UNIVERSIDAD POLITÉCNICA DE MADRID
Escuela Técnica Superior de Ingenieros de Telecomunicación

Tesis Doctoral

**Dinámica de espín en microstrips de FeB para aplicaciones
en magnónica: anisotropía local inducida por Rayos X**

Unai Urdirroz Urricelqui

**Licenciado en Físicas
Master en Físicas y Tecnologías Físicas**

2020

UNIVERSIDAD POLITÉCNICA DE MADRID

Departamento de Electrónica Física

Escuela Técnica Superior de Ingenieros de Telecomunicación

Tesis Doctoral

**Dinámica de espín en microstripes de FeB para aplicaciones
en magnónica: anisotropía local inducida por Rayos X**

Autor Unai Urdiruz
Licenciado en Físicas
Master en Física y Tecnologías Físicas

Directores Jesús María González Fernández
Doctor en Física

Francisco Javier Palomares Simón
Doctor en Física

2020

Tesis Doctoral:

**Dinámica de espín en microstripes de FeB para aplicaciones en magnónica:
anisotropía local inducida por Rayos X**

Autor: Unai Urdirroz Urricelqui
Licenciado en Física
Máster en Física y Tecnologías Físicas

Co-Director: Jesús María González Fernández
Doctor en

Co-Director: Francisco Javier Palomares Simón
Doctor en

Centro de Materiales y Dispositivos Avanzados para las TIC- Instituto de Ciencia de Materiales
de Madrid

El tribunal de calificación, formado por:

Presidente:

Vocales:

.....

.....

Vocal secretario:

Vocales suplentes:

Acuerdan otorgar la calificación de :

Madrid, de de 2020

Índice general

Lista de Figuras	VII
Lista de Tablas	XIX
Resumen	XXI
Abstract	XXV

1.Capítulo 1: Introducción

1.1. Introducción histórica de las TIC.....	3
1.2. Limitaciones de la electrónica convencional.....	5
1.3. Ondas de espín y Magnónica.....	6
1.4. Requisitos para el desarrollo de dispositivos magnonicos.....	7
1.5. Aleaciones amorfas metálicas.....	8
1.6. Primera parte de la tesis: Capítulo III.....	9
1.7. Dispositivos magnónicos.....	10
1.8. Modificaciones locales.....	12
1.9. Segunda parte de la tesis: Capítulo IV.....	13

2. Capítulo 2: Técnicas experimentales

2.1. Introducción	17
2.2. Depósito de láminas (PLAD).....	17
2.3. Caracterización estructural por Rayos X.....	21
2.3.1. Difracción de Rayos X (XRD).....	22
2.3.2 Reflectividad de Rayos X (XRR).....	24
2.3.3. Absorción resonante de Rayos X (EXAFS).....	24
2.4. Caracterización química y morfológica.....	26
2.4.1. Espectroscopía de fotoelectrones inducidos por Rayos X (XPS).....	27
2.4.2. Microscopía TEM (Difracción de electrones, EELS, EDS).....	28
2.5. Caracterización magnética.....	30
2.5.1. Magnetometría de muestra vibrante (VSM).....	30
2.5.2. Resonancia Ferromagnética (FMR).....	32
2.5.3. Efecto Kerr Magneto- Óptico (MOKE).....	35
2.5.4. Microscopía MOKE.....	38
2.5.5. Microscopía MOKE con resolución temporal (TRMOKE).....	40

3. Capítulo 3: Láminas delgadas

3.1. Introducción	42
3.2. Caracterización estructural, morfológica y química.....	50
3.2.1. XPS.....	50
3.2.2. Reflektividad de Rayos X (XRR).....	50
3.2.3. Difracción de Rayos X (XRD).....	52
3.2.3.1. Bajo ángulo.....	53
3.2.3.2. Alto ángulo.....	56
3.2.4. EXAFS.....	63
3.2.5. HRTEM, EELS, EDS.....	66
3.2.5.1. Muestras crecidas sobre MgO.....	66
3.2.5.2. Muestras crecidas sobre Corning.....	73
3.2.5.3. Conclusiones TEM.....	77
3.3. Caracterización magnética.....	79
3.3.1. MOKE.....	79
3.3.1.1. Muestras ``as-deposited`` (RT).....	79
3.3.1.2 Muestras con tratamiento térmico.....	83
3.3.1.2.1. Muestras sobre Corning con recubrimiento.....	84
3.3.1.2.2. Muestras sobre MgO con recubrimiento.....	86
3.3.1.2.3. Muestras sobre MgO sin recubrimiento.....	88

3.3.1.3. Evolución parámetros de histéresis.....	91
3.3.2. Microscopía MOKE cuantitativa.....	93
3.3.3. Magnetometría de muestra vibrante (VSM).....	95
3.3.4. Resonancia Ferromagnética (FMR).....	96
3.3.4.1. Evolución de campos de resonancia y anchura de línea.....	104
3.3.4.1.1. Muestras ``as-deposited`` (RT).....	104
3.3.4.1.2. Muestras con tratamiento térmico.....	106
3.3.4.1.2.1. Muestras sobre Corning con recubrimiento.....	106
3.3.4.1.2.2. Muestras sobre MgO con recubrimiento.....	110
3.3.4.1.2.3. Muestras sobre MgO sin recubrimiento.....	113
3.3.4.2. Evolución del parámetro de amortiguamiento.....	116
3.3.4.3. Medidas fuera de plano (OOP).....	120
3.4. Discusión de resultados.....	121
3.4.1. Muestras amorfas (RT).....	121
3.4.2. Muestras con tratamientos térmicos.....	123
3.5. Conclusiones.....	128

4. Capítulo 4: Muestras litografiadas

4.1. Introducción	133
4.2. Preparación de muestras.....	135
4.3. Líneas con entalla.....	137
4.3.1. Medidas longitudinales.....	140
4.3.2. Medidas transversales.....	144
4.3.3. Resultados en función del área de medida.....	147
4.3.4. Conclusiones.....	151
4.4. Líneas irradiadas con nanohaz de Rayos X.....	152
4.4.1. Preparación y caracterización previa de las muestras.....	152
4.4.2. Experimento de irradiación.....	153
4.4.3. Resultados obtenidos.....	156
4.4.4. Conclusiones.....	159
4.5. Líneas irradiadas con microhaz de Rayos X.....	160
4.5.1. Preparación y caracterización previa de las muestras.....	160
4.5.2. Experimento de irradiación.....	161
4.5.3. Medidas estáticas: microscopía MOKE d.c.....	164
4.5.3.1. Caracterización de zona irradiada (IR).....	164
4.5.3.2. Doble estructura de dominios	172
4.5.3.3. Estabilización de una pared/Punto de anclaje fuerte	173

4.5.3.4. Procesos de conmutación y cambios locales inducidos.....	181
4.5.4. Medidas dinámicas: microscopía TRMOKE.....	190
4.5.4.1. Medidas longitudinales.....	191
4.5.4.2. Medidas transversales.....	194
4.5.4.3. Caracterización de ondas de espín.....	201
4.5.5. Conclusiones.....	208

5. Capítulo 5: Conclusions

5.1. Conclusions.....	209
-----------------------	-----

6. Capítulo 6: Bibliografía

Capítulo 1	217
Capítulo 2	221
Capítulo 3	222
Capítulo 4	227

LISTA DE FIGURAS

Capítulo 1: Introducción

- 1.1.** Línea temporal del siglo XX y principios del XXI donde se señalan y figuran imágenes de hitos en el desarrollo de tecnologías de computación.
- 1.2.** Diagrama que muestra la Ley de Moore.
- 1.3.** Esquema de una onda de espín extraído de [3]
- 1.4.** Esquema de un dispositivo magnónico básico extraído de [24]
- 1.5.** Esquema de dispositivo magnónico basado en un IMZ. b) Puerta lógica XNOR basada en un IMZ con cambiadores de fase controlados por corriente eléctrica []
- 1.6.** Ejemplos de la literatura en que se han modificado las propiedades magnéticas de materiales. a) Ciclos de histéresis a partir de medidas de resistencia Hall en muestras de SiO₂/Ta₅/[Pt₂/Co_{0.4}]/Pt₁₀ en función de la dosis de He⁺ [48] b) Modificaciones estructurales inducidas por oxidación AFM sobre nanoestructuras de Co y simulaciones sobre evolución de propiedades magnéticas [49] c) Ciclos de histéresis en muestras de SiO₂ antes y después de la incidencia de iones Ga⁺ cambiando la dosis. [50]

Capítulo 2: Técnicas experimentales

- 2.1.** Esquema del sistema de deposición PLD
- 2.2.** Imagen de un portamuestras de acero a) frontal, b) trasera. c) Esquema de las placas fijadoras de los sustratos al portamuestras [2]: (1) porta de acero inoxidable, (2) disco de Ta para evitar contacto entre el sustrato y el porta, (3) disco de Mo con hendidura para situar el sustrato, (4) Disco de Ta que fija el sustrato al porta.
- 2.3.** Fotografías del sistema PLAD: a) Trayectoria del haz láser incidente (en verde) que es desviado por los espejos antes de ser focalizado sobre el blanco al atravesar la lente vibradora, b) cámaras que componen el sistema.
- 2.4.** a) Sistema de medida de la línea 12.3.2 de microdifracción del ALS. b) Sistema de medida de la línea BM25-B del ESRF.
- 2.5.** Reflexión de Bragg de un grupo de planos separados una distancia d.
- 2.6.** Esquema de las direcciones del haz incidente y dispersado en la geometría de Bragg-Brentano.

- 2.7.** Esquema de los procesos que ocurren en un átomo tras absorber rayos X.
- 2.8.** Espectro de absorción del Fe K-edge para la muestra C250 donde se exponen parámetros de la ecuación (2).
- 2.9.** Esquema general de un sistema de medida XPS.
- 2.10.** Esquema básico de microscopio electrónico (TEM), b) Analytical Titan-Low Base
- 2.11.** Imagen del sistema MLVSM9-MagLabVSM utilizado. b) Esquema de un sistema VSM [2]
- 2.12.** Precesión de la imanación alrededor de la posición de equilibrio estático, en la dirección del campo efectivo.
- 2.13.** a) Derivada de la parte imaginaria de la susceptibilidad respecto del campo indicando el campo de resonancia H_r y anchura de línea ΔH_{pp} . La integral de la curva se muestra en el inset. b) cavidad resonante entre los polos del electroimán.
- 2.14.** Esquema de las líneas de campo de rf dentro de la cavidad resonante y de la orientación relativa de los campos rf y DC.
- 2.15.** Disposición de las láminas en las medidas en el plano (In-plane, IP) y fuera del plano (out-of-plane, OOP), dirección de los campos DC y rf y ejes de giro en las medidas.
- 2.16.** a) Efecto Kerr configuración longitudinal, b) Efecto Kerr configuración transversal.
- 2.17.** Fotografías del sistema de diseño propio para medidas MOKE sobre láminas. Figura obtenida de [2]
- 2.18.** Imagen microscopio Evico Magnetix utilizado donde se señalan los principales componentes del sistema.
- 2.19.** Esquema del sistema de medida TRMOKE utilizado obtenido

Capítulo 3: Láminas delgadas

- 3.1.** Espectros XPS para los niveles Fe2p y B1s realizados sobre la muestra M450.
- 3.2.** Reflectividad de incidencia rasante de la muestra MOAu medida en el difractómetro del ICMM con $\lambda=1.5405 \text{ \AA}$

- 3.3. Esquema de estructura cristalina, policristalina y de la posible disposición desordenada de los átomos de Fe y B en el amorfo Fe₈₀B₂₀ y del espacio libre presente antes de la relajación estructural.
- 3.4. Patrón de XRD a ángulos bajos para las muestras M0Au y M125Au.
- 3.5. Banda del amorfo para la muestra de M0Au (negro), ajuste de los datos a partir de dos Gaussianas (rojo); Gaussianas del ajuste de cada pico (verde y azul)
- 3.6. Patrones de difracción para las muestras en sustrato de MgO sometidas a recocidos y recubiertas de Au.
- 3.7. Visión esquemática de las redes cristalinas en el plano y su relación epitaxial de crecimiento del Fe sobre el MgO con una rotación de 45 ° del primero respecto del segundo.
- 3.8. Patrones de difracción para las muestras en sustrato de vidrio Corning sometidas a recocidos y recubiertas de Au.
- 3.9. Patrones de difracción para las muestras a) M350Au y b) M450Au.
- 3.10. Esquema de la cúpula de termalización para experimentos de recocido in-situ.
- 3.11. Patrones de difracción in-situ en función de la temperatura para los experimentos de recocido en los que se observa la aparición de nuevos picos en la muestra crecida sobre Corning.
- 3.12. Patrones de difracción in-situ en función de la temperatura para los experimentos de recocido en los que se observa la aparición de nuevos picos en la muestra crecida sobre MgO.
- 3.13. Función radial de las muestras crecidas sobre Corning con recubrimiento de Au. Inset: pico de primer vecino para las muestras C0Au, C125Au y C165Au.
- 3.14. Función radial normalizada a la amplitud del pico a primer vecino de las muestras a) crecidas sobre MgO. b) crecidas sobre ambos sustratos y cristalizadas y de una muestra de Fe.
- 3.15. Imagen HRTEM de la muestra M0.
- 3.16. Imagen de HRTEM de la intercara sustrato-lámina. El inset superior izquierdo corresponde a la Transformada de Fourier de la zona recuadrada. En el inset derecho se muestra un esquema de las direcciones de la base cristalográfica y las distancias obtenidas de la imagen de TF.

- 3.17.** Imagen esquema de la zona estudiada mediante EELS. A la izquierda zoom de la zona y mapas de concentración de Fe (verde), B (azul), Mg (amarillo) y O (rojo).
- 3.18.** Izda) Imagen HRTEM de la muestra M125. dcha) Mapas de concentración de Fe, B, Mg y O obtenidos a partir de los espectros EELS recolectados en la zona marcada.
- 3.19.** Izda) Imagen TEM-HAADF de la muestra M250. dcha) Mapas de concentración de Fe, B y O obtenidos a partir de los espectros EELS recolectados en la zona marcada e imagen zoom HAADF de la misma.
- 3.20.** Izda) Imagen HRTEM de la muestra M350. Insets: Transformada de Fourier de las zonas señaladas que muestran la difracción local. dcha) Mapas de concentración de Fe, B, Mg y O obtenidos a partir de espectros EELS registrados en una zona de la muestra parcialmente cristalizada.
- 3.21.** Izda) Imagen HRTEM de la muestra M450. Insets) Transformada de Fourier de las zonas señaladas muestran patrones de difracción local. Dcha) Zoom de las zonas cristalinas donde se aprecian las distintas direcciones de crecimiento.
- 3.22.** Izda) Imagen HRTEM de la muestra C125. Inset: Patrón de difracción obtenido por TF realizado en la lámina. Dcha arriba) Mapas de concentración de Fe, B y O en la lámina. Dcha abajo) Espectro EELS del pico K del Boro para la intercara, la lámina y la superficie oxidada.
- 3.23.** Izda) Imagen HRTEM de la muestra C250. Inset) Patrones de difracción obtenidos por TF en las zonas señaladas. Dcha) Imagen TEM-HAADF de un grano cristalino en matriz amorfa y espectros EELS del pico K del Boro para el grano cristalino, zona amorfa, intercara con el sustrato y superficie oxidada.
- 3.24.** Imágenes HRTEM de la muestra C350 en distintas zonas. Insets) Patrón de difracción a partir de la TF realizadas en el grueso de la lámina en cada caso.
- 3.25.** Esquema de la distribución por capas de elementos en las muestras crecidas sobre MgO y recocidas a: sin tratamiento, 125 °C, 250 °C, 350 °C y 450 °C.
- 3.26.** Esquema de la distribución por capas de elementos en las muestras crecidas sobre Corning y recocidas a: 125 °C, 250 °C y 350 °C.
- 3.27.** Ciclos de histéresis medidos en el e.f. y e.d para a) la muestra C0 b) la muestra M0. c) Evolución angular del campo coercitivo d) Evolución de remanencia reducida d) para C0 (azul) y M0 (rojo).

- 3.28.** Ciclos de histéresis medidos en el e.f. y e.d para a) la muestra C0Au (TA, con recubrimiento) b) la muestra M0Au (TA, con recubrimiento) Evolución angular del campo c) coercitivo y remanencia reducida d) para C0 (azul) y M0 (rojo).
- 3.29.** Ciclos de histéresis medidos en el eje fácil (azul) y difícil (rojo) para las muestras a) C125Au, b) C165Au, c) C250Au y d) C350Au y C450Au.
- 3.30.** Evolución angular del campo coercitivo para las muestras a) C0Au, C125Au, C165Au y C250Au
- 3.31.** Ciclos de histéresis medidos en el eje fácil (azul) y difícil (rojo) para las muestras a) M165Au, b) M250Au, c) M350Au y d) M450Au.
- 3.32.** Evolución angular del campo coercitivo para las muestras a) M0Au, M125Au, M165Au, M250Au, M350Au y d) M450Au.
- 3.33.** Ciclos medidos en los ejes fácil y difícil en las muestras a) M125, b) M165, c) M250 y d) M350.
- 3.34.** Evolución angular del campo coercitivo para las muestras a) M0, M125, M165, M250 y b) M350
- 3.35.** Evolución del campo coercitivo en el e.f. en función de la temperatura de recocido para las muestras crecidas sobre MgO con y sin recubrimiento y sobre vidrio con recubrimiento. Las líneas sólidas sirven únicamente como referencia de la tendencia creciente o decreciente. Las líneas verticales punteadas marcan el límite entre la zona amorfa (al menos parcialmente) y cristalizada
- 3.36.** Evolución del campo de saturación en el e.d. en función de la temperatura de recocido para las muestras crecidas sobre MgO con y sin recubrimiento y sobre vidrio con recubrimiento. Las líneas sólidas sirven únicamente como referencia de la tendencia creciente o decreciente. Las líneas verticales punteadas marcan el límite entre la zona amorfa (al menos parcialmente) y cristalizada
- 3.37.** Abajo) Ciclos de histéresis medios para la muestra M350 con sensibilidad longitudinal y transversal. Arriba) Imagen de microscopía MOKE cuantitativa con la dirección de la imanación local señalada por flechas en los puntos marcados en los ciclos. Se añade un esquema con la dirección de la imanación y el campo externo. Las flechas negras señalan saltos irreversibles de la imanación mientras que los arcos con línea discontinua señalan rotaciones reversibles.
- 3.38.** Ciclo de imanación para la muestra crecida sobre MgO y sin tratamiento térmico una vez restada la contribución diamagnética del sustrato. En el inset se muestran los datos en bruto previos a la resta de contribuciones

- 3.39.** Ejemplo de los tipos de espectro observados en las muestras.
- 3.40.** Esquema del sistema de coordenadas para las medidas de FMR.
- 3.41.** Evolución angular del campo de resonancia para las muestras a) M0, b) M0Au, c) C0 y d) C0Au obtenida a partir de los ajustes de las curvas de resonancia. Los puntos experimentales se presentan en color azul mientras que la línea roja corresponde al ajuste realizado mediante el formalismo de SB.
- 3.42.** Evolución angular de la anchura de pico de resonancia ΔH_{pp} obtenida a partir de los ajustes de las curvas de resonancia para las muestras a) M0 y M0Au, y b) C0 y C0Au.
- 3.43.** Evolución angular de los campos de resonancia y ajuste mediante el formalismo de SB de las muestras a) C0Au, b) C125Au, c) C165Au, d) C250Au y e) C350Au
- 3.44.** Evolución angular de la anchura del pico de resonancia obtenida a partir de ajustes con funciones de Dyson para las muestras a) C0Au, d) C250Au y e) C350Au.
- 3.45.** Evolución angular del (de los) campo(s) de resonancia para las muestras: a) M0Au, b) M125Au, c) M165Au, d) M250Au y e) M350Au. En algunos casos se presentan datos para ajustes con una función doble Dyson
- 3.46.** Evolución angular de la anchura del pico de resonancia obtenida a partir de ajustes con funciones Dyson para las muestras: a) M0Au, b) M125Au, c) M250Au, y d) M350Au.
- 3.47.** a) Evolución angular del campo de resonancia para las muestras M0, M125 y M250. b) Evolución angular del campo de resonancia para la muestra M350.
- 3.48.** Valores de las constantes de anisotropía K_u , K_c , campos de anisotropía H_{Ku} y H_{Kc} y campo de saturación en el eje difícil obtenido en las medidas de MOKE.
- 3.49.** Evolución de la anchura de pico en función de la temperatura de recocido para las muestras crecidas sobre las tres series de muestras medidas
- 3.50.** Evolución parámetro de amortiguamiento con la temperatura de recocido.
- 3.51.** Evolución angular del campo de resonancia para las muestras a RT y 350 °C crecidas sobre ambos sustratos.

Capítulo 4: Muestras litografiadas

- 4.1.** Esquema del proceso de producción de las líneas paso a paso: a) Deposición de la gota de resina; b) Rotación de la muestra para distribuir la resina y cubrir el sustrato completo c) Litografía del diseño mediante láser sin máscara, sensibilización de la resina; d) Revelado de la resina sensibilizada; e) Deposición del FeB amorfo mediante PLAD; f) Lift-off de los restos de resina.

- 4.2.** Diseño utilizado para la preparación de los dos tipos de muestras a) Nanoirradiación en ESRF –ID16B; b) Entallas y microirradiaciones en ALS.

- 4.3.a)** Ciclos de histéresis locales medidos en g15_15 en el defecto y lejos de él con sensibilidad paralela al eje de la línea (hor) y perpendicular (ver); b) Esquema de los defectos de cuello de botella y sus dimensiones; c) Imagen de microscopio óptico de g25_28 donde se marcan las zonas de medida en el defecto y lejos de él para todas las medidas.

- 4.4.a)** Imagen de la línea g15_21 tras una desimanación longitudinal

- 4.5.a)** Ciclo de histéresis longitudinal para la muestra g15_21 medido localmente en la entalla y lejos de ella. Inset) Ampliación de la zona de la entalla en el punto 3 del ciclo. b) Imágenes tomadas durante la medida del ciclo en los puntos señalados en el mismo. c) Esquema de la disposición de los dominios en los puntos señalados en el ciclo y las imágenes.

- 4.6.** Valor de la remanencia medido en la entalla en función de a) anchura de la entalla (h). Los datos se agrupan en series de muestras con la misma anchura de línea w (15 ó 25) y longitud de entalla (l).

- 4.7.a)** Imagen de la línea g15_21 tras una desimanación con campo transversal previa a la medida con sensibilidad MOKE transversal

- 4.8.a)** Ciclo de histéresis transversal para la muestra g15_21 medido en el global de la línea y localmente en la entalla. b) Imágenes tomadas durante la medida del ciclo en los puntos señalados. c) Esquema de patrón de dominios obtenido en el punto 4 del ciclo.

- 4.9.** Evolución de la a) remanencia y b) del campo coercitivo con la anchura de la entalla (h). Se agrupan los datos de muestras con la misma anchura de entalla (l).

- 4.10.** Arriba) Imagen de microscopía MOKE de la muestra g15_11 en remanencia y geometría longitudinal. Se señalan con colores los diferentes spots utilizados.

Abajo) Ciclos de histéresis locales normalizados. Cada ciclo se corresponde con el cuadrado del mismo color en la imagen.

- 4.11.** a) Remanencia en función del tamaño lateral del área utilizada para las medidas locales de las muestras con 15 μm de anchura (w), anchura de entalla de 1 μm (l) y h variable según la muestra. b) Remanencia en función de la altura de entalla h para la serie de muestras g15_1. Se agrupan los datos medidos con la misma anchura de spot.
- 4.12.** a) Ciclos de histéresis locales medidos en la muestra g15_24 en geometría transversal para distintas anchuras de spot. b) Campos coercitivos (eje izquierdo) y remanencia (eje derecho) en función de la anchura del spot. medidos sobre las muestras g15_24 y g15_25.
- 4.13.** Ciclos de histéresis medidos en la dirección paralela y perpendicular al eje de la línea para una de las líneas previamente a las irradiaciones.
- 4.14.** Imágenes de microscopía SEM de diferentes zonas de una línea irradiada, a) zona no dañada, b) límite zona dañada, c) zona dañada. Imágenes de microscopía óptica en reflexión de zonas de la misma línea, d) contraste optimizado para ver zona dañada; e) contraste optimizado para ver zona no dañada.
- 4.15.** Esquema de las irradiaciones realizadas variando el área.
- 4.16.** Imágenes de microscopía MOKE tomadas durante el proceso de inversión de la imanación en la dirección paralela al eje de la línea. En el inset se indica la dirección del campo y la sensibilidad utilizada, así como un esquema de las paredes head-to-head
- 4.17.** Campos coercitivos locales en función de la anchura nominal del área irradiada. Inset: Esquema tamaño relativo de la pared de dominios vs anchura área irradiada
- 4.18.** a) Esquema de la disposición de las líneas sobre el sustrato de vidrio. b) Imagen de microscopio óptico de una de las líneas dañadas durante el proceso de preparación. c) Ciclo de histéresis medido en las direcciones longitudinal y transversal mediante el MOKE diferencial.
- 4.19.** a) Fotones emitidos por segundo en función de su energía para el tamaño de haz utilizado durante las irradiaciones. b) Esquema de la geometría de irradiación sobre las líneas.
- 4.20.** Imágenes de la lámina delgada de FeB sometida a irradiación con el pink-beam de manera continua durante 60 minutos. En cada foto se apunta el tiempo de

exposición al que se corresponde. En la primera imagen se tiene una cruz amarilla que señala el punto de incidencia del haz.

- 4.21.** a) Mapa de fluorescencia del borde de absorción K del Fe en una línea. b) Imagen de microscopía óptica de una de las líneas tras la irradiación
- 4.22.** Imágenes de microscopía MOKE de la muestra SB4 en remanencia a) longitudinal y b) transversal
- 4.23.** a) Zoom sobre la estructura de dominios de la zona irradiada para la muestra SA4 donde se muestra la dirección explícita de la imanación. b) Mapa de calor de la estructura de dominios.
- 4.24.** a) Ciclos de histéresis medidos a $\theta=0^\circ$ (long) y $\theta=90^\circ$ (transv) en los dominios A, B de la pared de 180° y a $\theta=0^\circ$ (long) y $\theta=100^\circ$ (casi transv) lejos de la estructura de dominios que aparece en la IR
- 4.25.** Evolución angular en los dominios A (rojo), B (azul) y lejos de la zona IR (negro) del a) campo coercitivo, b) remanencia reducida.
- 4.26.** Imagen en remanencia longitudinal sobre la muestra SA8 con las zonas estudiadas marcadas y numeradas. Se muestran algunos de los ciclos longitudinales medidos en las zonas señaladas.
- 4.27.** Imagen en remanencia transversal sobre la muestra SA8 con las zonas estudiadas marcadas y numeradas. Se muestran algunos de los ciclos transversales medidos en las zonas señaladas.
- 4.28.** Evolución de los valores medidos en las direcciones longitudinal y transversal en función de la zona de medida para: a) campo coercitivo, b) remanencia reducida y c) Campo de saturación
- 4.29.** Imágenes de microscopía MOKE tras desimanación en la geometría señalada para las muestras SA3, SA4 y SA21. Se señalan las anchuras de las estructuras de dominios y las distancias entre las primarias y secundarias.
- 4.30.** Ciclos de histéresis longitudinales medidos para SA3 (azul) y SA21 (verde). Las imágenes de microscopía MOKE (a)-f)) se toman durante la medida del ciclo de SA3 en los puntos señalados.
- 4.31.** Ciclos de histéresis longitudinales medidos para SA3 (azul) y SA21 (verde). Las imágenes de microscopía MOKE (a)-f)) se toman durante la medida del ciclo de SA3 en los puntos señalados.

- 4.32.** a) Imagen en remanencia transversal de la zona con dos IR. Se muestra y enumera en cada caso el área estudiada b) y c) Ciclos locales medidos sobre SA3 en geometría transversal, los números se corresponden con las zonas numeradas en la imagen.
- 4.33.** Valores locales obtenidos de las medidas sobre SA3 de a) la remanencia reducida (long. y trans.), b) el campo coercitivo (trans.) y c) campo de saturación (trans.). d) Esquema de la variación de las energías de anisotropía de forma e inducida presentes en la zona estudiada.
- 4.34.** Imágenes en remanencia longitudinal a) y transversal b) de la muestra SA21 donde se han marcado y numerado las zonas estudiadas en la IR y la estructura de dominios secundaria
- 4.35.** Valores locales obtenidos de las medidas sobre SA21 en ambas geometrías de a) la remanencia reducida y b) campo de saturación
- 4.36.** a) ciclos de histéresis longitudinales medidos en la IR y en otra zona lejana de la muestra SA8. b) Imágenes del proceso de conmutación de la imanación tomadas durante la medida de los ciclos
- 4.37.** a) Ciclos de histéresis longitudinales con spots de 2, 6, 10, 15, 20, 30, 40, 50, 100 y 150 μm de anchura centrados en la zona irradiada medidos en la muestra SA8. b) Evolución de la remanencia reducida en función de la anchura del spot de medida para las muestras de la serie SA no dañadas.
- 4.38.** Valores de la remanencia reducida en función del tiempo de irradiación para las muestras no dañadas de la serie a) SA y b) SB.
- 4.39.** a) Ciclos de histéresis transversales medidos en la IR y en otra zona lejana de la muestra SA8. b) Imágenes del proceso de conmutación de la imanación tomadas durante la medida de los ciclos
- 4.40.** Evolución de a) la remanencia reducida y b) Campo coercitivo en función de la anchura del spot de medida para las muestras de la serie SA no dañadas. En el inset de a) se muestran los ciclos medidos para cada anchura de spot.
- 4.41.** Valores del campo coercitivo a) y remanencia reducida b) en función del tiempo de irradiación para las muestras no dañadas de la serie SA.
- 4.42.** Valores del campo coercitivo a) y remanencia reducida b) en función del tiempo de irradiación para las muestras no dañadas de la serie SA.

- 4.43.** Imágenes de microscopía TRMOKE de SB4 con sensibilidad transversal en geometría longitudinal para el estado de remanencia y aplicando un campo rf de 2 GHz, 3GHz y 4.0GHz.
- 4.44.** a) Valores de la intensidad de señal MOKE media medida en la zona irradiada y fuera de ella en función de la fase a la que se realiza la medida y ajuste de los datos mediante una función seno. b) Evolución de la amplitud de vibración en función de la frecuencia del campo rf aplicado.
- 4.45.** Imágenes de microscopía MOKE para la muestra sometida a un campo externo de 250 Oe con y un campo rf de 2 GHz, 5.5 GHz, 6.0 GHz, 6.5 GHz, 7.0 GHz y 7.5 GHz. Se eligen imágenes con la fase que optimiza el contraste para observar las ondas de espín
- 4.46.** Amplitud de resonancia de la línea en función de la frecuencia del campo rf aplicado.
- 4.47.** Imágenes de microscopía MOKE temporal con sensibilidad longitudinal y geometría longitudinal para campos a) 2 GHz, b) 4 GHz y c) 5GHz.
- 4.48.** a) Imagen con sensibilidad transversal en remanencia transversal a 2 GHz, se marca con una línea discontinua el centro de la zona irradiada. b) Medidas temporales de la intensidad media medida en las zonas marcadas en la imagen.
- 4.49.** Amplitud de vibración en función de la distancia a la que se mide respecto de la zona irradiada marcada en la imagen.
- 4.50.** Imágenes de microscopía MOKE tomadas en remanencia transversal con la sensibilidad transversal y campos rf de a) 3.0 GHz, b) 4.0 GHz y c) 5.0 GHz.
- 4.51.** a) Imagen estática con sensibilidad longitudinal de la muestra sobre la que actúa un campo dc de 30 Oe. b) Imagen con sensibilidad longitudinal, campo dc de 30 Oe y campo rf de 5.0 GHz. c) Medida de la intensidad en función de la fase media a 2.17 μm de distancia del centro de la zona irradiada a ambos lados.
- 4.52.** Imágenes tomadas para un campo estático de 40 Oe y un campo rf de a)4.0 GHz, b)4.5 GHz, c) 5.0 GHz y d) 5.5 GHz
- 4.53.** : a) Imagen estática para la muestra sometida a un campo externo transversal de 150 Oe con sensibilidad longitudinal. Imagen de la muestra sometida al campo dc y un campo de rf de a) 2.0 GHz, b) 4.0 GHz, c) 6.0 GHz.
- 4.54.** Evolución del vector de ondas de las ondas de espín longitudinales y transversales en función de la frecuencia del campo rf aplicado

- 4.55.** Velocidad de propagación de las ondas de espín longitudinales y transversales en remanencia y con diferentes campos dc aplicados en función de la frecuencia del campo rf.
- 4.56.** Imágenes de ondas de espín longitudinales sobre las que se miden distancias de propagación con un campo dc de 40 Oe y un campo rf de a) 4.5 GHz, b) 5.5 GHz y c) 6.0 GHz
- 4.57.** Distancia de propagación de las ondas longitudinales en función de la frecuencia del campo rf.
- 4.58.** Tiempos de decaimiento o vida de las ondas de espín en función de la frecuencia del campo rf.
- 4.59.** Factores de amortiguamiento en función del campo dc aplicado y la frecuencia del campo rf

LISTA DE TABLAS

Capítulo 3: Láminas delgadas

- 3.1. Listado de muestras preparadas con sus características
- 3.2. Valores de θ_c , R_1 y FWHM para la banda amorfa obtenidos a partir del ajuste de los datos con dos funciones Gaussianas.
- 3.3. Valores del campo coercitivo y campo de saturación para muestras a RT.
- 3.4. Valores de las constantes de anisotropía, campos de anisotropía e imanación de saturación de las muestras crecidas sobre MgO a RT
- 3.5. Valores de las constantes de anisotropía, campos de anisotropía e imanación de saturación de las muestras crecidas sobre Corning con recubrimiento a partir de los ajustes de SB.
- 3.6. Valores de las constantes de anisotropía K_u , K_c e imanación de saturación M_s para las series de muestras recubiertas sobre ambos sustratos y las muestras recién depositadas sin oro. Las muestras señaladas con asterisco no tienen recubrimiento.
- 3.7. Valores de las constantes de anisotropía K_u , K_c , campos de anisotropía H_{KU} y H_{KC} y campo de saturación en el eje difícil obtenido en las medidas de MOKE.
- 3.8. Valores obtenidos para el parámetro de amortiguamiento α a partir de los dos métodos expuestos.

Capítulo 4: Muestras litografiadas

- 4.1. Listado de líneas según el tamaño de las entallas y la anchura de línea. Las muestras marcadas con un asterisco no se grabaron correctamente. Todos los tamaños están medidos en micras.
- 4.2. Listado de muestras donde se señala el estado pre y post irradiación y el tiempo de irradiación en cada caso.

Resumen

Resumen

La magnónica es una tecnología basada en el control de las ondas de espín (OE) y candidata a la implementación de dispositivos de cálculo que, al ser la propagación de las OE independiente del transporte de carga, permitirá minimizar la energía invertida en el procesamiento de la información. Su desarrollo actual se puede situar entre la implementación/demostración de los bloques elementales de la circuitería a emplear y el prototipado de dispositivos funcionales.

El objetivo del trabajo de tesis ha sido el de contribuir a la identificación de la fenomenología de la propagación de OE en guías inhomogéneas mediante, por una parte, el desarrollo de guías basadas en la aleación amorfa $\text{Fe}_{80}\text{B}_{20}$ en las que se han inducido modificaciones locales de la anisotropía, y, por otra parte, la caracterización detallada en las guías de los procesos de conmutación, inducción de resonancias y excitación de OE. Del estudio de la propagación de OE, se han evaluado los desfases ligados a las modificaciones locales de la anisotropía como parámetro más relevante para el desarrollo de dispositivos magnónicos interferométricos.

Se han preparado, mediante ablación por láser pulsado y sobre distintos sustratos, láminas de $\text{Fe}_{80}\text{B}_{20}$ con espesores de decenas de nm. Se ha realizado la caracterización química, morfológica y estructural de las láminas “as-deposited” (“a-d”) mediante espectroscopía fotoelectrónica de rayos X, microscopía electrónica de transmisión, y absorción y difracción de rayos X que han demostrado su amorficidad. Las medidas magneto-ópticas de la histéresis, revelan la existencia en las muestras “a-d” de una anisotropía uniáxica mientras que las de resonancia ferromagnética han permitido cuantificar su constante de anisotropía (750 J/m^3) y el coeficiente de amortiguamiento de las OE (4×10^{-3}). Se han seguido, mediante recocidos isoterms, los procesos de relajación estructural y cristalización que tienen lugar, respectivamente, hasta los 425 K y entre los 625 K y los 725 K. El coeficiente de amortiguamiento de las OE aumenta un orden de magnitud en la cristalización y, en consecuencia y tanto por su reducido amortiguamiento como por la posibilidad de inducir en ellas relajación y anisotropía, las películas “a-d” son las candidatas óptimas para la implementación de las guías magnónicas.

Así, se han preparado guías magnónicas con dimensiones longitudinales de 0,75 mm y transversales de 15 a 25 μm , a partir de películas “a-d” y mediante litografía láser. Las guías han sido sometidas, en los sincrotrones de la ESRF y la ALS, a irradiación mediante rayos X con distintas energías, tiempos de irradiación y anchuras de haz (entre 60 nm y 2 μm) con el

objetivo de estabilizar una pared de 180° en un plano transversal al eje de la guía. El objetivo se ha conseguido utilizando haces de $2\text{ }\mu\text{m}$ identificándose en la zona irradiada (ZI), mediante microscopía magneto-óptica, una anisotropía con eje fácil transversal al de la guía. La magnitud de la anisotropía local inducida es de 1 kJ/m^3 y la dimensión, a lo largo del eje de la guía, de la zona con anisotropía modificada es de unas $15\text{ }\mu\text{m}$ indicando que el haz de rayos X ha producido un calentamiento moderado en la ZI y en su inmediata vecindad. Las medidas de imagen magnetoóptica resuelta en tiempo (hasta 33 ps) han puesto de manifiesto la existencia de resonancias globales y locales (ZI) y la propagación de OE transversalmente al eje de la guía (zona no irradiada) o paralelamente a dicho eje (ZI). En el caso de las resonancias se ha medido, en la remanencia global, un desfase de π entre las precesiones observadas a ambos lados de la ZI asignable a una pared de 180° . Para las OE se han medido las relaciones de dispersión (velocidades de unidades de km/s) y las distancias de propagación (de hasta las decenas de μm). En particular se ha medido un desfase de $\pi/4$ entre las OE que se propagan a frecuencias de hasta 7 GHz a ambos lados de la ZI. En conclusión, se ha identificado i) la irradiación mediante rayos X como un método de inducción de modificaciones locales micrométricas de la anisotropía que permite estabilizar en guías amorfas de $\text{Fe}_{80}\text{B}_{20}$ estructuras similares a paredes de 180° y ii) la existencia de desfases entre las OE que se propagan a ambos lados de una ZI que pueden hacer posible la implementación de dispositivos interferométricos.

Abstract

Abstract

Magnonics is a technology based on the control of spin waves (SW) and a candidate for the implementation of computing devices that, since the SW propagation is independent of the charge transport, will allow minimizing the energy invested in the information processing. Its current development can be identified between the implementation/demonstration of the circuitry elementary blocks and the functional devices prototyping.

