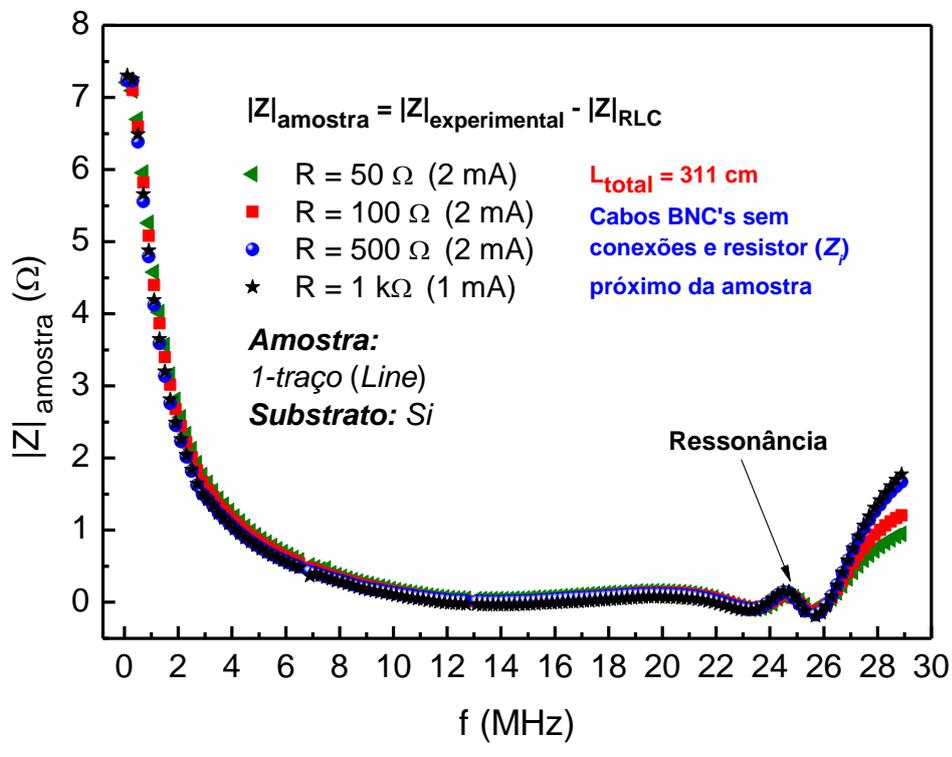
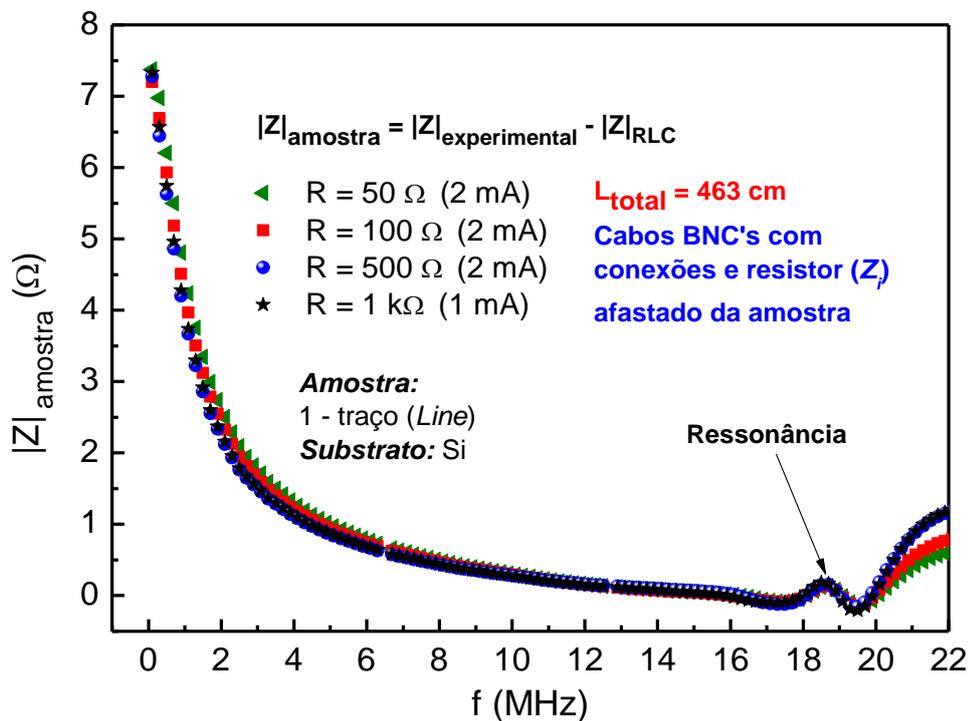
Tabela 6 – Parâmetros do ajuste RLC para ressonância da linha em H=4 kOe.

Substrato H = 4 kOe	$f_0 - (10^{32} \text{ Hz})$	$\omega_0 - (10^{16} \text{ rd/s})$	$\beta - (10^{15})$	R^2
silício	$1,55 \pm 0,03$	$2,527 \pm 0,003$	$0,8 \pm 0,2$	0,99064
vidro	$9,1 \pm 0,2$	$2,456 \pm 0,001$	$1,35 \pm 0,03$	0,98897

Fonte: O autor (2022).

Nos dados apresentados nas Figuras 27(a) e 27(b) os parâmetros de ajuste do modelo para o oscilador amortecido foram usados para extrair $Z_{amostra}$, a contribuição da ressonância para os dois valores de L_{total} bem como variando os valores das cargas, que foram discutidas anteriormente na seção 2.6.

Figura 27 – Tratamento da ressonância da linha pelo *fit* RLC.
a) comprimento total L de 463 cm; b) comprimento L de 311 cm.



Fonte: O autor (2022).

4.2 MEDIDAS MAGNÉTICAS

Nessa seção será discutido os resultados das medidas de magnetização realizadas pelo VSM em temperatura ambiente ($T = 298\text{K}$) Através dessa técnica, foi possível avaliar os momentos magnéticos líquidos dos elementos sensores produzidos pelas técnicas de fotolitografia e deposição por *sputtering*.

Foi observado durante as medidas que há uma contribuição diamagnética do substrato de silício, então para se obter somente os valores da magnetização do material depositado, foi estimado o valor da susceptibilidade.

Para se obter as susceptibilidades magnéticas das amostras, foi necessário estimar o volume do substrato correspondentes a cada uma das amostras. E o volume dos substratos de silício, em razão da irregularidade nos seus formatos, foram estimados da seguinte maneira: primeiro foi medido a massa (m_0) de parte de uma folha de papel do tipo A4 (75 g/m^2) com 100 cm^2 de área (A_0), utilizando uma balança analítica. Em seguida, foram obtidas as massas (m_s) de áreas (A_s) com formatos dos substratos de cada amostra. Finalmente, multiplicando a área do substrato pela espessura (t) correspondente, determinou-se o valor do volume dos substratos (V_s) através das expressões:

$$A_s = \left(\frac{m_s}{m_0}\right) A_0, \quad (4.1)$$

$$V_s = A_s t. \quad (4.2)$$

Foi medida a espessura dos substratos com um micrômetro (Mitutoyo IP-54): a média de 5 medidas é de $t = (0,731 \pm 0,001)$ mm. Na Tabela 7 é mostrado a massa dos recortes de papel medidos em uma balança analítica.

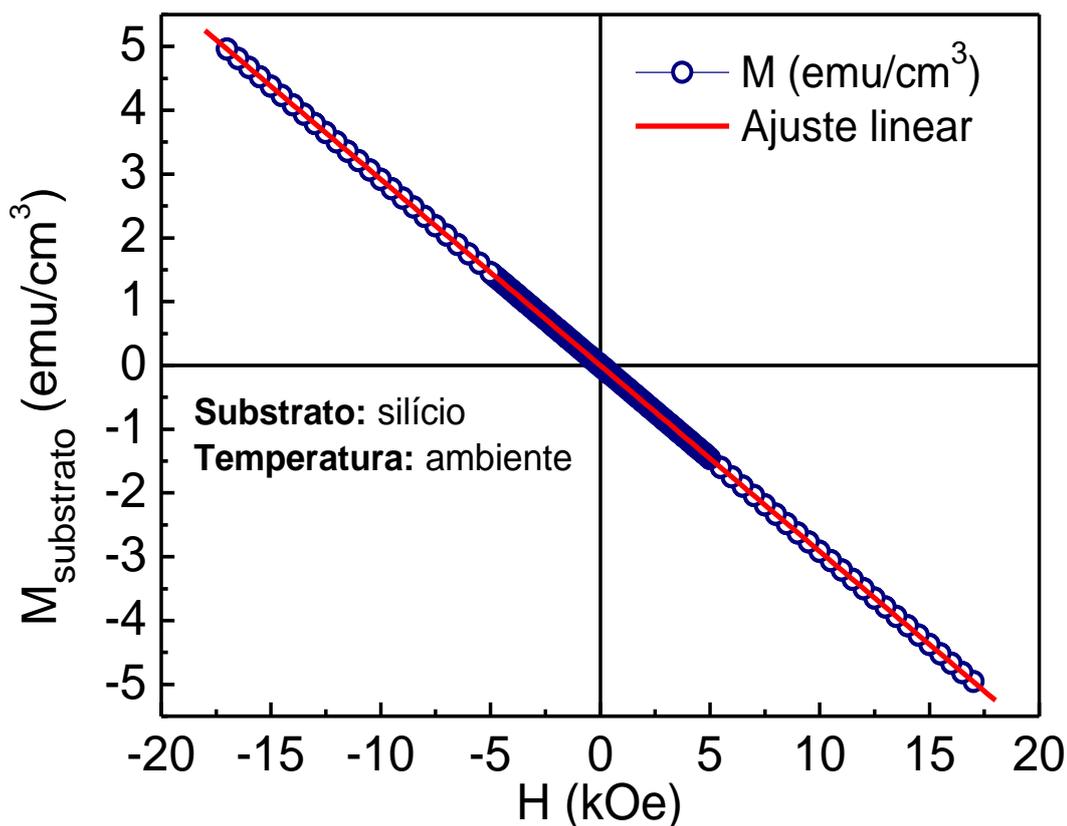
Tabela 7 – Relação das massas para estimar o volume dos substratos

Amostra	massa ($\bar{x} \pm 0,01$) mg
m_0 (papel)	769,80
1 – traço (<i>line</i>)	6,96
2 – traços (<i>u shape</i>)	8,69
Meandro – QD	10,19
Meandro – RD	9,79

Fonte: O autor (2022).

Com isso foi possível estimar a magnetização do substrato de silício para cada uma das amostras em ($\text{emu}/\text{Oe}\cdot\text{cm}^3$), como é mostrado na Figura 28. Na Tabela 8 é mostrado a magnetização correspondente do substrato para cada uma das amostras. A susceptibilidade média calculada foi de $-(2,9 \pm 0,5) \times 10^{-7}$ ($\text{emu}/\text{cm}^3\cdot\text{Oe}$).

Figura 28 – Magnetização do substrato de silício



Fonte: O autor (2022).

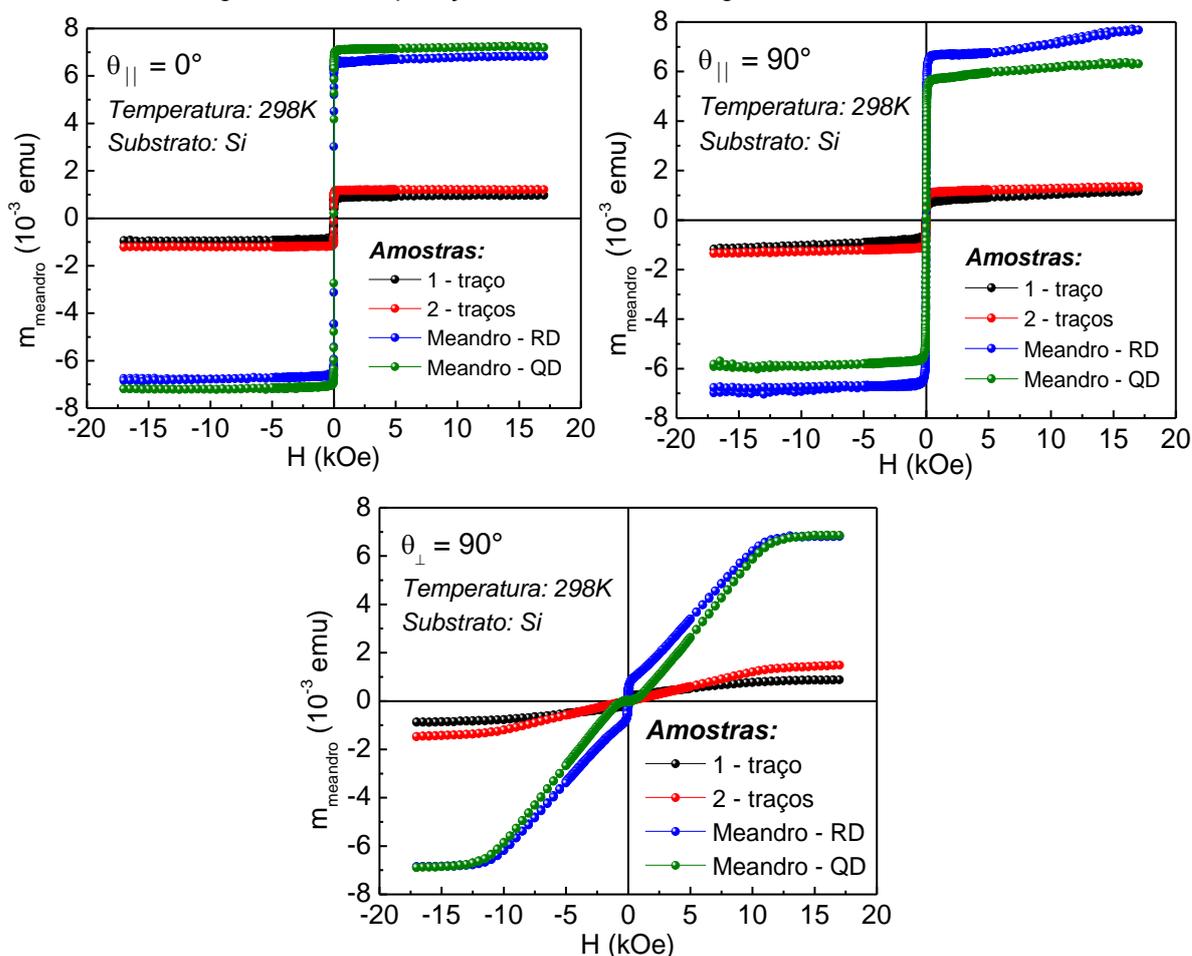
Tabela 8 – Susceptibilidade diamagnética do substrato de Si para cada amostra.