The objective of the PhD Thesis has been to contribute to identify the phenomenology of the SW propagation in magnetically inhomogeneous guides by means of, on the one hand, the implementation of amorphous $\text{Fe}_{80}\text{B}_{20}$ alloy-based guides incorporating local anisotropy modifications, and, on the other, the detailed characterization of the switching mechanisms, resonance induction and SW excitation processes in those guides. From SW propagation studies, the phase shifts linked to local anisotropy modifications have been evaluated as the most relevant parameter for the interferometric magnonic devices development.

$\text{Fe}_{80}\text{B}_{20}$ films with tens of nm thicknesses have been prepared by pulsed laser ablation on different substrates. Chemical, morphological and structural characterization of as-deposited (a-d) samples has been performed by means of X-ray photoelectron spectroscopy, transmission electron microscopy, and X-ray absorption and diffraction that jointly evidenced the a-d films amorphicity. Hysteretic magneto-optical measurements revealed the presence in a-d samples of an uniaxial anisotropy, while ferromagnetic resonance measurements allowed to quantify the anisotropy constant (750 J/m^3) and the SW damping coefficient (4×10^{-3}). By means of isothermal anneals the structural relaxation and crystallization processes, taking place up to 425 K and in the range from 625 K up to 725 K, respectively, have been followed in detail. Importantly, the SW damping coefficient increased an order of magnitude upon completion of the crystallization. Consequently, and both due to their reduced damping and the possibility of experiencing relaxation and anisotropy modifications, the a-d films are the optimal candidates for the magnonic inhomogeneous guides implementation.

Magnetic guides with 0.75 mm and 15 to 25 μm , longitudinal and transverse dimensions, respectively, have been prepared from a-d films by laser lithography. The guides have been submitted, at the ESRF and ALS synchrotrons, to X-ray irradiation by varying the beam energy and width (between 60 nm and 2 μm) and the irradiation times, in order to locally stabilize a 180° wall in a plane transverse to the guide axis. The objective has been achieved by using a 2

μm wide beam that have induced, at the irradiated zone (IR), an uniaxial anisotropy with an easy axis transverse to the guides morphological long axis, as identified by means of magneto-optical microscopy. The local induced anisotropy magnitude is 1 kJ/m^3 and the modified region dimension, along the long axis of the guide, is about $15 \mu\text{m}$ indicating that the X-ray beam has produced a moderate heating at the IR and its immediate vicinity. The time resolved magneto-optic image measurements (taken with time intervals down to 33 ps) have shown the existence of global and local resonances (IR) and the SW propagation transverse to the guide long axis (non-irradiated zone) or parallel to that axis (IR). Regarding the resonances, at the global remanence, a difference between the phases of the precessions taking place at both sides of the IR, assignable to the occurrence of a 180° wall, has been measured. In the case of propagating SWs, dispersion relationships (velocities of tens of km/s) and propagation distances (up to tens of μm) have been measured. In particular, a $\pi/4$ phase difference between the SWs propagating at frequencies of up to 7 GHz at both sides of the IR has been measured. In conclusion, i) X-ray irradiation has been identified as a method for inducing local micrometric anisotropy modifications allowing to stabilize in amorphous $\text{Fe}_{80}\text{B}_{20}$ guides structures similar to 180° walls and ii) the occurrence of phase shifts between the SWs that propagate on both sides of the IR would make possible the interferometric devices implementation.

Capítulo 1

Introducción

o

- **1.1 Introducción histórica de las TIC**

A lo largo del pasado siglo XX, el desarrollo e investigación en ciencia de materiales, algoritmos de cálculo, diseño de dispositivos y sistemas de deposición y litografía han permitido que, hoy en día, la computación sea una parte indispensable de nuestra vida diaria. Todos los estudios y desarrollos de dispositivos se pueden englobar dentro de las conocidas como Tecnologías de la Información y Comunicación (TIC). A continuación, se señalan una serie de hitos importantes en el desarrollo de estas tecnologías algunos de los cuales vienen mostrados en el cronograma de la Figura 1.1.

Este da comienzo cuando en 1936, el matemático británico Alan Turing, desarrolla los primeros algoritmos. En 1938, Konrad Zuse presenta el primer ordenador (Z1) a partir de dispositivos electromecánicos y válvulas de vacío. Hay que señalar que, durante estos años, los dispositivos de cálculo trabajaban con una electrónica analógica en la que se almacenaba la información en sistemas cuyas propiedades físicas tomaban valores en el continuo. Estos dispositivos fueron muy utilizados en aplicaciones militares, aunque su capacidad era limitada. Durante la segunda guerra mundial (1946), se desarrolla la primera computadora que funciona con electrónica digital, la ENIAC capaz de codificar la información en unidades de almacenamiento básicas de manera discreta, en dos estados (0/1; ON/OFF), denominados bits. Esto permitía el álgebra booleana, el uso del código binario y convirtió a estas máquinas en potentes herramientas de cálculo. Los dispositivos basados en estas tecnologías se agrupan en la denominada primera generación de computadoras.

Figura 1.1: Línea temporal del siglo XX y principios del XXI donde se señalan y figuran imágenes de hitos en el desarrollo de tecnologías de computación.

En 1947, los Laboratorios Bell crean los primeros transistores, que serán claves en el desarrollo de nuevos dispositivos. En 1953 se produce la primera computadora a escala industrial que cambia las válvulas de vacío por transistores, lo que inicia la segunda generación de computadoras. A partir del primer circuito integrado, desarrollado por Jack S. Kilby en 1957, en 1964 se produce el primer ordenador con placas de circuito impreso, aprovechando la electrónica de semiconductores. Hasta este momento, los ordenadores eran máquinas desarrolladas y utilizadas por empresas o servicios de inteligencia y militares. Esto cambia en 1977, cuando se lanza al mercado el primer ordenador de uso personal, el Apple II. A partir de aquí, la capacidad de cálculo y almacenamiento de los ordenadores ha ido creciendo según marca la Ley de Moore (Figura 1.2), que postula la duplicación del número de transistores en un procesador cada dos años. Esto ha permitido el desarrollo de ordenadores de bolsillo o PDA en los años 2000 y, más adelante, el del primer Smartphone, el Iphone en 2010. Hoy en día, un Smartphone de gama media es capaz de adquirir y reproducir contenido multimedia, tiene una gran capacidad de almacenamiento y cálculo y permite la comunicación instantánea de lado a lado del planeta.

Figura 1.2: Diagrama que muestra la Ley de Moore.

○ 1.2 Limitaciones de la electrónica convencional

Sin embargo, este desarrollo tiene limitaciones asociadas en gran medida al límite de validez de la ley de Moore. Si se sigue con la miniaturización de los transistores para seguir duplicando su número por chip, va a llegar un momento en que los tamaños de transistor necesarios van a chocar con tamaños atómicos de los elementos que los compongan. Además, cuanto mayor sea el número de transistores funcionando en los dispositivos electrónicos, más energía se pierde en forma de calor por efecto Joule y menor es la eficiencia de los mismos. Se presenta también el problema de calentamiento tanto de las placas de silicio sobre las que se disponen los circuitos integrados como de los propios circuitos integrados, que pueden llegar a dañarse. Además, para mejorar las capacidades de cálculo, hoy en día se trabaja en el desarrollo de la computación cuántica. En este tipo de computación, el número de estados disponible pasa a ser infinito (idealmente) al estar estos formados por una combinación lineal de los estados binarios (1/0) en los denominados *qbits*. La computación cuántica no se rige por las mismas leyes físicas que la computación usual por lo que es necesario un cambio en la concepción de la electrónica a futuro. A este fin, se están desarrollando electrónicas alternativas basadas en óptica o magnetismo que permitan operaciones básicas y la comunicación entre los qbits del sistema. A este respecto, se han propuesto puertas lógicas básicas magnéticas básicas usando dos aproximaciones distintas. La más estudiada, es conocida como espintrónica y está basada

en la transferencia de momento magnético o espín mediante el uso de corrientes eléctricas. Esta aproximación ya ha sido utilizada con éxito comercial en dispositivos basados en la utilización del momento del espín para leer información alojada magnéticamente, llevando a grandes avances en el rendimiento de discos duros o MRAMS. La gran limitación de esta vía, viene asociada a que la necesidad de conversión de las ondas de espín en corriente eléctrica para circular entre los dispositivos básicos [1, 2]. Esto conlleva de nuevo la necesidad de mucha energía para su funcionamiento, así como una pérdida de eficiencia asociada al efecto Joule. Por ello, desde el punto de vista funcional y de eficiencia energética es deseable la eliminación del uso de corrientes eléctricas.

○ 1.3 Ondas de espín y Magnónica

En los últimos años ha surgido una nueva rama de investigación basada en el uso de ondas de espín para la transmisión, almacenamiento y procesamiento de información sin hacer uso de corrientes eléctricas, la conocida como magnónica.

Figura 1.3: Esquema de una onda de espín extraído de [3].

El concepto de ondas de espín fue introducido por Bloch [4] en el marco de su estudio sobre la dependencia de la imanación de saturación con la temperatura en sistemas ordenados magnéticamente. Bloch planteaba que estas ondas podían ser excitadas a energías menores que la necesitada para una inversión completa de la imanación (excitación de Stoner en ferromagnéticos débiles) pudiendo, por tanto, ser el mecanismo básico de desimanación a bajas temperaturas [5]. La ley $T^{3/2}$ de Bloch, derivada del concepto de onda de espín, ha sido utilizada con éxito para describir los procesos de desimanación inducidos por temperatura en un amplio abanico de sistemas [6, 7], lo que, durante décadas, constituyó una evidencia indirecta pero universalmente aceptada de la existencia de las mismas. Más adelante, fueron observadas directamente mediante medidas de resonancia ferromagnética ($k=0$) [ref 5 del proyecto MAT16 no está preguntando a Jesús] o experimentos de dispersión de luz de Brillouin

($k \neq 0$) [8] apareciendo en los tres tipos de materiales magnéticamente ordenados: ferromagneticos, antiferromagneticos y ferrimagneticos. Estas ondas, muestran características clásicas asociadas a cualquier otro tipo de onda: excitación y propagación [9], reflexión y refracción [10] y formación de solitones [11, 12]. Por otro lado, desde el punto de vista cuántico presenta su cuasipartícula asociada, el magnón. [13].

Además, presentan una serie de características propias que las hacen ser muy interesantes, tanto desde un punto de vista meramente teórico, como por sus posibles aplicaciones tecnológicas: son altamente dispersivas; aparecen en bandas de frecuencia determinadas que pueden ser modificadas mediante la aplicación de campos estáticos externos o la introducción de modificaciones geométricas en los sistemas (patrones o cambio en relaciones de tamaño) y, además, pueden involucrar dos tipos de interacciones magnéticas que por su alcance las caracterizan. Estas interacciones son la dipolar, de largo alcance, que conlleva tamaños de hasta centenares de micras y la de canje, de corto alcance, que conlleva tamaños nanométricos.

Sin embargo, la propiedad clave de estas ondas para su uso en la implementación de una nueva electrónica es su propagación sin transporte de carga eléctrica. De esta forma, se evitan los problemas del uso de corrientes eléctricas de eficiencia energética.

○ **1.4 Requisitos para el desarrollo de dispositivos magnónicos**

El factor fundamental para la implementación de dispositivos magnónicos es la distancia de propagación de las ondas de espín asociada al conocido como factor de amortiguamiento α . Las ondas de espín presentan normalmente tiempos de vida bajos, que junto con su baja velocidad de propagación (decenas de km/s) dan lugar a distancias de propagación por debajo de los 10 μm . Por ello, el primer paso en el desarrollo de estos dispositivos es la obtención de un material con un bajo factor de amortiguamiento.

En la actualidad, el YIG (Yttrium Iron Garnet) es el material con menor factor de amortiguamiento con un valor de 7.35×10^{-5} [14] y ya ha sido utilizado para demostrar la funcionalidad de este tipo de dispositivos. Los demostradores lineales y no lineales reportados en la bibliografía han sido desarrollados a partir de ferritas blandas con tamaños milimétricos [2, 15]. Sin embargo, el tamaño y el tiempo de trabajo de los demostradores están lejos de los que se podrían alcanzar mediante la nanoestructuración de materiales. Así, los metales

ferromagnéticos, que no presentan las limitaciones de las ferritas para la nanoestructuración y su integración en placas de circuitería impresa, son los candidatos más prometedores para la implementación de dispositivos magnónicos viables. Además, la posibilidad de nanoestructuración de estos materiales permite su uso en sistemas de alta integración de forma que una distancia de propagación de decenas/centenares de micras es más que suficiente para cualquier tipo de aplicación. Estos presentan valores altos de imanación de saturación que permiten el funcionamiento de los dispositivos en el rango de los GHz. Además, un factor determinante para la elección del material a desarrollar es la posibilidad de modificar local y fácilmente sus propiedades magnéticas.

Con todo ello, las aleaciones amorfas ferromagnéticas son perfectas para el desarrollo de dispositivos magnónicos ya que aúnan un bajo amortiguamiento ($\sim 10^{-3}$), la posibilidad de tener un control local de las fases (mediante relajación o cristalización) y de sus propiedades magnéticas (variando la magnitud y dirección de la anisotropía local).

○ **1.5 Aleaciones amorfas metálicas**

Las propiedades más importantes de estos compuestos vienen determinadas por su estructura amorfa [16]. La estructura atómica es la base para el entender la naturaleza de los estados de la materia, sobre todo en sólidos amorfos. El término estructura, se refiere, por un lado, a la disposición de los átomos en un material y por otro, al orden químico que describe la colocación relativa entre los átomos de los elementos que conforman el material. Este estado de la materia se puede situar entre el gaseoso y el sólido (cristalino) junto con el estado líquido. En los gases, las moléculas como unidades estructurales básicas se encuentran lejos entre sí. En los sólidos cristalinos, las celdas unidad se encuentran organizadas periódicamente en las 3 direcciones. En el estado amorfo, sin embargo, se encuentran empaquetadas muy próximamente, pero rotadas y distorsionadas entre sí, teniéndose así, por tanto, un orden a muy corto alcance [17]. Al no tener un ordenamiento periódico a largo alcance, las propiedades físicas de estos materiales son significativamente diferentes de sus equivalentes cristalinos. Dentro de las aleaciones amorfas metálicas, nos hemos centrado en las que presentan una composición Metal-Metaloides (T-M) con un componente metálico y un metal de transición. La composición para la que se obtiene un estado vidrioso de la aleación tiene cantidades del metal en torno al 80% con diagramas de fase que muestran zonas eutécticas donde el estado amorfo es estable [18]. Estas aleaciones se han utilizado extensamente para

aplicaciones en dispositivos electromagnéticos aprovechando su naturaleza magnética blanda (baja coercitividad; alta permeabilidad) y el alto valor de la imanación de saturación. A estas características se añade su dureza [19] y una alta resistencia a la corrosión [20]. Para maximizar la imanación de saturación, propiedad básica para muchas de sus posibles aplicaciones, se han utilizado usualmente aleaciones de Co y de Fe, aunque en el caso del Fe, permiten obtener valores mayores de hasta 1.85 T. Además, las aleaciones amorfas del Fe muestran factores de amortiguamiento compatibles con las distancias de propagación necesarias, como en el caso del CoFeB ($\alpha = 7 \times 10^{-3}$) [21] o el CoFe ($\alpha = 2 \times 10^{-3}$) [22] para su implementación en dispositivos magnónicos.

- **1.6 Primera parte de la tesis: Capítulo III**

En este contexto se enmarca el trabajo realizado en la primera parte de esta tesis, donde se han crecido láminas delgadas (15-25 nm) de una aleación amorfa de Fe₈₀B₂₀ para examinar su idoneidad como material para la implementación de dispositivos magnónicos. Algunas de las láminas, han sido sometidas a tratamientos térmicos isoterms a temperaturas comprendidas entre los 125 °C y los 450 °C. En el Capítulo III, se han caracterizado morfológica, química y estructuralmente mediante técnicas de XRD, TEM, EXAFS y EELS los cambios inducidos por los distintos tratamientos efectuados, desde su naturaleza amorfa hasta la completa cristalización de las muestras. Además, se han observado los cambios en las propiedades magnéticas estáticas (remanencia, coercitividad, imanación de saturación) derivados de la cristalización de las muestras mediante medidas de VSM y MOKE. Por último, se han estudiado las propiedades dinámicas (factor amortiguamiento) mediante medidas de FMR para comprobar su idoneidad para el desarrollo de dispositivos magnónicos.

1.7 Dispositivos magnónicos

Un dispositivo magnónico básico tiene la forma mostrada en la Figura 1.4 está formado por 4 elementos fundamentales: una fuente de ondas de espín (A) que conforma la entrada del dispositivo, una guía de ondas por la que las ondas se propagan (C), un medio funcional en el que las ondas son modificadas de manera controlada externamente (D) y un detector (B) a la salida del dispositivo.

Figura 1.4: Esquema de una onda de espín extraído desarrollado a partir de un ejemplo en [23]

Para modificar las OE durante su propagación por el medio funcional, éste puede presentar modificaciones locales de las propiedades estructurales y/o magnéticas [24, 25], una modificación del campo magnético local [1, 13, 26-28] o la acción de un campo magnético estático sobre todo el sistema [27, 29]. Las modificaciones en el medio funcional pueden ser puntuales, como una barrera local para las OE [1, 13, 27] o tratarse de una distribución extensa que conforme un cristal magnónico [24, 25, 30]. En caso de que el medio funcional sea homogéneo, mediante la acción de un campo externo se pueden obtener: desfasadores/retardadores si el campo es estático o, mezcladores [31] si éste es dinámico y permite la manipulación directa de las OE. Por otro lado, si el medio no es homogéneo funcionará como un filtro magnónico.

La unión de estos dispositivos básicos es la base de la construcción de interferómetros y puertas lógicas [1, 27, 29]. Estos diseños están basados en la forma y funcionamiento de un interferómetro Mach-Zehnder (IMZ) [27], un dispositivo óptico utilizado para determinar

variaciones de cambios de fase relativos entre dos haces de luz colimados derivados de una misma fuente de luz, desarrollado por Mach y Zehnder en 1892 [32].

Figura 1.5: Esquema de dispositivo magnónico basado en un IMZ. b) Puerta lógica XNOR basada en un IMZ con cambiadores de fase controlados por corriente eléctrica [1, 33]. c) Puerta lógica NOT basada en un diseño con control por corriente eléctrica [34]

La forma básica propuesta es la que se presenta en la Figura 1. a) donde se observa, tras la emisión de las OE, la separación de la señal en dos partes que se propagan por distintos caminos. Estos tramos conforman el material funcional en el que se realizan modificaciones en la propagación de las OE. En las Figuras b) [1, 33] y c) [34] se muestran dos ejemplos de puertas lógicas realizadas a partir de este diseño. En ambos casos, se utilizan corrientes eléctricas para controlar la fase de las OE y, con ello, la señal a la salida. El mayor reto tecnológico en la producción de dispositivos magnónicos para aplicaciones comerciales, es el referente a la excitación y detección de las OE ya que determinan su consumo de energía. En cuanto a los métodos de excitación de OE, se pueden señalar el uso de: campos magnéticos rf armónicos [35], campos magnéticos rf pulsados [36], pulsos ópticos ultracortos [37-39] o corrientes de espín polarizadas [40]. En cuanto a la detección, a partir de los mismos fenómenos e interacciones utilizados en la excitación, se puede hacer uso de métodos: de inducción [41, 42], ópticos [43, 44] o eléctricos [45, 46]. En nuestro caso, sin embargo, nos vamos a centrar en el material funcional y las modificaciones locales de sus propiedades. Más concretamente se ha pretendido la modificación local de propiedades magnéticas que den lugar a estructuras de dominios inhomogéneas capaces de modificar la propagación de OE y de la resonancia local en las guías de onda magnónicas.

1.8 Modificaciones locales

Se han reportado en la literatura múltiples opciones para inducir estas modificaciones locales que pueden tener origen térmico (relajación estructural o cristalización), de reestructuración (inducción de orden), químico (introducción de átomos ferromagnéticos) ...

Figura 1.6: Ejemplos de la literatura en que se han modificado las propiedades magnéticas de materiales. a) Ciclos de histéresis a partir de medidas de resistencia Hall en muestras de $\text{SiO}_2/\text{Ta}5/[\text{Pt}2/\text{Co}0.4]/\text{Pt}10$ en función de la dosis de He^+ [47] b) Modificaciones estructurales inducidas por oxidación AFM sobre nanoestructuras de Co y simulaciones sobre evolución de propiedades magnéticas [48] c) Ciclos de histéresis en muestras de SiO_2 antes y después de la incidencia de iones Ga^+ cambiando la dosis. [49]

Se puede señalar, en primer lugar, la utilización de cañones de iones que inciden sobre las muestras, ya sea para eliminar material de las mismas, induciendo una anisotropía perpendicular [47], para implantar localmente iones ferromagnéticos, modificando el campo local e introduciendo nuevas interacciones [50] o, simplemente, para modificar la superficie mediante electrones [51].

También se han utilizado láseres para: realizar calentamientos locales produciendo cristalizaciones o cambios estructurales que conlleven cambios en las propiedades magnéticas de los materiales [49, 52] o realizar modificaciones en el orden magnético local [53]. Otro método usualmente utilizado, es la estructuración del material formando patrones utilizando litografías que conllevan la modificación local de los campos internos [48]. En la Figura 1.6 se

muestran algunos de estos ejemplos. Por último, como ya se ha comentado, se pueden aplicar campos externos, corrientes eléctricas o calentamientos que modifiquen localmente el campo efectivo en la muestra pero que no induzcan modificaciones irreversibles en el material [54].

En nuestro caso, se plantea modificar las propiedades magnéticas en la nano y micro escala a partir de motivos realizados mediante escritura directa con haces de Rayos X [55, 56]. Esta técnica se caracteriza por el uso de energías mucho menores que las utilizadas en litografías convencionales con la que se pretenden inducir relajaciones o cristalizaciones locales que conlleven la modificación de las propiedades magnéticas estáticas y dinámicas permitiendo la obtención de un cambiador de fase.

Una vez las ondas de espín han variado su fase o amplitud localmente en la guía zona activa del dispositivo basado en un IMZ, a la salida se tiene un mezclador de las señales provenientes de ambas ramas. A partir de la unión de unidades lógicas básicas se construyen las estructuras complejas que dan lugar a dispositivos.

- **1.9 Segunda parte de la tesis: Capítulo IV**

En la segunda parte de la tesis, en el capítulo IV, se han desarrollado guías de onda magnónicas de anchuras micrométricas y longitudes casi milimétricas a partir de litografía láser sobre láminas delgadas de FeB amorfo. Además, se han utilizado dos métodos para cambiar localmente las propiedades magnéticas del material y, con ello, la propagación de las ondas de espín en busca de posibles vías para el desarrollo de una puerta lógica básica. En primer lugar, se ha introducido una entalla en el centro de las buscando la posible estabilización de una pared de dominios en ella durante procesos de inversión de la imanación. En segundo lugar, se ha utilizado la radiación sincrotrón como fuente para irradiar las líneas buscando una modificación local de las propiedades magnéticas del material mediada por un proceso de cristalización del amorfo o de relajación térmica. Se trata de una técnica que hasta ahora no había sido utilizado con este propósito. Se ha estudiado la posibilidad de estabilizar estructuras de dominios inhomogéneas en las zonas irradiadas mediante microscopía MOKE estática. Además, se han estudiado sus propiedades dinámicas mediante microscopía MOKE resuelta en tiempo.

Capítulo 2

Técnicas experimentales

2.1. Introducción

En este capítulo se describen de manera resumida las principales técnicas experimentales de fabricación, caracterización estructural, morfo-química y magnética. En los capítulos posteriores se presentarán los principales resultados obtenidos sobre láminas delgadas (Capítulo III) y muestras litografiadas (Capítulo IV)

2.2. Deposición de láminas (PLAD)

Durante la realización de esta tesis se han preparado muestras mediante deposición por ablación de haz láser pulsado (PLAD), una técnica muy usual en el crecimiento de láminas delgadas (nm). Esta técnica consta de tres procesos básicos: la ablación, la creación del plasma y, finalmente, el crecimiento. En la primera, el láser incide sobre el blanco del material que queremos depositar. En la segunda, si la densidad de energía en el punto focal del láser sobre el blanco es suficientemente alta, se crea un plasma que se expande llegando a depositarse sobre el sustrato que es situado frente al blanco. Finalmente, la muestra crece sobre el sustrato con un espesor generalmente proporcional a la potencia del láser que se ha utilizado.

La fluencia del láser, es decir, la densidad de energía emitida por unidad de área (J/cm^2) es un factor clave en el proceso de creación del plasma. Cuando ésta es baja ($\leq 0.35 \text{ J}/\text{cm}^2$) y el material del blanco tiene una baja absorción en la longitud de onda de trabajo, el haz incidente simplemente conseguirá calentar el blanco arrancando parte del material por evaporación térmica. Conforme la fluencia aumenta puede alcanzar el umbral de ablación, dependiente del coeficiente de absorción del material y de la longitud de onda del láser. Por encima de este punto, los materiales absorben una fracción muy importante de la radiación incidente induciéndose un calentamiento elevado en la región superficial del material. La red atómica del sólido se vuelve inestable y se produce la ablación congruente del material. Las especies eyectadas consisten en una mezcla de átomos neutros excitados, moléculas, iones y electrones libres. Parte de la energía es absorbida por el material separado del blanco formándose así un plasma en la superficie del sustrato sobre el que queremos crecer la lámina [1].

Figura 2.1: Esquema del sistema de deposición PLD.

Esta técnica puede ser utilizada para depositar casi cualquier material y generalmente con una transferencia estequiométrica congruente entre el blanco y la muestra. Según el material que queramos depositar y su coeficiente de absorción, se utilizará un láser de la longitud de onda adecuada. En nuestro caso, se ha depositado una aleación amorfa metálica, caso para el que este factor no es crítico, por lo que se ha utilizado un láser visible. Para la deposición de metales, es necesario trabajar en una atmósfera de ultra alto vacío (UHV, 10^{-10} torr) en la cámara de crecimiento para paliar su alta reactividad química.

El sistema de deposición utilizado es de diseño propio y está formado por tres cámaras separadas de UHV independientes conectadas por válvulas de vacío (Figura 2.1):

- 1) La **cámara de extracción** desde la que se introducen/extraen los sustratos y blancos a/desde condiciones de presión atmosférica a un vacío de 5×10^{-8} mbar obtenido mediante una bomba turbomolecular y una rotatoria. Se tiene una estación rotatoria donde se pueden guardar hasta 3 muestras/sustratos quedando una cuarta enroscada en la barra de transferencia.
- 2) La **cámara intermedia** sirve como almacén con espacio para hasta 6 muestras en un parking superior. Un segundo parking cargado con diferentes blancos permite el

cambio de material a depositar sin necesidad de ventear el sistema. Por último, se tiene un *heater/calentador* para realizar recocidos in-situ sobre sustratos o muestras. La presión base en este caso es de 5×10^{-10} mbar, obtenida mediante una bomba iónica.

- 3) La **cámara principal o de crecimiento** contiene en este momento un blanco de $\text{Fe}_{80}\text{B}_{20}$ amorfo para la deposición por PLD. Se pueden utilizar blancos rotatorios o blancos en paralelo para obtener multicapas o distintas composiciones. Además, se tienen un puesto con unas células Knudsen con Au, Cu y Cr para realizar recubrimientos de protección a las muestras. La presión base de deposición es de 2×10^{-10} mbar.

Se han utilizado dos sustratos: MgO y vidrio Corning®. Ambos tienen una forma cuadrada de 5x5 mm y un grosor de 0.5 mm. El MgO (001) ha sido suministrado por MaTeck GmbH con una precisión de orientación $\leq 0.5^\circ$ y una rugosidad superficial media de 1 nm. El vidrio ha sido suministrado por Corning Inc. y se ha cortado con un tamaño igual al de los sustratos de MgO.

Para introducirlos en el PLD, los sustratos se colocan en portamuestras de acero inoxidable, especialmente diseñados con una rosca en la parte trasera para fijarlos en la barra de transferencia y unas hendiduras laterales para poder colocarlos en los parkings en condiciones de vacío (Figura 2.2 a) y b)). Las muestras son fijadas a los portas mediante 3 placas hechas de Tantalio (Ta) y Molibdeno (Mo), metales refractarios con altas temperaturas de fusión y presiones de vapor muy bajas para minimizar la posible contaminación de las muestras durante los recocidos.

Figura 2.2: Imagen de un portamuestras de acero a) frontal, b) trasera. c) Esquema de las placas fijadoras de los sustratos al portamuestras [2]: (1) porta de acero inoxidable, (2) disco de Ta para evitar contacto entre el sustrato y el porta, (3) disco de Mo con hendidura para situar el sustrato, (4) Disco de Ta que fija el sustrato al porta.

Para el crecimiento, el haz láser se debe enfocar en la superficie del blanco de $\text{Fe}_{80}\text{B}_{20}$ tras atravesar una ventana de cuarzo. Se ha utilizado en este caso un Quantel Brilliant Nd-YAG con un módulo generador del segundo armónico que permite tener una longitud de onda de $\lambda=532$ nm. El pulso tiene una duración de 4 ns y un ritmo de repetición de 10 Hz con un máximo de energía por pulso de 180 mJ. El blanco se desplaza lateralmente mientras que se produce un barrido vertical del haz mediante un vibrador sobre el que está montada la lente focalizadora. Con estos dos barridos se consigue una erosión homogénea del blanco [3], indispensable para que la deposición sea homogénea y para el uso continuado del blanco.

La estabilidad de la potencia del láser y la presión en la cámara de deposición son puntos clave durante el crecimiento. Las presiones de las distintas cámaras, la potencia del láser y la temperatura y humedad de la habitación se monitorizan durante los procesos de crecimiento para estandarizar las muestras. Durante la realización de esta tesis se realizaron deposiciones de 2 a 3 horas con el haz láser focalizado sobre el blanco incidiendo con potencias de 0.25 W, obteniéndose láminas de 15 a 25 nm de espesor (ritmo de crecimiento 7 nm/h).

Figura 2.3: Fotografías del sistema PLAD: a) Trayectoria del haz láser incidente (en verde) que es desviado por los espejos antes de ser focalizado sobre el blanco al atravesar la lente vibradora, b) cámaras que componen el sistema.

Terminado el depósito, las muestras son transferidas a la cámara intermedia donde se realiza el recocido isoterma que corresponda en cada caso. Se utiliza una lámpara de Wolframio encapsulada y protegida por una pantalla de cuarzo que, además, evita la contaminación de la muestra al ser enfrentada al calentador por posible material evaporado térmicamente. Se va aumentando la alimentación de la resistencia de manera controlada monitorizando la

temperatura, mediante un termopar situado entre la muestra y el heater, y la presión de la cámara. Tras cada aumento, se espera a la estabilización térmica y de la presión de la cámara en cada paso. Una vez se ha obtenido la temperatura deseada y la presión es estable, la muestra se coloca enfrentada a 1 cm de distancia durante una hora para el recocido isoterma.

Se han realizado recocidos isoterma de una hora a 125 °C, 165 °C, 250 °C, 350 °C y 450 °C, para tener láminas amorfas, semicristalizadas o completamente cristalizadas. Una vez terminado el recocido, las muestras se dejan enfriar durante horas antes de ser transferidas al parking. En algunos casos, se ha realizado la deposición de una capa protectora de Au sobre las muestras ya frías mediante evaporación por la célula Knudsen para evitar procesos de oxidación.

2.3. Caracterización estructural mediante Rayos X

Se han utilizado diferentes técnicas basadas en el uso de los Rayos X para la caracterización estructural de las muestras. Más concretamente, se han realizado medidas de difracción (XRD) para obtener información sobre la estructura cristalina, medidas de reflectividad (XRR) para medir el espesor de las láminas y de absorción (EXAFS) para estudiar el entorno de los átomos de Fe.

Durante la tesis se han utilizado diferentes fuentes de radiación para la realización de las medidas:

- 1) Difractómetro Bruker D8 con una fuente de radiación Cu-K α ($\lambda=1.5405$ Å) en las instalaciones del ICMM para realizar medidas de XRD y XRR.
- 2) Radiación sincrotrón en la línea SpLine BM25 del European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) donde se han realizado medidas de XRD y EXAFS. Las medidas de XRD se han realizado en la rama BM25-B (difracción de monocristal) optimizada para la medida de láminas delgadas, intercaras o superredes, con un difractómetro de 6 círculos en geometría vertical que se muestra en la Figura 2.4 a). Las de absorción, se han realizado en la rama A, que permite barridos de energía entre 5.0 y 45.0 keV.

- 3) Radiación sincrotrón en la línea 12.3.2 (Microdifracción) las instalaciones del Advanced Light Source (ALS) del Lawrence Berkeley National Laboratory (LBNL) para realizar medidas de XRD. Se trata de una línea de microdifracción que permite seleccionar el tamaño del spot a escala micrométrica que, además, cuenta con un detector bidimensional Detris Pilatus con un array de 1 millón de pixels que permiten observar un amplio rango angular instantáneamente. Se muestra una imagen del sistema en la Figura 2.4 b).

Figura 2.4: a) Sistema de medida de la línea 12.3.2 de microdifracción del ALS. b) Sistema de medida de la línea BM25-B del ESRF.

2.3.1 Difracción de Rayos X (XRD)

La difracción de rayos X es una técnica ideal para obtener información sobre la estructura cristalina de un material. Su utilidad viene dada por la longitud de onda de la radiación utilizada, del orden de magnitud de las distancias entre átomos en un sólido.

El haz de Rayos X incide sobre una muestra siendo dispersado por los átomos de la red cristalina del material. Se obtiene un patrón de difracción midiendo la intensidad de las ondas dispersadas en función del ángulo de dispersión. Se tiene interferencias constructivas muy fuertes de los planos cristalográficos (h,k,l) que dan lugar a picos en el patrón cuando las ondas dispersadas satisfacen la condición de Bragg

$$2d_{hkl}\sin\theta = n\lambda \quad (1)$$

donde d_{hkl} es la distancia interplanar, θ el ángulo incidente y el difractado con respecto al plano de incidencia y λ la longitud de onda de la radiación utilizada (ver Figura 2.5.).

Figura 2.5: Reflexión de Bragg de un grupo de planos separados una distancia d .

Normalmente, se realizan medidas en la configuración de Bragg-Brentano para obtener distancias entre planos que son paralelos a la superficie de la muestra. Se tienen barridos θ - 2θ simétricos en los que se varía el ángulo de incidencia del haz θ respecto a la superficie del material manteniendo el detector a un ángulo 2θ respecto de la dirección de incidencia. El esquema se muestra en la Figura 2.6.

Figura 2.6: Esquema de las direcciones del haz incidente y dispersado en la geometría de Bragg-Brentano.

2.3.2 Reflexión de Rayos X (XRR)

La Reflectividad de Rayos X (XRR) está basada en un tipo especial de barridos simétricos θ - 2θ . El principio es el mismo que para las medidas de difracción, pero en este caso el haz incide con ángulos rasantes ($\leq 5^\circ$). En estos experimentos se produce dispersión en las intercaras entre las capas de la muestra en lugar de entre los planos cristalinos de la red. De esta forma, estas medidas permiten calcular los espesores de las distintas capas que forman una muestra en lugar de las distancias entre planos de una red cristalina [4].

2.3.3 Absorción resonante de Rayos X (EXAFS)

La absorción resonante de rayos X (EXAFS) es una técnica que nos da información de la distribución atómica local y de la estructural electrónica de un material. Se puede describir como el estudio de las perturbaciones, cambios y modulaciones de la función de probabilidad de absorción de rayos X de un átomo debido a su estado y entorno químico.

Se puede estudiar el espectro de prácticamente todos los elementos con mayor o menor dificultad según sea su coeficiente de absorción μ . Éste depende del número y masa atómicos, y, por supuesto, de la energía de la radiación incidente. No se trata de una técnica con sensibilidad superficial ya que la radiación penetra profundamente en la muestra. El principal problema de la técnica viene a la hora de analizar e interpretar los resultados obtenidos.

Cuando los rayos X inciden sobre una muestra con una energía en el rango entre 100 eV Y 500 keV la absorción fotoelectrónica es la interacción más factible con la materia. En este proceso, cuando el fotón interactúa con un electrón de los niveles internos atómicos, éste le transfiere su energía de forma que el electrón es expulsado del átomo y este queda ionizado. La energía cinética con que el electrón abandona el átomo corresponde a la diferencia entre la del fotón incidente y la de ionización. El hueco que deja en el nivel interno (normalmente del nivel K) es instantáneamente llenado por otro electrón de niveles energéticos superiores (L o M) y el exceso de energía es emitido en forma de fotón en un proceso denominado emisión por fluorescencia. En ocasiones, la energía liberada puede ser utilizada para expulsar un segundo electrón de un nivel exterior en lo que se conoce como emisión electrónica Auger. Este segundo proceso es más probable cuanto menor sea el número atómico Z del elemento sobre el que inciden los rayos X. Estos procesos vienen esquematizados en la Figura 2.7.

Figura 2.7: Esquema de los procesos que ocurren en un átomo tras absorber rayos X.

A unas energías determinadas, la absorción fotoelectrónica crece enormemente debido al carácter discreto de los niveles energéticos dando lugar al borde de absorción cuya energía se corresponde con la de ligadura de los electrones de los niveles K, L y M que absorben la radiación. La posición de este borde es muy sensible al estado de oxidación de los materiales y permite obtener información sobre la estructura electrónica.

En los experimentos de absorción se puede recoger información a partir de cualquiera de los dos procesos explicados para medir el parámetro clave de esta técnica, el coeficiente de absorción $\mu(E)$, que presenta un abrupto escalón en el borde de absorción. Dependiendo del número atómico del elemento a estudiar un proceso es más eficiente que el otro y se puede cambiar el tipo de detección.

Figura 2.8: Espectro de absorción del Fe K-edge para la muestra C250 donde se exponen parámetros de la ecuación (2).

En ambos casos, se estudian las oscilaciones de la función de absorción de rayos X por encima del borde de absorción:

$$\chi(E) = \frac{\mu(E) - \mu_0(E)}{\Delta\mu_0(E)} \quad (2)$$

donde $\mu(E)$ el coeficiente de absorción medido, $\mu_0(E)$ el coeficiente de absorción que tendría un átomo aislado y $\Delta\mu_0$ el salto del borde de absorción, como se puede observar en la Figura 2.8. El perfil de absorción tiene una zona justo después del borde de absorción (< 10 eV) denominada cercana al borde (XANES). De ésta, se obtiene información sobre el estado de oxidación del átomo estudiado. En nuestro caso, estamos interesados en las oscilaciones que se observan a partir de los primeros 50 eV por encima del borde de absorción, la zona conocida como EXAFS que nos da información sobre los átomos vecinos. El ajuste de la función de absorción en esta zona es complicado y se obtiene información a partir de la comparación de los resultados experimentales con modelos atómicos para distribuciones atómicas locales determinadas por el orden y coordinación de las especies vecinas.

Las medidas de absorción fueron realizadas en la línea BM25A (SpLine rama A) del ESRF con un barrido en energías en torno al borde de absorción del Fe (1s, K-edge: 7.118 KeV) para obtener información sobre las posibles fases cristalinas que aparecen durante la serie de recocidos que lleva a la cristalización.