Amostras	Magnetização do substrato ($\bar{x} \pm 0,5$) $\times 10^{-7}$ emu / $\text{cm}^3\cdot\text{Oe}$
1 – traço (<i>line</i>)	-2,9
2 – traços (<i>u-shape</i>)	-2,2
Meandro – QD (quadrado)	-3,4
Meandro – RD (redondo)	-2,9

Fonte: O autor (2022).

Como foi discutido no Capítulo 2, uma característica prática e essencial de qualquer material ferromagnético é a irreversibilidade da resposta não linear da magnetização a um campo magnético externo, essa propriedade está geralmente associado à ciclos de histereses. Na Figura 29 é mostrado as curvas de magnetização em m (emu) vs H (Oe), para as amostras depositadas sobre o substrato de silício, para as configurações de aplicação de campo: H_L – ($\theta_{\parallel} = 0^\circ$, longitudinal no plano); H_T – ($\theta_{\parallel} = 90^\circ$, transversal no plano) e H_P – ($\theta_{\perp} = 90^\circ$, perpendicular fora do plano).

Figura 29 – Comparação dos momentos magnéticos das amostras

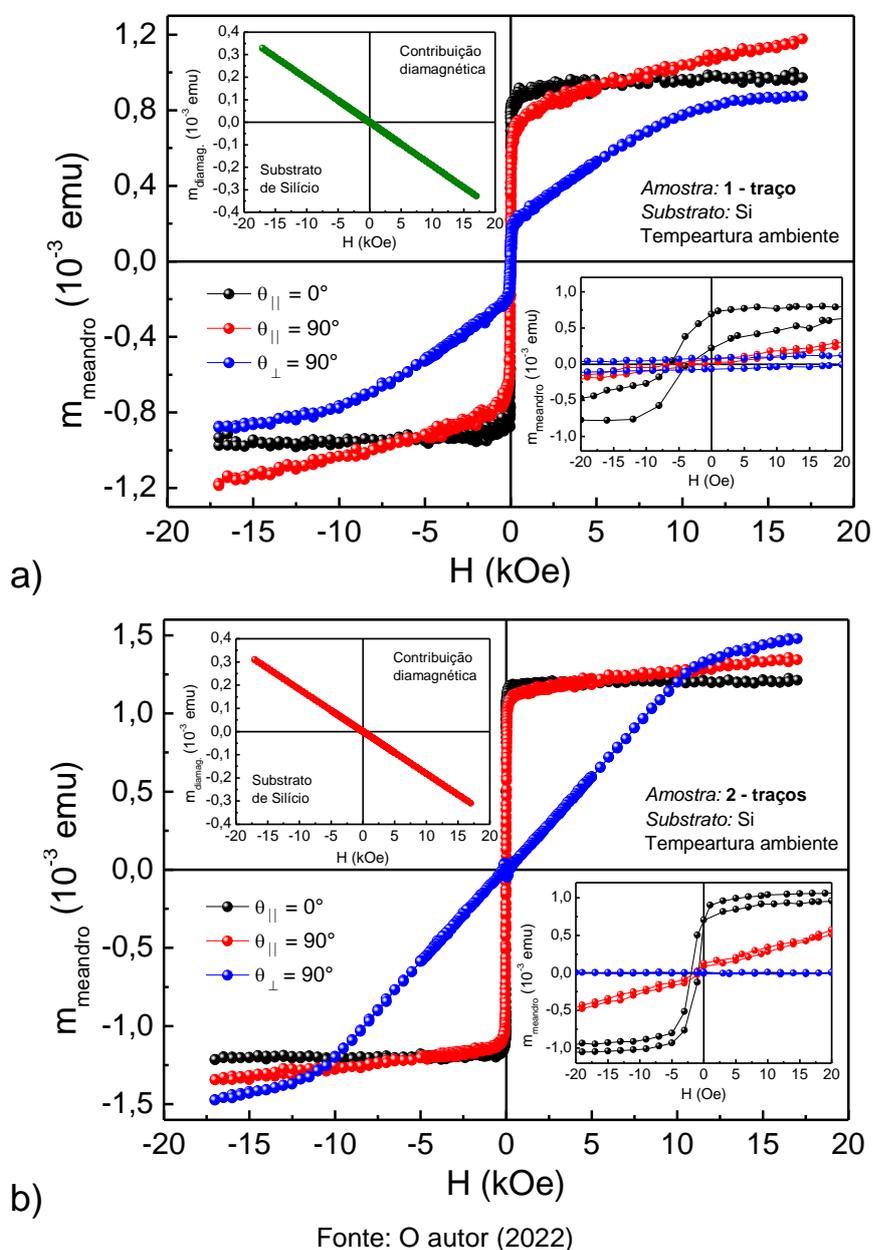


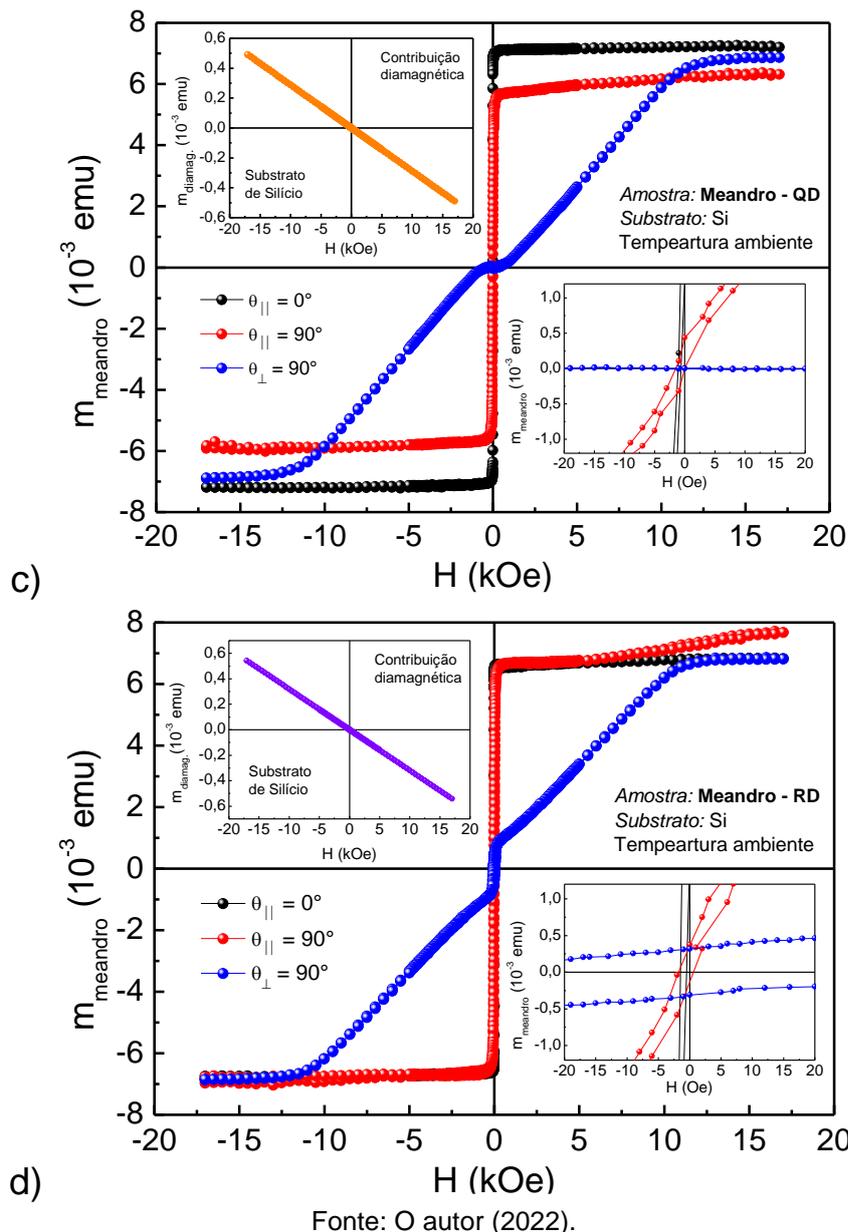
Fonte: O autor (2022).

Em relação as estruturas dos elementos multicamadas, é possível observar que a magnetização é proporcional ao volume de material depositado. As amostras possuem um campo coercivo H_c na ordem de ± 5 Oe a diferença na ordem de magnetização de saturação é de aproximadamente $\pm 6 \times 10^{-3}$ emu, em relação a amostra de 1-traço (line) e 2-traços (*u-shape*) em comparação aos meandros.

Na Figura 30 (a) – (d), é mostrado com mais detalhes as curvas de magnetização dos momentos magnéticos líquidos das amostras, para cada uma das estruturas de multicamadas analisadas. É possível observar nas inserções localizadas no canto superior esquerdo, (1° quadrante), a contribuição diamagnética do substrato de silício correspondente da amostra. Nas inserções situadas no canto inferior direito (4° quadrante), é destacado um intervalo de ± 20 Oe, mostrando que os laços de histereses são bem estreitos.

Figura 30 – Curvas de magnetização das amostras depositadas sobre Si
 a) amostra 1-traço (*Line*); b) amostra de 2-traços (*u-shape*); c) e d) meandros quadrados (QD) e redondo (RD) respectivamente.





Nota-se que não há uma diferença significativa quanto aos valores de magnetização de saturação das amostras em relação as análises feitas no plano, no entanto, é observado que para as configurações, H_p ($\theta_{\perp} = 90^\circ$), o valor é muito maior que as configurações anteriores sendo de aproximadamente ± 11 kOe, isso mostra que a anisotropia magnética está no plano da amostra, pois é notado que este comportamento é determinado principalmente pelo campo de desmagnetização; em última análise, é esperado que a resposta magnética do material, ao longo do eixo longitudinal ($\theta_{\parallel} = 0^\circ$), tenha maior sensibilidade para as variações de $Z(\Omega)$ em função de H (Oe), isto implica que para essa configuração de campo aplicado, será necessário incrementar pequenos valores de H (Oe) para se obter variações expressivas de Z .

Uma observação importante é que o elemento sensor trata-se de uma amostra com perfil ferromagnético mole, de baixas perdas magnéticas e conseqüentemente alta permeabilidade, sendo uma propriedade essencial para a aplicação como sensores magnéticos. Tomando como base esses requisitos, muitos trabalhos na literatura também vem explorando cada vez mais em encontrar uma maneira eficiente de saturar os momentos magnéticos, afim de se obter elevados valores de permeabilidade magnética, em diversos tipos de materiais (GARCÍA-ARRIBAS *et al.*, 2016; MELO *et al.*, 2020; RIBEIRO *et al.*, 2022; VILELA *et al.*, 2017; ZHU *et al.*, 2022).

Não foram realizadas as caracterizações magnéticas no VSM para a amostra na geometria de 1-traço (line) depositada sobre o vidro, utilizada nesse trabalho.

4.3 RESULTADOS DAS MEDIDAS DE MAGNETOIMPEDÂNCIA

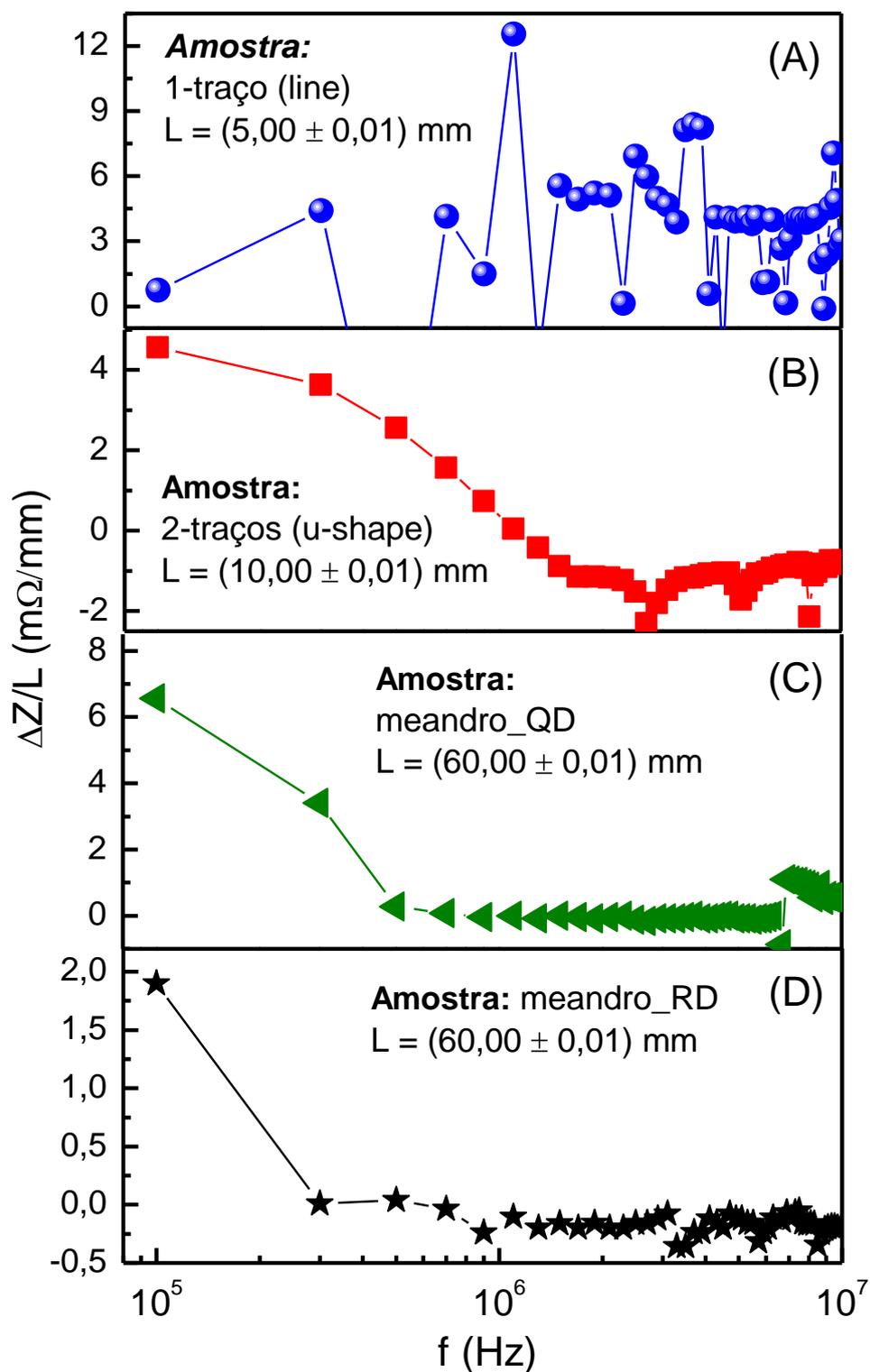
Serão discutidos nessa seção os resultados experimentais obtidos através da técnica da MI, descrita no Capítulo 3. Serão apresentados as curvas de $\Delta Z/L$ vs f (Hz) e ΔZ em função de H (Oe), bem como o comportamento da fase θ ($^\circ$) vs H (Oe).

Na Figura 31(a) – (d) são mostrados os espectros de $\Delta Z/L$ em função da frequência, para as amostras depositadas em silício, objetivo é avaliar o comportamento da parte real fazendo a diferença das curvas com $H = 0$ e $H = 4$ kOe, e obter a variação relativa da impedância para uma corrente fixa de $I_{ac} = 2$ mA, numa faixa de 100 kHz até 10 MHz, intervalo compreendido entre os valores observados da dependência com a frequência do substrato de silício e da ressonância presente na linha de transmissão. L (mm) é o comprimento efetivo total do elemento sensor depositado sobre o substrato.

Observa-se que as máximas variações de $\Delta Z/L$ no intervalo de frequência selecionado são da ordem de $1,2 \times 10^{-2}$ Ω/mm , para a amostra em forma de linha, aproximadamente $4,0 \times 10^{-3}$ Ω/mm para a amostra de 2-traços (*u-shape*), $6,5 \times 10^{-3}$ Ω/mm e $2,0 \times 10^{-3}$ Ω/mm para as amostras de meandros com bordas quadrada (meandro-QD) e redonda (meandro-RD) respectivamente, para valores entre 100 kHz e 1 MHz.

É interessante observar que a resposta magnética do material, possuem valores muito pequenos, isso está associado também aos movimentos das paredes de domínios em regime de frequências moderadas (kHz – MHz).

Figura 31 – Variação relativa da impedância ($\Delta Z = Z_{Hmax} - Z_0$) em função da frequência com $I_{ac}=2mA$ em 298 K



Fonte: O autor (2022).

Nas sequências da Figura 32 (a) – (h) são mostrados os espectros de ΔZ (m Ω) vs H (Oe) obtidos através da técnica experimental de MI, descrita no Capítulo 3.

Foram coletados dados do espectro de $|Z|$ em função de um campo magnético externo H (Oe) aplicado de ± 4 kOe. Para fins práticos, foi analisado o ΔZ (m Ω) das respostas obtidas em cada experimento, com a aplicação do campo magnético externo nas configurações longitudinal (H_L) e na transversal (H_T) no planos das amostras num intervalo de ± 200 Oe. Uma corrente constante e fixa de 2 mA, fornecida pelo gerador, foi aplicada sobre as amostras; as frequências estão associadas aos sinais obtidos num intervalo de 100 kHz até 12 MHz.

O cálculo do ΔZ é feito utilizando a seguinte expressão:

$$\Delta Z(H) = Z(H) - Z(H_{max}) \quad (4.1)$$

Para cada espectro foi subtraído o valor da impedância medida no maior valor de campo aplicado (H_{max}), ou seja, onde é observado a saturação da magnetização nas histereses.

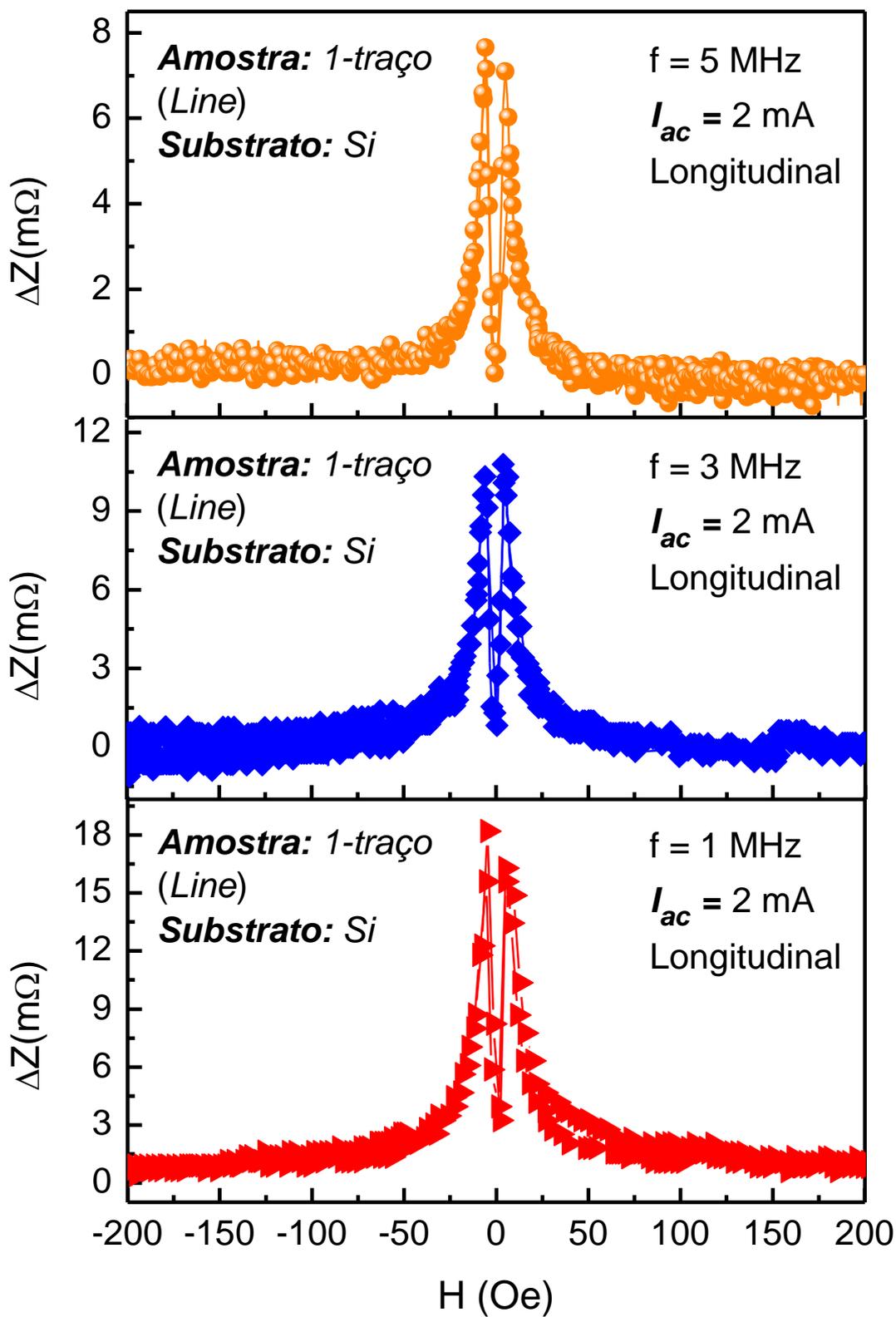
Em uma outra análise dos resultados experimentais, de Z vs H , mostra que os picos da magnetoimpedância ocorrem para valores de campos próximos daqueles onde a magnetização da amostra é saturada, em aproximadamente ± 5 Oe para longitudinal e 10 Oe para a transversal, para as mostras depositadas sobre o silício. amostras depositadas em silício, além disso, sua intensidade é bem menos pronunciada diferentemente do que ocorre para a amostra depositada em vidro. Isso pode ser confirmado observando os espectros obtidos.

É importante lembrar que, em geral, a impedância de um elemento condutor depende tanto da forma como também da corrente se distribui no interior do material.

Observando os dados experimentais dos espectros de ΔZ vs H (Oe) apresentados, com base na análise do modelo proposto e descrito no Capítulo 2, para o caso dos materiais magnéticos em forma de fita (MACHADO; REZENDE, S. M., 1996), o efeito da MI gerado a partir da corrente I_{ac} aplicado ao longo do comprimento das amostras, gera as estruturas de picos características, que são resultado das modificações do *skin-depht* e também da magnetização transversal do material, que inicialmente cresce e depois decresce à medida com que o valor do campo magnético externo aplicado.

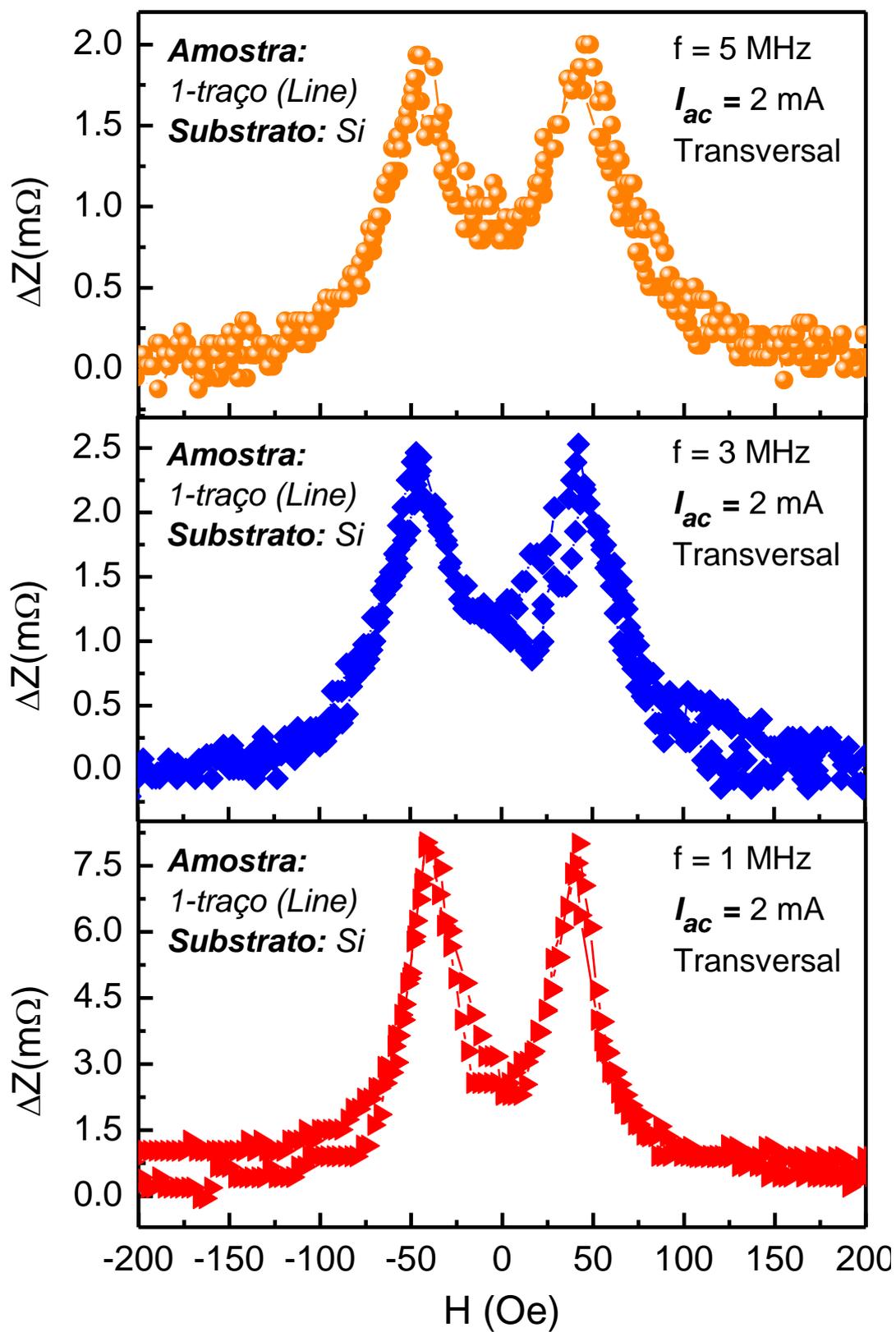
Figura 32 – Espectros de ΔZ em função de H das medidas de magnetoimpedância

(a)