2.4. Caracterización química y morfológica

Para la caracterización morfológica y química hemos empleado fundamentalmente dos técnicas. La microscopía de transmisión electrónica (TEM) nos ha proporcionado información de la estructura atómica local de las láminas durante el proceso de cristalización. Adicionalmente, hemos obtenido información estructural complementaria a partir de la

difracción de electrones. Por otro lado, la espectroscopía de fotoelectrones inducidos por rayos X (XPS) se ha utilizado para comprobar la estequiometría de las muestras.

2.4.1 Espectroscopía de fotoelectrones inducidos por Rayos X (XPS)

La espectroscopía de fotoelectrones inducidos por rayos X (XPS) está basada en el efecto fotoeléctrico. En esta técnica se hacen incidir los Rayos X sobre la muestra interaccionando con electrones de niveles energéticos internos a los que transmiten su energía. Si esta es suficiente, estos electrones serán expulsados del material con una energía cinética (E_k) que responde a la ecuación:

$$E_k = h\nu - E_B - \phi \quad (3)$$

Donde $h\nu$ es la energía del fotón incidente, E_B es la energía de ligadura del electrón y ϕ la función trabajo del material (energía mínima necesaria para arrancar un electrón del material). En el proceso de expulsión, los electrones interactúan electrostáticamente sufriendo colisiones inelásticas con los átomos del material de forma que sólo una fracción de ellos puede ser emitido. El recorrido libre medio inelástico (recorrido libre de colisiones inelásticas) que depende de la energía de los electrones y de la naturaleza del material es un factor clave para la emisión de estos electrones. Normalmente, este valor se encuentra entre los 2 y los 10 nm, lo que milita esta técnica a un estudio superficial de las muestras.

Figura 2.9: Esquema general de un sistema de medida XPS.

En la Figura 2.9 se muestra el esquema general de un equipo de medidas de XPS. Consta de una cámara de ultra alto vacío en la que se sitúa la muestra sobre la que incide un haz de rayos X proveniente de un cañón. Los fotones inciden sobre la muestra provocando su emisión. Estos, pasan por una serie de lentes que focalizan el haz y lo hacen incidir en un analizador semiesférico sometido a una diferencia de potencial entre sus placas concéntricas. De esta manera son desviados en función de su energía cinética y van a dar a la salida a un detector que permite la recolección del número de electrones en función de su energía cinética. El número de electrones y su energía cinética (E_c) son medidos por un detector semiesférico. El espectro obtenido muestra picos para las energías de ligadura (E_{lig}) de la estructura electrónica de los átomos presentes en la muestra. En estos espectros aparecen los denominados ‘picos de fotoemisión’, correspondientes a los electrones emitidos desde los niveles internos del átomo. Con estos picos del espectro se determina el estado de oxidación y la concentración de los átomos superficiales del material irradiado. En el espectro también aparecen otras señales debidas a procesos de pérdidas, la emisión de electrones Auger donde el hueco inicial es el dejado por el fotoelectrón, etc. Todas las señales aparecen superpuestas a un fondo que se debe sustraer para poder cuantificar el área de los picos y su posición. Estos sistemas cuentan con cañones de iones que permiten la erosión de las láminas para realizar estudios más profundos. En nuestro caso se ha utilizado un sistema de diseño propio ...[5]

2.4.2. Microscopía TEM (Difracción electrónica, EELS, EDS)

La microscopía electrónica de transmisión (TEM) es una técnica de imagen de alta resolución que permite el estudio morfológico de láminas delgadas o materiales granulares.

En este tipo de microscopios, un haz de electrones es producido por un filamento y acelerado por una rejilla metálica polarizada positivamente. El haz viaja por el vacío siendo enfocado y guiado al punto de la muestra a estudiar mediante lentes electromagnéticas.

Figura 2.10: a) Esquema básico de microscopio electrónico (TEM), b) Analytical Titan-Low Base.

La energía de los electrones incidentes es muy alta (80-400 KeV) y la muestra debe ser suficientemente delgada para ser atravesada por el haz incidente (100-200 Å). Mediante la recolección de los electrones que traspasan la muestra se pueden obtener dos tipos de imágenes: la observación directa de la estructura de la muestra y el patrón de difracción obtenido por la dispersión electrónica al atravesar la muestra. La imagen de difracción nos da información directa sobre la simetría cristalina o distancias atómicas. Si se tienen imágenes con resolución atómica, también es posible obtener un patrón de difracción de electrones mediante una Transformada de Fourier sobre la imagen directa. En la imagen directa podemos estudiar tamaños de grano, grados de cristalinidad/amorficidad, diferentes direcciones de planos cristalinos...[6]

En nuestro caso, las medidas de TEM han sido realizadas por el Dr. Alvaro Mayoral utilizando un FEI Titan Low Base y un FEI High Resolution Image TITAN³ en las instalaciones del Laboratorio de Microscopías Avanzadas (LMA) del Instituto de Nanociencia de Aragón (INA). Estos sistemas permiten, además de la obtención de imágenes de alta resolución y de medidas de dispersión inelástica de electrones, medidas de espectroscopía de pérdida de energía de electrones (EELS) o de espectroscopía de energía dispersiva de rayos X (EDS). En las medidas EELS se estudia la energía perdida por los electrones tras atravesar la muestra, dependiente del electrón con el que ha chocado (el átomo al que pertenece, el nivel energético...). Dependiendo de los átomos colindantes con los que interacciona, los electrones saldrán con una energía determinada que nos dará información sobre la disposición de los primeros vecinos de manera equivalente a los expuesto en el apartado de XANES. En las medidas de EDS

se recogen los rayos X emitidos por la muestra al absorber parte de la energía del haz de electrones incidente. Como ya hemos explicado, estos fotones tienen energías características que nos dan información acerca del elemento que compone la muestra y la transición energética. La resolución del sistema en este tipo de medidas es de 0.14 eV en energía y 0.2 nm espacialmente. De esta manera, y teniendo en cuenta el modo de barrido, podemos tener mapas de composición química y conocer la disposición de los elementos que componen la muestra.

Para estudiar muestras en este tipo de microscopios, éstas deben tener un espesor adecuado para ser atravesados por el haz de electrones. Para ello, en nuestro caso, las láminas de FeB con 13 nm de espesor se han adelgazado hasta obtener lamelas de 3 nm de espesor. Este proceso se ha realizado mediante un sistema Dual Beam Helios Nanolab 600/650 por parte de Isabel Rivas y Laura Casado en las instalaciones del LMA-INA.

2.5. Caracterización magnética

La caracterización magnética se ha realizado, por un lado, mediante Magnetometría de muestra vibrante (VSM) y efecto Kerr Magneto-óptico (MOKE y microscopía MOKE), técnicas que permiten estudiar tanto los procesos de imanación cuasiestáticos y, por el otro, mediante Resonancia Ferromagnética (FMR) y microscopía MOKE con resolución temporal, que permiten estudiar la dinámica de la imanación en alta frecuencia, en el rango de las microondas

2.5.1. Magnetometría de muestra vibrante (VSM)

La magnetometría de muestra vibrante (VSM) es una técnica muy usual para realizar medidas cuantitativas de imanación. Está basada en las medidas de variación de flujo magnético que sobre unas bobinas detectoras provoca una muestra con momento magnético vibrando. La variación del flujo genera en ellas una fuerza electromotriz que, obedeciendo la ley de Faraday, es proporcional al momento magnético de la muestra.

Figura 2.11: a) Imagen del sistema MLVSM9-MagLabVSM utilizado. b) Esquema de un sistema VSM [2].

Se ha utilizado sistema MLVSM9-MagLabVSM de Oxford Instruments que permite medidas bajo la aplicación de un campo externo de hasta 9 Teslas y a temperaturas en un rango de entre 5 y 300 K (RT) con una resolución máxima de 1×10^{-6} emu y con un ruido inferior a 4×10^{-7} emu.

Un motor hace vibrar una varilla a la que se ancla un portamuestras con la muestra pegada. La vibración se realiza en torno a la posición central entre las bobinas captoras a una frecuencia constante de 55 Hz y con amplitud variable (0.1-1.5 mm). Unas bobinas superconductoras permiten la aplicación del campo magnético externo en la dirección paralela a la vibración de la muestra. El sistema se encuentra sumergido en un reservorio de Helio líquido contenido a su vez en uno de Nitrógeno líquido. Esto permite tener las bobinas en estado superconductor. Además, el reservorio de He está conectado con el espacio de la muestra mediante una válvula de aguja. Controlando el flujo de He entre ambos espacios y con la ayuda de un calentador localizado en el espacio de la muestra se consigue el control de la temperatura.

Cambiando la orientación de la muestra se pueden hacer medidas tanto en el plano como perpendiculares al mismo pudiéndose obtener información de las posibles anisotropías. Cabe resaltar que el sistema permite realizar únicamente medidas globales de la muestra.

Se debe tener en cuenta que la señal medida tendrá componentes asociadas a los sustratos sobre los que han sido crecidas las muestras que deberán restarse en cada caso. Se han realizado medidas de ciclos de histéresis para la obtención de valores de la imanación de saturación de las muestras, así como medidas de aproximación a la saturación en función de la temperatura.

2.5.2. Resonancia Ferromagnética (FMR)

La orientación de la imanación $\vec{M}$ de una muestra se obtiene de la minimización de su energía libre que incluye términos asociados a los campos aplicado (Zeeman) y dipolar (de origen magnetostático) y a las anisotropías, entre otros. Estas interacciones dan como resultado la acción de un campo magnético efectivo $\vec{H}_{ef}$. La ecuación del movimiento de la imanación sin considerar términos disipativos es:

$$\frac{d\vec{M}}{dt} = -|\gamma| \mu_0 \vec{M} \times \vec{H}_{ef} \quad (4)$$

donde γ es el factor giromagnético y el producto $\vec{M} \times \vec{H}_{ef}$ es el momento del campo efectivo.

Al separarse un ángulo θ de la posición de equilibrio, la imanación comienza a precesionar en torno a $\vec{H}_{ef}$ con su frecuencia angular natural ω_r , como se muestra en la Figura 2.12

Figura 2.12: Precesión de la imanación alrededor de la posición de equilibrio estático, en la dirección del campo efectivo.

Si se aplica un pequeño campo de radiofrecuencia (rf) de frecuencia angular ω (normalmente transversal al campo aplicado) la imanación precesiona en torno a $\vec{H}_{ef}$ con la misma frecuencia y se maximiza la absorción de energía del sistema cuando la frecuencia del campo rf aplicado (ω) coincide con la frecuencia natural ω_r . En este punto, el sistema entra en condición de resonancia, $\omega = \omega_r$. La susceptibilidad magnética es máxima y se tiene un desfase de $\pi/2$ en la precesión respecto al campo rf (es imaginaria). De hecho, si no hay términos disipativos, la susceptibilidad tiende al infinito y es proporcional a $1 - (\omega/\omega_r)^{-2}$ [7]. Si se consideran términos disipativos en la expresión (4) se obtiene la expresión de Landau-Lifshitz-Gilbert [8]:

$$\frac{d\vec{M}}{dt} = -|\gamma| \mu_0 \vec{M} \times \vec{H}_{ef} - \frac{\alpha|\gamma|}{M} \mu_0 \vec{M} [\vec{M} \times \vec{H}_{ef}] \quad (5)$$

donde α es el término de amortiguamiento adimensional de Gilbert, típicamente del orden de 10^{-2} - 10^{-4} en la mayoría de los materiales. La frecuencia de resonancia, aunque se considere el amortiguamiento, no sufre cambios significativos (a no ser que el amortiguamiento sea muy alto) y la disipación máxima, proporcional a la parte imaginaria de la susceptibilidad en la resonancia, deja de ser infinita.

La mayoría de los sistemas experimentales de FMR están basados en el uso de una excitación rf (H_{rf}) constante y la búsqueda de la condición de resonancia mediante barridos del campo estático externo (H_0). La señal medida mediante lock-in, es proporcional a la derivada de la parte imaginaria de la susceptibilidad ($d\chi''/dH_{rf}$) que, como ya ha sido comentado, es proporcional a la energía absorbida por el sistema. En la Figura 2.13 a) se muestra una señal típica FMR donde se indica el campo de resonancia H_r y la anchura de línea ΔH_{pp} , que está relacionada con los mecanismos de amortiguamiento. En conclusión, la técnica de FMR está basada en medidas de pérdida de energía magnética de una muestra sometida a un campo rf en función de un campo DC estático (H_0).

Figura 2.13: a) Derivada de la parte imaginaria de la susceptibilidad respecto del campo indicando el campo de resonancia H_r y anchura de línea ΔH_{pp} . La integral de la curva se muestra en el inset. b) cavidad resonante entre los polos del electroimán.

Nuestros experimentos han sido realizados en colaboración con el Profesor Nikolai A. Sobolev y Bruno Teixeira en las instalaciones del Departamento de Física de la Universidad de Aveiro, en Portugal. Se ha utilizado un sistema EPR-Bruker ESP 300 E basado en una cavidad resonante TE_{102} , mostrado en la Figura 2.13 b) donde las muestras son expuestas a un campo de microondas de 9.87 GHz (H_{rf}). La cavidad se encuentra entre las piezas polares de un electroimán que puede aplicar campos perpendiculares de hasta 1.5 T (H_0). En la Figura 2.14 se muestra un esquema de las líneas del campo rf y la orientación relativa entre los campos rf y DC (perpendiculares entre sí).

Figura 2.14: Esquema de las líneas de campo de rf dentro de la cavidad resonante y de la orientación relativa de los campos rf y DC.

Cuando se alcanza la condición de resonancia, la absorción de microondas alcanza un máximo y el factor de calidad de la cavidad de resonancia cambia, incrementando su reflectividad. El

campo DC está modulado con un campo de baja frecuencia (100 kHz) y la señal es detectada mediante un lock-in que mejora la relación señal-ruido.

Figura 2.15: Disposición de las láminas en las medidas en el plano (In-plane, IP) y fuera del plano (out-of-plane, OOP), dirección de los campos DC y rf y ejes de giro en las medidas.

El sistema permite medir la dependencia angular del campo de resonancia en dos geometrías distintas: en el plano (IP) y fuera del plano (OOP). En el primer caso, el portamuestras permite girar la muestra en torno a un eje perpendicular a ella manteniendo el campo DC paralelo al plano de la muestra y el rf perpendicular a ella. Las medidas angulares del campo de resonancia se han hecho en su mayoría con pasos de 5° con una resolución de 0.25° empezando con el campo DC paralelo a los lados del sustrato. El portamuestras en la geometría OOP permite la rotación de la muestra alrededor de un eje paralelo al plano de la muestra y a uno de los lados del sustrato. En este caso, el campo rf es paralelo a la muestra y el DC cambia de paralelo ($\theta = \pm\pi/2$) a perpendicular ($\theta = 0$) al plano. Las medidas se realizan en general cada 10° entre -110° y 110° .

2.5.3. Efecto Kerr Magneto-Óptico (MOKE)

Cuando la luz incide sobre un material en presencia de un campo magnético cuasi-estático sufre diferentes tipos de efectos magneto-ópticos según sea transmitida o reflejada. Si estamos en transmisión, al atravesar el material, la luz sufre el conocido como efecto Faraday: una rotación del plano de polarización de la luz en caso de que esté linealmente polarizada. En reflexión, se tiene el conocido como efecto Kerr, medible en tres posibles configuraciones: i) configuración longitudinal (el campo es paralelo a la superficie de la muestra y al plano de incidencia de la luz); ii). Configuración transversal (el campo es paralelo a la superficie, pero

perpendicular al plano de incidencia de la luz); iii) configuración polar (el campo aplicado es perpendicular a la superficie de la muestra).

Para las configuraciones longitudinal y polar, el efecto ocurre para luz incidente con polarización lineal tanto P ($\vec{E}$: campo eléctrico asociado a la luz, paralelo al plano de incidencia) como S ($\vec{E}$ perpendicular al plano de incidencia). En ambos casos, la luz reflejada pasa a tener una polarización elíptica. Como se puede ver en la figura, el eje mayor de la elipse sufre una rotación, normalmente de un pequeño ángulo denominado rotación Kerr θ_k . Además, se tiene el cambio asociado a la denominada elipticidad Kerr ϵ_k , responsable del cambio de la polarización lineal a la elíptica. Estos efectos son proporcionales en magnitud a la imanación de la muestra M .

Figura 2.16: a) Efecto Kerr configuración longitudinal, b) Efecto Kerr configuración transversal.

La luz reflejada puede ser entendida como una combinación de dos campos eléctricos perpendiculares. El primero, es reflejado con el mismo estado de polarización que el incidente y tiene una magnitud multiplicada por el factor de reflexión de Fresnel del material $|\vec{E}_r| = r|\vec{E}_0|$. El segundo es perpendicular al incidente y con una magnitud multiplicada por el coeficiente Kerr $|\vec{E}_k| = k|\vec{E}_0|$ (Figura 2.16 a)).

En la configuración transversal únicamente la luz con polarización incidente P sufre el efecto Kerr. La polarización de salida en este caso tiene un pequeño cambio en la intensidad reflejada de en torno a 1%. De nuevo se tienen dos componentes de salida, la reflejada y proporcional al coeficiente de Fresnel y la de Kerr. La componente Kerr es de nuevo proporcional a la magnitud y dirección de la imanación de la muestra siendo por tanto ambas componentes

paralelas en este caso. Al realizar medidas histeréticas pasamos de saturar la muestra en una dirección a la completamente opuesta de manera que se tendrá una señal Kerr proporcional a la diferencia de reflectividad en ambos casos, $R_{max} = |r + k|$ Y $R_{min} = |r - k|$ tal y como se muestra en la Figura 2.16 b). Se puede obtener una explicación teórica más extensa en la literatura, por ejemplo en [9, 10].

Para las medidas sobre lámina delgada se ha utilizado un sistema de diseño propio con un diodo laser de 640 nm de longitud de onda (rojo) y un soporte para las muestras que permite la rotación manual de las mismas cada 5 grados en torno a un eje perpendicular a su plano y paralelo al plano de incidencia. El láser incide sobre la muestra tras atravesar una lámina $\lambda/4$ para modular la intensidad, un objetivo de cámara que actúa como lente y un polarizador que permite seleccionar la polarización de entrada (P en configuración transversal). Tras reflejarse en la muestra, la luz atraviesa otro polarizador (analizador) que seleccionará la polarización P antes de llegar al fotodiodo donde se mide la intensidad.

Figura 2.17: Fotografías del sistema de diseño propio para medidas MOKE sobre láminas. Figura obtenida de [2].

Se han realizado medidas en configuración transversal para caracterizar la respuesta histerética de las muestras en función de la dirección de aplicación del campo. Mediante la evolución angular de campos coercitivos y la remanencia hemos obtenido información acerca

de la anisotropía de las láminas y su evolución con los recocidos, en muestras crecidas sobre los dos tipos de sustratos (MgO (001) y Corning glass).

En el Capítulo IV se han realizado medidas locales sobre líneas litografiadas a partir de láminas continuas de FeB. En este caso, se ha utilizado otro sistema (también de diseño propio) con la misma fuente láser. Éste se compone de tres torres: una de incidencia, otra de posicionamiento de la muestra y por último la del detector. La primera torre permite movimiento de acercamiento/alejamiento del haz sobre la muestra mediante un motor de paso micrométrico y contiene la fuente láser, una lámina $\lambda/4$ para modular la intensidad y un polarizador para controlar la polarización de la luz incidente. La segunda permite el posicionamiento lateral de la muestra mediante otro motor de paso micrométrico y acoge tanto la muestra como unas bobinas Helmholtz que permiten la aplicación de campos de hasta 400 Oe. Se sitúa una sonda Hall junto a la muestra para tener una medida precisa del campo magnético. En la última torre se tiene una lente y una caja óptica de AG-Magnetismus de la Universidad Técnica de Kaiserslautern (Hillebrands et. al), pudiendo cambiarse su altura. En la caja, el haz atraviesa un prisma de Wollaston dividiéndose en dos con polarizaciones perpendiculares que son recogidas por un par de fotodetectores.

Durante las medidas, se orienta el polarizador de entrada para conseguir que la polarización tras la reflexión en la muestra esté a 45° para poder tener la misma intensidad en los dos fotodetectores. La señal se mide de manera diferencial entre los dos detectores $((I_1 - I_2) / ((I_1 + I_2)))$, donde I_1 e I_2 representan las intensidades medidas en cada uno de ellos. La señal magnética asociada al cambio de reflectividad de la muestra es medida mejorando el factor señal/ruido. El tamaño del spot es aproximadamente de unas 20 micras. Gracias a los motores micrométricos y con la ayuda de una cámara-microscopio podemos disponer el spot laser en las zonas de las líneas que nos interesen para realizar medidas locales pudiendo estudiar así la respuesta histerética de las líneas en zonas irradiadas o lejos de ellas.

2.5.4. Microscopía MOKE

La microscopía MOKE es una técnica basada en medidas de efecto Kerr que permite la visualización de dominios magnéticos. Se ha realizado en colaboración con el grupo del profesor Rudolf Schaeffer en las instalaciones del *“Leibniz-Institut für Festkörper- und Werkstoffforschung”* del IFW, en Dresden y con el grupo del Profesor Jeffrey McCord en las

instalaciones del ``Institut für Materialwissenschaft`` en la *Christian-Albrechts Universität* de Kiel.

En ambos casos se han utilizado microscopios de alta resolución de Evico Magnetics que permiten utilizar diferentes tipos de bobinas o electroimanes para aplicar campos externos en la geometría deseada (2 polos en un eje, 4 polos en ejes perpendiculares, campo polar...). Además, se pueden elegir los tres tipos de sensibilidades (longitudinal, transversal, polar). Los sistemas contienen un microscopio óptico convencional Zeiss montado en una superficie granítica para su estabilidad mecánica con el que se pueden utilizar objetivos de hasta 100 aumentos (en inmersión de aceite). El sistema tiene dos fuentes LED de distintos colores (rojo y azul). Los polarizadores de entrada se acoplan a las fuentes de manera que cada una de ellas se utilice para una geometría de medida definida (longitudinal o transversal). Cuando la luz se refleja en la muestra, es recogida mediante una cámara CCD controlada por software, obteniéndose la imagen.

Figura 2.18: Imagen microscopio Evico Magnetics utilizado donde se señalan los principales componentes del sistema.

Una vez que la geometría ha sido elegida y tenemos la imagen de nuestra muestra, ésta tiene que ser optimizada mediante el ajuste del contraste cambiando los polarizadores, la intensidad

de la luz y el tiempo de exposición de la cámara, entre otras cosas. Una vez que la imagen es buena debemos proceder a obtener el contraste magnético. Para ello, se debe adquirir una imagen base en la que no deben aparecer dominios magnéticos para restarla más adelante. Esta imagen se obtiene tras la saturación de la muestra en una dirección o mediante la aplicación de campos alternos (AC) de baja frecuencia. Una vez se tiene esta imagen, se procede a la aplicación de campos que nos interesen y a la toma de imágenes a las que se restará la base, obteniéndose así la visión directa de los dominios magnéticos de la muestra.

Se han realizado medidas de la señal MOKE media por pixel en las imágenes obtenidas en función del campo aplicado. De esta manera, aunque no se tiene información cuantitativa del momento magnético de la muestra se pueden realizar medidas histeréticas locales variando el tamaño y la forma del área considerada, así como su situación. A lo largo del capítulo IV (Resultados muestras litografiadas) se hará referencia a estas áreas utilizadas para las medidas locales como “spots” de medida, aunque propiamente no sea así. Antes de las medidas de los ciclos, se han desimanado las muestras con campos AC (2 Hz) de 5 mT, con 20 s de decaimiento.

2.5.5. Microscopía MOKE con resolución temporal (TRMOKE)

Para la caracterización de la respuesta dinámica, los mecanismos de inversión y la posibilidad de la aparición de ondas de espín en diferentes materiales se deben utilizar técnicas muy específicas. Tras un gran esfuerzo a lo largo de los años, se han desarrollado sistemas que permiten la obtención de imágenes para el análisis de la respuesta magnética en altas frecuencias (MHz-GHz), para escalas temporales por debajo del nanosegundo, basados en métodos magneto-ópticos o de rayos X.

En nuestro caso hemos utilizado un microscopio Kerr estroboscópico de campo extenso de diseño propio con resolución de picosegundos [11, 12]. Una serie de filtros a lo largo del camino óptico mejoran la relación señal ruido mediante la eliminación de manchas secundarias del láser, el principal problema de estos sistemas. El sistema permite medidas con resolución lateral de hasta 400 nm y una resolución temporal de hasta 0.5 ps. En la Figura 2.19 se tiene el esquema que va a ser explicado. Una señal de referencia se utiliza para sincronizar la señal del generador de campo rf y el láser. El reloj de 50 MHz para el láser se obtiene a partir de los armónicos superiores del reloj de 10 MHz del generador de rf.

Figura 2.19: Esquema del sistema de medida TRMOKE utilizado obtenido

Para trabajar a altas frecuencias se ha utilizado como fuente de luz un láser de diodo bombeado Nd: YVO₄ ($\lambda=516$ nm) de frecuencia doblada y pulsos de 7 ps de duración con una frecuencia de repetición fija. La salida del láser, con una potencia media de 150 mW, se acopla al microscopio mediante una fibra óptica multimodo. Ajustando la posición y el foco de la salida de la fibra se pueden controlar el plano de incidencia y la dirección de la sensibilidad obteniéndose así el contraste magneto-óptico. La imagen debe ser optimizada mediante el sistema analizador-compensador.

Un generador de señales de radiofrecuencia con ancho de banda de 20 GHz se utiliza para excitar el campo sinusoidal rf. La señal es enviada por una guía de onda coplanar de 50 Ω y una anchura de 150 micras. La señal sinusoidal tiene una amplitud de 4V pico a pico que corresponde a campos magnéticos de $H_{rf}=0.3$ mT. Las muestras deben situarse sobre la guía boca abajo para tener un buen acoplo con el campo. Para poder focalizar el láser en la muestra, se utiliza una lente objetivo con anillo corrector.

La imagen con resolución temporal se obtiene mediante un método estroboscópico diferencial cambiando el retraso entre el campo de excitación r.f. y el pulso del láser. Se toman imágenes diferenciales de dos estados de imanación con un cambio de fase entre ellos. Después, se toman imágenes con un cambio de fase extra seleccionado. Se repite cada medida 1000 veces por cada desfase seleccionado para mejorar la calidad de la imagen obtenida. De esta manera,

sólo se ven los cambios en la imanación. Para comprobar el correcto funcionamiento del experimento, la salida de la guía coplanar se detecta mediante un osciloscopio de banda ancha en el que se monitorizan el voltaje y el tiempo de la señal.

De la misma forma que en el caso de las medidas con microscopía MOKE estática, se han realizado medidas locales seleccionando en cada caso el tamaño, forma y posición del área a estudiar. De nuevo se le denominará spot de medida.

Capítulo 3

Láminas delgadas

3.1. Introducción

En primer lugar nos hemos encargado de caracterizar las propiedades estructurales, cristalóquímicas y magnéticas de un material susceptible de ser utilizado en el desarrollo de dispositivos magnónicos. Como ya se ha discutido en la introducción, se necesitan materiales ferromagnéticos blandos, con una imanación de saturación alta, la posibilidad de ser modificados fácil y localmente y un factor de amortiguamiento bajo. Considerando estas condiciones, se ha elegido una aleación metálica amorfa basada en Fe. Las aleaciones metálicas amorfas han sido el objeto de gran número de estudios desde que P. Duwez y colaboradores lograron obtener las primeras en torno a 1961 mediante técnicas de enfriamiento ultrarrápido [1-4]. Además de este procedimiento, existen otros muchos métodos de obtenerlos, entre los que cabe citar los de deposición en fase de vapor, deposición electrolítica, deposición química, aleación mecánica, etc. [5-9].

Las distintas aleaciones amorfas se pueden clasificar en función de su composición en tres grupos: metal de transición-metalóide (TM-M), metal de transición-tierra rara (RE-TM) , e intermetálicos de transición (TM-TM') . De estos tipos, uno de los más estudiados tanto desde el punto de vista de sus características básicas como de sus propiedades y aplicaciones, es el de composición metal de transición-metalóide (TM- M). Independientemente del método de obtención empleado, la característica estructural básica de los amorfos es la ausencia de la periodicidad translacional de largo alcance típica en los materiales cristalinos. Por ello, los espectros de dispersión, tanto de rayos X como de electrones o neutrones, no presentan picos definidos [10]. Sin embargo, estos mismos espectros demuestran que existe un cierto grado de orden de corto alcance, similar al presente en los metales fundidos, que se conserva hasta distancias del orden de $10 \text{ \AA}$. Una gran variedad de técnicas experimentales suministran resultados que confirman la presencia de dicho orden (la fenomenología de inducción de anisotropías magnéticas, los estudios de fracción de empaquetamiento, las medidas de difusividad y la espectroscopía Mossbauer entre otros). Desde el punto de vista termodinámico, estas aleaciones se encuentran fuera del equilibrio, con energía libre (a temperaturas inferiores a la de fusión) superior a las de las correspondientes aleaciones cristalinas. La metaestabilidad viene provocada por la rápida disminución de la movilidad atómica durante el proceso de producción que inhibe la relajación de la estructura que la llevaría a una configuración de mínima energía [11]. Todo ello hace que, a partir del estado amorfo, sea posible activar térmicamente los mecanismos de difusión atómica y relajar la

estructura parcialmente preservando la amorficidad (relajación estructural) o totalmente (cristalización). Este hecho es uno de los más interesantes desde el punto de vista de las aplicaciones tecnológicas. De una parte, mediante tratamientos térmicos adecuados se puede lograr variar muchas de las propiedades de estos amorfos de manera que en muchos casos es posible "diseñar" un material con propiedades "ad hoc" para una aplicación concreta. De otra parte, mediante cristalización controlada es posible lograr nuevas fases cristalinas metaestables o tipos de microestructuras difícilmente obtenibles por métodos convencionales.

Muchas de las aleaciones amorfas del tipo TM-M son ferromagnéticas, siendo este hecho uno de los que más ha influido a la hora de fomentar la investigación aplicada sobre estos materiales. En cuanto a su comportamiento magnético, su característica fundamental es que son materiales blandos. Debido a la ausencia de anisotropía magnetocristalina presentan campos coercitivos muy bajos, típicamente entre 0.1 Oe y 10 Oe, y susceptibilidades muy altas, del orden de 10^5 o 10^6 . Su imanación de saturación es razonablemente alta, comparable a la de las aleaciones cristalinas de composición similar, y sus valores de magnetostricción[12-14] pueden variar entre 10^{-4} y 10^{-7} . El origen de la anisotropía (como máximo del orden de 10^3 J m⁻³) en la mayoría de estos materiales se encuentra en el acoplamiento magnetoelástico entre las tensiones internas existentes en ellos y la imanación. Por ello es posible reducir de manera considerable la energía de anisotropía mediante tratamientos térmicos que provoquen la relajación de dichas tensiones. Por otro lado, la inducción de anisotropías controladamente, mediante recocidos con tensión o campos magnéticos o mediante cristalización selectiva, es muy útil para aplicaciones concretas.

Las propiedades magnéticas de los amorfos, especialmente su carácter de material blando y la posibilidad de modificar de manera controlada su anisotropía, les hace susceptibles de ser utilizados en numerosas aplicaciones[15, 16] como multiplicadores de flujo, sensores de tensión [17] y de campo magnético y en aplicaciones en el rango de la radiofrecuencia. Por otra parte, ya en forma de lámina delgada, las propiedades mencionadas junto con su homogeneidad estructural y los efectos de intercara los hacen especialmente adecuados para aplicaciones en el ámbito de la espintrónica, por ejemplo como lámina libre ("free layer") en uniones túnel magnéticas (MTJ) [9, 18, 19], en osciladores de "spin torque" (STO)[20] o en memorias RAM de transferencia momento de spin (STT MRAM) [21, 22] en las cuales se requiere una corriente crítica baja, normalmente ligada a un bajo coeficiente de amortiguamiento α . Esto es especialmente relevante en aplicaciones relacionadas con la

magnónica ya que puede permitir la propagación de ondas de espín coherentemente a largas distancias, hasta de decenas de micras (Unai et al to be published).

En nuestro caso nos hemos centrado en el estudio de la aleación amorfa $\text{Fe}_{80}\text{B}_{20}$, desarrollada por primera vez en 1976 por la Allied Corporation bajo el sobrenombre de “METGLAS 2605” [23-25] en forma de material masivo. La anisotropía magnética de esta aleación depende mucho del proceso de fabricación y, en el caso de las muestras obtenidas por enfriamiento rápido, de la distribución de tensiones internas. Como ejemplos más significativos, Schroeder [26] et al. obtuvieron valores de $2 \times 10^3 \text{ Jm}^{-3}$ en muestras comerciales a partir de estudios de la estructura de dominios mientras que Egami [27] estudió muestras fabricadas por sputtering de espesores del orden de decenas o incluso centenares de micras, obteniendo valores de anisotropía que iban del orden de 10^3 Jm^{-3} en las más gruesas hasta valores superiores a 10^4 Jm^{-3} en las más finas. En cuanto a la cristalización de estas aleaciones, en primer lugar deberemos indicar que las fases en el diagrama de equilibrio del Fe-B, en orden de menor a mayor contenido de B, son FeB y Fe_2B , estables, y una fase metaestable de mayor contenido en Fe, Fe_3B . No entraremos en detalles respecto a la estructuras de estas fases ya que el objetivo prioritario de esta tesis no consiste en revisar los procesos de cristalización de la aleación amorfa. Numerosos artículos han tratado la temperatura de cristalización, la mayoría de ellos en muestras masivas obtenidas por enfriamiento rápido. En este caso la temperatura de cristalización reportada en la literatura está entre 370°C y 390°C y el producto de cristalización es inicialmente una mezcla de Fe_3B más $\alpha\text{-Fe}$ que, a temperaturas más elevadas, se descompone en Fe_2B más $\alpha\text{-Fe}$ [24, 28-31]. No obstante, incluso en muestras masivas la cristalización depende de factores extrínsecos. Como ejemplo, Vavassori (98) obtuvo temperaturas de cristalización entre 400°C y 420°C dependiendo del estado de la superficie de la muestra, que parece ser un factor determinante en el mecanismo de la cinética de cristalización. En cuanto a películas delgadas de Fe-B, el resultado más destacado [32] está referido a muestras depositadas por sputtering sobre sustratos de cuarzo fundido. En esta caso se obtienen ya cristales embebidos en matriz amorfa a temperaturas notablemente más bajas que en muestras masivas, aproximadamente a 250°C , y la cristalización finaliza a unos 350°C , fundamentalmente debido al papel de la superficie en la nucleación y crecimiento de los cristalitos.

A pesar de lo mencionado unos párrafos más arriba, no existen en la literatura demasiados trabajos dedicados al análisis de las propiedades dinámicas de láminas delgadas amorfas, y especialmente a sus mecanismos de amortiguamiento. La mayoría de los trabajos publicados

se centran en aleaciones de base Co-Fe-B con distintos contenidos relativos de Fe y Co y, aproximadamente, un 20% de B, las cuales son comumente empleadas en uniones túnel con MgO como barrera. En la mayoría de los casos simplemente se emplean como precursores amorfos debido a que presentan intercaras especialmente planas y a que son susceptibles de ser “diseñados” con una anisotropía ad-hoc [33-36] y, dependiendo de las condiciones (composición, espesor, tramientos, “capping” etc.), permiten obtener valores de amortiguamiento entre 0.003 y 0.01. El trabajo más interesante en el que se comparan los parámetros dinámicos de láminas amorfas y cristalizadas de composiciones similares es el de Devolder 2013. En este trabajo se dan valores de α , superiores a 0.01, prácticamente independientes del estado amorfo o cristalino en $(\text{Co-Fe})_{80}\text{B}_{20}$ con diferentes contenidos relativos de Co y Fe. En el caso concreto de las aleaciones puramente de $\text{Fe}_{80}\text{B}_{20}$, objeto de esta tesis, solo hemos encontrado en la literatura valores correspondientes a láminas cristalizadas a partir de precursores amorfos, en concreto de 0.004 [34] o 0.005 [37].

Nuestro objetivo es obtener láminas delgadas de $\text{Fe}_{80}\text{B}_{20}$ controladas y, a ser posible, con bajo amortiguamiento α , para lo cual estudiaremos la evolución con la temperatura de tratamiento de las características estructurales y morfológicas y su relación con las propiedades magnéticas tanto cuasiestáticas (anisotropía, procesos de histéresis) como dinámicas (esencialmente las resonancias y el amortiguamiento en el rango de las microondas) en películas con espesores de en torno a 20 nm, depositadas por PLAD sobre dos tipos de sustratos: MgO (001) y Corning glass®. El intervalo de tratamiento estudiado irá desde temperaturas suficientemente bajas, de aproximadamente 125 °C, para que se produzca exclusivamente relajación estructural hasta de cerca de 450 °C, que presumiblemente producirán la cristalización total de la muestra. En este capítulo presentamos la caracterización de las propiedades magnéticas cuasiestáticas (VSM, MOKE) y dinámicas en el rango de los GHz (FMR, TRMOKE) de las películas. También presentamos un análisis estructural, químico y morfológico (XRD, HRTEM, XPS, EELS, EDX) de los resultados del proceso cristalización de las láminas amorfas sometidas a los diferentes tratamientos isoterms, que nos permitan interpretar los resultados de la caracterización.

Antes de comenzar a mostrar los estudios realizados, se presenta una tabla con las características de las muestras y el nombre abreviado con el que nos referiremos a ellas a lo largo del capítulo:

Nombre abreviado	Sustrato	Temp. Recocido (°C)	Recubrimiento
M0	MgO	RT	-----
M125	MgO	125	-----
M165	MgO	165	-----
M250	MgO	250	-----
M350	MgO	350	-----
M450	MgO	450	-----
M0Au	MgO	RT	Au
M125Au	MgO	125	Au
M165Au	MgO	165	Au
M250Au	MgO	250	Au
M350Au	MgO	350	Au
M450Au	MgO	450	Au
C0	Vidrio Corning	RT	-----
C0Au	Vidrio Corning	RT	Au
C125Au	Vidrio Corning	125	Au
C165Au	Vidrio Corning	165	Au
C250Au	Vidrio Corning	250	Au
C350Au	Vidrio Corning	350	Au
C450Au	Vidrio Corning	450	Au

Tabla 3.1: Listado de muestras con sus características

3.2. Caracterización estructural, morfológica y química

3.2.1: XPS

Se han realizado, en primer lugar, medidas de espectroscopía fotoelectrónica de Rayos X (XPS) sobre algunas de las láminas para comprobar si respondían a la estequiometría deseada.

Figura 3.1: Espectros XPS para los niveles Fe2p y B1s realizados sobre la muestra M450.

Se incide sobre las láminas con energías en torno a las de ligadura de los niveles Fe2p y B1s obteniéndose los espectros de la Figura 3.1 en el caso de la muestra M450. Además, a partir de la intensidad relativa de cada pico se obtiene un estudio estadístico que corrobora la relación estequiométrica de 4 a 1 entre el Fe y el B.

3.2.2: Reflectividad de Rayos X (XRR)

Se han realizado medidas de reflectividad de RX de incidencia rasante en las instalaciones anteriormente citadas para obtener el espesor de las láminas crecidas. De esta forma, se ha confirmado el ritmo de deposición al comparar los valores obtenidos con el espesor nominal. Además, de esta forma conocemos la cantidad de material depositada. En la Figura 3.2 se tiene

la reflectividad de una muestra recién depositada sobre un sustrato de MgO y con recubrimiento de Au.

Figura 3.2: Reflectividad de bajo ángulo de la muestra M0Au medida en el difractómetro del ICMM con $\lambda=1.5405 \text{ \AA}$

Las medidas fueron realizadas en el difractómetro Brucker Advance D8 en las instalaciones del ICMM utilizando la radiación del $\text{Cu } k_\alpha$ ($\lambda=1.5405 \text{ \AA}$) en incidencia rasante y barrido entre 0.5° y 6° con un paso de 0.005° . Se observan dos series de oscilaciones acopladas, con una de mayor frecuencia “montada/superpuesta” sobre otra con picos más anchos. De la posición de los picos con mayor frecuencia y utilizando la ecuación (referencia) se obtiene el espesor total de la lámina d_{tot} . A partir de los picos de la envolvente se obtiene el espesor del recubrimiento d_{Au} . Restando ambos valores se tiene finalmente el espesor de la lámina de FeB depositada d_{FeB} . Los valores obtenidos a partir de este análisis fueron: $d_{\text{tot}} = (33.2 \pm 0.3) \text{ nm}$, $d_{\text{Au}} = (6.8 \pm 0.1) \text{ nm}$, $d_{\text{FeB}} = (26.4 \pm 0.4) \text{ nm}$ muy cercano a los 25 nm nominales esperados. Se ha recalibrado el ritmo de evaporación del Au ya que, nominalmente, el grosor del recubrimiento debería de haber sido unos 3-5 nm.

3.2.3: Difracción de Rayos X (XRD)

La amorficidad en esta aleación se obtiene por la introducción de átomos de Boro en la red del Fe [38, 39] logrando estructuras completamente desordenadas en un estado energéticamente metaestable. Cuando un material amorfo se somete a un tratamiento térmico a temperaturas muy por debajo de la cristalización, éste se relaja a un estado energéticamente más estable liberando espacio.

Los amorfos, al tener únicamente orden a muy corto alcance no muestran picos de difracción típicos de muestras cristalinas, sino unas bandas difusas y muy anchas que aparecen a bajo ángulo. La posición y anchura de esta banda depende de la composición química y de las distancias máximas a las que se tiene orden de corto alcance. Cuando un amorfo sufre una relajación, ésta puede ser reversible con cambios en el orden químico de corto alcance o irreversible con cambios en el orden topológico.

Figura 3.3: Esquema de estructura cristalina, policristalina y de la posible disposición desordenada de los átomos de Fe y B en el amorfo $Fe_{80}B_{20}$ y del espacio libre presente antes de la relajación estructural.

El ritmo de relajación disminuye cuando se reduce el espacio libre disponible en la estructura amorfa. Se produce una redistribución atómica de las especies pasando a un estado más estable energéticamente. A través de pequeños desplazamientos atómicos se reduce el espacio libre en la muestra. Estos desplazamientos son menores que las distancias interatómicas y ocurren en zonas localizadas. En el FeB se tiene espacio libre entre átomos de Fe separados por átomos de B. En la Figura 3.3 se muestran esquemas que reflejan la disposición de átomos en materiales cristalinos, policristalinos y en el FeB amorfo.

Si la temperatura del recocido sigue subiendo, los átomos tienen una mayor posibilidad de grandes desplazamientos, difundiéndose por el material e iniciando así el proceso de cristalización del amorfo. Ambos procesos (relajación y cristalización) están complejamente entrelazados siendo muy complicada su separación y estudio [40]. Para intentar caracterizar los procesos que ocurren en las láminas delgadas de $\text{Fe}_{80}\text{B}_{20}$ durante los recocidos que llevan a su cristalización se han realizado estudios de XRD.

3.2.3.1: Bajo ángulo

Se estudia en primer lugar la banda amorfa y los cambios que sufre durante los distintos recocidos. Para ello, se han realizado estudios de XRD a bajo ángulo en la línea Spline-B del ESRF trabajando con haz monocromático a 20 KeV ($\lambda=0.619 \text{ \AA}$) en configuración de Bragg. En la Figura 3.4 se muestran los barridos 2θ entre 5° y 12.5° medidos en muestras crecidas sobre M0Au y M125Au. Se observa la típica banda amorfa a $2\theta = 7.5^\circ$ para la muestra sin recocido. A 125°C , su intensidad disminuye drásticamente y se mueve a ángulos más altos insertándose en la segunda banda que también aparece en la muestra M0Au.

Figura:3.4: Patrón de XRD a ángulos bajos para las muestras M0Au y M125Au.

La segunda banda aparece centrada en $2\theta = 10.8^\circ$ y permanece constante tras el primer recocido. Para tratar de obtener información acerca de lo que ocurre con las bandas del

amorfo tras los recocidos a temperaturas bajas se han utilizado dos funciones Gaussianas para ajustar su forma. Se han realizado ajustes sobre las muestras M0Au, M125Au y M165Au al observarse amorfas en las imágenes de microscopía TEM. De estos ajustes se ha obtenido información sobre el ángulo al que aparecen (θ_c) y de su anchura a media altura (FWHM). En la Figura 3.5 se muestran los datos de XRD para la muestra M0Au como ejemplo de los ajustes realizados.

Figura 3.5: Banda del amorfo para la muestra de M0Au (negro), ajuste de los datos a partir de dos Gaussianas (rojo); Gaussianas del ajuste de cada pico (verde y azul)

A partir de los parámetros obtenidos en los ajustes se puede calcular el radio de la primera esfera de coordinación R_1 del amorfo, que nos da información sobre las distancias a los átomos más cercanos a partir de la relación de Ehrenfest [41]:

$$2R_1 \sin \theta = 1.23 \lambda \quad (1)$$

siendo θ el ángulo de difracción y λ la longitud de onda de la radiación incidente. En la Tabla 3.2. Se muestran los valores obtenidos de los ajustes para θ_c , R_1 y FWHM. Se obvian los parámetros obtenidos para la segunda banda ya que no cambia ni de posición ni de anchura y no la asociaremos al amorfo.

Muestra	$\theta_c(^{\circ})$	$R_1 (\text{\AA})$	FWHM ($^{\circ}$)
M0Au	7.56	5.78	3.83
M125Au	11.13	3.92	6.87
M165Au	10.73	4.07	9.19

Tabla 3.2: Valores de θ_c , R_1 y FWHM para la banda amorfa obtenidos a partir del ajuste de los datos con dos funciones Gaussianas.

Se aprecia que la banda amorfa se desplaza a ángulos mayores como se apreciaba a simple vista para la muestra M125Au. Esto conlleva una disminución del radio de la primera esfera de coordinación que sufre una disminución de un 30% de su tamaño asociada a la eliminación de espacio libre entre átomos en la muestra RT. Por otro lado, se observa un aumento de FWHM, señal que se tiene mayor dispersión en el tamaño de las distancias de orden a corto alcance.

Podemos concluir a la vista de los resultados obtenidos que se confirma la existencia de una relajación estructural para las temperaturas de recocido más bajas (125 °C y 165 °C). A partir de este momento comienza el proceso de cristalización en la muestra disminuyendo el carácter amorfo en la misma. No se ha podido realizar el mismo estudio en las muestras de vidrio Corning ya que la contribución de la señal amorfa del sustrato enmascaraba la del FeB.

3.2.3.2.: Alto ángulo

Para observar picos de las fases que aparecen durante el proceso de cristalización nos centramos en barridos de alto ángulo realizados en la misma línea, utilizando la misma energía para la radiación incidente.

Figura 3.6: Patrones de difracción para las muestras en sustrato de MgO sometidas a recocidos y recubiertas de Au.

En la Figura 3.6 se muestran los resultados obtenidos para las muestras sobre MgO con recubrimiento de Au. Se observan picos a $2\theta = 16.9^{\circ}$ y 34.4° para las direcciones (200) || (400) del sustrato paralelas a la dirección de crecimiento (100). Aparecen reflexiones correspondientes al recubrimiento de Au a $2\theta = 15.1^{\circ}$ y 30.6° correspondientes a la dirección (111) en primer y segundo orden en la muestra recién depositada. Estos picos desaparecen en recocidos a temperaturas intermedias y vuelven a observarse en la muestra recocida a 450°C . Esto se puede deber a que la superficie de la muestra a RT es muy plana y el Au crece sobre ella. Sin embargo, con los tratamientos térmicos, la superficie gana rugosidad limitando el crecimiento del Au sobre ella. Cuando la muestra está completamente cristalizada la superficie es más plana de nuevo permitiendo el crecimiento del Au. No se aprecian picos de fases

intermedias de la aleación mientras que se observa un pico de la fase α -Fe (bcc) a 25.0° correspondiente a la dirección (200) para temperaturas superiores a 350°C . La ausencia de picos con otros índices da idea de un crecimiento preferencial en la dirección [100].

Figura 3.7: Visión esquemática de las redes cristalinas en el plano y su relación epitaxial de crecimiento del Fe sobre el MgO con una rotación de 45° del primero respecto del segundo.

Este crecimiento preferencial se puede explicar atendiendo a los parámetros de red del MgO y Fe que concuerdan con los del bulk ($a_{MgO} = 4.203 \text{ \AA}$, $a_{Fe} = 2.860 \text{ \AA}$, $a_{Fe} \approx a_{MgO} / \sqrt{2}$) y apenas tienen discordancia entre sí ($(a_{Fe} - a_{MgO})/\sqrt{2})/(a_{MgO}/\sqrt{2}) = -0.0038$) tal y como se muestra en la Figura 3.9 a). Se tiene por tanto preferencia para un crecimiento epitaxial del Fe en el MgO con una rotación de 45° en el plano de una de las redes respecto a la otra [42] como se puede apreciar en la Figura 3.7.

En la Figura 3.8 se presentan las medidas para las muestras crecidas sobre vidrio Corning® con recubrimiento de Au. En este caso no se tienen picos del sustrato al ser un vidrio amorfo. La banda del sustrato impide ver la asociada al FeB amorfo a bajos ángulos (no se muestra). A partir de temperaturas de recocido de 250°C aparecen picos de cristalización para el Au a 15.2° y 30.5° , correspondientes a la dirección (111). En este caso, los picos aparecen y crecen con la temperatura de recocido. Las medidas de microscopía TEM muestran que el proceso de cristalización en las muestras crecidas sobre Corning viene mediado por un proceso de nucleación que da lugar a granos que ocupan el espesor completo de la lámina a partir de los 250°C . El Au por su parte, tiene tendencia a crecer en la dirección (111) en islas.

Figura

3.8: Patrones de difracción para las muestras en sustrato de vidrio Corning sometidas a recocidos y recubiertas de Au.

De este modo, el Au tiene a crecer sobre los granos cristalizados presentes en las muestras. Por otro lado, se observan oscilaciones bien definidas en torno al pico, lo que nos da idea de la alta cristalinidad para el crecimiento del oro debida al fácil acomodo de la red del Au en la dirección (111) con un giro de 45° sobre la del Fe en la dirección (110). De este modo, conforme aumenta el crecimiento del Fe en esta dirección lo hace el del Au sobre él. No se observan reflexiones de fases intermedias de la aleación FeB. Sin embargo, aparecen picos de la fase α -Fe creciendo en dos direcciones: (200) a 25.2° para la mayor temperatura de recocido; y la (110) a 17.6° a partir de los 250 °C, creciendo además con la temperatura de recocido. No se observa la dirección preferencial de crecimiento del Fe, que el sustrato cristalino de MgO (001) favorecería.

En las muestras crecidas sobre ambos sustratos, únicamente se aprecian picos cristalinos de la fase del α -Fe durante el proceso de cristalización. Cabe resaltar que los estudios de XRD llevados a cabo en las instalaciones del ICMM y la Rama A de la línea SpLine del ESRF se han realizado en configuración θ -2 θ de Bragg-Brentano, de forma que las reflexiones provienen únicamente de planos paralelos a la superficie del sustrato. De esta forma, no se obtienen picos de fases intermedias que puedan crecer en direcciones no paralelas a dicha superficie al

no ser visibles con detectores puntuales en las geometrías utilizadas.

Figura 3.9: Patrones de difracción para las muestras a) M350Au y b) M450Au.

Por ello, se han realizado nuevas medidas, en la línea 12.3.2 del ALS para intentar observar contribuciones de las fases intermedias empleando otra geometría y el detector bidimensional Pilatus-1M. En este caso, se utiliza una incidencia rasante de 5° a una energía de 10 KeV ($\lambda=1.239 \text{ \AA}$) y con el detector formando un ángulo de 50° con el plano de las láminas. En la Figura 3.9 se muestran espectros medidos sobre las muestras de vidrio recocidas a 350°C (a) y 450°C (b), que fueron las únicas que mostraban contribuciones de fases intermedias de FeB. En la Figura a) se observan reflexiones del recubrimiento de Au en tres direcciones distintas: (111) a 30.4° , contribución ya observada en las medidas del ESRF, y nuevos para las direcciones (200) a 35.4° y (220) a 50.9° . Aparecen picos para la fase $\alpha\text{-Fe}$ en las direcciones (110) y (200), ya observadas y, en la (211) a 64.1° , con el pico superpuesto al del Au (222) a 63.5° . Así mismo, se tienen contribuciones de fases intermedias correspondientes a Fe_3B y Fe_2B : Fe_3B en las direcciones (111) a 34.5° junto al pico del Au (200), la (301) a 35.05° , la (102) a 37° y la (141) a 38.6° ; Fe_2B en la dirección (002) a 33.8° .

En la Figura b) se muestra claramente que la mayoría de los picos de la fase Fe_3B han desaparecido, quedando únicamente el de la dirección (141). Sin embargo, aparecen contribuciones para la fase FeB en las direcciones: (301) a 43.5° y en la (112) a 45.6° . El pico de la dirección (002) para la fase Fe_2B sigue presente con una forma muy ancha que podría asociarse a la presencia de un pico de FeO en la dirección (200) a 33.5° . Las contribuciones de Au y $\alpha\text{-Fe}$ se mantienen, aunque su intensidad es menor.

Por el contrario, en la serie de muestras crecidas sobre MgO no se han observado picos de fases intermedias. Se confirma, por tanto, por un lado, la presencia de fases intermedias de la aleación $\text{Fe}_{80}\text{B}_{20}$ en su proceso de cristalización al menos en el caso de las muestras crecidas sobre vidrio, y, por otro lado, la dificultad para medir picos de fases intermedias durante el proceso de cristalización debido a su pequeño tamaño de grano y su crecimiento en direcciones difícilmente accesibles mediante detectores lineales en geometría de Bragg-Brentano. El uso de una incidencia rasante y, sobre todo, un detector bidimensional, que recoge reflexiones de Bragg con un mayor ángulo sólido, permite observar reflexiones correspondientes a otras direcciones fuera de la estándar (planos paralelos al sustrato).

Hay que indicar aquí, que los estudios previos en la literatura sobre la aleación amorfa del $\text{Fe}_{80}\text{B}_{20}$ muestran la aparición de fases intermedias dependiendo del tratamiento térmico y la naturaleza de la muestra, llegando a la completa cristalización. Se han estudiado muestras en

forma de: láminas gruesas, hilos o cintas, en su mayoría preparados mediante enfriamientos muy rápidos de la aleación [28, 29, 32, 43-49] y sometidas a recocidos a temperaturas de hasta los 1000 °C durante tiempos que van desde los segundos hasta las 100 horas. En la mayoría de los casos se detecta la aparición de fases intermedias y hay consenso en la presencia de las fases de α -Fe y Fe_2B como productos finales de las muestras cristalizadas, con la aparición de la fase metaestable Fe_3B en los casos de enfriamientos más rápidos. Se concluye a la vista de nuestros resultados y de los existentes en bibliografía, que el proceso de cristalización y los productos que aparecen durante la misma, dependen no solo de la forma de la muestra y del tratamiento térmico, sino también, en nuestro caso, del sustrato utilizado.

Figura 3.10: Esquema de la cúpula de termalización para experimentos de recocido *in-situ*.

Para confirmar esto, se ha realizado un experimento adicional en la línea 12.3.2 de Microdifracción del ALS con recocido *in-situ* de muestras RT en ambos sustratos, permitiendo realizar medidas de difracción simultáneamente y seguir el proceso de cristalización. Las muestras se montan en un portamuestras calefactable mediante una pasta de alta conductividad térmica siendo cubiertas por una cúpula que ayuda a termalizar su entorno [Figura 3.10]. Se comienza el experimento a RT con un ritmo de calentamiento de 1 °C/min hasta alcanzar los 600 °C. Al no disponer de un termopar en contacto con la muestra, se calcula la temperatura nominal a partir de las condiciones del calentamiento. Se toman patrones de difracción cada 10 minutos. Una vez se alcanzan los 600 °C, la muestra continúa a esta temperatura durante horas hasta que se finaliza el experimento y se deja termalizar.

Figura 3.11: Patrones de difracción *in-situ* en función de la temperatura para los experimentos de recocido en los que se observa la aparición de nuevos picos en la muestra crecida sobre Corning.

En la Figura 3.11 se muestran patrones de difracción obtenidos *in-situ* durante los experimentos de calentamiento para la muestra crecida sobre Corning. En los difractogramas aparecen picos y bandas que no varían con la temperatura, asociados al compuesto del que está hecha la cúpula de termalización. Se monitorizan por tanto picos que aparecen y su evolución a lo largo del experimento. De los 100 difractogramas obtenidos en cada caso sólo se muestran aquellos en que se observa alguna diferencia respecto a los anteriores.

Para las láminas sobre sustrato de Corning aparecen picos de la fase del α -Fe para las direcciones (110), (211) y (200), para el FeB (002) y para el Fe₂B (200). En todos los casos, los picos de cristalización aparecen a temperaturas muy altas observándose los primeros cambios en los patrones de difracción a partir de los 478 °C nominales. El pico de Fe (211) aparece y desaparece, mientras que en el resto de los casos los picos permanecen en la muestra completamente cristalizada.

Figura 3.12: Patrones de difracción in-situ en función de la temperatura para los experimentos de recocido en los que se observa la aparición de nuevos picos en la muestra crecida sobre MgO.

En las muestras crecidas sobre el sustrato de MgO, mostrados en la Figura 3.12, se observan picos a temperaturas más bajas. Aparece un pico para FeB (101) a 172 °C que desaparece al igual que ocurre con el pico de la dirección (002) a 532 °C. No aparecen picos de Fe₃B en ningún momento, además, en el producto final se tienen contribuciones de la fase FeB. Se confirma por tanto que el tipo de recocido es un factor diferencial en el caso de nuestro estudio también.

3.2.4: EXAFS

Como complemento a las medidas de difracción de RX, se han realizado experimentos de absorción de rayos X cerca del borde de absorción (EXAFS) en las instalaciones de la línea BM25A (Spline-A). En particular, se ha estudiado el borde de absorción del Fe (7.188 KeV) con barridos de energía entre 6.9 y 8.0 KeV y un paso de 10 eV. Nos centramos únicamente en la zona EXAFS del espectro de absorción. Para el análisis de los datos, primeramente, se normaliza el salto de absorción y se resta el fondo del espectro. A continuación, se calcula la Transformada de Fourier (TF) para obtener la función de distribución radial atómica. De este modo, se tiene la densidad de probabilidad de encontrar un átomo de Fe a una distancia determinada, es decir, nos da información sobre las distancias atómicas de primeros vecinos

del Fe, estando éstas comprendidas entre los 1.5 Å y los 5 Å (máxima resolución de la técnica). Esto permite estudiar los procesos de relajación y cristalización para cada una de las muestras sometidas a diferentes recocidos. Para ello, se mide una serie de muestras de cada sustrato y, por otro lado, muestras referencia de las fases FeB y Fe₂B en polvo, así como una lámina epitaxial de Fe (100). Siguiendo un análisis previo realizado por Harris [32], se ha pretendido obtener el porcentaje de las fases presentes en las muestras para los distintos recocidos a partir de una combinación lineal. Desafortunadamente, no ha sido posible al no disponer de una muestra patrón de la fase metaestable de Fe₃B. El estudio se ha limitado a un análisis cualitativo de la evolución de la intensidad y las distancias a las que aparecen los picos de la función radial.

Figura 3.13: Función radial de las muestras crecidas sobre Corning con recubrimiento de Au. Inset: pico de primer vecino para las muestras C0Au, C125Au y C165Au.

En la Figura 3.13 se tienen las medidas para las muestras crecidas sobre sustratos de Corning con recubrimiento de Au. En el inset se muestra el pico de primeros vecinos para las muestras C0Au, C125Au y C165Au. Se observa un pequeño desplazamiento (en torno a un 3%) del pico a distancias menores, hecho asociado a una liberación de espacio libre que confirma, por tanto, la relajación estructural. Dicha relajación, confirmada previamente por difracción de RX en muestras sobre sustratos de MgO (001) no había podido ser observada en muestras de Corning debido al carácter amorfo del sustrato y el enmascamiento de la señal de FeB.

Además, también se observa que la función radial para 165 °C tiene la forma más deformada y con los máximos menos pronunciados. A partir de este momento, los máximos van creciendo en intensidad y se van moviendo a distancias mayores acercándose a las teóricas del α -Fe (Inset Figura 3.14).

Figura 3.14: Función radial normalizada a la amplitud del pico a primer vecino de las muestras a) crecidas sobre MgO. b) crecidas sobre ambos sustratos y cristalizadas y de una muestra de Fe.

En cuanto a las muestras crecidas sobre MgO, en la Figura 3.14 se muestran los datos obtenidos. En este caso las funciones radiales se han normalizado a la altura del pico a primeros vecinos en cada caso y se representan con un desplazamiento entre los datos de cada muestra. Se observa un pico a segundos vecinos, en torno a 2.70 Å, más claro y separado del pico a primeros vecinos. Éste no varía su posición y se mantiene fijo a una distancia de 1.99 Å. Además, se observa una diferencia clara en los picos a 4º y 5º vecinos con unos picos de igual intensidad respecto de las que mostraban las muestras de Corning. En el inset, se muestran los datos obtenidos para las muestras cristalizadas junto con los medidos para una lámina de Fe. Se observa que la función radial para la muestra de Corning es muy similar a la del Fe mientras que la de la muestra de MgO es bastante distinta.

3.2.5 HRTEM, EELS, EDX

Para observar el grado local de cristalización de las distintas muestras en función de su temperatura de recocido y la distribución de elementos químicos a lo largo del espesor de las láminas se han realizado medidas de microscopía electrónica de transmisión de alta resolución (HRTEM). Las muestras han sido preparadas previamente para poder realizar las medidas mediante el procedimiento de adelgazamiento descrito en el punto 2. Como complemento a las medidas de HRTEM se han obtenido imágenes con información química a partir de estudios de EELS o EDS in-situ. Se han medido una serie de muestras de unos 15 nm crecidas sobre cada tipo de sustrato, sin recubrimiento de oro y con los recocidos ya conocidos.

3.2.5.1.: Muestras crecidas sobre MgO

En la Figura 3.15 se muestra una imagen de la muestra a RT. La esquina superior izquierda corresponde a la red cristalina del MgO mientras que, la derecha inferior corresponde al Pt que se ha utilizado durante las medidas para fijar la lamela al porta y poder manejarla. En la lámina se aprecian 3 zonas con distinto contraste: la primera, más clara e irregular, en la intercara con el sustrato y de unos 2 nm de anchura; la parte central amorfa, más oscura, de unos 10 nm de anchura y, por último, una capa más clara que la anterior, de unos 3-4 nm, que parece ser de óxido al no tener la muestra recubrimiento protector.

El contraste en estas imágenes depende de varios factores: el grado de cristalinidad, el espesor de la lámina en cada punto y la orientación de los posibles granos entre otros motivos. De esta forma, no se puede concluir *a priori* a qué se asocia el aspecto más claro de la intercara. Al realizar un zoom en la intercara se observa una pequeña zona cristalina a lo largo toda la muestra. Aprovechando la alta resolución de las imágenes y mediante tratamiento de las mismas (Software Gatan Digitalmicrograph) se realiza la transformada de Fourier de la parte cristalina de la intercara para obtener un patrón de difracción.

Figura 3.15: Imagen HRTEM de la muestra M0.

En la Figura 3.16 se muestra el zoom de la intercara y el patrón obtenido tras la TF (inset). Midiendo las distancias interplanares del patrón de difracción obtenido y comparándolas con las teóricas de las posibles fases presentes, se puede determinar la fase cristalina. La distancia medida en horizontal y vertical es la misma y corresponde a distancias entre planos de $d_1 = 2.029 \text{ \AA}$, mientras que en diagonal se tiene $d_2 = 1.452 \text{ \AA}$. Estos datos se asocian con la fase α -Fe cuyas distancias $d_1 = 2.023 \text{ \AA}$ y $d_2 = 1.430 \text{ \AA}$ corresponden a las direcciones (110) y (200) respectivamente. Se confirman los resultados obtenidos en las medidas de XRD, que mostraban la tendencia del Fe a crecer cristalinamente sobre el MgO por la similitud entre sus parámetros de celda con su red girada 45° como se ha explicado anteriormente.

Figura 3.16: Imagen de HRTEM de la intercara sustrato-lámina. El inset superior izquierdo corresponde a la Transformada de Fourier de la zona recuadrada. En el inset derecho se muestra un esquema de las direcciones de la base cristalográfica y las distancias obtenidas de la imagen de TF.

Se han realizado también estudios complementarios de EELS con resolución espacial para confirmar la presencia de Fe en la intercara del sustrato. En la Figura 3.17 se muestran mapas (2 nm x 8 nm) de concentración de los elementos presentes en la muestra: Mg, O, Fe y B. Se debe señalar que no se tienen los espectros EELS medidos en cada punto y se desconocen los valores máximo y mínimo de intensidad de todos los mapas que se van a presentar. Las comparaciones entre los mapas de un mismo elemento para distintas muestras serán meramente cualitativas y nos darán una información sobre dónde está más o menos concentrada la especie. La parte cristalina (intercara) contiene Fe, O y, es muy pobre en B. Tanto la imagen mostrada como los estudios de EELS fueron realizados con el equipo Titan Low Base con mejor resolución para estudios químicos y que permite comparar cualitativamente zonas con diferentes contrastes según el número atómico de la especie atómica presente: cuanto mayor sea Z más clara será la imagen.

Figura 3.17: Imagen esquema de la zona estudiada mediante EELS. A la izquierda zoom de la zona y mapas de concentración de Fe (verde), B (azul), Mg (amarillo) y O (rojo).

Se observa que en la zona cristalina de la intercara se ven dos zonas con contrastes distintos: una más oscura asociada al sustrato y una un poco más clara que confirma la presencia de un elemento con mayor Z, como el Fe. En la zona amorfa que le sigue, se observa una pequeña banda más oscura a lo largo de toda la muestra que, considerando la presencia de O y de elementos más ligeros debe ser contaminación de Carbono que posiblemente se encontraría sobre el sustrato justo antes de comenzar la deposición de las láminas.

Durante el proceso de deposición, los átomos de Fe y B inciden sobre el sustrato levantando restos de contaminación superficial. En algunas regiones crece la capa cristalina de Fe en la intercara, atravesando la capa de contaminación superficial gracias a la energía de los átomos provenientes del proceso de ablación. La contaminación superficial forma una capa inmediatamente encima para, posteriormente, seguir el crecimiento de la capa amorfa de FeB.

Figura 3.18: izda) Imagen HRTEM de la muestra M125. dcha) Mapas de concentración de Fe, B, Mg y O obtenidos a partir de los espectros EELS recolectados en la zona marcada.

En la Figura 3.18 se pueden ver los resultados de la muestra M125, donde no se detecta la capa de contaminación superficial de la intercara, indicando su difusión por la lámina debido al proceso de recocido. Se observa que la capa de Fe cristalino empieza a crecer a lo largo de la lámina formando un frente de cristalización en forma de cremallera. Los estudios de EELS sobre el espesor completo de la lámina muestran que el frente de cristalización es pobre en B, pero que vuelve a aumentar en la zona amorfa. La capa de óxido exterior sigue teniendo la misma anchura de 3-4 nm.

Figura 3.19: izda) Imagen TEM-HAADF de la muestra M250. dcha) Mapas de concentración de Fe, B y O obtenidos a partir de los espectros EELS recolectados en la zona marcada e imagen zoom HAADF de la misma.

Para la muestra con recocido a 250 °C este frente de cristalización ha avanzado ocupando entre un 25% y un 40% del espesor total de la lámina, dependiendo de la zona. La imagen mostrada en la Figura 3.19 ha sido obtenida mediante un detector anular de alto ángulo de campo oscuro (HAADF) que recoge la dispersión de electrones incoherentes de alto ángulo. Esta técnica, muy sensible al número atómico, permite detectar un mayor número de electrones cuanto mayor sea el número atómico del elemento presente y, por tanto, obtener contraste más claro en la imagen. Los mapas de EELS confirman la ausencia de Boro en la zona cristalizada (dentro de la sensibilidad del equipo), así como la separación de la capa de óxido en una zona más profunda con presencia de Boro y la externa con una menor presencia.

Figura 3.20: izda) Imagen HRTEM de la muestra M350. Insets: Transformada de Fourier de las zonas señaladas que muestran la difracción local. dcha) Mapas de concentración de Fe, B, Mg y O obtenidos a partir de espectros EELS registrados en una zona de la muestra parcialmente cristalizada.

En la Figura 3.20 se observa que la muestra recocida a 350 °C tiene algunas zonas completamente cristalizadas y en el resto, el frente de cristalización ocupa al menos el 50% de la lámina. Al realizar la TF sobre la zona cristalizada se observa un patrón de difracción que lo confirma mientras que la zona señalada como amorfa muestra un halo representativo y el comienzo de algunos picos de difracción cristalinos. Las zonas amorfas están comenzando a cristalizar isotrópamente. En la zona central cristalizada, los patrones Moiré muestran que, en la sección de la lamela, se tienen granos apilados y cristalizados en distintas direcciones en el plano. En la parte derecha, los mapas químicos muestran la aparición de una capa de Boro en la intercara con el sustrato, aunque, como se va a comentar más adelante a partir de la medida de espectros EELS locales para el B, puede tratarse de un artefacto. Sobre ella, se tiene la capa de Fe cristalino pobre en Boro y después la zona amorfa más rica Boro. De nuevo la capa de óxido se divide en dos regiones, con la más profunda, más rica en Boro.

Figura 3.21: izda) Imagen HRTEM de la muestra M450. Insets) Transformada de Fourier de las zonas señaladas muestran patrones de difracción local. Dcha) Zoom de las zonas cristalinas donde se aprecian las distintas direcciones de crecimiento.

Por último, la muestra recocida a 450 °C está completamente cristalizada como se aprecia en la Figura 3.21. Se tienen dos granos cristalinos con dos direcciones de crecimiento claramente diferenciadas como se ve en el zoom de cada zona. La TF de la zona 1 muestra distancias interplanares de $d=2.05 \text{ \AA}$ compatible con la fase $\alpha\text{-Fe}$. En la zona 2 se tiene un patrón policristalino asociado a cristales en 3 direcciones distintas apilados entre sí que propician la aparición del patrón Moiré.

3.2.5.2.: Muestras crecidas sobre Corning

Para las muestras de crecidas sobre vidrio se comienza midiendo la recocida a 125 °C, que se observa como completamente amorfa y no presenta ni la capa de Fe ni la de contaminación superficial en la intercara. Por tanto, se ha obviado la medida de la muestra sin recocido.

Figura 3.22: izda) Imagen HRTEM de la muestra C125. Inset: Patrón de difracción obtenido por TF realizado en la lámina. Dcha arriba) Mapas de concentración de Fe, B y O en la lámina. Dcha abajo) Espectro EELS del pico K del Boro para la intercara, la lámina y la superficie oxidada.

En la Figura 3.22 se muestran los resultados de la muestra C125, completamente amorfa según confirma la TF realizada en la lámina. Aparece de nuevo una capa con distinto contraste y espesor de unos 3-4 nm asociada al óxido en la superficie. Los mapas EELS muestran que tanto la intercara con el sustrato como la superficie oxidada son ricas en Boro, siendo la parte amorfa central sin embargo más pobre en Boro. Analizando los espectros de absorción del B en la intercara, lámina amorfa y superficie oxidada, hay que destacar que en los tres casos se tiene una forma de pico distinta lo que sugiere una coordinación o estado de oxidación distinto de la especie en cada caso. El pico del Boro observado en la intercara tanto para esta muestra como para la C250 es completamente distinto al que se tiene en la zona amorfa o la superficie de las láminas con un pre-pico muy claro inexistente en el resto de espectros que probablemente no se asocie al B. Comparándolo con picos reportados en literatura parece que se asemeja al pico de algún compuesto de C y B. Por tanto se puede concluir que la cantidad alta de Boro observada en la intercara con el sustrato puede ser un artefacto.

Figura 3.23: izda) Imagen HRTEM de la muestra C250. Inset) Patrones de difracción obtenidos por TF en las zonas señaladas. Dcha) Imagen TEM-HAADF de un grano cristalino en matriz amorfa y espectros EELS del pico K del Boro para el grano cristalino, zona amorfa, intercara con el sustrato y superficie oxidada.

A 250 °C, en la Figura 3.23, se observan granos del grosor completo de la lámina cristalizados con tamaños laterales comparables (decenas de nm). Los patrones de difracción locales confirman la amorfidad de la matriz, el grano monocristalino y el borde del mismo policristalino. Se realizan medidas de EELS del borde K del Boro para comprobar si la coordinación y concentración del mismo es uniforme independientemente de si se encuentra en una zona amorfa o un grano cristalino. Los espectros en ambos casos son iguales, así como en la superficie oxidada. De nuevo se tiene una gran concentración en la intercara con el sustrato con un espectro totalmente distinto a los anteriores.

Figura 3.24: Imágenes HRTEM de la muestra C350 en distintas zonas. Insets) Patrón de difracción a partir de la TF realizadas en el grueso de la lámina en cada caso.

La muestra recocida C350 aparece casi completamente cristalizada en la Figura 3.24. Se observan zonas con diferente grado de cristalinidad, así como distintas direcciones de crecimiento. La imagen de la derecha en la Figura 3.24 muestra un grano cristalino mientras que en la izquierda tenemos una zona policristalina. En ambos casos se muestran sus respectivos patrones de difracción locales que lo confirman. Mediante medidas de MOKE, se ha observado que esta muestra ya está cristalizada de modo que se ha obviado la medida de la muestra C450 al no esperarse cambios significativos.

Se concluye por tanto que, en el caso de las muestras crecidas sobre vidrio, la cristalización viene mediada por un proceso de nucleación. Aparecen pequeños cristales que crecen rápidamente ocupando el espesor completo de la lámina. El tamaño lateral de estos granos va aumentando con la temperatura de los recocidos hasta coalescer entre sí teniendo así la muestra completamente cristalizada. La aleación amorfa de FeB parece cristalizar a temperaturas más bajas cuando se crece sobre sustratos de vidrio Corning. Esto puede deberse a que la conductividad térmica del vidrio sea distinta que la del MgO y aunque estemos sometiendo a las muestras crecidas sobre ambos sustratos al mismo tratamiento térmico, la temperatura efectiva no sea la misma en ambos.

3.2.5.3.: Conclusiones TEM

MgO	MgO	MgO	MgO	MgO
Fe bcc O	Fe bcc	Fe bcc	Fe,B**	Fe,B**
Fe,C,B,O			Fe bcc	
FeB amorfo Boro uniforme	FeB amorfo Boro uniforme	FeB amorfo Boro uniforme	FeB am Boro un	Fe bcc B pobre homog
Fe,O,B	Fe,O	Fe,O,B Fe,O	Fe,O,B Fe,O	Fe,O,B Fe,O
RT	125°C	250°C	350°C	450°C

**Probablemente fruto de un artefacto

Figura 3.25: Esquema de la distribución por capas de elementos en las muestras crecidas sobre MgO y recocidas a: sin tratamiento, 125 °C, 250 °C, 350 °C y 450 °C.

Las muestras crecidas sobre MgO exhiben una pequeña capa cristalina de la fase α -Fe en la intercara con el sustrato para la muestra a RT. Esta capa sirve como semilla para la propagación de un frente de cristalización irregular con forma de cremallera que avanza conforme la temperatura de los recocidos aumenta. La muestra queda completamente cristalizada a 450 °C. En todos los casos se observa una capa de aproximadamente 3 nm de óxido superficial por la ausencia de recubrimiento protector. El Boro aparece concentrado en la intercara con el sustrato, aunque como ya hemos comentado probablemente esté sobreestimado y se trate de un artefacto (se marca con **), y la parte oxidada mientras que es más pobre y homogéneo en el resto de la lámina.

Figura 3.26: Esquema de la distribución por capas de elementos en las muestras crecidas sobre Corning y recocidas a: 125 °C, 250 °C y 350 °C.

Las muestras crecidas sobre vidrio amorfo cristalizan mediante un proceso de nucleación y crecimiento. Aparecen pequeños granos cristalinos que crecen desde la intercara con el sustrato ocupando el grosor completo de la lámina. También crecen lateralmente hasta coalescer entre si cristalizando por completo las muestras a 350 °C. En este caso se aprecia de nuevo una concentración de Boro en la parte oxidada a lo largo de todo el proceso, así como el posible artefacto en la intercara con el sustrato (marcado B**). También se observa Boro en menor cantidad, pero de manera homogénea en el resto de la lámina. Así mismo, una capa exterior de 3 nm de óxido está presente en todas las muestras.

3.3. Caracterización magnética

3.3.1 MOKE

3.3.1.1.: Muestras ``as-deposited`` (RT)

Los procesos de imanación en láminas delgadas vienen determinados tanto por las propiedades intrínsecas del material depositado, como por factores de tipo extrínseco. En particular, los efectos de las intercaras, tanto película-sustrato como película-recubrimiento, pueden ser determinantes en las anisotropías presentes y los mecanismos de conmutación. Por citar algunos ejemplos, la rugosidad o presencia de escalones en las intercaras, las tensiones debidas al acoplamiento entre diferentes materiales [50] o la aparición de fases intermedias [32] debidas a la interdifusión de especies [38] pueden modificar críticamente las propiedades de histéresis.

Por ello, en primer lugar, se van a estudiar las posibles diferencias que aparezcan en muestras as-deposited (RT) crecidas sobre ambos sustratos con y sin recubrimiento de Au (ver Tabla 3.3). En concreto, y dados los resultados obtenidos en los estudios de TEM, se pretende estudiar el efecto de la capa de Fe en la intercara entre película y sustrato observada en la muestra depositada sobre MgO, y comparar su comportamiento con el de la película depositada sobre vidrio. Así mismo, se pretende estudiar el papel que juega el recubrimiento protector de Au o la capa de óxido generada en las muestras sin recubrimiento.

El análisis de los procesos de conmutación se ha basado en medidas de dependencia angular en el plano (IP) de los parámetros de histéresis. Se han medido ciclos de histéresis mediante MOKE en geometría transversal variando la dirección del campo aplicado en pasos de 10°. Tras el análisis y normalización de los ciclos, se ha estudiado la evolución angular de los campos coercitivos, remanencia y campo de saturación para observar las anisotropías en las muestras. Se presentan en primer lugar los resultados correspondientes a las muestras sin recubrimiento y después con recubrimiento.