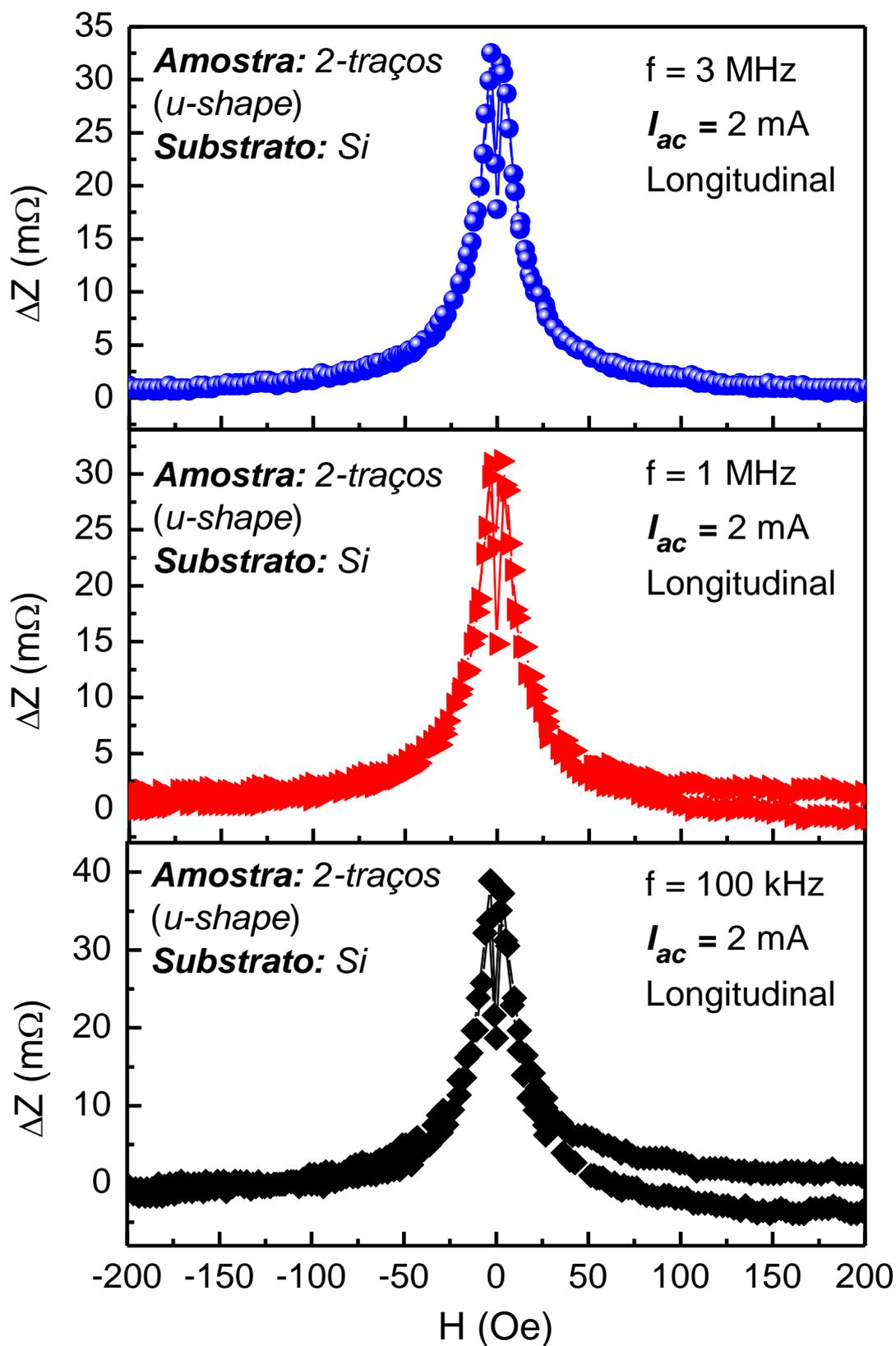
Fonte: O autor (2022).

(b)



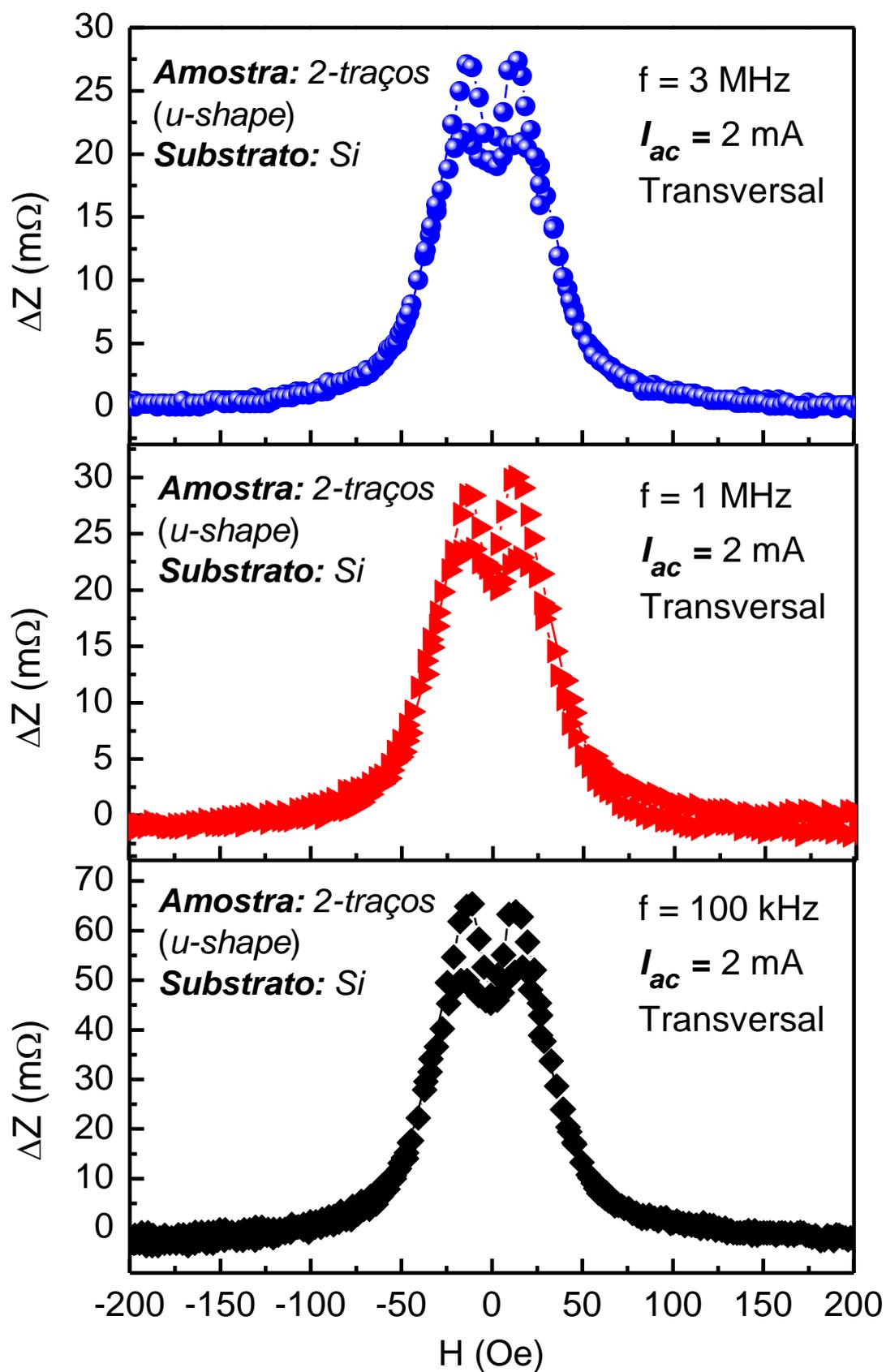
Fonte: O autor (2022).

(c)



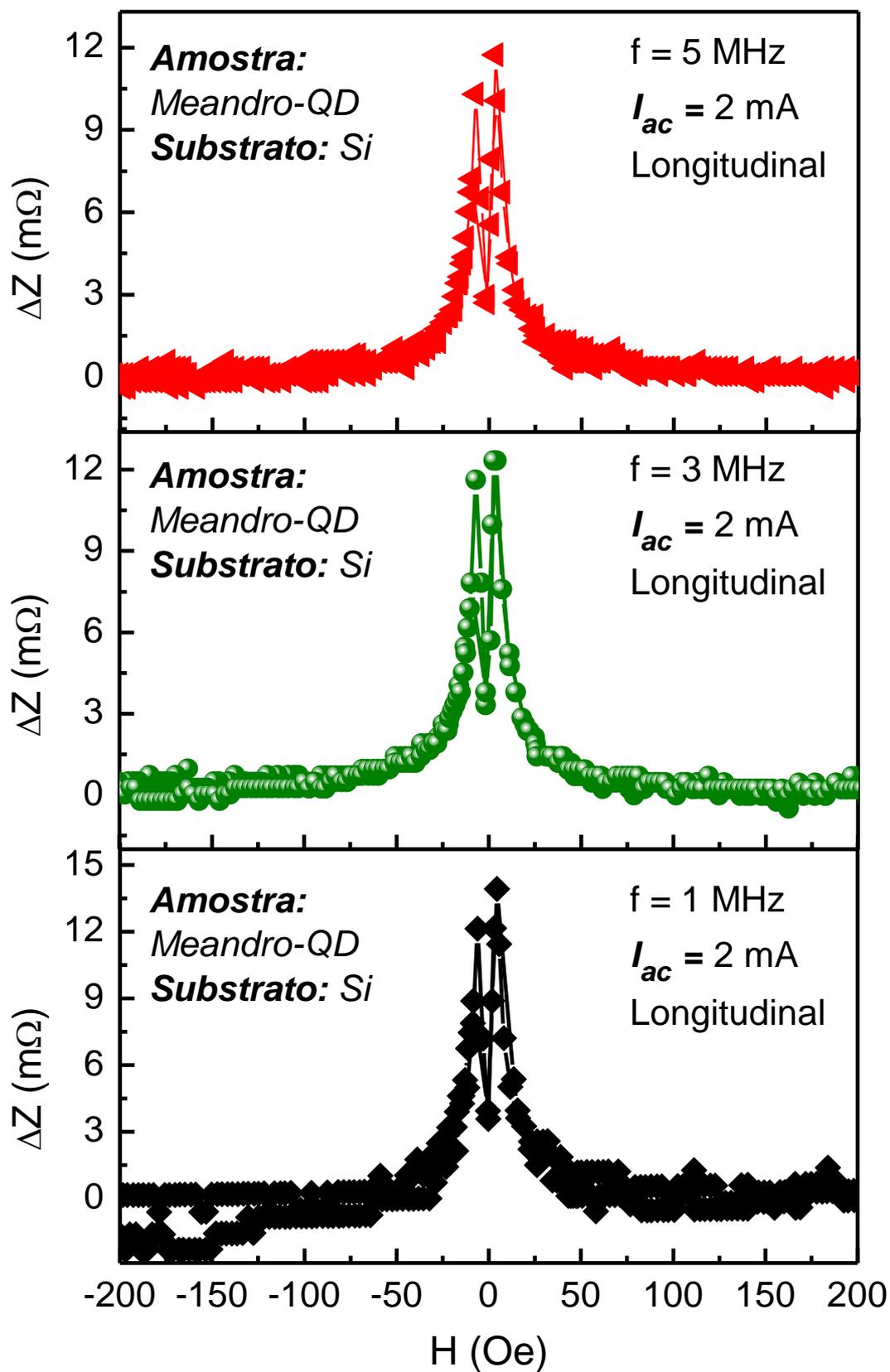
Fonte: O autor (2022).

(d)



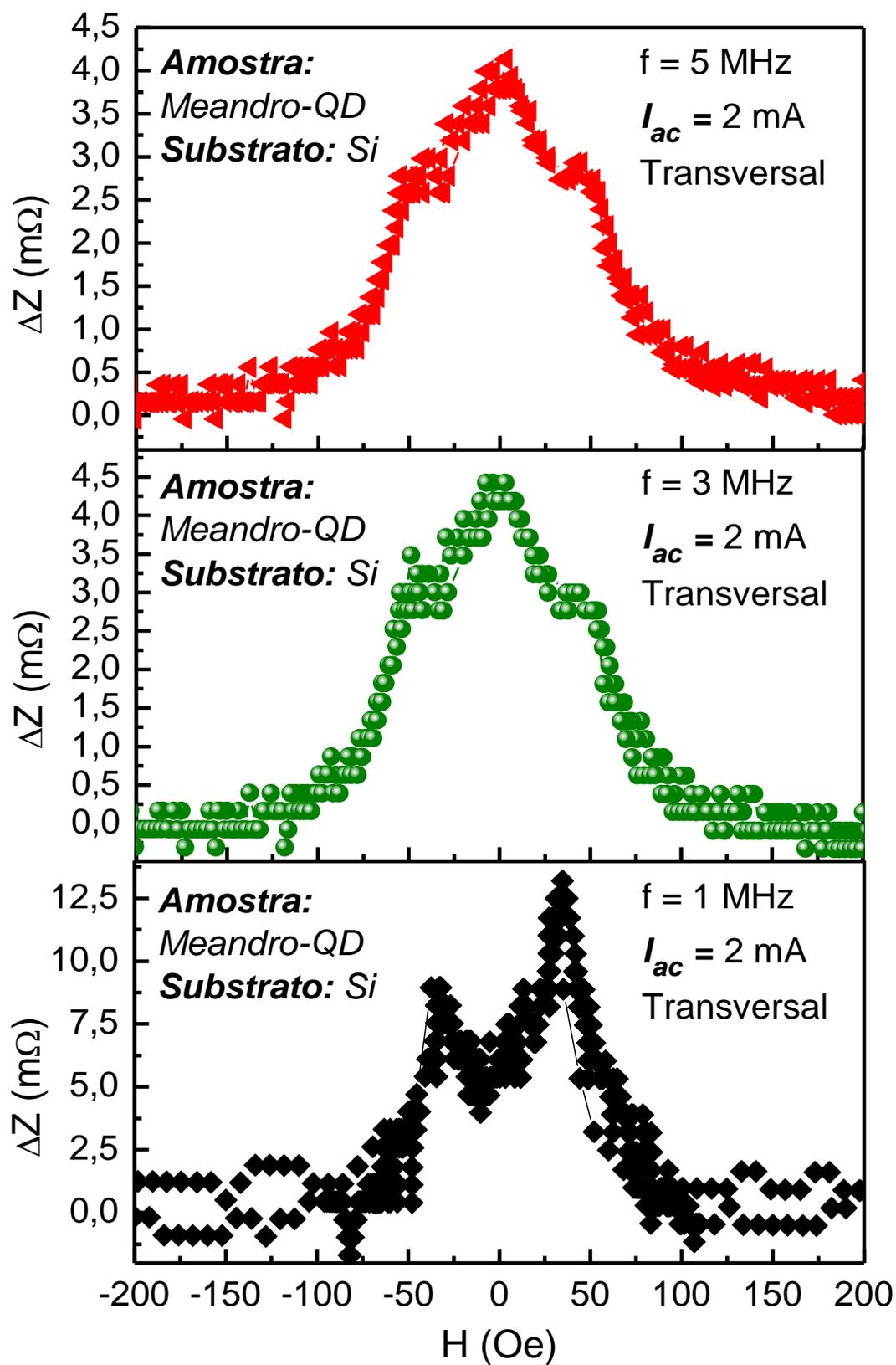
Fonte: O autor (2022).