Figura 3.27: Ciclos de histéresis medidos en el e.f. y e.d. para a) la muestra C0 b) la muestra M0. c) Evolución angular del campo coercitivo d) Evolución de remanencia reducida d) para C0 (azul) y M0 (rojo).

Los ciclos medidos sobre la película C0 muestran una anisotropía uniáxica. En la Figura 3.27 a) se presentan los ciclos medidos para el eje fácil (e.f.) y difícil (e.d.). El del e.f. es completamente cuadrado con remanencia reducida (M_r/M_s , donde M_r es la remanencia y M_s es la imanación de saturación) 1 y un campo coercitivo de 5.1 Oe. En el e.d. se tiene un ciclo de rotaciones casi cerrado y un campo de saturación de cerca de 40 Oe, que puede interpretarse como campo de anisotropía de la muestra. La evolución angular tanto del campo coercitivo (b)), con forma de mariposa, como de la remanencia (c)), con dos lóbulos muy claros, confirma la anisotropía uniáxica de la muestra con los ejes fácil y difícil orientados paralelamente a los lados del sustrato.

Los ciclos medidos sobre M0 muestran también una anisotropía uniáxica. En este caso, los ciclos tienen una forma más complicada que los medidos en C0. En la Figura 3.27 b) el ciclo del e.f. presenta una remanencia reducida de 0.85 y un campo coercitivo de 5.5 Oe. El e.d. presenta una mayor histéresis que C0 y tiene un campo de saturación de 15.5 Oe. También se muestra en la figura un ciclo medido a una orientación intermedia entre los ejes fácil y difícil. Se aprecia la presencia de dos escalones en el proceso de desimanación (el primero, poco acusado). La evolución angular del campo coercitivo (3.27 b)) y la remanencia reducida (3.27 c)) muestran de nuevo el carácter uniáxico, aunque sus formas no son tan claras como en el caso del vidrio. En este caso, los ejes fácil y difícil son paralelos a las diagonales del sustrato. ($\parallel$ MgO [110]).

Figura 3.28: Ciclos de histéresis medidos en el e.f. y e.d para a) la muestra C0Au (TA, con recubrimiento) b) la muestra M0Au (TA, con recubrimiento) Evolución angular del campo c) coercitivo y remanencia reducida d) para C0 (azul) y M0 (rojo).

Las medidas sobre M0Au y C0Au muestran también una anisotropía uniáxica. En la Figura 3.28 a) y b) se presentan los ciclos medidos para los ejes fácil y difícil. Los ciclos para el e.f. son cuadrados con un campo coercitivo de unos 4 Oe para ambas muestras. En el e.d. ambas

presentan un ciclo de rotaciones con algo de histéresis y un campo de saturación de aproximadamente 20 Oe. La evolución angular del campo coercitivo (3.28 c)) y la remanencia reducida (3.28 d)) muestran que COAu tiene los ejes fácil y difícil paralelos a los lados del sustrato mientras que MOAu los tiene paralelos a las diagonales del sustrato. En ambos casos, se mantienen la dirección de anisotropía independientemente del recubrimiento.

Muestra	Hc_e.f. (Oe)	Hsat_e.d.(Oe)
MO	5.6	15.5
CO	5.1	40
MOAu	4.1	22
COAu	3.8	22

Tabla 3.3: Valores del campo coercitivo y campo de saturación para muestras a TA.

Las cuatro muestras presentan una anisotropía uniáxica con valores de campo coercitivo y remanencia típicos de materiales amorfos, recogidos en la Tabla 3.3. Se pueden resaltar dos hechos significativos: la diferente orientación de los ejes de anisotropía dependiendo del tipo de sustrato y las diferencias significativas observadas en la histéresis de la muestra MO respecto a las demás.

El origen de la anisotropía en las aleaciones amorfas, que suele ser muy baja, del orden de 10^3 Jm⁻³, suele estar en el denominado ordenamiento de pares, generado por la presencia de campos magnéticos durante el proceso de fabricación o tratamiento, o bien en acoplo magnetoelástico entre la imanación y las tensiones internas del material [27]. En nuestro caso, podemos descartar la presencia de campos de dispersión (stray fields) en el sistema PLD durante el proceso de fabricación ya que las direcciones de los ejes fáciles varían en función del tipo de sustrato, estando ambos tipos de sustratos orientados de igual forma en el PLD.

El origen y dirección del e.f. paralelo a las diagonales del sustrato en las muestras M se podría asociar a la capa de Fe que aparece en la intercara del sustrato observada por TEM (Figuras TEM 3.15 y 3.16). Como ya se ha comentado, el Fe tiende a crecer epitaxialmente sobre el MgO con su red girada 45 ° respecto de la del sustrato, coincidiendo con las diagonales del mismo. La capa de Fe, con su imanación probablemente orientada a lo largo de uno de sus ejes fáciles en el plano, podría entonces generar un campo efectivo durante el crecimiento del amorfo sobre ella imponiendo así, una de las diagonales como eje fácil de la anisotropía. En cuanto a las de Corning, la orientación del e.f. paralelo a los lados del sustrato no tiene un

origen claro, aunque puede deberse a la presencia de tensiones en el sustrato de vidrio debidas, bien al uso de tornillos para fijarlo a un portamuestras, o a tensiones producidas en el vidrio durante el proceso de corte del mismo mediante una punta de diamante. En ambos casos, por acoplo magnetostrictivo, estas tensiones generarán direcciones de anisotropía fáciles o difíciles dependiendo del signo del acoplo y de si las tensiones son compresivas o extensivas.

Como se ha indicado, la muestra M0 presenta algunas diferencias significativas. El hecho de que el ciclo a lo largo del e.d. no sea un ciclo puro de rotaciones y la presencia de varios saltos en el proceso de conmutación en direcciones intermedias puede deberse a dos factores. Uno de ellos es la capa de óxido (referencia TEM) en la superficie de la muestra, y el otro, la capa de Fe en la intercara del sustrato. Es poco probable que la capa de óxido sea la responsable puesto que está presente también en la muestra C0, la cual no presenta este comportamiento. Por otra parte, la capa de Fe está presente tanto en M0 como en M0Au y el comportamiento de ambas muestras es muy diferente. Una posible explicación podría ser la siguiente: en la muestra con recubrimiento, el haz láser incidente debe recorrer un espesor extra (recubrimiento de Au) antes de incidir sobre la lámina de FeB. De esta forma, si se considera una incidencia del haz en con un ángulo de 45° , se ha medido un recubrimiento de Au de unos 6 nm y sabemos que la longitud de penetración del láser es de unos 20 nm, llegamos a la conclusión de que para M0Au, no se tiene una penetración suficiente en la lámina como para medir los primeros nm que ocupa la capa de Fe cristalino. Sin embargo, para M0, sí que sería posible medir esta primera capa. Esto explicaría la diferencia encontrada en ambas muestras

3.3.1.2.: Muestras con tratamiento térmico

A continuación, se pretende estudiar el efecto que tienen los tratamientos térmicos sobre las propiedades magnéticas de tres series de muestras: las crecidas sobre Corning y MgO, con recubrimiento, y las crecidas sobre MgO sin recubrimiento. Las temperaturas de tratamiento utilizadas para las tres series han sido 125 °C, 165 °C, 250 °C, 350 °C y 450 °C (ver tabla de muestras 3.1).

- 3.3.1.2.1.: Muestras sobre Corning con recubrimiento

Figura 3.29: Ciclos de histéresis medidos en el eje fácil (azul) y difícil (rojo) para las muestras a) C125Au, b) C165Au, c) C250Au y d) C350Au y C450Au.

En la Figura 3.29 se presentan los ciclos de los ejes fácil y difícil medidos en las muestras crecidas sobre vidrio. Para C125Au y C165Au se tienen ciclos cuadrados con campos coercitivos de 4 Oe en el e.f. En el e.d. los ciclos son completamente cerrados como corresponde a un proceso de inversión de la imanación por rotaciones. Para C165Au se observan algunas irreversibilidades ya cerca de la saturación. Los campos de saturación para ambas en el e.d. son de aproximadamente 30 Oe. El campo coercitivo en el e.f. apenas cambia y la dirección de anisotropía sigue siendo paralela a los lados del sustrato. C250Au muestra en el e.f. un ciclo con remanencia reducida de prácticamente 1 y un campo coercitivo cerca de 20 Oe. El ciclo a lo largo del e.d. sigue siendo de rotaciones con algo de histéresis. El campo de saturación en ambas direcciones, muestra un valor cercano a 25 Oe. Por último, C350Au es completamente isotrópica, con ciclos idénticos en todas las direcciones, campos coercitivos de 107 Oe y una remanencia reducida de 0.82. En la misma gráfica, se observa que C450Au es también isotrópica, con una remanencia reducida

de 0.72 y campos coercitivos de cerca de 145 Oe. El valor del campo coercitivo es un orden de magnitud superior al observado en las muestras amorfas, indicando la cristalización a partir de 350 °C.

Figura 3.30: Evolución angular del campo coercitivo para las muestras a) C0Au, C125Au, C165Au y C250Au

La evolución angular del campo coercitivo mostrada en la Figura 3.30 confirma la dirección de la anisotropía paralela a los lados del sustrato y su prevalencia hasta la isotropía de las muestras cristalizadas a partir de 350 °C (no se muestra al ser isotrópica). Además, se aprecia que los campos coercitivos son similares por debajo de 250 °C. C250Au muestra una forma de mariposa diferente de las tres muestras anteriores con un alargamiento en las alas y valores del campo coercitivo 4 veces superiores. No se ha podido realizar una medida angular completa sobre la muestra de 450 °C al estar reblandecida y ondulada dificultando enormemente la incidencia del haz láser reflejado sobre el fotodetector.

- 3.3.1.2.2.: Muestras sobre MgO con recubrimiento

Figura 3.31: Ciclos de histéresis medidos en el eje fácil (azul) y difícil (rojo) para las muestras a) M165Au, b) M250Au, c) M350Au y d) M450Au.

En cuanto a las muestras crecidas sobre MgO, en la Figura 3.31 se presentan los ciclos medidos en los ejes fácil y difícil. Las muestras M125Au (no se muestra) y M165Au tienen ciclos cuadrados en el e.f., campos coercitivos de 4 Oe e inversión de la imanación en un único salto. En la dirección difícil, se tienen de nuevo ciclos de rotaciones sin histéresis y campos de saturación de aproximadamente 20 Oe. M250Au tiene el ciclo en el e.f. con remanencia reducida 1, aunque la conmutación tiene lugar en varios saltos consecutivos y el campo coercitivo se ha duplicado, alcanzando los 8.3 Oe. En la dirección difícil se tiene un ciclo de rotación con algo de histéresis. M350Au muestra un ciclo en el e.f. muy similar al de la muestra anterior con un campo coercitivo similar. Sin embargo, en el e.d. el ciclo tiene un campo coercitivo nulo, pero presenta dos saltos irreversibles justo antes de la aproximación a saturación. Para M450 Au, la muestra está completamente cristalizada, es isótropa con campos coercitivos de 80 Oe y una remanencia reducida de 0.77 aproximadamente.

Figura 3.32: Evolución angular del campo coercitivo para las muestras a) M0Au, M125Au, M165Au, M250Au, M350Au y d) M450Au.

En la Figura 3.32 se muestra la evolución angular del campo coercitivo para todas las muestras crecidas sobre MgO. Se tiene una forma de mariposa desde las muestras recién depositadas hasta alcanzar la cristalización. Se conserva la anisotropía uniáxica en la dirección de la diagonal del sustrato, con campos coercitivos que para el e.f. disminuyen con el primer tratamiento térmico y después crecen hasta su máximo a 250 °C. Antes de cristalizar y ser completamente isotrópica a 450 °C, se tiene una ligera disminución del campo coercitivo en el e.f. para la muestra M350Au (a).

- 3.3.1.2.3.: Muestras sobre MgO sin recubrimiento

Finalmente, se ha medido una serie de muestras crecidas sobre MgO sin recubrimiento para observar las diferencias introducidas por una capa de óxido o el recubrimiento de Au.

Figura 3.33: Ciclos medidos en los ejes fácil y difícil en las muestras a) M125, b) M165, c) M250 y d) M350.

Se han medido las muestras por debajo de la cristalización completa, M125, M165, M250 y M350, mostrándose los ciclos del e.f. y e.d. en la Figura 3.33. Las tres primeras tienen una anisotropía uniaxial con los ejes fácil y difícil paralelos a las diagonales del sustrato. El ciclo de M125 en el e.f. muestra una forma redondeada con una remanencia reducida de 0.73 y un campo coercitivo de 8.1 Oe. El ciclo de M165 es más cuadrado con una remanencia reducida de 0.79 y campo coercitivo de 7.9 Oe. El de M250 es también cuadrado, con una remanencia reducida de 1 y campo coercitivo de cerca de 5 Oe. Es significativo que la remanencia reducida en los ejes fáciles aumenta con la temperatura de recocido y los ciclos pasan de ser redondeados a completamente cuadrados. Los ciclos medidos en el e.d. de las tres muestras, presentan varios saltos: 3 saltos para M125 y dos saltos para M165 y M250. Además, para las

muestras M125 y M250 el primer salto tiene lugar en el primer cuadrante, señal de que parte de la imanación ha conmutado antes de que se invierta el campo aplicado.

La muestra M350 presenta un comportamiento cualitativamente diferente. En la Figura 3.33 d) se muestra tres ciclos: uno a lo largo de la diagonal, otro paralelo al lado del sustrato y otro a en una dirección intermedia. Los ciclos a lo largo de las diagonales son cuadrados con remanencia reducida 1 y campos coercitivos cercanos a los 15 Oe, correspondiendo, por tanto, a ejes fáciles. En cambio, los ciclos en la dirección paralela a los lados, aunque son también esencialmente cuadrados, presentan una menor remanencia y un campo coercitivo de cerca de 9 Oe. En el ciclo medido en la dirección intermedia, se observan dos saltos irreversibles de la imanación, prácticamente verticales, el primero a un campo menor que corresponde a la inversión de un mayor porcentaje de la imanación y, el segundo, justo antes de la saturación. Los ciclos con doble salto para la imanación en direcciones intermedias aparecen típicamente en muestras biáxicas [51].

Figura 3.34: Evolución angular del campo coercitivo para las muestras a) M0, M125, M165, M250 y b) M350

La evolución angular del campo coercitivo de M350 presenta una simetría de orden 4, que se observa en la Figura 3.34 b), típica de una anisotropía biáxica con los ejes fáciles paralelos a las diagonales del sustrato, que contrasta con las muestras recocidas a temperaturas inferiores. Además, se representan los campos a los que se produce el segundo salto en direcciones intermedias. El resto de muestras (M125, M165, M250), presentan una simetría de orden 2, que indica el predominio de una anisotropía uniáxica tal y como se muestra en la Figura 3.34 a).

- 3.3.1.3.: Evolución parámetros de histéresis

En este apartado se va a comentar la evolución de los parámetros histeréticos en función de la temperatura de recocido. En la Figura 3.35 se presenta la evolución del campo coercitivo en el e.f para las tres series de muestras medidas (nótese el cambio de escala en los ejes).

Figura 3.35: Evolución del campo coercitivo en el e.f. en función de la temperatura de recocido para las muestras crecidas sobre MgO con y sin recubrimiento y sobre vidrio con recubrimiento. Las líneas sólidas sirven únicamente como referencia de la tendencia creciente o decreciente. Las líneas verticales punteadas marcan el límite entre la zona amorfa (al menos parcialmente) y cristalizada

El campo coercitivo en el e.f., disminuye muy ligeramente para ambos sustratos con los recocidos a 125 °C y 165 °C. A partir de ahí, se tiene un repunte en ambos casos a 250 °C, aunque es más acusado en las películas depositadas sobre vidrio. El cambio de tendencia aparece a 350°C: en estas, sigue creciendo mientras que en las depositadas sobre MgO se tiene un descenso previo a la subida asociada a la cristalización.

Figura 3.36: Evolución del campo de saturación en el e.d. en función de la temperatura de recocido para las muestras crecidas sobre MgO con y sin recubrimiento y sobre vidrio con recubrimiento. Las líneas sólidas sirven únicamente como referencia de la tendencia creciente o decreciente. Las líneas verticales punteadas marcan el límite entre la zona amorfa (al menos parcialmente) y cristalizada

Algo similar se observa para la evolución del campo de saturación en el e.d., en la Figura 3.36, que se corresponde, al menos en primera aproximación, con el campo de anisotropía. Por tanto, la anisotropía en las muestras crecidas sobre vidrio crece con la temperatura de recocido mientras que para las crecidas sobre MgO tiene un comportamiento más complicado hasta 350 $^{\circ}C$. Una vez se ha alcanzado la cristalización (450 $^{\circ}C$), se tiene un aumento de un orden de magnitud del campo de anisotropía.

3.3.2 Microscopía MOKE cuantitativa

Las medidas de microscopía MOKE cuantitativas permiten la observación de la dirección de la imanación. Utilizando un cuadrupolo, se satura la muestra en las 4 direcciones perpendiculares del plano, en un proceso de calibración en el que se asigna un color en la escala de grises a cada dirección de la imanación. Después, se realizan medidas con sensibilidad longitudinal y transversal y, mediante software, se obtiene la dirección exacta de la imanación en cada momento.

Este proceso se ha empleado para medir la muestra M350, como ejemplo de proceso de conmutación de la imanación de una muestra biáxica. Se dispone la muestra con los lados del sustrato paralelos y perpendiculares a la dirección del campo. En la parte inferior de la Figura 3.37 se muestran los ciclos correspondientes a la componente de la imanación paralela (longitudinal) y a la perpendicular (transversal) medidos con campos máximos aplicados de 50 Oe en cada dirección. Se muestran imágenes de puntos interesantes del ciclo en los que la imanación cambia de dirección, así como un pequeño esquema que señala la dirección de la imanación y del campo externo en cada punto.

El ciclo comienza con la muestra saturada con un campo de 50 Oe (1) y la imanación en sentido horizontal hacia la izquierda. Conforme el campo en esta dirección va disminuyendo, la imanación comienza a girar buscando el mínimo de energía del primer eje fácil (azul) alineándose con una de las diagonales del sustrato (2) en condiciones de campo muy cercanas a la remanencia. En los ciclos se observan cambios lentos de la imanación típicos de las rotaciones. Cuando el campo cambia de signo, aunque con campos bajos y cerca de la remanencia, el sistema busca el siguiente mínimo de energía con un salto irreversible de la imanación al otro eje fácil (rojo). En el ciclo longitudinal se tiene un claro salto y en el transversal la tendencia cambia de sentido (3). Conforme aumenta el campo, la imanación comienza a orientarse en su dirección, pero mientras no satura, se tiene otro salto alineándose con el primer eje fácil (azul) aunque en sentido contrario en el punto (4). En ambos ciclos se observa un salto, aunque es mayor en el transversal ya que la componente longitudinal únicamente ha aumentado por el aumento del campo. Conforme el campo sigue creciendo, la imanación va girando hasta alinearse en su dirección señalando el borde derecho de la muestra (5) en la saturación.

Figura 3.37: abajo) Ciclos de histéresis medios para la muestra M350 con sensibilidad longitudinal y transversal. Arriba) Imagen de microscopía MOKE cuantitativa con la dirección de la imanación local señalada por flechas en los puntos marcados en los ciclos. Se añade un esquema con la dirección de la imanación y el campo externo. Las flechas negras señalan saltos irreversibles de la imanación mientras que los arcos con línea discontinua señalan rotaciones reversibles.

A partir de este punto se tiene una correspondencia entre las rotaciones de los puntos (2) - (6) y (1) - (9); y los saltos irreversibles para los puntos (3) - (7) y (4) - (8) con el campo en sentido contrario. Se ha monitorizado el proceso de conmutación medido en la dirección paralela a los lados confirmando la anisotropía cúbica de la muestra con los ejes fáciles a lo largo de las diagonales del sustrato.

3.3.3 Magnetometría de muestra vibrante (VSM)

Para obtener información cuantitativa sobre la imanación de las láminas, se realizan medidas a temperatura ambiente de ciclos de imanación en el plano, con el campo paralelo a los bordes de las muestras, mediante un VSM. Se utiliza un campo máximo de 2.0 Teslas para asegurarnos de tener la muestra completamente saturada. Se pretende obtener el valor de la imanación de saturación de las muestras y su evolución durante el proceso de cristalización

Figura 3.38: Ciclo de imanación para la muestra crecida sobre MgO y sin tratamiento térmico una vez restada la contribución diamagnética del sustrato. En el inset se muestran los datos en bruto previos a la resta de contribuciones

En la Figura 3.38 se muestran los datos obtenidos para la muestra depositada sobre MgO sin tratamiento térmico. En todas las medidas se tienen dos contribuciones: un ciclo con histéresis típicamente ferromagnético montado sobre una segunda contribución lineal con pendiente negativa asociada a la respuesta no magnética (diamagnética) del sustrato. Durante el tratamiento de los datos, se resta esta contribución y se mide el momento magnético que alcanza la muestra en la saturación. A partir de medidas geométricas del área de la lámina y del espesor de la misma por reflectividad de incidencia rasante (XRR) podemos obtener la imanación de saturación por unidad de volumen a comparar tanto con datos bibliográficos como con el resto de las muestras. En algunos casos ha sido imposible realizar la medida de espesores por XRR de modo que no se puede obtener la imanación de saturación para todas las muestras.

3.3.4 Resonancia Ferromagnética (FMR)

Como ya se ha comentado, dos de los factores claves para el uso de materiales ferromagnéticos en dispositivos para aplicación en magnónica o espintrónica son la anisotropía y el factor de amortiguamiento α . Este factor marca la viabilidad del uso de ondas de espín como portadoras de información. La caracterización de las propiedades dinámicas de las muestras es indispensable a este efecto ya que estas tecnologías funcionan en el rango de los GHz. Por esto, se han realizado medidas de resonancia ferromagnética para determinar las anisotropías y obtener información acerca de los mecanismos de relajación de la imanación a través del factor de amortiguamiento. En el rango de frecuencias estudiado (GHz), se pueden encontrar excitaciones colectivas en las que los momentos de las láminas actúan como uno solo (aproximación lámina delgada [52]) precesionando en torno a un campo externo y formando lo que podría considerarse como una onda de espín de longitud de onda infinita o vector de onda nulo. También podrían aparecer ondas de espín con vector de onda no nulo propagándose en distintas direcciones. Por último, la caracterización de los cambios inducidos en las propiedades dinámicas de las láminas mediante los tratamientos térmicos es un punto clave para comprobar la posibilidad del uso de tratamientos térmicos localizados en la implementación de dispositivos lógicos. Además, se obtendrá información cuantitativa sobre la evolución de las anisotropías presentes en las láminas. Antes de exponer los resultados obtenidos, llevaremos a cabo una introducción sobre el tipo de análisis realizado para obtener la información relativa a las anisotropías y el amortiguamiento.

Figura 3.39: Ejemplo de los tipos de espectro observados en las muestras.

La caracterización basada en FMR se ha realizado midiendo la dependencia angular en el plano (IP) de los campos de resonancia H_r y la anchura de línea ΔH_{pp} de los picos de resonancia. También se han realizado medidas de los espectros de FMR con el campo magnético fuera del plano de la muestra (OOP).

En la Figura 3.39 se muestran tres ejemplos de los tipos de espectro que se han encontrado en diferentes muestras. La curva (a) muestra un espectro medido en una muestra sin recubrimiento en la que la forma del pico se corresponde con la derivada de un pico Lorentziano con una pequeña asimetría. La función utilizada para el ajuste de estos espectros es la siguiente:

$$i = \frac{A \cdot b \cdot H_{pp} \cdot e^{b(H-H_r)}}{(H-H_r)^2(e^{b(H-H_r)} + 1)^2 + \Delta H_{pp}^2} - \left(\frac{A \cdot \Delta H_{pp} \cdot (1 + e^{b(H-H_r)})}{\frac{(2(H-H_r)(1 + e^{b(H-H_r)})^2) + (2 \cdot b \cdot (H-H_r)^2(e^{b(H-H_r)})(1 + e^{b(H-H_r)}))}{((H-H_r)^2(e^{b(H-H_r)} + 1)^2 + \Delta H_{pp}^2)^2}} \right) \quad (2)$$

donde I representa la señal medida, A es la amplitud de la señal, H_r el campo de resonancia (centro del pico de absorción), ΔH_{pp} la anchura del pico de absorción y b el término que introduce el grado de asimetría.

En algunos casos se ha observado un pico similar pero doble, como el que muestra la curva (b), que se ajusta con la combinación de dos expresiones como la ecuación (3). Sin embargo, en aquellas láminas que presentan dos picos, se ha observado que estos están acoplados y muestran una evolución angular muy similar. Por ello, aunque se haga referencia explícita a la aparición de dos picos en ciertas regiones angulares, se va a considerar el ajuste de las curvas de resonancia con un solo pico. Las muestras con recubrimiento, presentan un aspecto como el de la curva (c). El pico de resonancia en este caso tiene una forma distinta asociada a la presencia de corrientes superficiales que aparecen en el recubrimiento de oro debido a su carácter conductor. Para ajustar la curva se utiliza la función de Dyson [53] que considera la combinación entre la absorción y la dispersión de una función simétrica de Lorentz:

$$\begin{aligned}
 I &= I_0 \\
 &+ A \left(\frac{c(H - H_r)^2 + c \cdot \Delta H_{pp}^2 - 2(H - H_r)(\Delta H_{pp} + c(H - H_r))}{((H - H_r)^2 + \Delta H_{pp}^2)((H - H_r)^2 + \Delta H_{pp}^2)} \right. \\
 &\quad \left. + \frac{c(H + H_r)^2 + c \cdot \Delta H_{pp}^2 - 2(H + H_r)(\Delta H_{pp} + c(H + H_r))}{((H + H_r)^2 + \Delta H_{pp}^2)((H + H_r)^2 + \Delta H_{pp}^2)} \right) \quad (3)
 \end{aligned}$$

donde, c es un parámetro adimensional que introduce asimetría

En algunas muestras, como en las muestras sin recubrimiento, aparecen dos e incluso 3 picos más o menos solapados entre sí, ya sea en regiones angulares concretas o a lo largo de los 360° . En estos casos, se ha realizado un ajuste con tantas funciones Dyson como número de contribuciones se tuvieran obteniendo de nuevo que éstas se encuentran acopladas y presentan una evolución angular muy similar. De esta manera, se ha considerado un ajuste con un solo pico de resonancia, de la misma forma que en las muestras sin recubrimiento. Así, la información que se obtenga del ajuste se considerará entonces como una estimación.

Utilizando las expresiones (2) o (3) para ajustar cada espectro de resonancia obtendremos la evolución angular del campo resonante. Se ha utilizado el formalismo de Smit y Beljers [54] (SB) que permite el cálculo de la frecuencia de resonancia de un sistema, dejando a un lado la ecuación de Landau-Lifshitz, a partir de la derivada segunda de su energía libre magnética. Al utilizar este formalismo estamos considerando la aproximación de lámina delgada [52]. Esta aproximación es válida en láminas con espesores mucho menores que la profundidad de penetración de los campos rf y que la longitud de canje. Considera que todos los momentos magnéticos de la lámina están alineados paralelamente de forma que la imanación actúa como un spin gigante que precesiona alrededor del campo externo, vector de onda $k=0$. La ecuación considera coordenadas esféricas y tiene la forma:

$$\frac{\omega}{\gamma} = \frac{1}{M_s \sin\theta} [F_{\theta\theta} F_{\phi\phi} + F_{\phi\theta}^2]^{1/2} \quad (4)$$

donde $\gamma=1.761 \cdot 10^{11} \text{ T}^{-1}\text{s}^{-1}$ es el factor giromagnético, M_s la imanación de saturación del sistema y $F_{\theta\theta}$, $F_{\theta\phi}$, $F_{\phi\phi}$ las derivadas segundas parciales de la energía libre magnética del sistema respecto a los ángulos acimutal y polar de la imanación, θ y ϕ .

Para calcular la energía libre magnética de nuestras muestras, partimos de un sistema formado por una lámina ferromagnética delgada sometida a la acción de un campo magnético externo. En la Figura 3.40 se especifican las coordenadas y direcciones del campo externo (θ_H , ϕ_H) y de la imanación (θ , ϕ) del sistema.

Figura 3.40: Esquema del sistema de coordenadas para las medidas de FMR.

Para el cálculo de la energía libre magnética del sistema se consideran las contribuciones de la energía Zeeman asociada al campo externo aplicado, la energía magnetostática de la muestra y las anisotropías, uniaxial en el plano y cúbica (biaxial en el plano), teniendo la ecuación:

$$F = \frac{1}{2} \mu_0 M_s^2 \cos^2 \theta - \mu_0 M_s H \sin \theta \cos(\phi_H - \phi) - k_u \sin^2 \theta \cos^2(\phi - \varphi) + \frac{k_c}{4} [\sin^2 2\theta + \sin^4 \theta \sin^2 2\phi] \quad (5)$$

donde M_s es la imanación de saturación, K_u y K_c las constantes de anisotropía uniaxial y cúbica, respectivamente. Se toma el plano xy como el de la superficie de la lámina, con los ejes cúbicos (100) y (010) coincidentes con los ejes x e y. Además, se introduce, por un lado, el ángulo φ que forma el eje fácil de la anisotropía uniaxial con el eje x (dirección (100)) y, por el otro, el ángulo β que puede formar el cero del goniómetro en las medidas con el propio eje x, como parámetros libres para el ajuste. Una vez se tienen las derivadas segundas de la expresión (5), se despeja el campo magnético obteniendo una función de ajuste con M_s , K_u , K_c , φ y β como parámetros libres para el ajuste de $H_r(\theta)$.

En este punto, se tiene consideración de lámina delgada y campos de resonancia mucho mayores que los de saturación medidos por MOKE. Por tanto, las muestras están saturadas con la imanación en la dirección del campo y ambos contenidos en el plano de la superficie (θ

$=\theta_H = \pi/2$; $\phi = \phi_H$). Además, en la situación de equilibrio que resuelve la ecuación del movimiento de LL, el campo externo coincide con el de resonancia del sistema.

En cuanto a los mecanismos de amortiguamiento, el factor α se supone inicialmente intrínseco (de Gilbert) del material y debido a la disipación de energía desde el sistema magnético a las vibraciones (fonones) de la red. No obstante, es un hecho bien conocido que, como medida del amortiguamiento dinámico, el ancho de línea depende fuertemente de factores extrínsecos ligados a la estructura y topología de las muestras. Por ello es de importancia suma el análisis de la relación entre la estructura de las muestras y el ancho de línea para comprender los mecanismos de disipación asociados a la misma.

Utilizando la expresión de la frecuencia de resonancia en función del campo aplicado, se puede calcular el valor de α [55, 56] a partir del ancho de línea como:

$$\Delta H_{pp} = \frac{\alpha}{|d\omega_{res}/dH|} \frac{\gamma}{M} \left(F_{\theta\theta} + \frac{1}{\sin^2\theta} F_{\phi\phi} \right) \quad (6)$$

Este valor de α lleva implícito, aparte del amortiguamiento de Gilbert (a), otras contribuciones normalmente debidas a inhomogeneidades del material (b), la mosaicidad (c) y el debido a scattering por dos magnones (TMS) (d)[57]. La anchura de pico responde a la expresión:

$$\Delta H_{pp} = \Delta H_0 + \Delta H_m + \Delta H_G + \Delta H_{TMS} \quad (7)$$

a)) Amortiguamiento intrínseco o de Gilbert (ΔH_G)

El amortiguamiento de Gilbert es bien conocido [58-60] y es un parámetro intrínseco asociado a la interacción espín-órbita, a través de la cual se transfiere energía del sistema magnético a las vibraciones de la red. Como parámetro permite calcular la anchura de línea como [61, 62]:

$$\Delta H_G = \alpha \frac{4\pi f}{\mu_0 \gamma \Xi} \quad (8)$$

En esta expresión, Ξ es un factor ("dragging") que se hace 1 cuando la imanación está orientada en la dirección del campo (como es nuestro caso en las condiciones de resonancia).

La contribución de Gilbert a la anchura de línea resulta así ser lineal en la frecuencia y es, además, esencialmente isótropa en metales 3d [60].

b) Mosaicidad (ΔH_m)

En este caso, el ensanchamiento de línea se debe a la fluctuación en la orientación de algunos parámetros del material a gran escala, tales como la orientación de los cristalitos en las muestras, variaciones de los campos de locales o del espesor, por ejemplo. Las diferentes zonas del material pueden dar lugar a campos de resonancia ligeramente diferentes y el resultado global es una superposición de campos locales de resonancia que dan lugar un pico ensanchado.

c) Inhomogeneidades del material (ΔH_0)

Además de la dispersión de parámetros del material, pueden existir otros muchos defectos en diferentes escalas de tamaño que pueden dar lugar a un ensanchamiento adicional de la anchura de línea de las resonancias. Tanto este término como el de mosaicidad resultan en una anchura de línea esencialmente independiente de la frecuencia [61, 63].

d) Dispersión por dos magnones (ΔH_{TMS})

La contribución debida a dispersión por dos magnones (TMS, "two magnon scattering") tiene lugar cuando existen estados de onda de espín (vector de onda no nulo) degenerados con estado resonante uniforme (FMR, vector de onda nulo). La transferencia de energía desde el modo uniforme al no uniforme puede ser mediada por la presencia de defectos que perturban los términos de energía Zeeman y dipolar. En el trabajo original de Arias and Mills [64](para láminas delgadas, en materiales en forma masiva existen trabajos previos), los autores utilizaron un modelo basado en la existencia de defectos superficiales en forma de irregularidades, de tamaño mucho menor que la longitud de onda de los magnones involucrados. Otros autores [62] extendieron el modelo a otros tipos de defectos, no necesariamente localizados en la superficie. Hay varios aspectos relevantes de los modelos de TMS, independientes de los detalles concretos de los defectos involucrados en la dispersión de la energía. En primer lugar, el modelo predice una anchura de línea que a altas frecuencias se comporta casi linealmente pero que a bajas frecuencias se curva hasta hacerse nulo a frecuencia cero. Por otra parte, a frecuencia fija, el mecanismo TMS es especialmente activo cuando la imanación de la muestra está en el plano, dejando de actuar cuando la componente de la imanación sale del plano un ángulo mayor de 45° , en un comportamiento casi escalón. Finalmente, hay que indicar que los vectores de onda de los magnones activos están

contenidos en una región angular $\phi < \phi_c$ (en el plano) alrededor de la dirección de la imanación, siendo

$$\phi_c = \arcsin \left[\left(\mu_0 H_0 / B_0 \right)^{1/2} \right] \quad (9)$$

donde H_0 incluye el campo aplicado y los campos de anisotropía y $B_0 = \mu_0(H_0 + M_S)$. Ello puede dar lugar a una anisotropía de la anchura de línea en función de la orientación de medida en el plano. El trabajo de RD Mc Michaels y Twisselmann [65], basado en la medida de láminas con defectos lineales bien ordenados en una dirección es paradigmático en este sentido, ya que muestra cómo la dispersión TMS solo tiene lugar cuando la imanación está dentro de un ángulo crítico (alrededor de la perpendicular a las líneas de defectos) de acuerdo con la expresión anterior. Como consecuencia de todo ello, la evolución angular en el plano de la contribución TMS a la anchura de línea reproduce la simetría de los centros de dispersión. En principio, si están ligados a la estructura cristalina podría expresarse como función de la orientación de los ejes cristalinos, siendo entonces proporcional a

$$\alpha_{TMS} = \sum_{x_i} \Gamma_{(x_i)} f(\phi_H - \phi_{(x_i)})$$

Siendo $\Gamma_{(x_i)}$ los factores de dispersión a lo largo de las direcciones cristalográficas principales y $f(\phi_H - \phi_{(x_i)})$ una función dependiente de la dirección del campo ϕ_H aplicado respecto a las mismas. A raíz de lo expuesto hasta ahora, queda claro el interés de analizar el comportamiento dinámico de nuestras muestras, en las que hemos utilizado el mismo material de partida variando sus características extrínsecas mediante el uso de dos tipos de sustratos

A continuación, se van a presentar los resultados de las muestras organizados como en el caso de las medidas de MOKE: muestras a RT con y sin recubrimiento, muestras recocidas y con recubrimiento y muestras sobre MgO recocidas y sin recubrimiento.

3.3.4.1 Evolución de campos de resonancia y anchura de línea

3.3.4.1.1.: Muestras “as-deposited” (RT)

De nuevo se ha comenzado midiendo las muestras as-deposited crecidas sobre ambos sustratos con y sin recubrimiento de Au.

Figura 3.41: Evolución angular del campo de resonancia para las muestras a) M0, b) M0Au, c) CO y d) COAu obtenida a partir de los ajustes de las curvas de resonancia. Los puntos experimentales se presentan en color azul mientras que la línea roja corresponde al ajuste realizado mediante el formalismo de SB.

En la Figura 3.41 se muestran los datos medidos y el ajuste realizado utilizando el formalismo de SB. La dependencia angular de M0 (a) presenta una simetría de orden 2 (two-fold) con forma de mariposa, típicamente uniáxica, con un claro achatamiento lateral. Los ejes de la anisotropía uniáxica, cuya intensidad es de 530 J m^{-3} , coinciden con las diagonales del sustrato. M0Au (b) muestra una forma con dos lóbulos asimétricos orientados a lo largo de una de las diagonales del sustrato. Los ajustes indican que la contribución dominante es la uniáxica con un valor de la constante de 750 J m^{-3} , típico de aleaciones amorfas.

Muestra	Tratamiento (°C)	K_U (Jm^{-3})	K_C (Jm^{-3})	$\mu_0 M_S$ (T)	H_{KU} (Oe)	H_{KC} (Oe)	H_{sat} (Oe)
C0	RT (no cap)	1640	-	1.40	29	-	40-
C0Au	RT	1030	-	1.44	18	-	22-
M0	RT (no cap)	530	260	1.62	8.0	4.0	9
M0Au	RT	750	160	1.51	12.4	2.7	13

Tabla 3.4: Valores de las constantes de anisotropía, campos de anisotropía e imanación de saturación de las muestras crecidas sobre MgO a RT.

Además, existe una pequeña contribución cúbica responsable de la asimetría de los lóbulos (ver tabla 3.4). Sin embargo, C0 y C0Au muestran una anisotropía exclusivamente uniáxica, en torno a los $10^3 J m^{-3}$, donde los ejes son paralelos a los lados del sustrato, con dos lóbulos muy claros y simétricos. Hay que señalar, que C0 muestra un ligero desdoblamiento del pico de resonancia en dos regiones angulares: de 0° a 75° y de 180° a 255° aproximadamente.

Figura 3.42: Evolución angular de la anchura de pico de resonancia ΔH_{pp} obtenida a partir de los ajustes de las curvas de resonancia para las muestras a) M0 y M0Au, y b) C0 y C0Au.

En la Figura 3.42 Se muestra la evolución del ancho de línea de los picos de resonancia ΔH_{pp} . En (a) se presentan los resultados de las muestras crecidas sobre MgO. M0Au presenta una simetría de orden 4 con valores en torno a 33 Oe con un mínimo de 27 Oe, mientras que M0 presenta una evolución angular con una estructura compleja, simetría de orden 2 y valores en torno a 35 Oe y un mínimo 33 Oe. Se observa en b) que las muestras crecidas sobre vidrio tienen una evolución angular similar, con una simetría de orden dos, y los máximos desplazados 45° respecto de donde se tenían los máximos del campo de resonancia (zona

donde el pico de resonancia se desdoblaba en dos) con valores en torno a 25 Oe para C0Au y 74 Oe para C0 y los mínimos de 23 Oe y 52 Oe.

3.3.4.1.2.: Muestras con tratamiento térmico

A continuación, se estudia el efecto de los tratamientos térmicos sobre las propiedades dinámicas de las muestras. Para ello, estudiamos de nuevo tres series de muestras: las crecidas sobre Corning y MgO con recubrimiento, y las crecidas sobre MgO sin recubrimiento. En este último caso, únicamente se estudian las muestras con recocidos a 125 °C, 165 °C, 250 °C y 350 °C, ya que, para temperaturas mayores, el campo de resonancia toma valores superiores a los 1.5 T máximos que permite el sistema de medida.

- 3.3.4.1.2.1.: Muestras sobre Corning con recubrimiento

En la Figura 3.43 se muestra la evolución angular del campo de resonancia obtenido de los ajustes mediante las funciones de Dyson para la serie de muestras crecidas sobre vidrio, con distintos tratamientos térmicos y recubrimiento de oro.

El comportamiento de la muestra C0Au ha sido comentado en el punto anterior, pero se añade la evolución angular en este apartado para compararlo con el de las recocidas y ver su evolución. Las láminas C125Au y C165Au presentan dos picos de resonancia en casi todo el rango angular (excepto en los rangos 50-90° y 230-290°).

Para C125Au aparecen muy cercanos y presentan una evolución angular idéntica de forma que se puede tratar fácilmente como un solo pico al realizar el ajuste. Esta película tiene una simetría de orden dos, aunque con cierta asimetría a ambos lados de los máximos. C165Au, sin embargo, presenta distintos grados de superposición de los picos y, cuando se trata como uno solo, lleva a una evolución angular compleja que se muestra en c) y que se asemeja a la forma de una mariposa con una complicada estructura en las alas. El ajuste angular para esta muestra es muy complicado, de forma que se tomarán los valores obtenidos para las anisotropías como efectivos y se muestran de forma orientativa. A partir de 250 °C se observa una mezcla de componentes uniáxica y cúbica con los lóbulos alineados con las diagonales del sustrato. C250Au tiene una resonancia simple con un segundo pico a campos más elevados (por encima de 830 Oe, no se muestra) en los tramos de 45° a 105° y de 225° a 280°. La muestra C350Au presenta dos picos prácticamente superpuestos con una evolución angular

muy similar que permiten tratarlo como uno solo obteniéndose una forma muy similar a la de C250Au, aunque la componente cúbica tiene más peso en este caso.

- Figura 3.43: Evolución angular de los campos de resonancia y ajuste mediante el formalismo de SB de las muestras a) C0Au, b) C125Au, c) C165Au, d) C250Au y e) C350Au

Muestra	Tratamiento (°C)	K_U (Jm ⁻³)	K_C (Jm ⁻³)	$\mu_0 M_S$ (T)	H_{KU} (Oe)	H_{KC} (Oe)	H_{sat} (Oe)
C0	RT (no cap)	1640	-	1.40	29	-	40-
C0Au	RT	1030	-	1.44	18	-	22-
C125Au	125°C	1920	220	1.46	33	3.8	34.5
C165Au*	165°C*	600*	215*	1.49*	10*	3.7*	30*
C250Au	250°C	590	765	1.48	10	13	25
C350Au	350°C	65	290	1.53	1.1	3.4	-

Tabla 3.5: Valores de las constantes de anisotropía, campos de anisotropía e imanación de saturación de las muestras crecidas sobre Corning con recubrimiento a partir de los ajustes de SB.

Se presentan en la Tabla 3.5 todos los valores de anisotropías obtenidos a partir de los ajustes de SB. Se han añadido valores del campo de saturación en el eje difícil obtenidos mediante medidas de MOKE para compararlos. Las muestras sin recocido requieren una anisotropía uniaxial pura para ajustar la evolución angular con valores de la anisotropía típicos de amorfos (10^3 J/m³). Los campos de anisotropía (presentados en la tabla en Oe para compararlos con los obtenidos por MOKE) concuerdan con los necesarios para saturar las láminas a lo largo del eje difícil en las medidas de MOKE. C125Au sigue dominada por la componente uniaxial que es incluso mayor que en las muestras sin tratar, aunque muestra cierta componente cúbica un orden de magnitud menor. Las muestras recocidas a temperaturas por encima de los 165 °C presentan una anisotropía dominada por una componente cúbica además de la uniaxial. C250Au muestra una componente cúbica un 30% mayor que la uniaxial mientras que para C350Au es cuatro veces superior. Hay que tener en cuenta que la función de ajuste que hemos utilizado considera una estructura de monocristal para el material con unos ejes cristalográficos muy bien definidos. Sin embargo, se ha comprobado por TEM que las muestras son policristalinas. Teniendo esto en cuenta, se considera que el drástico descenso de la anisotropía uniaxial por encima de los 165 °C y en especial a 350 °C es una clara señal del carácter casi cristalizado e isotrópico de las láminas que se ha observado por MOKE o TEM.

Figura 3.44: Evolución angular de la anchura del pico de resonancia obtenida a partir de ajustes con funciones de Dyson para las muestras a) C0Au, d) C250Au y e) C350Au

En la Figura 3.44 se muestra la evolución angular de la anchura de línea para algunas de las muestras de Corning con recubrimiento. Para las muestras recocidas a 125 °C y 165°C se tiene una forma muy complicada (esta última no se muestra) con cambios ligeros y un valor medio en torno a los 30 Oe. C250Au presenta una variación entre 45 y 75 Oe con una simetría de orden 2 y dos máximos más importantes que los otros dos. Esta forma concuerda con la evolución del campo de resonancia. Por último, la anchura de línea para la muestra C350Au es

mucho mayor, con valores entre 100 y 120 Oe, variando levemente y con dos mínimos que coinciden angularmente con dos mínimos relativos del campo de resonancia.

Si nos fijamos en los valores mínimos de ΔH_{pp} se puede comprobar que por debajo de 165 °C las dos muestras, COAu y C125Au, presentan valores mínimos aproximadamente de 23 Oe, mientras que, las tratadas a temperaturas superiores presentan un valor que crece hasta los 32 Oe y 96 Oe, aproximadamente, para las muestras tratadas a 250°C y 350°C respectivamente.

- 3.3.4.1.2.2.: Muestras sobre MgO con recubrimiento

En la Figura 3.45 se presenta la evolución angular del campo de resonancia para las muestras crecidas sobre MgO, con tratamientos térmicos y recubrimiento de Au. Se incluye de nuevo por comparación los datos de la muestra M0Au que ha sido comentada en el apartado anterior

Las muestras M0Au y M125Au muestran un único pico de resonancia en todo el rango angular y presentan una evolución angular con dos lóbulos achatados con un mínimo profundo. El ajuste de la evolución angular mediante SB muestra una componente uniáxica principal que pasa de los 750 J/m³ para M0Au a los 390 J/m³ para M125Au y una pequeña componente cúbica responsable de la asimetría de los lóbulos (Ver Figuras 3.45 a) y b) y Tabla 3.6). El incremento de la temperatura de recocido provoca la aparición de dos picos superpuestos para M165Au aunque son perfectamente resolubles. De nuevo, se tiene una anisotropía fuertemente uniáxica que aproximadamente duplica la cúbica. M250Au sin embargo, presenta picos muy solapados. En este caso, la evolución angular muestra una anisotropía uniáxica un orden de magnitud superior a la cúbica. Por último, en e) se muestra la evolución angular del campo de resonancia, que es totalmente distinta a las anteriores con una anisotropía cúbica dominante y 4 veces superior a la uniáxica.

Figura 3.45: Evolución angular del (de los) campo(s) de resonancia para las muestras: a) M0Au, b) M125Au, c) M165Au, d) M250Au y e) M350Au. En algunos casos se presentan datos para ajustes con una función doble Dyson.

Sustrato	Recocido (°C)	K_U (Jm ⁻³)	K_C (Jm ⁻³)	$\mu_0 M_S$ (T)	H_{KU} (Oe)	H_{KC} (Oe)	H_{sat} (Oe)
MgO*	RT	530	260	1.62	8.0	4.0	9
MgO	RT	750	160	1.51	12.4	2.7	13
MgO	125°C	390	230	1.47	6.6	3.9	8
MgO	165°C	730	370	1.46	12.6	6.3	13
MgO	250°C	700	80	1.39	14.5	7.0	16
MgO	350°C	210	800	1.52	12.6	1.4	16

Tabla 3.6: Valores de las constantes de anisotropía K_U , K_C e imanación de saturación M_S para las series de muestras crecidas sobre MgO, recocidas y recubiertas de oro y la muestra recién depositada sin oro. Las muestras señaladas con asterisco no tienen recubrimiento.

Figura 3.46: Evolución angular de la anchura del pico de resonancia obtenida a partir de ajustes con funciones Dyson para las muestras: a) M0Au, b) M125Au, c) M250Au, y d) M350Au.

En cuanto a la anchura de pico, se observa en la Figura 3.46 que M0Au tiene una estructura muy clara con simetría de orden 4 y mínimos correspondientes con los ejes fáciles de la componente de anisotropía cúbica. Para M125Au, dos de los picos se suavizan antes de desaparecer con el recocido a 250 °C. Por último, M350Au muestra una simetría de orden dos con un claro achatamiento en los lóbulos. En todos los casos, la media de las anchuras de los picos de resonancia está entre 35 y 40 Oe con un mínimo claro en la mayoría de los casos en torno a 27 Oe.

- 3.3.4.1.2.3.: Muestras sobre MgO sin recubrimiento

En la Figura 3.47. Se muestra la evolución angular del campo de resonancia para la serie de muestras crecidas sobre MgO sin recubrimiento con distintos recocidos. Se observa en a) que M0, M125 y M250 presentan una forma de mariposa similar a las observadas en las muestras con recubrimiento, fruto de las contribuciones de las anisotropías uniáxica y cúbica. Los ejes fáciles de la anisotropía se orientan paralelos a las diagonales del sustrato tal y como ocurriría con las muestras con recubrimiento.

Figura 3.47: a) Evolución angular del campo de resonancia para las muestras M0, M125 y M250. b) Evolución angular del campo de resonancia para la muestra M350.

M350 sin embargo muestra cuatro lóbulos totalmente separados asociados a la anisotropía biáxica de la muestra. Los ejes fáciles coinciden con las diagonales del sustrato y los difíciles con los lados. Los valores obtenidos a partir de los ajustes mediante SB se presentan en la Tabla 3.7:

Muestra	Tratamiento (°C)	K_U (Jm^{-3})	K_C (Jm^{-3})	$\mu_0 M_S$ (T)	H_{KU} (Oe)	H_{KC} (Oe)	H_{sat} (Oe)
MgO*	RT	530	260	1.62	8.0	4.0	9
M125	125	732	530	1.66	11.5	8	16.5
M250	250	672	660	1.58	10.7	10.5	17
M350	350	-	10684	1.87	-	143.6	20

Tabla 3.7: Valores de las constantes de anisotropía K_U , K_C , campos de anisotropía H_{KU} y H_{KC} y campo de saturación en el eje difícil obtenido en las medidas de MOKE.

En cuanto a la anchura de pico, en la Figura 3.48 se presenta la evolución angular para las muestras crecidas sobre MgO con diferentes tratamientos térmicos. M0 presenta una simetría de orden 2 con una estructura complicada y un valor medio de unos 45 Oe. M125 parece que

comienza a mostrar una simetría de orden 2 aunque con una componente biáxica y presenta un valor medio de 33 Oe. Para M250, se ve que la simetría es de orden 2 y tiene un valor medio de 27 Oe y finalmente M350 presenta 4 lóbulos con el mismo valor medio. Se observa el mismo comportamiento que con el campo de resonancia, con una anisotropía uniáxica y una biáxica que va aumentando su peso. En cuanto a al valor intermedio de la anchura de pico, va disminuyendo conforme aumenta la temperatura de recocido, llegando los valores de los mínimos a estar por debajo de 23 Oe.

Figura 3.48: Valores de las constantes de anisotropía K_u , K_c , campos de anisotropía H_{Ku} y H_{Kc} y campo de saturación en el eje difícil obtenido en las medidas de MOKE.

3.3.4.2 Evolución del parámetro de amortiguamiento

Como ya se ha comentado, la anchura de línea es un parámetro clave al estar directamente relacionado con el factor de amortiguamiento α en la ecuación de LLG (Capítulo 2, expresión 5).

Figura 3.49: Evolución de la anchura de pico en función de la temperatura de recocido para las muestras crecidas sobre las tres series de muestras medidas

En la Figura 3.49 se muestra la anchura del pico de resonancia en función de la temperatura de recocido para las tres series de muestras estudiadas. El punto central para cada temperatura se refiere al valor intermedio $((\Delta H_{PP-Max} - \Delta H_{PP-Min}) / 2)$ entre la anchura de pico máxima y mínima. Se representa en cada caso una barra de error que muestra el rango de variación de máximo a mínimo de este valor en función de la orientación para cada muestra. Se observa que las muestras depositadas sobre MgO apenas varían su valor intermedio de los 35 Oe con una variación máxima de 13 Oe independientemente de que tengan o no el recubrimiento de Au. Para el Corning, el valor intermedio sube considerablemente de unos 40 Oe, para las muestras COAu, C125Au y C165Au, a los 55 Oe para M250Au y los casi 120 Oe para M350Au. La variación entre la máxima y mínima anchura de pico es de unos 20 Oe en todos los casos. Se puede adelantar por tanto que las muestras depositadas sobre MgO van a tener un menor factor de amortiguamiento y que éste no va a sufrir grandes cambios con los tratamientos térmicos.

Para calcular el parámetro de amortiguamiento de las muestras a RT se ha considerado que la contribución de la mosaicidad a la anchura de pico (ΔH_m) es nula debido a su carácter amorfo. Además, se ha considerado como despreciable el término asociado a inhomogeneidades (ΔH_0) al ser desconocido. De esta forma, únicamente se están considerando la contribución de la dispersión a dos magnones y un valor sobre estimado de la contribución de Gilbert (ΔH_G) isotrópica e intrínseca del material. Como ya se ha comentado, la evolución angular de la contribución de la dispersión a dos magnones reproduce la simetría de centros de dispersión que encuentra y puede ser expresada en función de la orientación de los ejes cristalinos si los centros de dispersión se encuentran ligados a ellos. En este caso, se han considerado las anisotropías como centros de dispersión con direcciones bien definidas. Las muestras depositadas sobre Corning, presentan una anisotropía uniáxica debida a las tensiones y tracciones lineales y paralelas a los lados del sustrato. En las muestras depositadas sobre MgO, la anisotropía es cúbica y tiene origen en la capa de Fe en la intercara con el sustrato. Así, se puede realizar un ajuste para la anchura del pico considerando el término isotrópico y una función que aúne las anisotropías uniáxica y biáxica de la forma:

$$\Delta H_{TMS} = A \sen^2(\phi_H - \phi_1) + B \sen^2(2(\phi_H - \phi_2)) \quad (10)$$

Donde A y B son parámetros ligados a los ejes de anisotropía y los ángulos ϕ responden a las direcciones de los ejes de anisotropía. En nuestro caso, no se pretende el estudio pormenorizado de todas las contribuciones al parámetro de amortiguamiento. Por ello, se va a tomar el valor de ΔH_{pp} mínimo medido para cada muestra para calcular el parámetro α a partir de la ecuación (expresión 8).

Se ha calculado el parámetro de amortiguamiento mediante otro procedimiento considerando que la componente de la anchura de pico asociada a las inhomogeneidades (ΔH_0) en las muestras recocidas será muy importante al tener zonas cristalizadas y zonas amorfas en las muestras. Además, las partes cristalizadas hacen crecer el término asociado a la mosaicidad (ΔH_m). Por tanto, el valor que se obtiene es mucho mayor que el intrínseco del material y supone de nuevo una cota superior del factor de amortiguamiento de Gilbert. A partir de la ecuación 6 y conociendo la energía libre se obtiene el factor de amortiguamiento del sistema. La energía libre del sistema ya ha sido calculada anteriormente en el estado de equilibrio, con la imanación en el plano y las láminas saturadas. En este caso, se obtiene la evolución angular

de α que contiene todas las contribuciones comentadas. Se ha tomado el valor más bajo obtenido como referencia para compararlo con el obtenido por el otro método. En la siguiente tabla se recogen los valores obtenidos utilizando las expresiones (8) ΔH_{iso} y (6) formalismo SB:

Muestra	$\alpha (\Delta H_{iso})$	$\alpha (SB)$
C0	$6.91 \cdot 10^{-3}$	$6.95 \cdot 10^{-3}$
C0Au	$3.38 \cdot 10^{-3}$	$3.37 \cdot 10^{-3}$
C125Au	$3.39 \cdot 10^{-3}$	$3.36 \cdot 10^{-3}$
C165Au	$3.18 \cdot 10^{-3}$	$3.03 \cdot 10^{-3}$
C250Au	$5.95 \cdot 10^{-3}$	$5.81 \cdot 10^{-3}$
C350Au	$1.42 \cdot 10^{-2}$	$1.37 \cdot 10^{-2}$
M0Au	$4.05 \cdot 10^{-3}$	$3.91 \cdot 10^{-3}$
M125Au	$4.11 \cdot 10^{-3}$	$3.93 \cdot 10^{-3}$
M165Au	$3.31 \cdot 10^{-3}$	$3.24 \cdot 10^{-3}$
M250Au	$3.33 \cdot 10^{-3}$	$4.34 \cdot 10^{-3}$
M350Au	$4.42 \cdot 10^{-3}$	$4.14 \cdot 10^{-3}$
M0	$4.99 \cdot 10^{-3}$	$4.96 \cdot 10^{-3}$
M125	$4.15 \cdot 10^{-3}$	$4.17 \cdot 10^{-3}$
M250	$3.53 \cdot 10^{-3}$	$3.53 \cdot 10^{-3}$
M350	$3.21 \cdot 10^{-3}$	$3.23 \cdot 10^{-3}$
M380	$2.27 \cdot 10^{-2}$	

Tabla 3.8: Valores obtenidos para el parámetro de amortiguamiento α a partir de los dos métodos expuestos.

En primer lugar, cabe señalar que los valores obtenidos mediante ambos procedimientos son prácticamente iguales. De este modo, se puede considerar que los factores de inhomogeneidad (ΔH_0) y mosaicidad (ΔH_m) no aumentan de manera relevante con los tratamientos térmicos. Se han obtenido valores en torno a $4 \cdot 10^{-3}$ para las muestras que no estaban completamente cristalizadas (todas salvo C350Au).

Figura 3.50: Evolución parámetro de amortiguamiento mínimo con la temperatura de recocido.

Además, en la Figura 3.50 se aprecian modificaciones en el factor de amortiguamiento inducidas por los tratamientos térmicos. Las muestras crecidas sobre Corning aumentan su factor de amortiguamiento un 77% para temperaturas por debajo de la cristalización. Se observa una tendencia de crecimiento que comienza a partir de los 250 °C cuando gran parte de la muestra está ya cristalizada. Una vez la muestra está completamente cristalizada, el factor de amortiguamiento quintuplica el que presenta la muestra a RT. La serie de MgO con recubrimiento no sufre grandes cambios con la temperatura manteniéndose en torno a los $4 \cdot 10^{-3}$. Por último, en la serie de MgO con recubrimiento se observa una disminución lineal del amortiguamiento con un cambio máximo del 39% respecto al valor que presentaba la muestra a RT. Además, se ha medido una muestra recocida a 380 °C que presenta picos de resonancia en orientaciones determinadas por debajo de los 1.5 Teslas máximos permitiendo la medida de su factor de amortiguamiento que quintuplica el valor que presenta la muestra a RT. En ambos casos se confirma por tanto que cuando las muestras están cristalizadas, se tiene un factor de amortiguamiento un orden de magnitud por encima del obtenido para las muestras amorfas o semicristalizadas.

3.3.4.3 Medidas fuera del plano (OOP)

En las medidas fuera del plano (OOP), se han realizado barridos desde $\theta = -90^\circ$ a 90° con espaciado más fino conforme nos acercamos a la dirección perpendicular (la geometría ha sido explicada en detalle en el punto 2.5.2. del capítulo de técnicas experimentales).

Figura 3.51: Evolución angular del campo de resonancia para las muestras a RT y 350 °C crecidas sobre ambos sustratos.

En la Figura 3.51 se muestra la evolución del campo de resonancia en función del ángulo de incidencia acimutal correspondiendo $\theta = \pm 90^\circ$ geometría IP y $\theta = 0^\circ$ geometría OOP. Se observa que conforme nos acercamos a la geometría fuera del plano, el campo de resonancia crece bruscamente hasta valores por encima de los 1.5 T siendo imposible su medida. Además, se observa que las curvas de evolución son muy similares y en algunos casos se solapan, lo que confirma que no se ha inducido una anisotropía perpendicular durante los tratamientos térmicos.

3.4 Discusión de resultados

Con el objetivo de mejorar los parámetros magnéticos tanto de histéresis como dinámicos de las láminas delgadas se han usado diferentes caminos basados en el crecimiento de precursores amorfos (FeB), alguno de los cuales han sido sometidos a tratamientos térmicos, y en el empleo de diferentes intercaras sustrato-muestra y muestra-recubrimiento. Comenzaremos el análisis por las láminas amorfas (“as deposited” o RT) y después discutiremos los resultados para las muestras con tratamientos térmicos.

3.4.1: Muestras amorfas (RT)

En primer lugar, en cuanto a los efectos del sustrato, la anisotropía de las muestras depositadas sobre vidrio (muestras C) es puramente uniáxica mientras que la de las depositadas sobre MgO (muestras M) tiene una pequeña componente cúbica. Sin embargo, la anisotropía de las muestras M es mucho más débil que la de las C. Por otra parte, la orientación de los ejes fáciles es distinta, siendo paralelos a los lados del sustrato, en las muestras C, y a las diagonales, en las-M. En todos los casos, el acuerdo entre los campos de anisotropía uniáxicos calculados a partir de la anisotropía (f_{mr}) y los de los campos de saturación a lo largo del eje difícil es notable. El origen de la anisotropía en los amorfos ferromagnéticos suele estar en (i) el acoplo magnetoelástico entre la imanación y las tensiones internas, lo que da lugar a ejes fáciles (difíciles) en las regiones con tensiones de tracción (compresión) si la magnetostricción es positiva, o en (ii) la presencia de campos magnéticos durante los procesos de fabricación o los tratamientos térmicos. Ambos orígenes generan anisotropías de tipo uniáxico. En nuestro caso se puede descartar la presencia de un campo durante el proceso de fabricación ya que la orientación diferente de los ejes fáciles no es compatible con que todos los sustratos (MgO o vidrio) se orientan de igual manera en el sistema PLD durante la fabricación. En la literatura [26, 66] se encuentran valores de anisotropía, para muestras fabricadas por enfriamiento rápido, de cerca de $2 \cdot 10^3 \text{ Jm}^{-3}$, calculados a partir de la estructura de dominios y de los mecanismos de nucleación y enganche (“pinning”); también se encuentran valores un orden de magnitud mayor en películas depositadas por sputtering. La anisotropía de nuestras películas, mucho más baja, y su orientación bien definida son indicativas de sus débiles tensiones internas (comparadas con las de las muestras reportadas) y de su homogeneidad espacial. La mayor anisotropía en muestras depositadas sobre vidrio se puede interpretar como debida a que las tensiones transmitidas en éstas son mayores que en las M. El origen de dichas tensiones no es claro, aunque se pueden

aventurar diversas explicaciones. Un posible mecanismo podría estar en las tensiones introducidas en el vidrio por el sistema de anclaje al portamuestras, que puede flexionar ligeramente al vidrio. Si la película se acomoda a dichas tensiones durante la deposición, al liberar el vidrio puede quedar sometida a un esfuerzo inverso. La menor anisotropía de las películas depositadas sobre MgO indica que las tensiones transmitidas por el sustrato son menores debido a su mayor rigidez.

La anisotropía biáxica en las muestras M, que no es en absoluto habitual en muestras amorfas, puede tener su origen y orientación en la capa de Fe en la intercara lámina-sustrato observada en los estudios de TEM. Es bien sabido que el Fe tiende a crecer epitaxialmente sobre el MgO (001) con sus ejes cristalinicos rotados 45° respecto a los del MgO [42]. Un posible mecanismo para la aparición del eje fácil a lo largo de una diagonal puede ser el siguiente: si la imanación de la capa de Fe se orienta a lo largo de uno de sus ejes fáciles (paralelo a una diagonal del sustrato), la del FeB que crece encima puede estar polarizada en dicha dirección igual que con un campo magnético (por canje o por campo dipolar). La anisotropía cúbica resultante probablemente tiene su origen en el acoplo por canje en la intercara entre las capas de Fe y FeB de forma análoga a los sistemas “exchange biased”. El canje interfacial debería normalmente extender su influencia a todo el espesor de la capa amorfa ya que su longitud de canje es de unas decenas de nanómetros.

En cuanto a los efectos de recubrimiento de Au (o la capa de óxidos en las muestras sin recubrimiento), no parece que sea relevante en el tipo y orientación de la anisotropía de las muestras. De hecho, la muestra C recubierta de Au (COAu) tiene una anisotropía menor que la no recubierta (C0) mientras que en el caso de las muestras M (MOAu y M0) ocurre lo contrario. No es posible sacar conclusiones claras a este respecto. Sin embargo, sí parece ser muy relevante el efecto del recubrimiento (o su ausencia) en la anchura de línea y, con ello, en el factor de amortiguamiento. Tal y como se ve en la Figura 3.42, la anchura de línea de las muestras sin recubrimiento, que presentan una capa de óxido superficial, es mayor que la de las muestras con el recubrimiento de Au. El aumento del amortiguamiento en este caso puede asociarse al aumento de las inhomogeneidades en las intercara amorfo-óxido. Independientemente del hecho de que la muestra C0 tenga mayor anchura de línea que la COAu, ambas presentan una dependencia angular similar, con simetría de orden 2 y máximos correspondientes a las regiones angulares en las que los picos de resonancia se desdoblan. De alguna manera, esto indica que los defectos o inhomogeneidades involucrados en los

mecanismos de disipación presentan dicha simetría. En el caso de defectos lineales bien orientados (simetría de orden 2), puede dispersarse la energía desde el modo uniforme (fmr, $k=0$) a otros modos con vector de onda $\vec{k} \neq 0$ (TMS) si éste forma un ángulo inferior al ángulo crítico dado por (9), llegando incluso al desdoblamiento de las resonancias si el término de dispersión del hamiltoniano deja de ser simplemente una perturbación [65]. En nuestro caso, las tensiones existentes parecen ser responsables de la dispersión, sin embargo, ni la orientación de la región en la que los picos se ensanchan hasta desdoblarse, que no está centrada en la perpendicular a los ejes fáciles, ni su anchura son compatibles con el cálculo. El ángulo crítico calculado a partir de la expresión (9) es de aproximadamente $\pm 14^\circ$, mucho menor que los aproximadamente 80° de anchura de la región de desdoblamiento. Esto sugiere la presencia de regiones con tensiones ligeramente desorientadas y desacopladas respecto a las que determinan los ejes fáciles. La compleja estructura de la evolución angular de la anchura de línea de la muestra M0, muy alejada de la correspondiente a su anisotropía indica que su origen está en inhomogeneidades, probablemente en la intercara con el óxido, que nada tienen que ver con las características estructurales responsables de la anisotropía. Por el contrario, la muestra M0Au tiene una anchura de línea dominada por una componente de orden 4, probablemente ligada a la capa de Fe. Dado que el mecanismo TMS da lugar a una dependencia angular de la anchura de línea que refleja la simetría de los centros de dispersión, podemos adscribir la dependencia angular de la anchura de línea en los casos de M0Au y de las muestras C a dicho mecanismo, con una forma ya considerada en el cálculo del amortiguamiento α ,

$$\Delta H = \Delta H_{iso} + A \sin^2(\phi_H - \phi_1) + B \sin^2(2(\phi_H - \phi_2)) \quad (11)$$

donde ΔH_{iso} es la parte isótropa, que incluye la debida al amortiguamiento de Gilbert y las inhomogeneidades, A y B corresponden a orden 2 y 4, respectivamente, y ϕ_1 y ϕ_2 a las direcciones fáciles en cada caso. Mientras que los valores de la parte isótropa son muy parecidos en las muestras con recubrimiento, 23 Oe y 27 Oe para C0Au y M0Au, respectivamente, el valor es mucho mayor para la C0, 51 Oe, lo cual refleja que el valor intrínseco o, al menos, una cota superior de la anchura de línea es muy pequeño, de poco más de 20 Oe. Con estos valores se obtiene los coeficientes de amortiguamiento indicados en la Tabla 3.8. En cuanto a la comparación con valores reportados en la literatura para otros materiales hay que señalar en primer lugar que, en general, los estudios muestran que el

amortiguamiento es mayor cuanto menos espesor tengan las láminas ya que, normalmente, se tienen más defectos. Los valores son comparables con los valores más bajos reportados para láminas delgadas de aleaciones de Fe como el CoFeB ($\alpha=2\cdot 7\cdot 10^{-3}$) [34, 37, 67, 68], el Fe₈₀Ni₂₀ (*permalloy*, $\alpha=7\cdot 10^{-3}$) [69] aunque lejos de las láminas delgadas de YIG ($\alpha=7.4\cdot 10^{-5}$). Se puede encontrar una recopilación con más valores reportados en [70]. Se confirma, por tanto, que las láminas delgadas de FeB amorfo presentan un factor de amortiguamiento suficientemente bajo como para ser consideradas para aplicaciones en dispositivos de alta frecuencia en magnónica.

3.4.2.: Muestras con tratamiento térmico

Un aspecto importante del estudio de las muestras recocidas es el efecto del sustrato. Si observamos todas las gráficas que resumen el comportamiento frente a la temperatura de recocido de los campos coercitivo (Figura 3.35) y de saturación (Figura 3.36), de la anchura de línea (Figura 3.49) y del parámetro α (Figura 3.50), vemos que los valores correspondientes a las muestras depositadas sobre MgO, tanto con recubrimiento como sin él, se mantienen con pocas variaciones hasta temperaturas cercanas a 300°C. Por el contrario, las depositadas sobre Corning ya presentan variaciones significativas a 250°C. De entrada, debemos recordar que las muestras crecidas sobre MgO tienen una capa cristalina en la intercara con el sustrato y que, además, la cristalización progresa desde dicha intercara hacia la superficie, habiendo comenzado ya a 125°C. Por el contrario, a dicha temperatura las películas depositadas sobre Corning siguen en estado amorfo, según indican las imágenes de TEM. Sin embargo, a temperaturas más altas la cristalización de las películas crecidas sobre vidrio progresa rápidamente y, así, a 350°C las películas crecidas sobre MgO aún tienen un porcentaje de amorfo no despreciable mientras que las crecidas sobre vidrio están prácticamente cristalizadas al 100%.

Está claro que el sustrato es crítico para la estructura del producto de cristalización y el umbral de la misma. Mientras que en las muestras obtenidas por otros métodos, sobre todo enfriamiento ultrarrápido (“melt spinning”, MS), la temperatura de cristalización es de unos 390°C o 400°C [29, 30, 71, 72], el umbral de cristalización en forma de película delgada baja notablemente. Harris, en películas depositadas por sputtering, y Vavassori han puesto de manifiesto el papel de la superficie en los mecanismos de nucleación y crecimiento, la cual reduce notablemente dicho el umbral [32, 49]. Nuestro trabajo confirma estos hechos, pero,

además, revela el papel que juega el tipo de sustrato en la estructura del producto de cristalización. A pesar de que en las muestras depositadas sobre MgO (tanto con recubrimiento como sin él) la cristalización comienza ya a 125°C, la estructura durante el proceso se mantiene razonablemente homogénea ya que el mecanismo fundamental consiste en el crecimiento en un frente desde la intercara con el sustrato hacia la superficie de la muestra, obviamente a partir de la capa cristalina presente ya en las muestras amorfas. Teniendo en cuenta que los mecanismos de coercitividad en estos materiales suelen deberse a “pinning” de paredes, la estructura muy homogénea en toda el área de la muestra sería la responsable de la baja coercitividad de las mismas, pudiéndose atribuir la (ligeramente) mayor coercitividad de las muestras sin recubrimiento a los defectos generados en la superficie libre oxidada. En el caso de las muestras depositadas sobre vidrio, la cristalización parece comenzar a temperaturas más elevadas con un mecanismo basado en la nucleación y crecimiento de cristalitos aislados dentro de la matriz amorfa, llegando a ocupar aquellos el espesor completo de la película. La cristalización completa se produciría por coalescencia de los cristalitos. En este caso el mecanismo de pinning puede estar determinado por la distribución inhomogénea de cristalitos en la matriz amorfa dando lugar a una mayor coercitividad (que la de las crecidas sobre MgO) a partir de 250°C a pesar de tener, probablemente, una fracción de material cristalizado inferior.

Un dato llamativo de las películas crecidas sobre vidrio es la aparición de una anisotropía cúbica, no muy grande, durante el proceso de cristalización, la cual no sería muy esperable dado el carácter amorfo de película y sustrato y, sobre todo, el hecho de que esta anisotropía, detectada por fmr, no se refleje en la dependencia angular de la coercitividad, que parece estar dominada por la anisotropía uniáxica. Respecto a esto último, hay que entender que la medida de anisotropía (fmr) se ha realizado en condiciones de saturación de las muestras, independiente del mecanismo de coercitividad, basado en una secuencia de nucleación-expansión-propagación, el cual tiene lugar a campos inferiores y a partir de regiones muy localizadas. Además, la superposición de una anisotropía uniáxica y una biáxica puede dar lugar a una dependencia angular de la coercitividad con simetría de orden 2, aunque con ciclos con una forma particular para campos aplicados cerca del eje difícil uniáxico [42], muy similar a la observada en C165Au. Respecto al origen de la anisotropía en las películas parcialmente cristalizadas y, sobre todo, en la C350 (isótropa desde el punto de vista de la histéresis), hay que pensar en un posible agente “polarizador” durante el crecimiento de los cristalitos que, en el caso de estas muestras C, solo puede ser el eje fácil de imanación, bien por las tensiones mecánicas, bien por la misma imanación remanente del material amorfo (orientado según el

eje fácil). La orientación coincidente del eje fácil (uniáxico) del amorfo con un eje fácil de los cristalitos en crecimiento (cúbicos) podría dar lugar a la generación de un cierto grado de orden en el material cristalizado. En cualquier caso, el grado de orden generado sería bajo, como reflejan los bajísimos valores de las anisotropías medidos, dos órdenes de magnitud inferiores a los del Fe cristalino, por ejemplo. En las muestras crecidas sobre MgO tiene más sentido que la estructura del producto de cristalización presente una anisotropía cúbica, además de la uniáxica ligada al material amorfo, ya que crece a partir de la lámina cristalina de la intercara. A medida que aumenta la temperatura de tratamiento crece la anisotropía cúbica (medida por fmr), con una anomalía en M250Au, pero siempre en valores dos órdenes de magnitud por debajo de los valores característicos de las fases cristalinas. Al igual que en el caso de las muestras sobre vidrio, ello probablemente refleje un grado de orden, por el crecimiento a partir de la lámina cristalina de la intercara, aunque no muy elevado. A pesar de todo, sus parámetros de histéresis presentan una dependencia angular de orden 2 incluso hasta 350°C, pero con ciclos en la dirección del eje difícil con características correspondientes a anisotropías uniáxica y biáxica superpuestas (M350Au, figura 3.31c).

El parámetro de amortiguamiento α es una de las cuestiones fundamentales que pretendemos estudiar, a partir de la anchura de línea ΔH_{pp} . Como hemos explicado, además de las contribuciones isotropas a la anchura de línea, que incluye la intrínseca de Gilbert, podemos tener una variación que presenta una fuerte dependencia angular IP, especialmente la asociada al scattering por dos magnones o TMS. Tres son las cuestiones a considerar respecto a la anchura de línea: el valor mínimo, que es una cota superior del valor debido al amortiguamiento de Gilbert [61], la simetría de sus variaciones en el plano y la amplitud de las mismas.

Como reflejan las figuras 3.44 y 3.49, el valor mínimo de la anchura de línea de las muestras crecidas sobre vidrio aumenta con la temperatura de tratamiento a partir de 250°C mientras que la amplitud de la variación IP permanece prácticamente invariable. Los ajustes a la expresión (11) indican que dicha variación tiene solo una componente de orden de dos en la muestra amorfa y, a partir de 250°C, dos componentes de orden dos y cuatro, respectivamente, siendo dominante la primera. El amortiguamiento asociado a TMS tiene su origen en las perturbaciones de los campos efectivos locales debido a las desorientaciones locales de la imanación. En los modelos originales de Arias y Mills, se propone una red de defectos superficiales rectangulares como centros de dispersión involucrados en el TMS [64], aunque otros trabajos extienden el mecanismo a otro tipo de centros, tanto en superficie como en el material masivo [50, 62, 73]. Como consecuencia, la dependencia angular del

ancho de línea suele reflejar la estructura de los centros de dispersión. En películas delgadas epitaxiales o con un elevado grado de orden, muchas veces es la propia estructura cristalina la responsable y el ancho de línea muestra una dependencia angular que se corresponde con directamente con la anisotropía [50, 61, 65, 74]. En la literatura también se pueden encontrar otros tipos de dependencia angular, hasta de orden ocho, [73, 75]. En el caso de otras muestras con menor grado de orden (policristalinas y amorfas, por ejemplo), la dependencia angular podría mostrar una estructura más compleja. En el caso de las muestras depositadas sobre vidrio, el orden dos en la muestra COAu sería un reflejo de que los centros de dispersión son fundamentalmente lineales y probablemente ligados al origen de la anisotropía (exclusivamente uniáxica), mientras que la mezcla de componentes de orden dos y cuatro sería indicativa de dos tipos diferentes de centros, asociado el de orden cuatro a un cierto grado de orientación preferente de los cristales cúbicos producto de la cristalización. El aumento del valor mínimo, en cambio, puede reflejar una variación intrínseca del coeficiente α de las fases resultantes de la cristalización o ser un reflejo de la estructura más inhomogénea del producto de cristalización a medida que aumenta la temperatura de tratamiento. Como consecuencia, el valor mínimo de α , calculado a partir de la anchura, resulta estar aproximadamente entre $3.2 \cdot 10^{-3}$ y $3.4 \cdot 10^{-3}$ para tratamientos de menos de 250°C , disparándose hasta un orden de magnitud mayor para temperaturas más altas.

Las películas crecidas sobre MgO, por el contrario, presentan valores mínimos de anchura de línea bajos, por debajo de 30 Oe, y amplitud de la variación IP muy similar, independientemente de la temperatura, incluso para la película casi cristalizada, M350. Sólo la muestra fabricada en serie aparte y tratada a temperatura de 380°C , totalmente cristalizada y con una anisotropía del orden de 10^4 Jm^{-3} , presenta una dependencia angular dominada por una clara componente biáxica. Ello nos induce a pensar que el coeficiente de amortiguamiento intrínseco del material, incluido el del producto de cristalización, permanece prácticamente invariable y que, de acuerdo con lo observado por TEM, las películas presentan un alto grado de homogeneidad en toda su área. Los valores de α obtenidos a partir de la anchura de línea presentan algo más de dispersión, estando sus valores entre $3.2 \cdot 10^{-3}$ y $4.4 \cdot 10^{-3}$ para todas las temperaturas de tratamiento, excepto 380°C .