(e)



Fonte: O autor (2022).

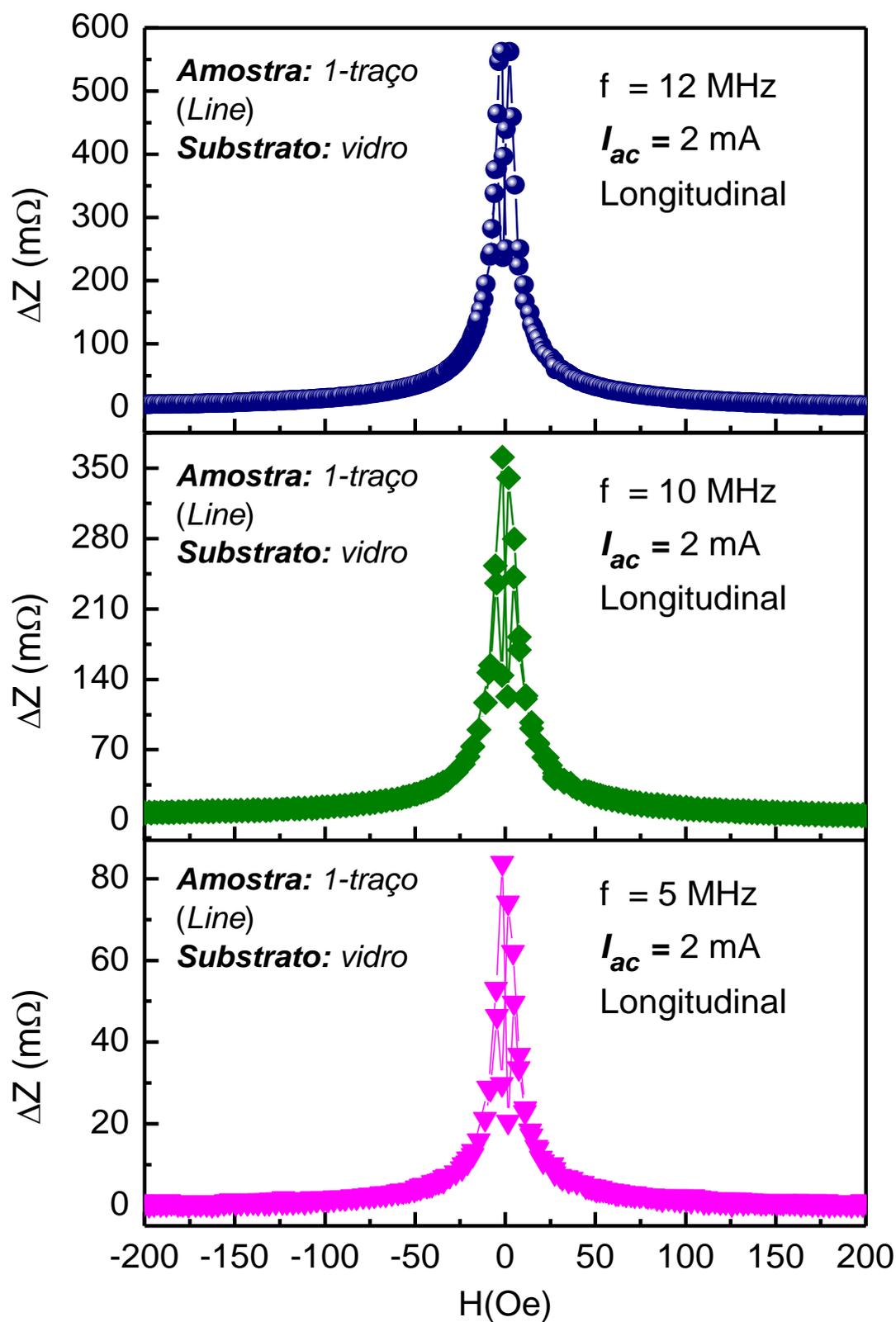
(f)



f)

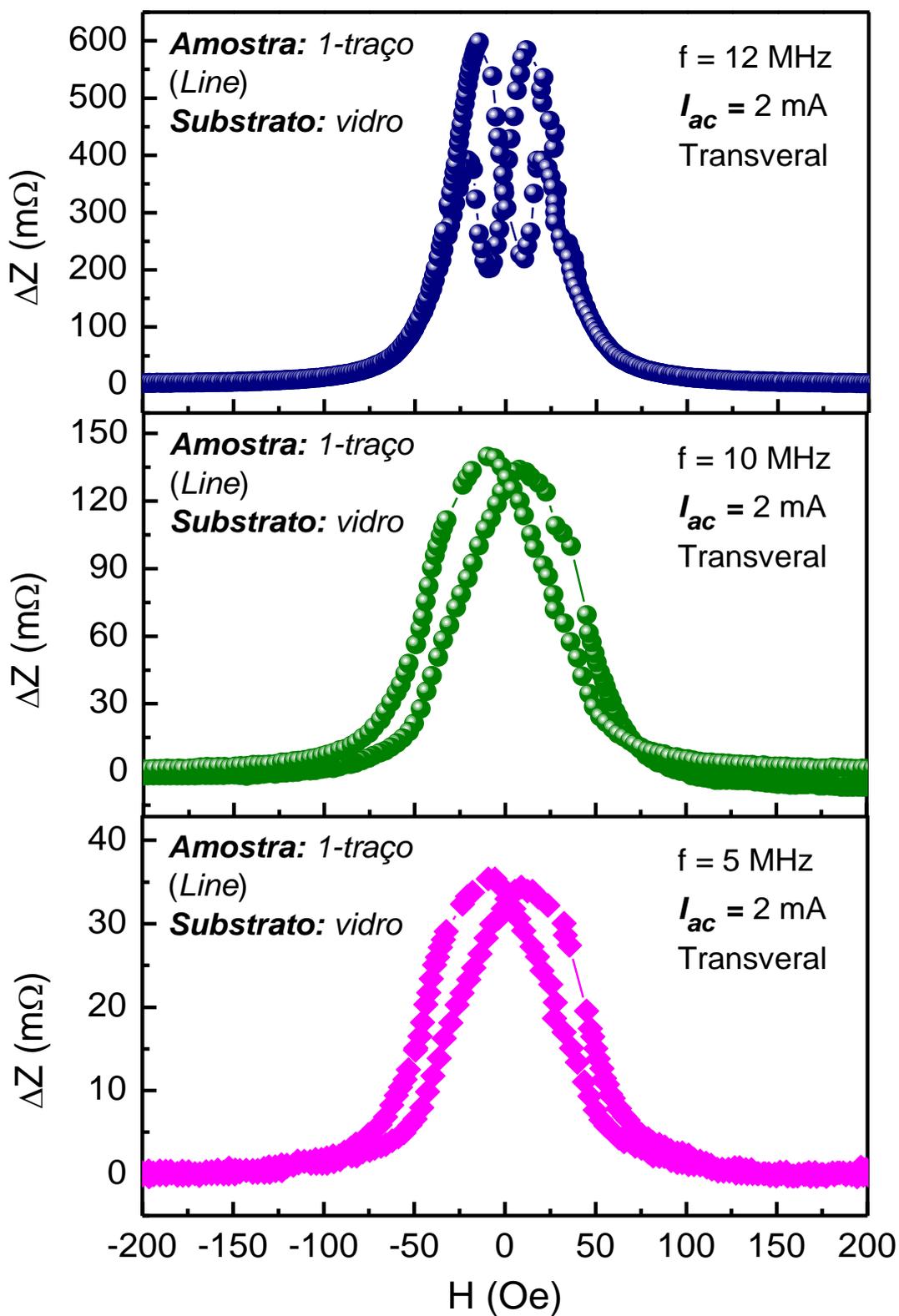
Fonte: O autor (2022).

(g)



Fonte: O autor (2022).

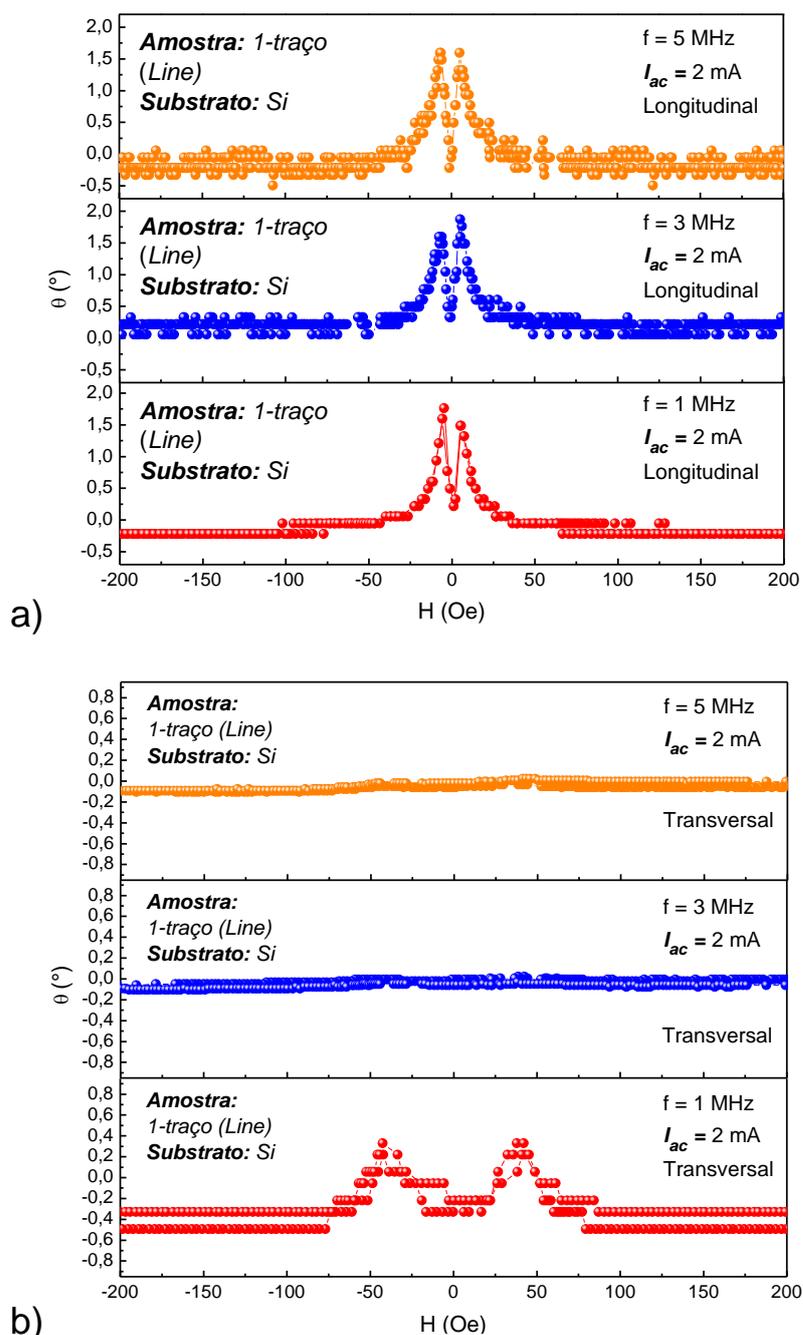
(h)



Fonte: O autor (2022).

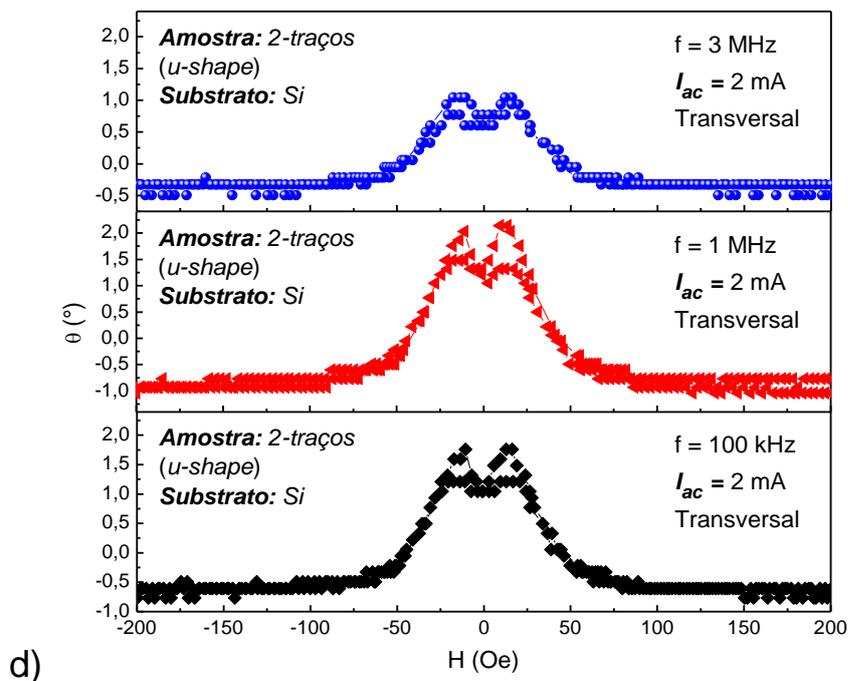
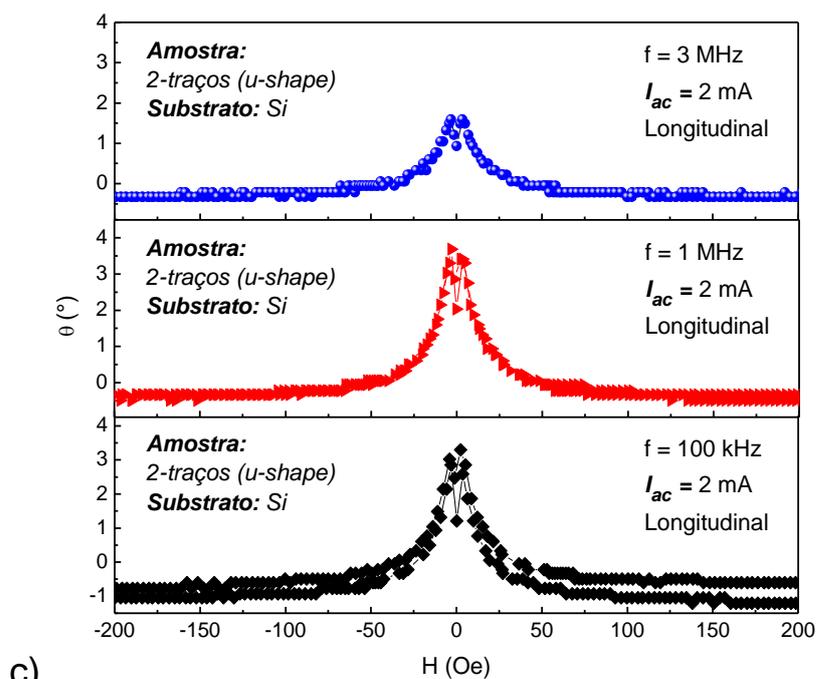
Nas sequências da Figura 33(a) – (h) é mostrado a dependência da fase θ ($^\circ$) da MI nas configurações longitudinal (H_L) e transversal (H_T) no plano das amostras. com o campo magnético H . É observado um comportamento e semelhante ao observado para a componente real, apresentando uma estrutura de picos característicos. A análise foi feita nas mesmas frequências correspondentes para a parte real, ΔZ , para a mesma configuração de intervalo de campo e corrente.

Figura 33 – Espectro de dispersão da fase θ ($^\circ$) em função do campo.

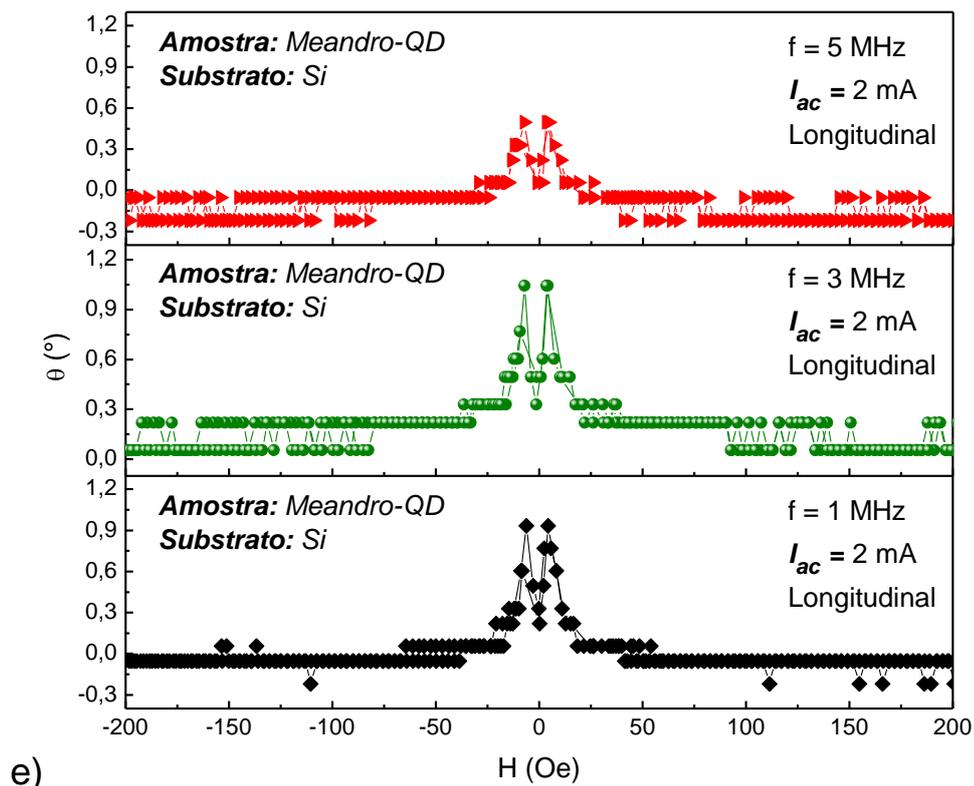


Fonte: O autor (2022).

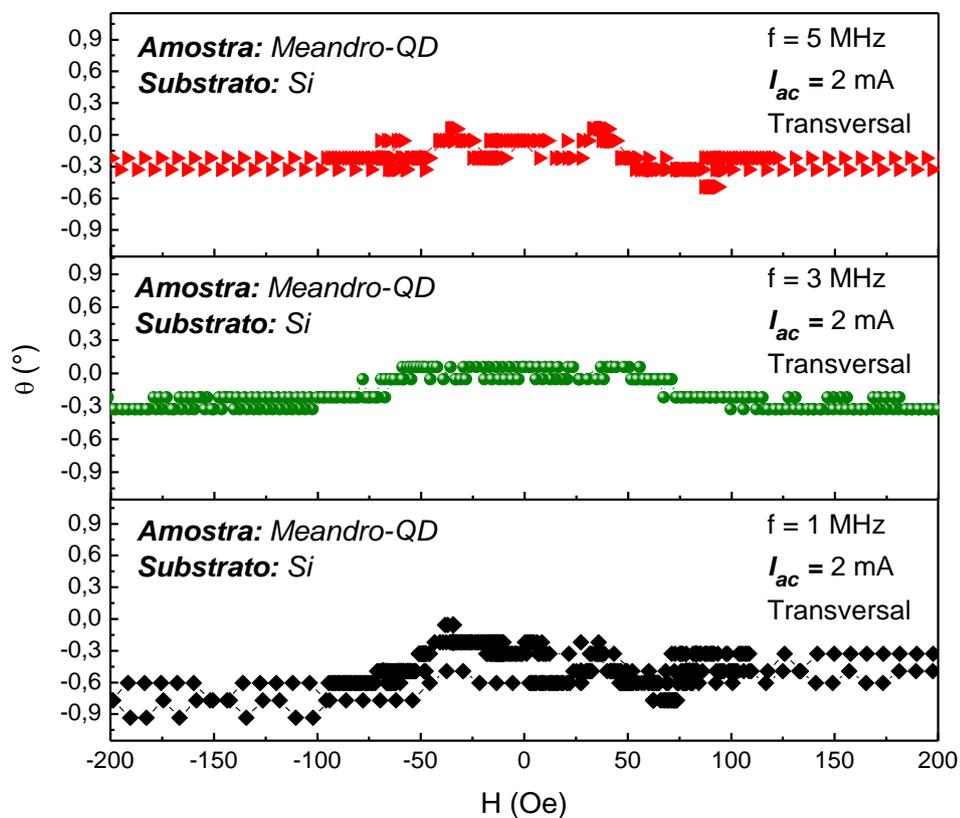
Pode-se observar que a fase para as amostras depositadas sobre Si, possuem variações de θ muito tênues: o máximo de aproximadamente $3,5^\circ$, foi registrado para a amostra de 2-traços (*u-shape*) em 100 kHz na configuração longitudinal, ao passo que para a amostra de 1-traço (line) depositada sobre o vidro é de aproximadamente 120° em 12 MHz na longitudinal.



Fonte: O autor (2022).

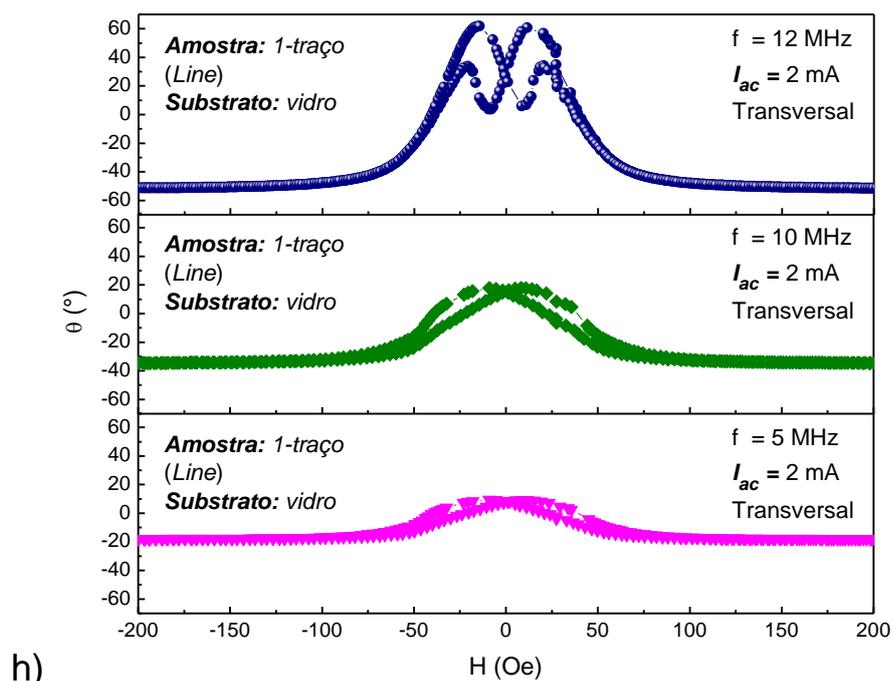
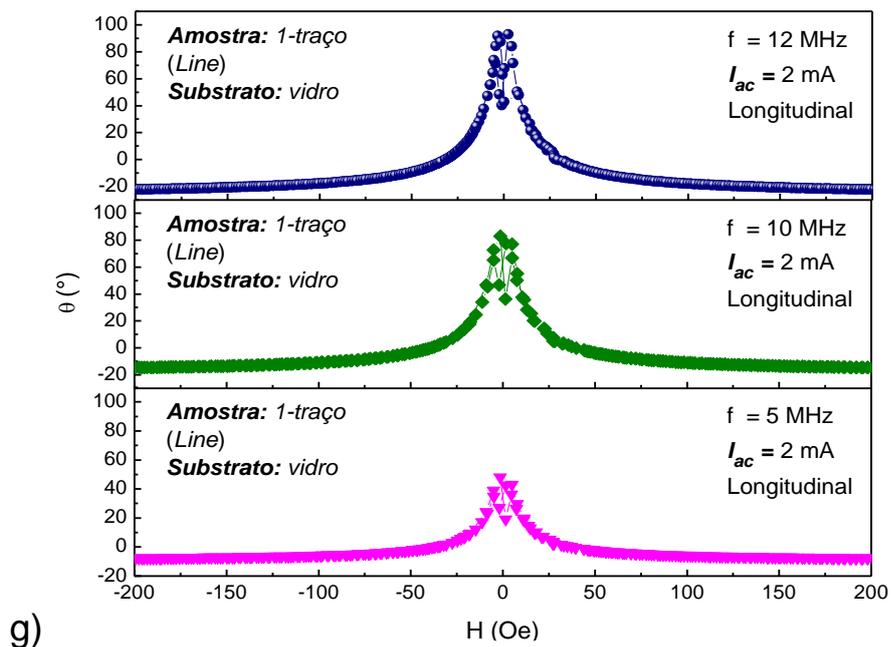


e)



f)

Fonte: O autor (2022).



Fonte: O autor (2022).

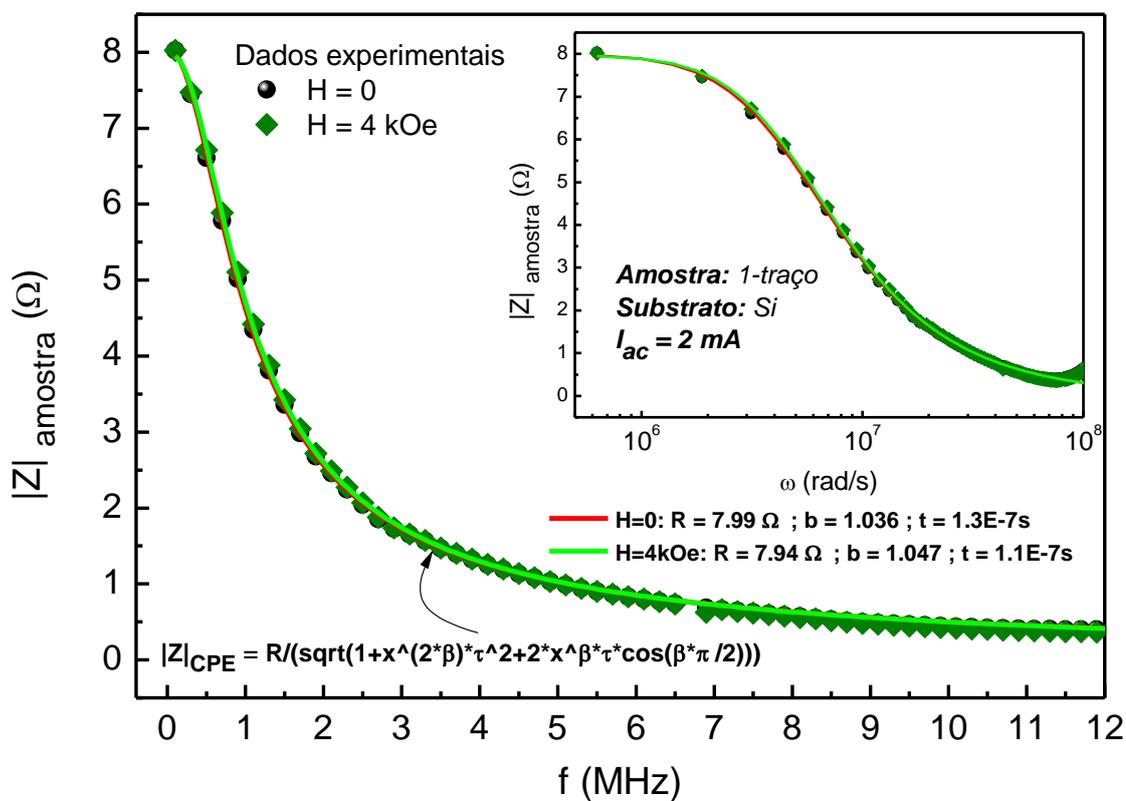
Em suma, observa-se que os valores de MI, mostrados como ($\Delta Z \text{ m}\Omega$) vs H(Oe) tanto como $\theta(^{\circ})$ vs H(Oe), para as estruturas depositadas em silício são menores do que a estrutura de 1-traço (*line*) depositada sobre o vidro, e também é menor em relação à outro elemento depositado em vidro, estudado pelo grupo (VILELA *et al.*, 2017).