3.5 Conclusiones

En este capítulo se ha realizado un amplio estudio de la evolución de las propiedades estáticas y dinámicas de $\text{Fe}_{80}\text{B}_{20}$ y la relación con su estructura variando: a) el sustrato sobre el que se han crecido, b) la temperatura a la que se han recocido y c) su recubrimiento. Se han extraído las siguientes conclusiones:

- El sustrato sobre el que se depositan las muestras tiene una influencia capital en su estructura. Las películas depositadas sobre vidrio (C) son totalmente amorfas mientras que las depositadas sobre MgO (M) tiene una fina capa de Fe en la intercara película-sustrato.
- Las películas "as deposited" crecidas sobre vidrio presentan una anisotropía uniaxial con ejes fáciles paralelos a los lados del sustrato mientras que las crecidas sobre MgO presentan una componente uniaxial, con eje fácil paralelo a las diagonales del sustrato, y otra cúbica superpuesta
- El proceso de cristalización depende del sustrato sobre el que se crecen las muestras comenzando, en cualquier caso, a temperaturas cerca de 200°C por debajo de la temperatura de cristalización de las muestras masivas de la misma composición reportadas en la literatura.
- El proceso de cristalización de las muestras C tiene lugar por nucleación y crecimiento de cristalitas aisladas hasta su coalescencia total y comienza a producirse por encima de los 125°C . En las muestras M progresa por avance de un frente amplio de cristalización desde la intercara con el sustrato hacia la superficie. En este caso el proceso comienza por debajo de los 125°C .
- Las muestras parcial o totalmente cristalizadas presentan una superposición de anisotropías uniaxial y biaxial cuyo origen está probablemente en el efecto polarizador de la imanación sobre el material mientras está cristalizando.
- Los parámetros de histéresis (campo coercitivo y de saturación) aumentan bruscamente a partir de los 200°C para las muestras C mientras que está por encima de 350°C para las muestras M.
- Los mecanismos de amortiguamiento dinámico, analizados mediante la anchura de línea, tienen una componente isotrópica, que incluye el término de Gilbert, y otra que varía dentro del plano de las muestras.
- El parámetro de amortiguamiento α de las muestras amorfas y parcialmente cristalizadas se mantiene en valores en torno a $4 \cdot 10^{-3}$ al nivel de los más bajos

reportados en la literatura para láminas metálicas y permitiendo su uso para el desarrollo de dispositivos magnónicos.

- De la misma manera que ocurre con los parámetros de histéresis, el factor de amortiguación para las muestras completamente cristalizadas es un orden de magnitud mayor, situándose en valores en torno a $2 \cdot 10^{-2}$.

Capítulo 4

Muestras litografiadas

4.1. Introducción

Una vez se ha comprobado la idoneidad de la aleación amorfa de FeB como material para su uso en dispositivos magnónicos, nos hemos centrado en el desarrollo de una puerta lógica básica. Hasta la fecha, el único dispositivo enteramente magnónico fue desarrollado por el grupo de Grundler en 2007 [1-4] y, desde entonces, no se han obtenido avances significativos en la resolución del principal problema que presentan, la necesidad de grandes distancias de propagación. En este capítulo se han preparado guías de onda de tamaño micrométrico a partir de litografía laser sobre láminas delgadas.

La miniaturización de elementos de lámina delgada ferromagnética permite la disminución de las distancias de propagación necesarias en estos dispositivos. Además, las propiedades magnéticas del material masivo utilizado se ven alteradas, al trabajar a pequeña escala (micro y submicro). En concreto, estos cambios son más importantes cuando los tamaños de los elementos son comparables con distancias características como el recorrido libre medio de portadores o la anchura de una pared de dominios. Por otro lado, variando la escala de los elementos, las contribuciones dipolares y de canje [5, 6] cambian sus contribuciones a las relaciones de dispersión de las OE permitiendo la modificación de la respuesta dinámica mediante cambios de tamaño o geométricos [7].

Para la utilización de estos elementos en dispositivos magnónicos es indispensable el estudio de la propagación e inversión de la imanación en los mismos [8]. Estos procesos vienen fuertemente determinados por la interacción de las anisotropías magnéticas con la geometría de estos elementos, siendo esta última el factor clave en ellos. Se han realizado muchos estudios buscando geometrías que permitan los procesos de inversión más rápidos, sencillos y reproducibles [6, 7, 9-12]. Para lograrlo se necesitan elementos con estados de remanencia bien definidos y reproducibles. Los bordes y defectos de los elementos lideran los procesos de inversión de la imanación siendo puntos de nucleación y anclaje que rompen la reproducibilidad y su control. Por ello, un primer punto indispensable es el desarrollo de guías de onda de una calidad que muestre la reproducibilidad de los procesos de inversión de la imanación. Se denominan guías de onda magnónicas a elementos cuasi unidimensionales, en forma de líneas, de un material ferromagnético por los que se propagan las OE siendo análogas a las fibras en aplicaciones ópticas [13]. Así, se han preparado guías de onda magnónicas de 750 μm de longitud y 15-25 μm de anchura de FeB amorfo a partir de láminas delgadas de

unos 13 nm de espesor mediante litografía láser y se han caracterizado los procesos de inversión de la imanación en las direcciones longitudinal y transversal mediante medidas locales de microscopía MOKE.

Por otro lado, para comprobar la viabilidad de una puerta lógica basada en el diseño del interferómetro de Mach-Zehnder es esencial el desarrollo de un cambiador de fase [14-16] o de amplitud [2, 17, 18] controlados (CPS) [19]. Estas dos opciones tienen sus ventajas e inconvenientes, aunque nosotros nos centraremos en el desarrollo de un cambiador de fase.

Existen diferentes aproximaciones para el desarrollo de cambiadores de fase. Por ejemplo, se ha demostrado mediante simulaciones micromagnéticas que la presencia de una pared de dominios anclada en un punto de una guía de ondas puede ser utilizada como un cambiador de fase [20]. La estructura de paredes de dominio (en ocasiones compleja) conlleva un campo interno local distinto que modifica la relación de dispersión de las ondas de espín pudiendo provocar su frenado o aceleración en una de las ramas del interferómetro y, con ello, un cambio de fase respecto a la otra rama. Otras posibilidades vienen dadas por la aplicación de un campo magnético externo controlado o de la estructuración del material formando cristales magnónicos. En ambos casos, se modifican las relaciones de dispersión o se inducen gaps de frecuencias prohibidos para las ondas de espín.

En este capítulo se ha intentado estabilizar una pared de dominios en el centro de una guía magnónica, para comprobar si funciona como un cambiador de fase, por dos vías: i) la introducción de un achatamiento geométrico en forma de entalla y ii) la modificación local de la anisotropía mediante la irradiación con Rayos X que provoque una cristalización o relajación local. Se han caracterizado estáticamente los cambios inducidos en los procesos de imanación en torno a estas modificaciones mediante microscopía MOKE. Por otro lado, se han estudiado los procesos dinámicos globales ($k=0$) en el rango de los GHz de las guías de onda irradiadas con Rayos X para comprobar si las modificaciones inducidas actúan como cambiadores de fase. Además, se han observado ondas de espín ($k \neq 0$) propagándose que han sido caracterizadas para comprobar la viabilidad de estas guías para futuras aplicaciones en dispositivos.

4.2. Preparación de muestras

Se han preparado líneas micrométricas (por Maite Magaz y la Dra. Alicia Gómez) mediante litografía láser sin máscara, a partir de láminas delgadas de FeB amorfas depositadas por PLAD sobre sustratos de MgO y vidrio en la sala blanca de IMDEA-Nanociencia.

El proceso de preparación comienza con el recubrimiento de los sustratos con una foto resina positiva (AZ1512 HS). Se deposita una gota en el centro y con la ayuda de un spinner la muestra rota permitiendo la expansión de la resina y cubriendo la superficie completa del sustrato. Se ha utilizado una velocidad de giro de 5000 rpm con una aceleración base de 1000 rpm/s. Una vez se tiene una capa de resina homogénea que cubra todo el sustrato, se calienta a 90°C durante un minuto antes de comenzar con su sensibilización.

Se traslada el diseño de las líneas a la capa de resina en el proceso de sensibilización. Se utiliza un LaserWriter Heidelberg DWL 66FS, utilizando el modo sin máscara y se trabaja a una potencia de 20 mW. El sistema es capaz de trabajar con sustratos de hasta 200 x 200 mm con una resolución máxima de 0.6 μm .

Para retirar la resina sensibilizada se sumerge la muestra en un revelador (AZ 351B diluído en agua desionizada en una relación (1:4)) por un tiempo de un minuto. Tras retirar la resina sensibilizada, se procede a la deposición de la aleación amorfa de $\text{Fe}_{80}\text{B}_{20}$ mediante el procedimiento explicado en el punto 2.1. Los sustratos se pegan al portamuestras de acero mediante una cinta de doble cara. Se ha utilizado una potencia de en torno a 0.25 W con tiempos deposición de unas 2 horas para obtener espesores de unos 15 nm.

Figura 4.1: Esquema del proceso de producción de las líneas paso a paso: a) Deposición de la gota de resina; b) Rotación de la muestra para distribuir la resina y cubrir el sustrato completo c) Litografía del diseño mediante láser sin máscara, sensibilización de la resina; d) Revelado de la resina sensibilizada; e) Deposición del FeB amorfo mediante PLAD; f) Lift-off de los restos de resina

Para retirar la resina que no ha sido sensibilizada, junto con el material sobrante depositado sobre ella, se realiza el *lift-off*, sumergiendo la muestra en acetona durante 8 horas. Por último, se realiza un baño en agua sometiendo a la muestra ultrasonidos durante 5 minutos y un nuevo lavado mediante acetona e isopropanol para terminar de retirar la resina sobrante. La calidad de la litografía, posibles restos de resina sin retirar o daños superficiales son chequeados mediante un microscopio óptico.

El diseño base utilizado incluye líneas de 750 micras de longitud y anchuras de 15 y 25 micras. El diseño tiene como objetivos, por un lado, el grabado del máximo número de líneas por sustrato (para facilitar la realización de experimentos minimizando el cambio de muestras), y, por otro, la implementación de una separación de las líneas suficiente como para poder realizar irradiaciones o mediciones locales en cada línea sin riesgo de irradiación de líneas vecinas. Teniendo en cuenta ambas consideraciones se han realizado dos diseños base mostrados en la Figura 4.2.

Figura 4.2: Diseño utilizado para la preparación de los dos tipos de muestras a) Nanoirradiación en ESRF -ID16B; b) Entallas y microirradiaciones en ALS.

Hay que señalar en este punto que, a lo largo de todo el capítulo, se hace referencia a las direcciones del campo aplicado y la sensibilidad de las medidas de microscopía MOKE. En todos los casos, salvo en aquellos en que se haga referencia explícita en otro sentido, se señalan estas direcciones respecto a la orientación de las líneas. De esta forma, la dirección longitudinal es paralela al eje de las líneas mientras que, la transversal, es perpendicular al eje de las líneas.

4.3. Líneas con entalla

Se pretende comprobar si, mediante la introducción de una morfología local en forma de entalla, se pueden obtener puntos de anclaje para la estabilización de las paredes de imanación en procesos de inversión de la imanación. Se diseñan líneas de $750\text{ }\mu\text{m}$ de longitud con una entalla en su centro en forma de cuello de botella como puede verse en la Figura 4.3 a) y b). La longitud (l) y anchura (h) de la entalla (Figura 4.3. b)) se va cambiando en cada línea. Se tienen longitudes de $l=1, 3, 5, 7$ y $10\text{ }\mu\text{m}$ en las líneas de $15\text{ }\mu\text{m}$ de anchura a las que se suman longitudes de $l=12$ y $15\text{ }\mu\text{m}$ en el caso de las líneas de $25\text{ }\mu\text{m}$ de anchura; y anchuras de $h=1, 2$ y $3\text{ }\mu\text{m}$. Estas muestras son preparadas sobre sustratos de vidrio Corning. El listado completo de las líneas preparadas se muestra en la tabla 4.1

Muestra	w	h	l	Muestra	w	h	l	Muestra	w	h	l
g15_11	15	1	1	g15_33	15	3	3	g25_23	25	3	2
g15_12	15	2	1	g15_34	15	5	3	g25_24	25	5	2
g15_13	15	3	1	g15_35	15	7	3	g25_25	25	7	2
g15_14	15	5	1	g15_36	15	10	3	g25_26*	25	10	2
g15_15	15	7	1	g25_11	25	1	1	g25_27	25	12	2
g15_16	15	10	1	g25_12	25	2	1	g25_28	25	15	2
g15_21	15	1	2	g25_13	25	3	1	g25_31*	25	1	3
g15_22	15	2	2	g25_14	25	5	1	g25_32	25	2	3
g15_23	15	3	2	g25_15	25	7	1	g25_33	25	3	3
g15_24	15	5	2	g25_16	25	10	1	g25_34	25	5	3
g15_25	15	7	2	g25_17	25	12	1	g25_35	25	7	3
g15_26	15	10	2	g25_18	25	15	1	g25_36	25	10	3
g15_31	15	1	3	g25_21	25	1	2	g25_37	25	12	3
g15_32	15	2	3	g25_22	25	2	2	g25_38	25	15	3

Tabla 4.1: Listado de líneas según el tamaño de las entallas y la anchura de línea. Las muestras marcadas con un asterisco no se grabaron correctamente. Todos los tamaños están medidos en micras.

Para caracterizar las propiedades locales (en la entalla) y globales de las líneas se han realizado medidas de microscopía MOKE estáticas de ciclos de histéresis con sensibilidad y campo aplicado en las direcciones longitudinal y transversal. Antes de la medida de cada ciclo, se realiza una desimanación mediante campos alternos de hasta 50 Oe y 20 s de tiempo de anulación de la amplitud del campo. Se han tomado imágenes para estados de remanencia y tras desimanación. Para las medidas de cada línea se consigue un contraste diferente lo que conlleva ciclos con amplitudes diferentes. Por ello, los ciclos se normalizan en cada caso a la señal de saturación para poder compararlos.

En la Figura 4.3 c) se muestran los ciclos medidos en la entalla y lejos de ella en las direcciones longitudinal y transversal para la muestra g15_15 ($w=15\text{ }\mu\text{m}$; $h=7\text{ }\mu\text{m}$; $l=1\text{ }\mu\text{m}$). Se observa que el ciclo medido lejos de la entalla en la dirección longitudinal (azul) tiene una remanencia reducida de 1, es prácticamente cuadrado y tiene un campo coercitivo de unos 10 Oe. El ciclo transversal (verde), sin embargo, muestra una forma asociada a rotaciones con histéresis a campos bajos, remanencia por debajo de 0.5 y un campo coercitivo de unos 5 Oe. Ambos ciclos indican la existencia de una anisotropía uniaxial de forma con el eje fácil en la dirección longitudinal y el difícil en la transversal. El ciclo longitudinal medido en la entalla (negro) muestra una forma muy similar al medido lejos de ella, aunque con una remanencia menor. El

transversal, sin embargo, tiene una remanencia y una coercitividad mayor que lejos de la entalla lo que hace suponer que la anisotropía de forma transversal es distinta debido a la morfología local.

Figura 4.3: a) Ciclos de histéresis locales medidos en g15_15 en el defecto y lejos de él con sensibilidad paralela al eje de la línea (hor) y perpendicular (ver); b) Esquema de los defectos de cuello de botella y sus dimensiones; c) Imagen de microscopio óptico de g25_28 donde se marcan las zonas de medida en el defecto y lejos de él para todas las medidas.

Las medidas longitudinales no han mostrado en ningún caso el anclaje de la pared de imanación en la entalla lo que imposibilita su utilización para estabilizar una pared de dominio en esta zona. Hay que señalar que, quizás la imposibilidad de observar este anclaje se deba a que los defectos de borde asociados a la litografía y las gotas debidas a la deposición provocan la nucleación y anclaje en estos puntos con campos coercitivos que podrían ser superiores al de la entalla y, por tanto, imposibilitando el anclaje en la entalla. Por ello, nos hemos centrado en el estudio del proceso de inversión de la imanación en la entalla y lejos de ella y en los cambios cuantitativos de la coercitividad y remanencia locales de la entalla en función de los tamaños de la misma.

4.3.1: Medidas longitudinales (campo y sensibilidad $\parallel$ al eje de la línea)

Proceso de inversión de la imanación

Comenzamos estudiando el proceso de inversión de la imanación en geometría longitudinal. Antes de realizar cualquier medida, como ya hemos dicho, se realiza una desimanación, en este caso longitudinal. Cabe señalar en este punto que, los estados obtenidos tras una desimanación no siempre son reproducibles en estructuras de lámina delgada (decenas de nanómetros de espesor), ya que, la interacción de las paredes con los bordes de las líneas es fuerte.

Figura 4.4 a) Imagen de la línea g15_21 tras una desimanación longitudinal

En la Figura 4.4 se muestra el estado de la línea g15_21 ($w=15\ \mu\text{m}$; $h=1\ \mu\text{m}$; $l=2\ \mu\text{m}$) tras este proceso. En la imagen se observa que la mayoría de la línea tiene un tono claro con la imanación horizontal señalando hacia uno de los lados. Se tienen dominios anclados en algunas zonas de los bordes de la línea con la imanación antiparalela a la de la región central. Además, se forman estructuras de dominios complicadas en las esquinas de la línea y, en torno a la entalla. Por otro lado, se aprecian zonas transversales con contraste ligeramente distinto al de las zonas contiguas, indicando que la imanación se encuentra girada ligeramente fuera del eje fácil, formando una especie de zig-zag. Se trata de un sistema de paredes de Néel de 90° que interactúan formando este patrón. Dejando a un lado el anclaje de dominios en defectos o bordes de la línea, la estructura observada aparece típicamente cuando se realizan desimanaciones a lo largo de un eje fácil en este tipo de estructuras [21].

Figura 4.5: a) Ciclo de histéresis longitudinal para la muestra g15_21 medido localmente en la entalla y lejos de ella. Inset) Ampliación de la zona de la entalla en el punto 3 del ciclo. b) Imágenes tomadas durante la medida del ciclo en los puntos señalados en el mismo. c) Esquema de la disposición de los dominios en los puntos señalados en el ciclo y las imágenes.

En la Figura 4.5 a) se presentan los ciclos de histéresis medidos con un spot de 6 μm de anchura en la zona de la entalla y lejos de ella. Además, en b) se muestran imágenes tomadas

durante la medida de los ciclos en los puntos numerados en el ciclo. En el punto 1, la muestra se encuentra saturada con la imanación horizontal apuntando a uno de los lados, con un campo aplicado de unos 18.0 Oe. El campo desciende hasta hacerse nulo para cambiar de signo y comenzar a subir en una zona de rotaciones reversibles atendiendo a la forma de los ciclos. A 6.2 Oe, en el punto 2, se observa una estructura de concertina, como la que aparecía en remanencia (Figura 4.4), con zonas verticales en las que la imanación se encuentra rotada fuera del eje fácil. En c)2 se muestra la estructura de dominios de manera esquemática. Se aprecia la rotación de la imanación en direcciones opuestas para estructuras colindantes. Además, los dominios se pueden agrupar de 3 en 3 formando estructuras de cierre donde se consideran una pareja de zonas verticales y un dominio de borde. Al aumentar el campo, en el punto 3, se produce la nucleación de dominios antiparalelos en defectos, bordes o esquinas cercanas a la entalla. Estos procesos son discretos y están dominados generalmente por defectos, inhomogeneidades e irregularidades de los lados de la línea [21]. Los dominios crecen lateralmente acabando con la estructura de zig-zag en un salto irreversible de la imanación visible en los ciclos justo después del punto 2. A 6.6 Oe, en el punto 3 ($M=0$; situación cualitativamente análoga a la obtenida tras desimanación), se observa que los dominios se extienden lateralmente y en la zona de la entalla aparece una estructura complicada que se muestra ampliada en el inset de la Figura 4 a) y esquematizada en c3.

La estructura de dominios observada es bastante complicada y viene determinada por las condiciones que permiten la minimización de la energía magnetostática y que, en elementos de lámina delgada con anisotropías no significativas y que puedan considerarse como cuasi-bidimensionales (poco espesor), responden a la orientación de la imanación paralela a los bordes del elemento en cualquier punto mientras otro borde no intervenga [22, 23]. La existencia de imperfecciones, bordes o esquinas provoca la aparición de estados metaestables en los que los dominios quedan anclados formando patrones como el mostrado. El anclaje de los dominios en imperfecciones, bordes o esquinas de los elementos parece ser el responsable de la aparición de un estado metaestable en el que se tienen varios dominios anclados a un mismo punto formando complicados patrones [24]. Conforme sigue aumentando el campo, el dominio sigue creciendo lateralmente hasta cubrir el total de la línea en su parte central. Con cada expansión, aparece un salto irreversible en el ciclo global. Finalmente, se tienen únicamente dominios con la imanación antiparalela anclados a los bordes de la línea y en la entalla. Las paredes ancladas en los bordes [25] aparecen porque el campo desimanador local en estos es mucho mayor que en el centro. Conforme aumenta el campo, la imanación va girándose hacia la dirección del campo quedando únicamente por invertirse la zona de la

entalla antes de alcanzarse la saturación en la otra dirección. Una vez que hemos comprobado que la entalla es el punto donde se ancla el último dominio en los procesos de inversión de la imanación y, por tanto, es responsable de la coercitividad y remanencia de la línea, vamos a estudiar los cambios en estos parámetros en función de su tamaño.

- **Diferencias cuantitativas inducidas**

Una vez se ha caracterizado cualitativamente los procesos ocurridos durante la inversión de la imanación pasamos al estudio de los cambios en la remanencia reducida local que introducen las entallas ya que no en todos los casos se observan cambios en la coercitividad. En la Figura 4.6 se muestran los valores de la remanencia medidos agrupados en series de muestras con la misma anchura de línea (w) y longitud de entalla (l). En a) se observa que la evolución de la remanencia reducida se corresponde con el aumento de la anchura de la entalla h . El crecimiento es más brusco acercándose a la remanencia reducida de 1 medida lejos de la entalla para las líneas de 15 μm de anchura. Además, los mayores cambios se producen en aquellas entallas que tengan mayor longitud (l).

Figura 4.6: Valor de la remanencia reducida medido en la entalla en función de la anchura de la entalla (h). Los datos se agrupan en series de muestras con la misma anchura de línea w (15 ó 25) y longitud de entalla (l). Ver Tabla 4.1.

A la vista de estos resultados se concluye que, aunque no se ha observado el anclaje de las paredes de imanación en la entalla, se puede modificar la remanencia local cambiando las dimensiones de la misma. Hay que señalar que la remanencia local en zonas alejadas de la entalla es prácticamente 1 con ciclos muy cuadrados. Mediante la introducción de estas entallas conseguimos una reducción de este valor de hasta un 30% en los mejores casos.

➤ 4.3.2. Medidas transversales (campo y sensibilidad $\perp$ a la línea)

- *Inversión de la imanación*

Se estudia ahora el proceso de inversión de la imanación por aplicación de campo magnético transversal a la línea.

Figura 4.7: a) Imagen de la línea g15_21 tras una desimanación con campo transversal previa a la medida con sensibilidad MOKE transversal

En la Figura 4.7 a) se observa la estructura obtenida tras la desimanación transversal. Se tiene una estructura de paredes de Néel de 90° que interactúan formando un patrón de *concertinas* [26, 27] típicamente observado tras realizar desiminaciones en el eje difícil de elementos de lámina delgada.

En la Figura 4.8 a) se muestran los ciclos medidos, de nuevo, en la entalla y lejos de ella, algunas imágenes tomadas durante estas medidas se muestran en b). De nuevo, la numeración de las imágenes se corresponde con los puntos señalados en la gráfica de los ciclos. En el punto (1), la muestra está saturada con un campo externo de unos 45 Oe. Conforme el campo va disminuyendo, la imanación tiende a salir del eje difícil de forma (dirección transversal) y va girando orientándose a lo largo del eje fácil tal y como se muestra en la imagen del punto (2) (dirección longitudinal).

Figura 4.8: a) Ciclo de histéresis transversal para la muestra g15_21 medido en el global de la línea y localmente en la entalla. b) Imágenes tomadas durante la medida del ciclo en los puntos señalados. c) Esquema de patrón de dominios obtenido en el punto 4 del ciclo.

Al cambiar la polaridad del campo y comenzar a aumentar su valor, aparecen las primeras nucleaciones de dominios antiparalelos en torno a defectos o bordes de las líneas que ocupan la anchura completa de la línea. Se tiene una estructura similar a la de las concertinas con los dominios verticales antiparalelos con sus colindantes. Conforme aumenta el campo, los dominios oscuros van creciendo lateralmente como se aprecia en (3) y (4). En c) se muestra un esquema con la dirección de la imanación en cada dominio, formando el patrón típico de concertinas observado en remanencia y un dominio anclado, de nuevo, a los bordes y esquinas de la entalla. Conforme aumenta el campo, los dominios antiparalelos lejos de la entalla desaparecen y la única zona con la imanación apuntando en la dirección y sentido iniciales está confinada en un dominio en contacto con la entalla como se observa en la imagen del punto (5). Cuando este último dominio conmuta se aprecia un salto irreversible en el ciclo local de la entalla. Por tanto, el campo coercitivo local es mucho mayor en la entalla que sirve como punto de anclaje para los dominios en el proceso de inversión de la imanación. El ciclo general tiene una coercitividad y remanencia inferiores a las medidas lejos de la entalla y la forma típica debida a inversión de la imanación por rotación. Se estudia el valor local de ambos parámetros-en función de las dimensiones de la entalla en cada caso.

- ***Diferencias cuantitativas inducidas***

En la Figura 4.9 se muestra la evolución del campo coercitivo (b) y remanencia (a) medidas en la entalla en función su anchura h . La tendencia general muestra un decrecimiento de la remanencia conforme aumenta la anchura de la entalla. Las entallas más largas muestran una remanencia reducida mayor y, por tanto, más cercana a la medida lejos de ellas. El cambio máximo conseguido es la reducción hasta un valor de remanencia reducida de 0.18 y la variación máxima de un 50%. En cuanto al campo coercitivo, se consigue una variación máxima de un 87% pasando de 15 Oe a 2 Oe para la serie de muestras g15_1. Se aprecia que cuanto mayor sea la longitud de la entalla mayor es el campo coercitivo máximo local. Además, la disminución de ambos parámetros con el aumento de la anchura de la entalla es más pequeña en las líneas de 25 μm de anchura que en las de 15 μm de anchura.

Figura 4.9: Evolución de la a) remanencia y b) del campo coercitivo con la anchura de la entalla (h). Se agrupan los datos de muestras con la misma anchura de entalla (l).

➤ 4.3.3. Resultados en función del área de medida

Para la futura utilización de este tipo de estructuras en dispositivos magnónicos es importante no solo confirmar la posibilidad de realizar cambios locales en las propiedades magnéticas sino conocer el alcance espacial de estos cambios. Esta información permite la separación necesaria entre componentes siendo un punto importante en el futuro diseño e implementación de estos dispositivos. Por ello, se han realizado medidas locales centradas en la entalla aumentando lateralmente el tamaño del spot de medida. De esta forma veremos la dimensión espacial asociada a los cambios introducidos en los valores de remanencia o campo

coercitivo. El área seleccionada en este caso es de forma rectangular con una altura fija que se corresponde con la anchura completa de las líneas. Para la anchura del área se han tomado valores de 4 a 50 μm además de la longitud de la línea dentro del campo óptico que en este caso es de 170 μm tal y como se muestra en la parte superior de la Figura 4.10. Cada una de las áreas utilizadas en las medidas están dibujadas sobre la imagen de un color distinto que se corresponde con el del ciclo medido en la dirección longitudinal con esta área y representado en b).

Figura 4.10 arriba) Imagen de microscopía MOKE de la muestra g15_11 en remanencia y geometría longitudinal. Se señalan con colores los diferentes spots utilizados. Abajo) Ciclos de histéresis locales normalizados. Cada ciclo se corresponde con el cuadrado del mismo color en la imagen.

Los ciclos medidos en la dirección longitudinal no muestran variación en el campo coercitivo conforme aumenta lateralmente el área del spot. En los ciclos medidos en la muestra g15_11 ($w=15\text{ }\mu\text{m}$; $h=1\text{ }\mu\text{m}$; $l=1\text{ }\mu\text{m}$) (Figura 4.6) se observa una variación en la remanencia correspondiente a su disminución con el aumento del área de medida. Se ha realizado este estudio sobre todas las muestras en las direcciones longitudinal y transversal.

Figura 4.11: a) Remanencia en función del tamaño lateral del área utilizada para las medidas locales de las muestras con $15 \mu\text{m}$ de anchura (w), anchura de entalla de $1 \mu\text{m}$ (l) y h variable según la muestra. b) Remanencia en función de la altura de entalla h para la serie de muestras g15_1. Se agrupan los datos medidos con la misma anchura de spot.

En la Figura 4.11 a) se muestra la evolución de la remanencia para las líneas del grupo g15_1 ($w=15 \mu\text{m}$; $l=1 \mu\text{m}$) en función de la anchura del spot de medida. Hay que señalar aquí que la distancia de alcance máxima de los cambios corresponderá a la mitad de la anchura de área del spot. Como era esperable, la remanencia tiene una tendencia a crecer con la anchura de la zona sobre la que se ha medido el ciclo de forma creciente muy acusada a anchuras pequeñas

que luego se estabiliza a partir de anchuras de 30. Aunque la línea completa no cabe en el campo óptico, se considera que las medidas globales no serían muy distintas de la medida realizada para la anchura de 170 μm . Se aprecia que, cuanto más estrecha es la entalla, el cambio en la remanencia es mayor alcanzando un valor máximo del 20 % en la línea g15_11 y un valor mínimo de un 4% para g15_16. Se representan agrupadas por otro lado las medidas realizadas con la misma anchura de spot representadas en función de la anchura de la entalla (Figura 4.10 b)). Se observa que para el menor spot se tienen cambios en la remanencia de hasta un 25 % conforme aumenta h . Para el spot de 30 μm de anchura, en el que se ha observado que el crecimiento de la remanencia se estancaba, se tienen cambios de hasta un 10 % conforme aumenta h .

En las medidas transversales se observan cambios en el campo coercitivo y la remanencia. En la Figura 4.12 a) se muestran ciclos medidos en función del área del spot para la muestra g15_24 donde se observa que la remanencia y el campo coercitivo son mayores cuanto menor es este. Como ejemplo de la evolución general del campo coercitivo y la remanencia en función del área del spot de medida, se muestran los datos medidos para las muestras g15_24 ($w=15\text{ }\mu\text{m}$; $h=5\text{ }\mu\text{m}$; $l=2\text{ }\mu\text{m}$) y g25_24 ($w=25\text{ }\mu\text{m}$; $h=5\text{ }\mu\text{m}$; $l=2\text{ }\mu\text{m}$) en b). Se observa una disminución en ambos parámetros para tamaños de hasta 30 μm , que se estabiliza. En ambas muestras el descenso en el campo coercitivo es de un 70% y el de la remanencia de un 45%. Además, en ambos casos, los valores son más cercanos a los medidos lejos de la entalla para las líneas de mayor anchura w .

Figura 4.12 a) Ciclos de histéresis locales medidos en la muestra g15_24 en geometría transversal para distintas anchuras de spot. b) Campos coercitivos (eje izquierdo) y remanencia (eje derecho) en función de la anchura del spot. medidos sobre las muestras g15_24 y g15_25.

➤ 4.3.4 Conclusiones

Se concluye por tanto que se pueden modificar localmente el campo coercitivo y la remanencia en las direcciones paralela y perpendicular al eje de la línea mediante la introducción de una modificación morfológica. Parece posible la obtención de valores deseados a partir de la selección de tamaños en el diseño de la entalla necesarios para ello.

○ 4.4 Líneas irradiadas con nanohaz rayos X

➤ 4.4.1. Preparación y caracterización pre-irradiación

Para el experimento de nanoirradiación, se han preparado líneas crecidas sobre sustratos de MgO (001) de 750 μm de longitud, 16 μm de anchura y 15 nm de espesor dispuestas como se muestra en la Figura 4.2 a). Las líneas han sido caracterizadas previamente a la irradiación mediante medidas MOKE locales en la dirección longitudinal a su eje. En la Figura 4.13 se muestra el ciclo, con forma cuadrada, bordes redondeados, campo coercitivo de uno 8 Oe y una remanencia reducida de casi 1, que se asocia a una dirección fácil. Estas medidas se han repetido a lo largo de las líneas sin observar cambios en los campos coercitivos, lo que confirma la homogeneidad de las muestras. Este resultado confirma que la inversión de la imanación en las líneas está mediada por un proceso de nucleación-propagación-anclaje de paredes de dominio tal y como se ha observado para las láminas y las líneas (Figura 4.16) por microscopía MOKE. Aunque no se ha medido, en la dirección transversal se espera un ciclo de rotaciones, idealmente sin histéresis ni coercitividad que confirme la anisotropía de forma, ya observada en las líneas con entalla con un e.f. longitudinal y un e.d. transversal.

Figura 4.13: Ciclos de histéresis medidos en la dirección paralela al eje de la línea para una de las líneas, previamente a las irradiaciones.

Con el objetivo de modificar localmente las propiedades magnéticas de las líneas, se realiza un experimento de irradiación con haz nanométrico de Rayos X, un método de escritura directa.

➤ 4.4.2. Experimento de irradiación

- **Descripción de las instalaciones utilizados**

El experimento de irradiación se ha llevado a cabo en la línea de nano-análisis ID16B en las instalaciones del sincrotrón ESRF en Grenoble. El sistema permite realizar estudios de difracción, fluorescencia y absorción a escala nanométrica. La línea cuenta con un microscopio SEM que permite la caracterización morfológica de las muestras. Permite trabajar con energías en el rango de 6.0 a 65 keV con tamaños de spot desde los 50x50 nm² a 1x1 μm². Se dispone de un sistema de posicionamiento de la muestra con motores que permiten su desplazamiento y rotación precisa con resolución submicrométrica (resolución lateral XY-30 nm). El uso de una cámara/microscopio óptico de alta resolución permite el posicionamiento del haz de rayos X en el punto de la línea que se quiera irradiar. En los experimentos de irradiación (haz nanométrico en ESRF-ID16B; haz micrométrico en ALS12.3.2), se ha buscado un haz incidente con el mayor flujo de fotones posible para inducir los cambios locales en las líneas. Por ello, al contrario que en los de difracción, no se ha hecho pasar el haz por el monocromador que permite la selección de la longitud de onda de la radiación incidente. Así, se ha aprovechado que la radiación sincrotrón es blanca y, por tanto, presenta un espectro continuo de emisión en rangos de energías que vienen determinados por la intensidad del campo magnético que curva la trayectoria de las partículas cargadas emisoras y de la energía de las mismas [28]. Este haz se conoce como "Pink/White beam" y muestra un máximo de emisión a una energía determinada crítica a partir de la cual, la emisión decrece rápidamente con la energía. En el caso de la línea ID16B, el Pink-beam permite la variación del flujo incidente entre 10¹⁰ y 10¹² fotones/s. Para comprobar in-situ posibles cambios estructurales inducidos por las irradiaciones se han realizado medidas de difracción locales antes y después de las mismas en las zonas irradiadas utilizando un spot del mismo tamaño. En estas medidas se cambia el haz a monocromático utilizando una energía de 17.5 keV y tomando espectros mediante el detector bidimensional 2D-FReLON. Por otro lado, se ha aprovechado el SEM para observar posibles cambios morfológicos locales inducidos en las líneas. Se pueden consultar más datos técnicos y posibilidades de la línea en [29].

Figura 4.14: Imágenes de microscopía SEM de diferentes zonas de una línea irradiada, a) zona no dañada, b) límite zona dañada, c) zona dañada. Imágenes de microscopía óptica en reflexión de zonas de la misma línea, d) contraste optimizado para ver zona dañada; e) contraste optimizado para ver zona no dañada.

- Límite superior para el flujo/primeras pruebas

Al no tener información acerca del efecto de la irradiación sobre las líneas, se han realizado unas primeras pruebas con tiempos de exposición de varios segundos variando el flujo utilizable dentro del rango permitido. De estas pruebas, se ha obtenido un límite superior para el flujo incidente de 1.15×10^{12} fotones/s al observar mediante imágenes de SEM que la línea irradiada con este flujo ha quedado muy dañada tal y como se observa en la Figura 4.14. En las tres primeras imágenes a), b) y c) se muestran fotografías de microscopía SEM de distintas partes de la línea irradiada con el flujo de 1.15×10^{12} fotones/s. En la imagen a) se muestra uno de los bordes de la línea que no ha sido irradiado. Se aprecia la presencia de pequeñas gotas típicas de la deposición por PLAD y observadas anteriormente en las láminas delgadas. Aunque los límites laterales de la línea son abruptos y bien definidos, los bordes no tienen una forma clara y rectilínea. En la imagen b) se muestra una parte de la línea limítrofe entre la zona dañada por la irradiación. La zona dañada tiene un tamaño muy superior al de la zona irradiada (anchura nanométrica) como se puede observar en las imágenes, tanto de microscopía SEM (b,c), como en las de microscopía óptica (d,e). En estas dos últimas, se observa que la zona dañada no refleja la luz incidente.

Las medidas de XRD in-situ realizadas antes y después de las irradiaciones de estas pruebas no muestran ni cambios asociados al proceso. Las imágenes de microscopía SEM tampoco muestran ningún cambio morfológico tras las irradiaciones con flujos por debajo del límite. Por ello, se opta por realizar medidas MOKE locales utilizando el sistema diferencial con la sensibilidad y campo longitudinales para observar posibles cambios inducidos. Se ha estudiado la forma de los ciclos medidos, así como las diferencias en la remanencia y campo coercitivo locales medidos con un spot de unas 20 μm de diámetro centrado en la zona irradiada. Se han seguido realizando estudios de difracción antes y después de cada irradiación además de las medidas de MOKE en todos los casos.

- **Parámetros de irradiación**

Tras observar que no se han inducido modificaciones locales en las pruebas más allá de la destrucción de la línea con el flujo límite, se han realizado irradiaciones locales en las líneas variando tres parámetros básicos: la anchura del área irradiada, el tiempo de exposición al haz y el flujo de fotones incidentes. Se ha utilizado un haz de 60 nm de anchura, el tamaño mínimo que permite utilizar el sistema. Con este haz, se han realizado barridos que mezclan traslación lateral y vertical que permiten obtener zonas irradiadas con formas rectangulares de anchura seleccionada y altura coincidente con la de la línea. En nuestro caso, la anchura máxima alcanzada ha sido de 1440 nm (1.5 μm). Se han utilizado dos valores distintos para el flujo: 3.70×10^{10} y 2.21×10^{11} fotones/s.