4.4 AJUSTES COM O MODELO R-CPE

Os ajustes pelo R-CPE, no espectro de dispersão de Z em função de f (MHz) com e sem a dependência de um campo magnético externo H (Oe) para as amostras depositadas sobre o silício, estão representados na Figura 34 (a) – (e). A descrição do modelo utilizado foi descrito em detalhes no Capítulo 2. A seleção do intervalo nos dados experimentais estão na faixa de frequência de 100 kHz até 10 MHz, para a realização dos ajustes e dos parâmetros teóricos.

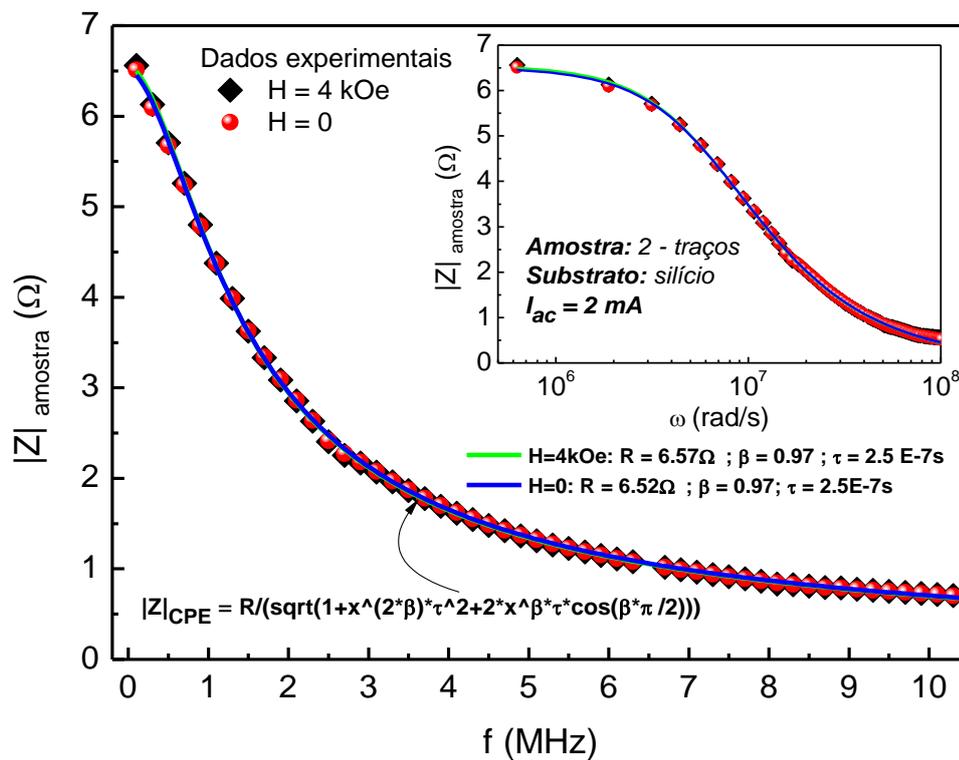
É possível observar nas inserções, no canto superior direito, que praticamente há uma sobreposição das curvas dos dados experimentais para $H = 0$ e $H = 4$ kOe para o intervalo de frequência analisado. Um ponto importante é que o parâmetro β dos ajustes são iguais ou próximos a 1, o que indica que nesse intervalo de frequência as amostras depositadas sobre silício se comporta predominantemente o elemento capacitivo no circuito.

Figura 34 – Ajustes do R-CPE para $H=0$ e $H=4$ kOe.

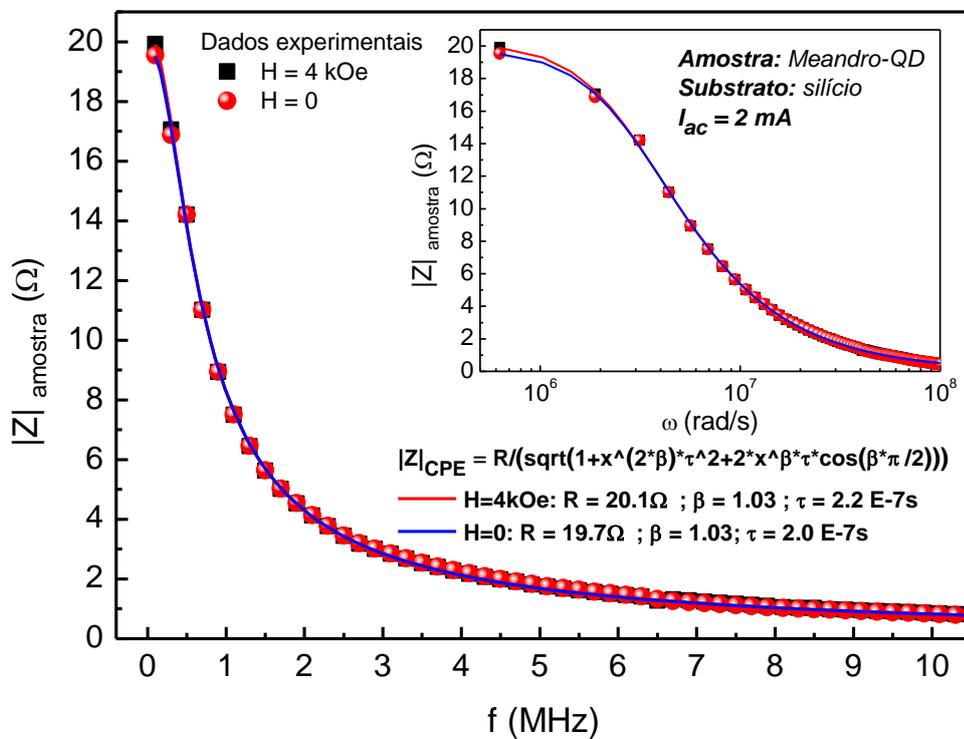


a)

Fonte: O autor (2022)

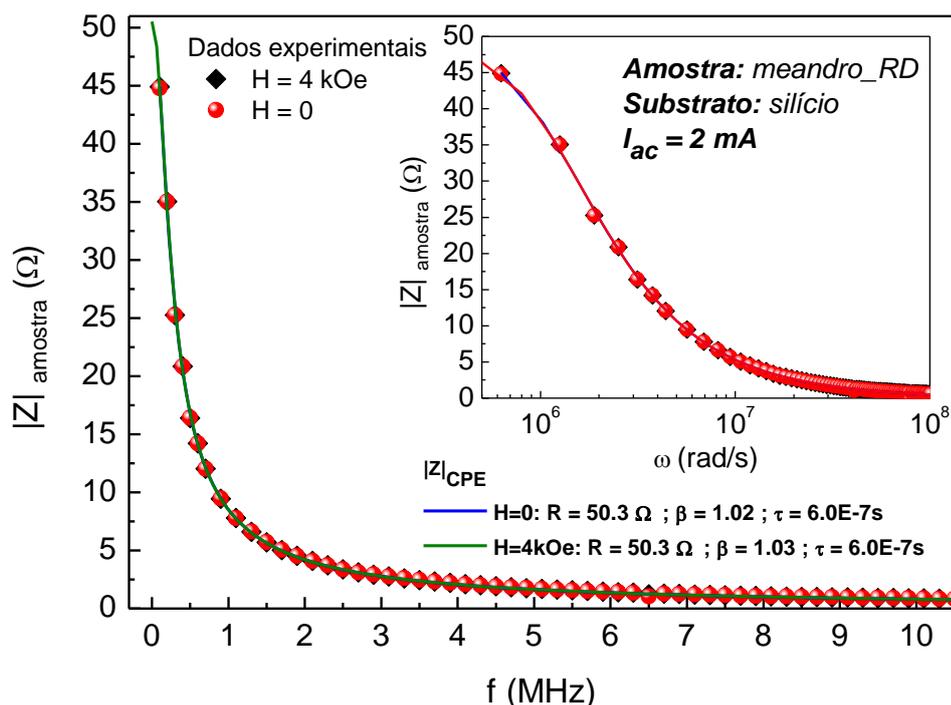


b)



c)

Fonte: O autor (2022)



e)

Fonte: O autor (2021).

Os parâmetros de ajuste são: a resistência R , o β que é adimensional, e indica o quão próximo o circuito se aproxima de um comportamento capacitivo num intervalo de 0 a 1, e a constante de tempo de descarga do capacitor τ (s), que é um elemento dentro do circuito CPE. Nas Tabelas 9 e 10 estão os valores correspondentes para todos os ajustes R-CPE das amostras depositadas em silício.

Tabela 9 – Ajustes R-CPE para $H = 0$.

Amostras $H=0$	$R(\Omega)$	β	$\tau \cdot 10^{-7} (s)$	R^2
1 – traço (<i>line</i>)	$7,98 \pm 0,04$	$1,036 \pm 0,008$	$1,3 \pm 0,2$	0,99959
2 – traços (<i>u shape</i>)	$6,52 \pm 0,04$	$0,97 \pm 0,01$	$2,5 \pm 0,4$	0,99921
Meandro – QD	$20,1 \pm 0,2$	$1,03 \pm 0,01$	$2,2 \pm 0,4$	0,99938
Meandro – RD	$50,3 \pm 0,8$	$1,03 \pm 0,01$	$6,0 \pm 1,2$	0,99931

Fonte: O autor (2022).

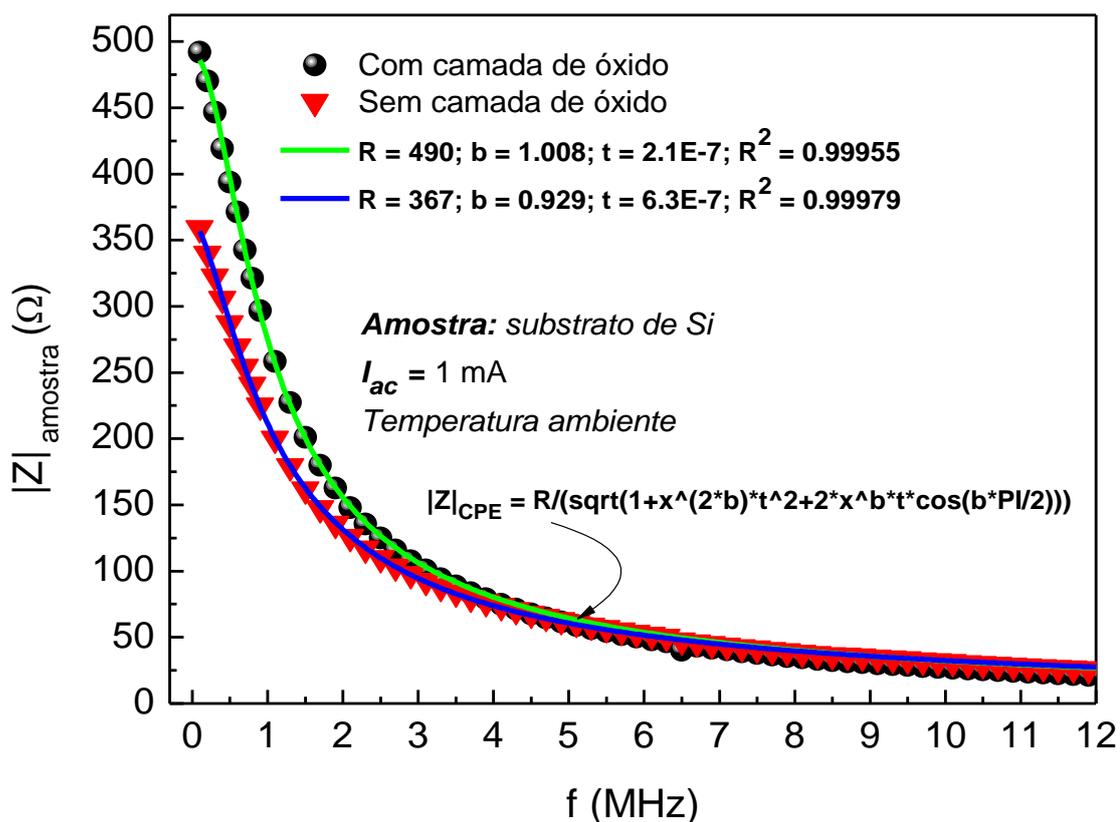
Tabela 10 – Ajustes R-CPE para $H = 4$ kOe.

Amostras $H=4kOe$	$R(\Omega)$	β	$\tau \cdot 10^{-7} (s)$	R^2
1 – traço (<i>line</i>)	$7,94 \pm 0,05$	$1,046 \pm 0,008$	$1,1 \pm 0,2$	0,99956
2 – traços (<i>u shape</i>)	$6,57 \pm 0,04$	$0,97 \pm 0,01$	$2,4 \pm 0,5$	0,99921
Meandro – QD	$19,7 \pm 0,2$	$1,03 \pm 0,01$	$2,0 \pm 0,3$	0,99923
Meandro – RD	$50,5 \pm 0,8$	$1,02 \pm 0,01$	$6,0 \pm 1,2$	0,99933

Fonte: O autor (2022).

Na Figura 35 é mostrado a dependência de $|Z|$ vs f (MHz) somente para o substrato de silício. A análise foi feita permeando os contatos elétricos de pseudo-quatro pontas diretamente sobre a superfície do material. Não houve uma alteração muito significativa entre as medidas feitas com e sem a presença da camada de óxido sobre a superfície, isto é, como o silício é um material semiconductor era esperado que os valores da resistência dc fossem maiores do que o material depositado. Uma outra observação é que o parâmetro β do ajuste CPE também estão próximos ou iguais a 1, que indica igualmente com as análises feitas sobre os elementos sensores depositados, um comportamento capacitivo. O fato de que o valor da resistência dc tenha sido da ordem de grandeza 10 vezes maior em relação aos valores observados nas amostras, indica que houve uma passagem de corrente pelo material depositado, por se tratar de filmes metálicos magnéticos condutores.

Figura 35 – Ajustes de R-CPE para o substrato de silício



Fonte: O autor (2022).

5 CONCLUSÃO

Neste trabalho foi observado o efeito da magnetoimpedância nas amostras com uma estrutura semelhante a meandros, em elementos sensores de multicamadas formados por um conjunto de nanoestruturadas depositadas sobre silício e também em vidro.

Através da análise sistemática na linha de transmissão equivalente utilizada neste trabalho, foi possível estimar o fator de velocidade de que corresponde a aproximadamente $(1,6 \pm 0,6) \times 10^{10}$ cm/s, o valor foi estimado a partir das análises experimentais feitas em função do comprimento do cabos coaxiais em conjunto com o par contorcido do porta-amostra e também com as cargas Z_I , ao estimar este dado a partir dos parâmetros de ω_0 vs L não foi levado em consideração fatores de atenuação e perdas inerentes a todo conjunto de elementos elétricos envolvidos, no entanto, é de extrema importância para caracterizar e calibrar a linha com uma carga de impedância variável.

O modelo de circuito oscilador RLC proposto para a análise das ressonâncias características da linha de transmissão equivalente usada nos experimentos de MI, permitiu estimar os valores característicos do circuito, bem como a contribuição da magnetoimpedância das amostras para as faixas de frequências menores que a de ressonância.

A técnica de deposição por *sputtering* viabiliza a reprodutibilidade para a fabricação das amostras uma vez que os parâmetros de deposição são robustos e permite tornar os elementos sensores mais disponíveis no processo de fabricação, além disso a técnica permite que se não só configure outras geometrias, mas que outros materiais possam a ser incorporados na estrutura do sensor.

Através das técnicas de caracterização magnética *VSM*, foi possível analisar as curvas de magnetização, para as amostras depositadas em silício, que o campo coercivo H_c de ± 5 Oe, isto implica que o material tem elevado valor de permeabilidade magnética e conseqüentemente possui alto potencial para aplicação como sensor, uma vez que se faz necessário maximizar o efeito da MI em nanoestruturas de multicamadas do tipo meandros utilizando materiais ferromagnéticos macios como a liga de $Ni_{81}Fe_{19}$.

Foi observado durante as medidas de MI uma influência dos substratos de silício nas amostras, em um intervalo de frequência de 100 kHz até aproximadamente 10 MHz, o que não é observado nas nanoestruturas semelhantes à uma outra que havia sido deposita em vidro. Uma vez que o efeito da MI é gerado a partir da corrente I_{ac} aplicado ao longo do comprimento das amostras, era então esperado que esse valor fosse expressivo para os elementos em forma de “U” (*u-shape*) e também aos meandros, porém, deduz-se que uma parcela da corrente aplicada sobre as camadas depositadas fluem também para o substrato de silício. Compreender melhor os efeitos que ocorrem na interface dos elementos sensores depositados e o material de semicondutor, que é o substrato, é uma janela para trabalhos futuros.

Os valores experimentais da MI encontrados nesse trabalho, estão de acordo com o modelos teórico, descrito no Capítulo 2, para materiais planos semi-finitos de alta permeabilidade magnética, uma vez que foram observados que os efeitos da aplicação da frequência da corrente I_{ac} sobre as estruturas de multicamadas alteram o valor da Z com a aplicação de campo magnéticos externos da ordem de as propriedades magnéticas e elétricas do material que são resultado das modificações do β *skin-depht* e também da magnetização transversal do material,

Através do modelo CPE, foi possível analisar os parâmetros dos dados experimentais nos espectros de $|Z|$ vs f (MHz) e assim estimar R , β e τ para as amostras depositadas sobre o silício, para o intervalo de frequência de 100 kHz à 10 MHz.

5.1 PERSPECTIVAS FUTURAS

- Realizar análises em faixas de frequências de (GHz), explorando assim possíveis ressonâncias ferromagnéticas.
- Efetuar a deposição com o mesmo material, porém, com a aplicação de um campo externo afim de induzir uma anisotropia e com isso formar um eixo fácil de magnetização ao longo dos filmes.
- Definir outros tipos de materiais que possam ser o substrato, e avaliar o efeito de interação com o material depositado, utilizando por exemplo medidas por efeito Hall.
- Explorar medidas de MI em outras faixas de temperatura, utilizando por exemplo a infraestrutura de um dedo frio, que permite investigar o efeito em temperaturas próximas de até 4K.
- Estudar o efeito da MI com amplitudes de corrente *ac* acima de 2 mA, uma vez que é um parâmetro experimental que está diretamente ligada ao *skin-depth*.

REFERÊNCIAS

- BARANDIARÁN, K. P. M. S. M. K. J. G. J. Influence of induced anisotropy and magnetostriction on the giant magnetoimpedance effect and its aftereffect in soft magnetic amorphous ribbons. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Elsevier Science**, 1999. p. 202.
- BARBOSA, G. F. **Síntese e Caracterizações Estruturais, Magnéticas e estabilidade Térmica das ligas Fe₆₄Co₇Nd₃Ze₆B₂₀ e Fe₅₆Co₇Ni₇Zr₁₀B₂₀**. [S.l.]: Universidade Federal de Pernambuco, 2011.
- BEACH, R. S. *et al.* Magneto-impedance effect in NiFe plated wire. **Applied Physics Letters**, 1995. p. 2753.
- BERG, S.; NYBERG, T. Fundamental understanding and modeling of reactive sputtering processes. **Thin Solid Films**, 2005. v. 476, n. 2, p. 215–230.
- BETANCOURT, I.; VALENZUELA, R.; VAZQUEZ, M. Domain model for the magnetoimpedance of metallic ferromagnetic wires. **Journal of Applied Physics**, 2003. v. 93, n. 10, p. 8110–8112.
- CALLISTER, W. D. J.; RETHWISCH, D. G. **Ciência e Engenharia de Materiais**. 9. ed. Rio de Janeiro: [s.n.], 2016.
- CARARA, M. *et al.* Magnetization process and magnetoimpedance in (110)[001]FeSi₃%. **Journal of Applied Physics**, 1 out. 1998. v. 84, n. 7, p. 3792–3797.
- CARPINETTI, L. C. R. *et al.* Rugosidade Superficial: Conceitos e Princípios de Medição. 1996. p. 51.
- CHAPMAN, B. **Glow Discharge Processes**. 1. ed. New York: [s.n.], 1980.
- COEY, J. M. . **Magnetism and Magnetic Materials**. New York: Cambridge University Press, 2010.
- CULLITY, B. D.; GRAHAM, C. D. **Introduction to Magnetic Materials**. 2. ed. New Jersey: IEEE PRESS, 2009.
- FERLA, T. M. **Simulação Litográfica**. [S.l.]: Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2014.
- FONER, S. Versatile and sensitive vibrating-sample magnetometer. **Review of Scientific Instruments**, 1959. v. 30, n. 7, p. 548–557.
- FRUTH, H. F. Cathode sputtering, a commercial application. **Physics** 2, 1932. v. 4, p. 280–288.
- GARCÍA-ARRIBAS, A. *et al.* Thin-film magneto-impedance structures with very large sensitivity. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, 2016. v. 400, p. 321–326.
- GETZLAFF, M. **Fundamentals of Magnetism**. New York: Springer, 2008.
- GUDMUNDSSON, J. T.; LUNDIN, D. Introduction to magnetron sputtering. **High Power Impulse Magnetron Sputtering: Fundamentals, Technologies, Challenges and Applications**. [S.l.]: Elsevier, 2019, p. 1–48.

GUIMARÃES, A. P. **Magnetism and magnetic resonance in solids**. [S.l.]: John Wiley & Sons, 1998.

HARRISON, E. P. H. *et al.* The electrical properties of high permeability wires carrying alternating current. **Proceedings of the Royal Society of London. Series A - Mathematical and Physical Sciences**, 1936. v. 157, n. 891, p. 451–479.

HARRISON, E.; TURNEY, G.; ROWE, H. Electrical Properties of Wires of High Permeability. **Nature**, 1935. v. 135, p. 961.

HAUSER, M.; KRAUS, L.; RIPKA, P. Giant magnetoimpedance sensors. **IEEE Instrumentation & Measurement Magazine**, jun. 2001. v. 4, n. 2, p. 28–32.

HULBURT, E. O. The preparation of sputtered metal films. **Review of Scientific Instruments** 5, 1934. v. 2, p. 85–88.

JACKSON, J. **Classical Electrodynamics**. [S.l.]: [s.n.], 1975.

KAY, E. Impact evaporation (sputtering) and thin film growth in a glow discharge. **Advances of Electronics and Electron Physics**, 1962. v. 17, p. 245–322.

KITTEL, C. **Introduction to Solid State Physics**. California: John Wiley & Sons, Inc, 2005. V. 6.

KNOBEL, M.; PIROTA, K. Giant magnetoimpedance: concepts and recent progress. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials, Elsevier Science**, 2002. v. v, p. 242–245.

KNOBEL, M. Et Al. Giant magneto-impedance effect in nanostructured magnetic wires. **Journal of Applied Physics**, 1996. v. 79, n. 3, p. 1646–1654.

LABORATÓRIO NACIONAL DE NANOTECNOLOGIA. Fotolitografia - LNNano. 2021. Disponível em: <<https://lnnano.cnpem.br/instalacoes/micro-e-nanofabricacao/microfabricacao/fotolitografia/>>. Acesso em: 19 dez. 2021.

LEVITT, M. H. **Spin Dynamics – Basics of Nuclear Magnetic Resonance**. New York: Wiley, 2000.

LODEWIJK, K. J. *et al.* Magnetoimpedance of thin film meander with composite coating layer containing Ni nanoparticles. [S.l.]: American Institute of Physics AIP, 2014. V. 115, p. 17A323.

MACDONALD, J. R. **Impedance Spectroscopy**. New York: [s.n.], 1987.

MACHADO, F. L. A.; ARAUJO, A. E. P. DE; *et al.* Surface magnetoimpedance measurements in soft-ferromagnetic materials. **Physica Status Solidi (A) Applied Research**, 1999. v. 173, n. 1, p. 135–144.

_____; RODRIGUES, A. R.; *et al.* Highly asymmetric giant magnetoimpedance. **Materials Science Forum**, 1999. v. 302–303, p. 202–208.

_____; LOPES DA SILVA, B.; MONTARROYOS, E. Magnetoresistance of the random anisotropic Co₇₀Fe_{4.6}Si₁₅B₁₀ alloy. **Journal of Applied Physics**, 1993. v. 73, n. 10, p. 6387–6389.

_____; REZENDE, S. M. A theoretical model for the giant magnetoimpedance in ribbons of amorphous soft-ferromagnetic alloys. **Journal of Applied Physics**, 1996. v. 79, n. 8 PART 2B, p. 6558–6560.

MELO, A. S. *et al.* High-frequency magnetoimpedance effect in meander-line trilayered films. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, dez. 2020. v. 515, n. May, p. 167166.

MEYDAN, T. Application of amorphous materials to sensors. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, 1994. v. 133, n. 1–3, p. 525–532.

PANINA, L. V.; MOHRI, K.; UCHIYAMA, T. Giant magneto-impedance (GMI) in amorphous wire, single layer film and sandwich film. **Physica A: Statistical Mechanics and its Applications**, 1997. v. 241, n. 1–2, p. 429–438.

PHAN, M. H.; PENG, H. X. Giant magnetoimpedance materials: Fundamentals and applications. **Progress in Materials Science**, 2008. v. 53, n. 2, p. 323–420.

POZAR, D. M. **Microwave Engineering**. 4th ed ed. [S.l.]: John Wiley & Sons, 2011.

REIS, R. Presença. Coimbra: **Para ser grande sê inteiro**, fev. 1933.

REZENDE, S. M. **Materiais e Dispositivos Eletronicos**. 2ª ed ed. Brasil: [s.n.], 2004.

REZENDE, Sergio M. **Fundamentals of Magnonics**. Recife: Springer, 2020.

RIBEIRO, P. R. T. *et al.* GMI in the reentrant spin-glass Fe₉₀Zr₁₀ alloy: Investigation of the spin dynamics in the MHz frequency regime. **Applied Physics Letters**, 5 set. 2016. v. 109, n. 10, p. 102404.

_____. **Aplicação da magnetoimpedância gigante para o estudo da dinâmica de spins no regime de altas frequências (MHz) em ligas de FeZr**. [S.l.]: Universidade Federal de Pernambuco, 2018.

RIBEIRO, P. R. T. *et al.* Magneto-Impedance measurements in thin films of the Spin-Glass Cu_{100-x}Mn_xAu_{13.5} (x = 6.75 and 13.5) alloys. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, 2022. v. 541, n. July 2021, p. 168537. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2021.168537>>.

SAMPAIO, L. C. *et al.* Tecnicas de Magnetometria. **Revista Brasileira de Ensino de Física**, 2000. v. 22, n. 3, p. 406–410.

SHOAR ABOUZARI, M. R. *et al.* On the physical interpretation of constant phase elements. **Solid State Ionics**, 2009. v. 180, n. 14–16, p. 922–927. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.ssi.2009.04.002>>.

SILVA, E. C. *et al.* Transdutor de pressão, baseado nas características de fase do efeito GMI, destinado a aplicações biomédicas. **Controle y Automacao**, 2010. v. 21, n. 6, p. 598–608.

SMITH, D. L. **Thin-film deposition: principles and practice**. New York: [s.n.], 1995.

TAYLOR, J. R. **Classical Mechanics**. Colorado: University Science Books, 2005.

VILELA, G. L. S. *et al.* Giant magnetoimpedance effect in a thin-film multilayer meander-like sensor. **Journal of Applied Physics**, 2017. v. 121, n. 12, p. 124501.

WANG, T. *et al.* Fabrication of symmetrical meandering NiFe/Cu/NiFe film sensors and study of the effects of field direction and film thickness on giant magnetoimpedance. **Microsystem Technologies**, dez. 2013. v. 19, n. 12, p. 1945–1952.

WRIGHT, A. W. On a new process for the electrical deposition of metals, and for constructing metal-covered glass specula. **American Journal of Science and Arts** 14, 1877. v. 81, p. 169–178.

ZHU, Z. *et al.* Ultra-large Giant Magnetoimpedance Effect by a 2D Square Spiral Amorphous Microwire. **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, 2022. v. 550, n. November 2021, p. 169090.