Hay que aclarar en este punto a qué nos referimos con el concepto de tiempo de exposición. Se denomina tiempo de exposición al que el haz puntual pasa en cada punto en el caso de barridos verticales o, en su defecto, al que invierte en realizar el barrido lateral en aquellos que mezclen movimiento lateral y vertical. Este valor ha sido variado desde los 300 ms hasta las decenas de segundos. Se han realizado varias irradiaciones por línea siempre con una separación de unas decenas de micras entre líneas sí.

Figura 4.15: Esquema de las irradiaciones realizadas variando el área.

Únicamente se han obtenido diferencias en los ciclos locales medidos para una de las líneas. Ésta ha sido sometida a 5 irradiaciones consecutivas separadas espacialmente esquematizadas en la Figura 4.15. Con un flujo de 2.21×10^{11} fotones/s se tiene una primera irradiación con un barrido vertical puntual de 60 nm de anchura a 35 μm del final de la línea. A 100 μm se realizan dos barridos puntuales consecutivos obteniendo una anchura total de 120 nm. A continuación, y con una separación entre ellas de 100 μm, se realizan irradiaciones con barrido lateral y anchuras de 360 nm, 720 nm y 1440 nm. Cada uno de los barridos tiene 600 puntos (o barridos laterales en los tres últimos casos) con 300 ms de exposición por punto (o barrido lateral) y ha sido repetido en 3 ocasiones.

➤ 4.4.3 Resultados obtenidos

Mediante microscopía MOKE se observa el proceso de inversión de la imanación en la dirección longitudinal (Figura 4.16). Se tiene una pared de dominio que va avanzando conforme aumenta el campo magnético aplicado. La pared tiende a adquirir una forma en punta de flecha para minimizar su energía magnetostática y la aparición de altas densidades de polos. La imanación se encuentra enfrentada formando una pared *head-to-head* de 180°. Se observa el mismo patrón de zig-zag observado para las líneas con entalla en medidas longitudinales antes de que el avance de la pared borre la estructura de dominios. Se comprueba que el proceso de inversión de la imanación está mediado por la nucleación y propagación del dominio que avanza a lo largo de la línea anclándose en pequeños defectos que encuentra en su camino.

Figura 4.16: Imágenes de microscopía MOKE tomadas durante el proceso de inversión de la imanación en la dirección longitudinal En el inset se indica la dirección del campo y la sensibilidad utilizada, así como un esquema de las paredes head-to-head

Se ha estudiado mediante medidas de MOKE la evolución de los ciclos locales en función del área irradiada. Los ciclos han sido medidos con un spot de 15 μm de anchura que se ha ido desplazando a lo largo de la línea para realizar medidas en las zonas irradiadas. Todos los ciclos presentan una forma muy similar, con un salto irreversible de la imanación y la misma remanencia, aunque presentan cambios en los valores del campo coercitivo. En la Figura 4.17 se muestran los valores medidos para el campo coercitivo en función de la anchura de la región irradiada (IR) junto con el medido para la línea no irradiada.

Se observa que para la primera IR (60 nm) se tiene un campo coercitivo de 12 Oe, lo que supone un aumento del 50% de su valor previo a la irradiación. A partir de este punto, se aprecia un crecimiento gradual del campo coercitivo conforme aumenta la anchura nominal del área irradiada para los 60 nm y 120 nm, que se va suavizando a partir de los 360 nm. Ya se ha comentado que los procesos de inversión de la imanación vienen mediados por el proceso de nucleación-propagación-anclaje de las paredes de dominio. Además, se ha medido una anisotropía uniaxial de 750 Jm^{-3} para las láminas de FeB amorfas (RT) depositadas sobre el sustrato de MgO. De esta forma, considerando el espesor de unos 15 nm de las líneas se ha calculado una anchura de paredes de dominio en torno a los 400 nm (DW). Por tanto, el aumento del campo coercitivo local se puede explicar a partir del anclaje de las paredes de dominio en las IR.

Figura 4.17: Campos coercitivos locales en función de la anchura nominal del área irradiada. Inset: Esquema tamaño relativo de la pared de dominios vs anchura área irradiada

Estas actúan como centros de anclaje en los que la energía de la pared disminuye aumentando el valor del campo coercitivo local. Para anchuras de la IR por debajo de la DW (Figura a) en el inset), la variación local del campo coercitivo es debida a la variación de energía que la pared tiene dentro y fuera de la IR. De esta forma, la disminución de la energía de la pared es proporcional a la anchura de la IR y con ello la variación en el campo coercitivo viene gobernada por la relación IR/DW . Esta tendencia termina cuando el tamaño de la DW es igual al de la IR (Figura b) inset). Se ha realizado un ajuste de la variación del campo coercitivo en función del porcentaje de pared de dominio que ocupe la IR mediante una función asintótica:

$$H_c = a - bc^x \quad (1)$$

donde a es el valor máximo del campo coercitivo obtenido cuando el tamaño del área irradiada es igual al de la pared de dominio (asíntota), b el rango de respuesta, c el ritmo de crecimiento y x la variable independiente, que, en este caso, corresponde al porcentaje IR/DW

dominio $\times 100$. Al realizar el ajuste se obtiene un valor de asíntota a 13.29 Oe que muestra el cambio máximo en el campo coercitivo para una IR del tamaño de DW.

Cuando el tamaño de DW es menor que la zona irradiada (Figura c) en el inset), la variación del campo de coercitivo (desanclado) viene dada por la diferencia de energías de la pared dentro y fuera de la IR y, por tanto, es independiente de la anchura de la IR.

La magnitud del aumento del campo coercitivo local asociada a las IR sugiere una reducción moderada de la anisotropía durante el proceso de irradiación similar a la observada en las muestras recocidas a 125 °C (M0Au: 750 Jm⁻³; M125Au: 390 Jm⁻³. Ver Tabla 3.). Como ya se ha observado en las medidas de difracción a bajo ángulo, éstas muestran una relajación estructural. Por tanto, parece que la irradiación produce calentamientos del material a temperaturas en torno a los 100 °C que inducen una relajación estructural local del FeB y, con ello, una disminución de la anisotropía.

4.4.4 Conclusiones

Se ha conseguido inducir una relajación estructural asociada a una disminución moderada de la anisotropía local. Esto permite la obtención de campos coercitivos locales modificables mediante la variación del área irradiada.

○ 4.5 Líneas irradiadas con microhaz rayos X

Tras comprobar en el experimento de nanoirradiación, que un factor diferencial para poder inducir cambios locales en las propiedades magnéticas de las líneas es el área irradiada, se realiza una nueva tanda de irradiaciones con anchuras del orden de la micra. En este caso, se utiliza como fuente de rayos X el sincrotrón ALS.

➤ 4.5.1 Preparación y caracterización previa de las muestras

Se han preparado líneas amorfas de $\text{Fe}_{80}\text{B}_{20}$ de 750 μm de longitud, de 15 μm (SB) y 25 μm (SA) de anchura y espesor de 15 nm crecidas sobre sustratos de vidrio. Se disponen separadas entre sí formando matrices de hasta 27 líneas por sustrato, tal y como se muestra en la figura 4.18 (a). En la tabla 4.2 se presenta un desglose de todas las líneas preparadas, su estado previo y posterior al experimento y el tiempo de irradiación al que han sido sometidas.

Figura 4.18: a) Esquema de la disposición de las líneas sobre el sustrato de vidrio. b) Imagen de microscopio óptico de una de las líneas dañadas durante el proceso de preparación. c) Ciclo de histéresis medido en las direcciones longitudinal y transversal mediante el MOKE diferencial.

Se han caracterizado magnéticamente las líneas previamente al experimento de irradiación mediante medidas de ciclos de histéresis en un sistema MOKE diferencial en las direcciones longitudinal y transversal. Como en los casos anteriores, debido a la relación de tamaños de las líneas, se tiene una anisotropía uniáxica de forma con el e.f. paralelo al eje de la línea y el e.d. en la dirección. En la Figura 4.18 se muestran los ciclos medidos en ambas direcciones para

una de las líneas como ejemplo. El ciclo medido en la dirección fácil (longitudinal) de la muestra es cuadrado, con un salto irreversible de la imanación y un campo coercitivo de unos 6.5 Oe. El ciclo medido en el e.d. (transversal) es completamente cerrado con un campo de saturación por encima de unos 30 Oe lo que puede darnos una idea del campo de anisotropía de las líneas recién depositadas.

➤ 4.5.2 Experimento de irradiación

Se han realizado las irradiaciones mediante un haz de Rayos X de anchura micrométrica, en la línea 12.3.2 de microdifracción del sincrotrón ALS-LBL. Las características generales de la línea han sido explicadas en el capítulo de técnicas experimentales (Punto 2.3).

Se ha utilizado de nuevo el *pink beam* para maximizar el flujo de fotones incidente y un spot de dimensiones 2 x 28 μm , de forma que se abarca con el haz la anchura completa de la línea. La anchura del spot se ha mantenido fija trabajando con una incidencia rasante de 3° (Figura 4.19 a). En la Figura 4.19 b) se muestra el flujo de fotones emitidos en función de su energía. El área bajo la curva nos da el flujo de fotones incidentes (8.5×10^{10}). Durante el experimento se ha variado únicamente el tiempo de exposición.

Figura 4.19: a) Esquema de la geometría de irradiación sobre las líneas. b) Fotones emitidos por segundo en función de su energía para el tamaño de haz utilizado durante las irradiaciones

Al inicio del experimento, no se dispone de información sobre los tiempos de exposición a la irradiación necesarios para inducir modificaciones y no dañar las muestras. Aunque cambie el haz y las condiciones, se sabe por el experimento de nanoirradiación que un flujo de 2×10^{12} fotones/s daña las muestras. Se necesita un límite superior para el tiempo de exposición. Para

ello, se ha irradiado de manera continuada una lámina de FeB del mismo espesor que las líneas y se han monitorizado mediante una cámara los cambios morfológicos que aparezcan.

Se ha utilizado un haz de las mismas características que el que se ha utilizado para las irradiaciones. En la Figura 4.20 se muestran fotografías de la muestra tomadas cada 15 minutos. Se observa que el material depositado va desapareciendo conforme aumenta el tiempo de exposición. A los 15 minutos, aparecen pequeños puntos blancos en las cercanías de la zona de incidencia (punto amarillo en la fotografía) donde la lámina ha desaparecido. Conforme aumenta el tiempo de exposición el área donde la lámina desaparece va creciendo isotrópamente. Una vez se ha finalizado la exposición (pasada la hora, apenas queda material), la lámina sigue evolucionando durante un tiempo. Este hecho da idea de que puede tratarse de un proceso térmico. Como las irradiaciones van a ser realizadas sobre líneas de tamaño micrométrico donde se tiene menos material y este proceso puede acelerarse, se impone un límite superior para los tiempos de exposición de en torno a 1 minuto.

Figura 4.20: Imágenes de la lámina delgada de FeB sometida a irradiación con el pink-beam de manera continua durante 60 minutos. En cada foto se apunta el tiempo de exposición al que se corresponde. En la primera imagen se tiene una cruz amarilla que señala el punto de incidencia del haz.

Una vez se define el límite superior para el tiempo de exposición se ha comenzado con la irradiación de las líneas. Se pretende incidir en el centro de las líneas de manera transversal, tal y como se muestra en la Figura b). Sin embargo, las instalaciones utilizadas no cuentan con una cámara de alta resolución o microscopio que permita situar la muestra en la posición exacta para que el haz incida en la zona deseada. Por tanto, se han realizado mapas de fluorescencia de las líneas sobre el pico K del Fe como el que se muestra en la Figura 4.21. De esta manera, se obtiene la posición exacta de las líneas y mediante los motores micrométricos nos situamos en el centro de la línea antes de comenzar la irradiación. Una vez la línea se ha situado, se han tomado espectros de XRD con un haz monocromático a 10 KeV ($\lambda=1.239 \text{ \AA}$) y

flujo de 9×10^8 fotones/s antes de cada irradiación. Después, se ha cambiado el haz al modo *pink-beam* y, tras la irradiación, se vuelve al haz monocromático para tomar otro espectro de XRD para observar posibles cambios inducidos durante la irradiación

Figura 4.21: a) Mapa de fluorescencia del borde de absorción K del Fe en una línea. b) Imagen de microscopía óptica de una de las líneas tras la irradiación

No se han observado modificaciones de los patrones de difracción ni picos de cristalización tras las irradiaciones. Al observar las líneas irradiadas mediante microscopía óptica, se observa que se tiene una marca del haz incidente sobre el sustrato en dirección perpendicular a la línea y en contacto con uno de sus bordes tal y como se observa en la Figura 4.21 b). Esto sugiere un pequeño desalineamiento entre el haz monocromático utilizado para el posicionamiento y el *pink-beam* utilizado en las irradiaciones. De esta forma, se concluye que la huella del haz no cubría completamente la anchura de las líneas. En algunos casos, las líneas se han dañado durante la irradiación. La relación completa de líneas, el estado en el que se encuentran y la irradiación a la que han sido sometidas aparecen en la tabla (). En algunos casos, el daño de las líneas está lejos de la zona central irradiada. Esto sugiere que el origen del daño, en algunos casos, es anterior a las irradiaciones y puede provenir del proceso de preparación o, de una posible oxidación de las líneas.

Línea	t (s)	daño	Línea	t (s)	daño	Línea	t (s)	daño
SA1	-----	Pre	SA19	75	Post	SB10	30	No
SA2	-----	Pre	SA20	-----	Pre	SB11	10	No
SA3	10	No	SA21	15	No	SB12	15	No
SA4	5	No	SA22	-----	Pre	SB13	60	No
SA5	20	Post	SA23	120	Post	SB14	3	No
SA6	-----	Pre	SA24	60	No	SB15	7.5	No
SA7	20	Post	SA25	90	Post	SB16	45	No
SA8	30	No	SA26	105	Post	SB17	1	No
SA9	15	Post	SA27	-----	Pre	SB18	20	No
SA10	-----	Pre	SB1	10	No	SB19	-----	Pre
SA11	45	No	SB2	5	No	SB20	5	No
SA12	-----	Pre	SB3	1	No	SB21	30	Post
SA13	7.5	No	SB4	15	No	SB22	-----	Pre
SA14	-----	Pre	SB5	7.5	No	SB23	-----	Pre
SA15	-----	Pre	SB6	20	No	SB24	45	No
SA16	75	Post	SB7	-----	Pre	SB25	-----	Pre
SA17	1	Post	SB8	-----	Pre	SB26	60	No
SA18	3	No	SB9	3	No	SB27	12.5	Post

Tabla 4.2: Listado de muestras donde se señala su estado pre y post irradiación y el tiempo de irradiación en cada caso.

De nuevo, no se han observado modificaciones locales más allá de las marcas en el sustrato. Se han realizado medidas de microscopía MOKE, para comprobar si se han inducido cambios en las propiedades histeréticas de las líneas observadas antes de la irradiación.

➤ **4.5.3 Medidas estáticas: microscopía MOKE d.c.**

Mediante las medidas de microscopía MOKE se ha caracterizado los cambios locales inducidos por las irradiaciones en las líneas. Las imágenes han permitido la observación de las estructuras de dominio que aparecen en las líneas, ya sea en la zona irradiada o lejos de ella. Además, se han estudiado los procesos de conmutación de la imanación locales tanto cualitativamente (imágenes) como cuantitativamente (ciclos de histéresis).

4.5.3.1 Zona irradiada en remanencia

En primer lugar, se ha observado la zona irradiada en condiciones de remanencia. En la Figura 4.22 se muestran imágenes de microscopía MOKE en remanencia longitudinal (a) y transversal (b) de la muestra SB4.

Figura 4.22: Imágenes de microscopía MOKE de la muestra SB4 en remanencia a) longitudinal y b) transversal

En la imagen longitudinal (a), se observa una zona rectangular de unas 5 μm de anchura más oscura que coincide con la posición de la marca de la irradiación en el sustrato (no es muy clara con esta sensibilidad). La imanación está orientada longitudinalmente (e.f.) fuera de esta zona. Además, no se aprecia un cambio de contraste a ambos lados de la zona con lo que la dirección de la imanación es la misma. La zona más oscura parece tener la imanación ligeramente girada apuntando fuera de esta dirección. En la dirección transversal (b), se tiene la zona irradiada dividida en dos con contraste opuesto formando una pared de 180° que separa dos dominios con imanación antiparalela alineada en la dirección transversal. Se observa que la marca de irradiación en el sustrato está centrada en el dominio de la parte derecha. La estructura de dominios tiene una anchura de 14 μm en el borde de incidencia, y de 6 μm en el otro. La imanación fuera de esta zona, permanece alineada en la dirección longitudinal, aunque se observa contraste a ambos lados de la IR, lo que sugiere que se tiene la imanación antiparalela en ambos dominios. Se añaden en el inset esquemas que muestran la orientación de la imanación en cada zona.

Figura 4.23: a) Zoom sobre la estructura de dominios de la zona irradiada para la muestra SA4 donde se muestra la dirección explícita de la imanación. b) Mapa de color de la estructura de dominios.

En la Figura 4.23 a) se muestra una imagen más detallada (más aumentos) de la estructura de dominios que aparecen en la zona irradiada para la muestra SA4. Se tiene una pequeña hendidura con forma triangular en la parte inferior de la pared de 180° que acaba en el borde irradiado. La imanación en esta zona, es paralela al eje de la línea. Las zonas laterales presentan un contraste distinto a ambos lados, de forma que, la imanación, dispuesta tal y como se muestra en la Figura 4.23 a), experimenta cambios de dirección de 90° al llegar a la IR. En b) se muestra un mapa de color realizado a partir de la intensidad mediada en zonas cuadradas de 4 píxeles donde se aprecia más claramente la forma comentada. Estos datos llevan a pensar en la inducción de una anisotropía local mediada por la irradiación.

Para caracterizar la anisotropía inducida, se han medido ciclos de histéresis con sensibilidad y campo horizontales cambiando la orientación de la muestra que, va girando en torno a un eje perpendicular a su superficie, midiéndose ciclos cada 10° . Para $\theta=0^\circ$ ($\theta=90^\circ$), el eje de la línea está dispuesto paralelamente (perpendicularmente) al campo aplicado. Además, para diferenciar la evolución local de la imanación en el dominio con la marca de irradiación (B; dominio oscuro en la Figura 4.23 a)) de la correspondiente al dominio contiguo (A; dominio claro), se han medido ciclos locales para ambos. Se han realizado las medidas con un spot de $1.5 \mu\text{m} \times 2.5 \mu\text{m}$ dispuesto en la zona central de la línea para evitar posibles defectos de borde.

Se han realizado también medidas angulares locales en una zona lejos de la IR, que permiten caracterizar la anisotropía de forma, para poder compararla con las otras dos.

Figura 4.24: a) Ciclos de histéresis medidos a $\vartheta=0^\circ$ (long) y $\vartheta=90^\circ$ (transv) en los dominios A, B de la pared de 180° y a $\vartheta=0^\circ$ (long) y $\vartheta=100^\circ$ (casi transv) lejos de la estructura de dominios que aparece en la IR

En la Figura 4.24 a) se muestran los ciclos medidos en ambos dominios y lejos de la IR en las direcciones longitudinal y transversal al eje de la línea. El dominio A, presenta en la dirección longitudinal ($\theta=0^\circ$) un ciclo casi cuadrado, con remanencia reducida de 0.91, campo coercitivo de 10 Oe y un salto irreversible para la conmutación de la imanación típicamente observado en ejes fáciles. En la dirección transversal ($\theta=90^\circ$), tiene un ciclo de rotaciones con remanencia nula y una forma complicada en el primer cuadrante. Se trata de un ciclo típicamente de eje difícil con un campo de saturación de 30 Oe que se puede considerar como una buena estimación del campo de anisotropía. El dominio B (el que presenta la marca de irradiación), presenta en la dirección longitudinal un ciclo muy parecido al observado en A con una remanencia reducida de 0.84 y un campo coercitivo idéntico al anterior. En la dirección transversal presenta un ciclo completamente distinto al observado en A; cuadrado, con remanencia reducida de 1 y un campo coercitivo de 24 Oe. Por último, el ciclo longitudinal medido lejos de la IR es completamente cuadrado, presenta el mismo campo coercitivo que los

dominios A y B; y una remanencia reducida de 1. Se presenta, además, un ciclo completamente reversible medido en una dirección casi transversal ($\theta=100^\circ$) que corresponde al eje difícil de la línea (el medido para la dirección transversal, $\theta=90^\circ$ presentaba algo de histéresis). En este caso se tiene un campo de saturación (y un campo de anisotropía) de unos 22 Oe.

Figura 4.25: Evolución angular en los dominios A (rojo), B (azul) y lejos de la zona IR (negro) del a) campo coercitivo, b) remanencia reducida

En la Figura 4.25 b) se observa que la evolución angular de la remanencia reducida lejos de la IR presenta dos lóbulos típicos de una anisotropía uniáxica con el e.d. casi en la dirección transversal ($\theta=100^\circ$) y el eje fácil casi en la longitudinal. El dominio A presenta una forma muy similar, donde parece que el e.d. se acerca a la dirección transversal ($\theta=95^\circ$). Por el contrario, B presenta una forma casi isotrópica con un achatamiento en las proximidades de la dirección transversal. La evolución angular del campo coercitivo (Figura 4.25 a)) presenta una forma de mariposa en A y lejos de la IR. Para B, sin embargo, la forma se alarga en torno a los 105° duplicándose el valor del campo coercitivo respecto al medido en torno a la dirección longitudinal (fácil).

Para obtener información más localizada del alcance de las modificaciones inducidas se han realizado medidas locales con un spot rectangular de $2.67 \times 22 \mu\text{m}$ (para evitar defectos en los bordes) con el que vamos recorriendo de derecha a izquierda tanto la IR como sus límites.

Figura 4.26: Imagen en remanencia longitudinal sobre la muestra SA8 con las zonas estudiadas marcadas y numeradas. Se muestran algunos de los ciclos longitudinales medidos en las zonas señaladas.

En la Figura 4.26 se muestran marcadas y numeradas las 12 zonas medidas sobre una imagen de remanencia longitudinal, así como los ciclos medidos en las zonas 1,5,6,7,8 y 11. Describiendo las zonas de derecha a izquierda, en los primeros ciclos se observa que se tiene un doble salto irreversible en una de las direcciones, señal de un anclaje de la pared de dominio (ciclos 1-5). Cuando la zona estudiada está dentro de la IR, se tiene una disminución de la remanencia local (ciclos 6-9). A la izquierda de la IR se recupera la forma cuadrada en los ciclos en este caso sin observarse el anclaje con el doble salto irreversible.

Figura 4.27: Imagen en remanencia transversal sobre la muestra SA8 con las zonas estudiadas marcadas y numeradas. Se muestran todos los ciclos transversales medidos en las zonas señaladas.

De la misma manera, se han realizado medidas en la dirección transversal. En la Figura 4.27 se muestran de manera análoga las zonas estudiadas y los respectivos ciclos de histéresis sobre una imagen de remanencia transversal en la misma muestra. En este caso, empezando de derecha a izquierda, se tiene un aumento del área del ciclo conforme nos acercamos a la IR (ciclos 1-4). En esta zona, los ciclos son más cuadrados (ciclos 5-8) con una mayor remanencia reducida, para volver a cerrarse conforme nos alejamos recuperando la forma típica de un ciclo de rotaciones.

En la Figura 4.28 se muestra la evolución del campo coercitivo, remanencia reducida y campo de saturación en función de la zona de medida en ambas geometrías. En a), la coercitividad en la dirección longitudinal permanece estable con pequeñas modificaciones comprendidas dentro del ruido de las medidas. Sin embargo, en la dirección transversal se observa un aumento entre las zonas 3 y 8 que se asocia a la IR. La evolución de la remanencia reducida (b) tiene una forma más clara con una reducción máxima de un 30% en la dirección longitudinal y un aumento de un 60% en la transversal.

Figura 4.28: Evolución de los valores medidos en las direcciones longitudinal y transversal en función de la zona de medida para: a) campo coercitivo, b) remanencia reducida y c) Campo de saturación

En ambos casos, se tiene una anchura de unas 14 μm , coincidiendo con la anchura para la IR medida directamente sobre las imágenes de remanencia. El campo de saturación (d), que en la dirección transversal corresponde al de anisotropía, sufre una bajada de 27 a 12 Oe, señal de una disminución local de la anisotropía de forma. En la dirección longitudinal se tiene un aumento local lo que concuerda con la presencia de un eje difícil inducido. En todos los casos, la evolución espacial de los parámetros medidos tiene una forma de distribución en forma de campana lo que lleva a pensar que las modificaciones inducidas tienen un origen térmico que va disminuyendo conforme nos alejamos lateralmente de la zona de incidencia.

A la vista de los datos, se concluye que la irradiación induce una anisotropía local en la zona correspondiente al dominio B (en la posición de la marca de irradiación del sustrato) con un eje

fácil transversal al eje de la línea. Ese eje, en un proceso de imanación transversal da lugar en la remanencia a una zona de imanación transversal separada en dos por una pared. La pared de 180° con el dominio antiparalelo en A aparece para minimizar la energía magnetostática y evitar la aparición de polos que supondría la presencia de un único dominio con la imanación transversal a la dirección fácil de forma. Atendiendo a los perfiles de remanencia y campo de saturación locales se induce que las modificaciones tienen un origen térmico.

➤ 4.5.3.2 Doble estructura de dominios

En algunas de las líneas, se ha observado una segunda estructura de dominios antiparalelos más extensa que la primera. En la Figura 4.29 se muestran imágenes de las estructuras obtenidas tras una desimanación ac en las direcciones longitudinal y transversal para las muestras SA3, SA4 y SA21 con campo máximo de 50 Oe y un tiempo de anulación de la amplitud del campo de 20 segundos.

4.29. Imágenes de microscopía MOKE tras desimanación en la geometría señalada para las muestras SA3, SA4 y SA21. Se señalan las anchuras de las estructuras de dominios y las distancias entre las primarias y secundarias.

En las imágenes tomadas con sensibilidad longitudinal se observa que las zonas con estructuras de dominios actúan, junto con los bordes de las líneas, como puntos de anclaje para las paredes de dominio. La imanación se encuentra en estas zonas fuera del eje de la línea

(e.f.). En las imágenes transversales, se observa que ambas zonas presentan una pared de 180° con dominios transversales al eje de la línea y antiparalelos entre sí. En todos los casos se tiene una estructura de mayor tamaño y con mejor contraste allí donde la stripe ha sido irradiada (estructura primaria) y una de menor tamaño y con peor contraste (estructura secundaria) a cierta distancia. La distancia entre ambas zonas es de $22\ \mu\text{m}$ para SA3, $33\ \mu\text{m}$ para SA4 y $50\ \mu\text{m}$ para SA21. La estructura principal tiene una anchura de unos $12\text{-}15\ \mu\text{m}$ mientras que la secundaria tiene unas $8\ \mu\text{m}$. Se puede comprobar, por último, en las imágenes longitudinales, que la muestra tiene las dos zonas suficientemente próximas como para formarse estructuras de cierre entre ambas. El origen de esta segunda zona con características similares a la irradiada es desconocido, aunque se piensa que puede deberse a la incidencia de algún haz reflejado en irradiaciones realizadas en otras líneas.

➤ 4.5.3.3 Estabilización de una pared/punto de anclaje fuerte

Para comprobar si la zona donde se ha inducido la anisotropía local puede actuar como un punto de anclaje para paredes de dominios durante procesos de conmutación de la imanación, se han realizado medidas de ciclos de histéresis longitudinales en todas las muestras. En la mayoría de las líneas se ha observado que los defectos, tanto de superficie como en los bordes de las líneas, actúan como puntos de nucleación o anclaje para la inversión. Los defectos tienen un campo coercitivo mayor que el del posible anclaje en la zona irradiada, lo que impide comprobar con claridad si esta zona puede actuar como un punto de anclaje. Se ha conseguido observar, sin embargo, la nucleación de una pared lejos de la zona irradiada que avanza hacia ella anclándose al alcanzarla para las líneas SA3 y SA21.

En la Figura 4.30 se muestran los ciclos de histéresis longitudinales medidos para SA3 y SA21 utilizando un spot que coincide verticalmente con la anchura de las líneas y lateralmente con la parte de la línea dentro del campo óptico ($670\ \mu\text{m}$). Se muestran, asimismo, imágenes recopiladas durante la medida del ciclo de la muestra SA3 en los puntos señalados en el ciclo. En ambos casos, la muestra está saturada para campos del orden de los $15\ \text{Oe}$ (a). El campo va disminuyendo su valor y cambia su sentido. Al alcanzar valores desimanadores de $6.2\ \text{Oe}$ para SA3 y $5.4\ \text{Oe}$ para SA21, la imanación de estas zonas gira levemente hacia la dirección transversal saliendo del eje fácil longitudinal, de forma que se observa un contraste distinto.

Figura 4.30: Ciclos de histéresis longitudinales medidos para SA3 (azul) y SA21 (verde). Las imágenes de microscopía MOKE (a-f)) se toman durante la medida del ciclo de SA3 en los puntos señalados.

Cuando el valor del campo crece, un dominio se nuclea lejos de la zona irradiada y avanza por la línea hasta llegar a ella, invirtiéndose la mitad de la imanación de la línea y provocando el primer salto irreversible de los ciclos. Para SA3 la pared queda anclada en ambos sentidos para

campos entre 6.4 Oe (anclaje) y 7.7 Oe (desanclaje) teniendo por tanto un campo de desanclaje un 20% mayor que el de anclaje. Para SA21, se queda anclada en ambos sentidos para campos entre 5.6 Oe y 6.0 Oe, con un campo de desanclaje un 7% mayor que el de anclaje. Se confirma, por tanto, que la zona irradiada puede actuar como un punto de anclaje para las paredes de dominio permitiendo la estabilización de una pared de 180° en el rango del campo de anclaje.

Para estudiar la estructura generada entre las dos zonas irradiadas que permite el anclaje de la pared de dominios, se han realizado medidas locales en este tramo para ambas muestras. Ambas presentan una IR y una estructura de dominios secundaria de una anchura muy similar, pero con una distancia entre ambas zonas que para la muestra SA21 duplica la que presenta SA3. Se ha utilizado un spot de 3.3 μm de anchura y 25 μm de altura para realizar medidas locales consecutivas cubriendo el tramo comprendido por las dos zonas irradiadas y el espacio entre las mismas. Se han medido ciclos de histéresis en las direcciones longitudinal y transversal para obtener información local del campo de anisotropía (geometría transversal), de la remanencia reducida y campo coercitivo (ambas geometrías) en la zona delimitada por ambas estructuras. Se comienza con la muestra SA3.

Figura 4.31 a) Imagen de SA3 en remanencia longitudinal de la zona con dos IR. Se muestra y enumera en cada caso el área estudiada. b) Ciclos locales medidos sobre SA3 en geometría longitudinal, los números se corresponden con las zonas numeradas en la imagen.

En la Figura 4.31 se muestra una imagen tomada en remanencia longitudinal (a)) donde se han marcado y numerado las zonas medidas. En (b)) se muestran los ciclos numerados según la zona a que corresponden. Se observa que el doble salto asociado/debido al anclaje duro, se observa únicamente en la zona irradiada primaria (áreas 1-4), de unos 13.2 μm de anchura, que coincide con el tamaño medido de 15 μm. En la zona intermedia (5-8), se tienen ciclos completamente cuadrados con remanencia reducida 1 y campo coercitivo de unos 7 Oe. En la segunda zona irradiada se aprecia un descenso de la remanencia reducida y un solo salto irreversible para la conmutación de la imanación, con el mismo campo coercitivo.

Figura 4.32: a) Imagen en remanencia transversal de la zona con dos IR de la muestra SA3. Se muestra y enumera en cada caso el área estudiada. b) y c) Ciclos locales medidos en geometría transversal, los números se corresponden con las zonas numeradas en la imagen.

En la Figura 4.32 Se muestra la imagen en remanencia transversal (a) de la muestra SA3 donde se han marcado y numerado las zonas que han sido estudiadas. Asimismo, se muestran los ciclos medidos en las gráficas (b) y (c). Comenzando de derecha a izquierda, se observa en (b)

que el ciclo 1 tiene cierta histéresis al encontrarse cerca de la IR. A partir de esta zona, los ciclos comienzan a hacerse más cuadrados con un aumento de la remanencia reducida y una disminución del campo coercitivo al pasar por las zonas 1-5. En la gráfica (c), se observa que el ciclo 6 todavía tiene algo de histéresis, pero los medidos en las zonas siguientes (7-9) no muestran histéresis, recuperando la forma típica que presenta una dirección difícil, en este caso la asociada a la anisotropía de forma. En los ciclos 10 y 11 se tiene un aumento de la remanencia con ciclos más cuadrados debidos a la presencia de la estructura de dominios secundaria en la que parece que se ha inducido también una anisotropía transversal de origen desconocido.

Figura 4.33: Valores locales obtenidos de las medidas sobre SA3 de a) la remanencia reducida (long. y trans.), b) el campo coercitivo (trans.) y c) campo de saturación (trans.). d) Esquema de la variación de las energías de anisotropía de forma e inducida presentes en la zona estudiada.

En cuanto a la evolución cuantitativa de los parámetros medidos en estas zonas, en la Figura 4.33 se muestra la evolución del campo coercitivo (transversal), la remanencia (ambas geometrías) y campo de saturación/anisotropía (transversal) para ver más claramente su evolución a lo largo del tramo estudiado.

La remanencia reducida (a) muestra un pico en las medidas transversales de las zonas 3-4 coincidente con los dominios antiparalelos a ambos lados de la pared. En las medidas longitudinales, se tiene un mínimo, pero más desplazado a la derecha (zonas 2-3). El campo coercitivo (b) en la dirección transversal alcanza un valor máximo en torno a la zona 2 de 9.0 Oe y un mínimo con valor nulo en la zona 8. La remanencia en esta zona es también nula lo que confirma un ciclo de rotaciones típico de una difícil en la zona 8 donde, por tanto, se recupera la prevalencia del eje difícil de la anisotropía de forma. Por otro lado, considerando los valores altos de remanencia reducida y campo coercitivo en torno a la zona 3, se tienen ciclos con forma cuadrada típicos de un eje fácil asociado a la anisotropía inducida por la irradiación. La anisotropía inducida disminuye localmente conforme nos alejamos de la zona irradiada. De esta forma, en un punto a cierta distancia de la IR las anisotropías se compensan dando lugar a una zona de anisotropía efectiva nula. Para la segunda zona irradiada se observa cualitativamente el mismo comportamiento, aunque de manera mucho menos acusada. En cuanto al campo de saturación de la IR, en la dirección transversal (campo de anisotropía), aparece un mínimo para la zona 4 asociado al eje fácil inducido. En la dirección longitudinal se tiene un pico para la zona 3 que corresponde con el aumento asociado a la inducción del eje difícil longitudinal que presenta un campo de anisotropía de 26 Oe. En la estructura de dominios secundaria aparece un máximo en la zona 7 que concuerda con la recuperación del eje difícil de forma con un campo de anisotropía de 35 Oe. En la zona 10 aparece un nuevo mínimo, aunque no tan acusado en la dirección transversal y un pequeño aumento en la longitudinal. Esto indica que, además de la inducción de anisotropía transversal local, la irradiación modula de alguna manera la anisotropía de forma. Se muestra un esquema cualitativo de la intensidad de las anisotropías y su competencia en la dirección transversal para las diferentes zonas estudiadas. En torno a la zona irradiada primaria (3), la anisotropía inducida se impone a la de forma. En la zona 8, la inducida es mínima, de forma que únicamente se puede modular la prevalencia de la anisotropía de forma. A cierta distancia de la IR, a ambos lados, las anisotropías se compensarán dando lugar a la zona con anisotropía efectiva nula. En la estructura de dominios secundaria, centrada en la zona 10, se aprecia una pequeña disminución del campo coercitivo y del campo de saturación y un aumento de la remanencia reducida. Estos efectos, aunque de una manera más clara y amplificada nos han confirmado la inducción de la anisotropía transversal en la IR. Por tanto, en esta estructura secundaria parece que también se ha inducido dicha anisotropía, aunque en menor grado. Puede que la cercanía entre ambas zonas (22 μm) en esta muestra esté impidiendo observar por separado la acción sobre cada una de ellas.

Para comprobar si la estructura de dominios secundaria presenta un perfil de tipo Gaussiano para la variación de sus parámetros tal y como lo hace la IR, se ha repetido el mismo estudio sobre la muestra SA21 que presentaba una separación de 50 μm entre ambas.

Figura 4.34 Imágenes en remanencia longitudinal a) y transversal b) de la muestra SA21, donde se han marcado y numerado las zonas estudiadas en la IR y la estructura de dominios secundaria

En la Figura 4.34 Se muestran las imágenes en remanencia longitudinal y transversal donde se muestran numeradas las zonas que se han estudiado utilizando un spot de 22 μm de altura y 2.67 μm de anchura. Se han realizado medidas locales barriendo un área de 26.7 μm anchura centrada en la IR y un área de 24 μm de anchura centrada en la estructura de dominios secundaria. No se van a mostrar los ciclos locales ya que los efectos observados en ellos son muy similares a los observados en estudios similares presentados anteriormente. En la Figura 4.34 se presenta la variación de la remanencia reducida y el campo de saturación medidos en ambas geometrías en función del área de medida. En ambos casos se observa una evolución de los parámetros con una forma muy similar para ambas zonas, con un perfil que hemos asociado a un efecto de origen térmico. Así, parece que en la zona en que aparece la estructura de dominios secundaria también se ha inducido una anisotropía transversal, aunque de menor intensidad. El campo de anisotropía local pasa de los 27 Oe (anisotropía de forma) a los 6 Oe en la IR y los 14 Oe en la zona secundaria. La explicación más sencilla de la aparición de esta segunda zona se asociaría a una irradiación secundaria de origen desconocido.

Figura 4.35 Valores locales obtenidos de las medidas sobre SA21 en ambas geometrías de a) la remanencia reducida y b) campo de saturación

Aunque en las muestras con una sola IR no se ha conseguido estabilizar la pared de dominios, se han observado cambios en la forma de los ciclos locales, en los valores de remanencia reducida y en los de coercitividad locales en la zona irradiada, que han sido estudiados en función del tiempo de irradiación en cada línea.

➤ 4.5.3.4 Procesos de conmutación

En primer lugar, se han estudiado los procesos de conmutación locales en la IR para observar los posibles cambios respecto al resto de las líneas. Para ello, se han medido ciclos de

histéresis en la IR en ambas geometrías (long. y trans.) para estudiar los valores del campo coercitivo, remanencia reducida y campo de anisotropía (en geometría transv.) en función del tiempo de irradiación. Por otro lado, para conocer el alcance espacial de las modificaciones inducidas se han realizado medidas locales con spots centrados en la zona irradiada, aumentando progresivamente su anchura para comprobar el alcance espacial de las modificaciones inducidas tal y como se ha hecho en el caso de las líneas con entalla en el apartado anterior.

Dirección longitudinal

En primer lugar, se han realizado medidas longitudinales. En la Figura 4.36 a). se muestran como ejemplo los ciclos de la muestra SA8 en la zona irradiada y lejos de ella. Se ha utilizado un spot rectangular de $15 \times 25 \mu\text{m}$ en ambos casos. Como ya hemos comentado, no se ha observado anclaje de la pared de dominios en la IR (salvo en las muestras señaladas anteriormente). El campo coercitivo, de unos 5.5 Oe, no cambia en ambas zonas mientras que la remanencia reducida disminuye localmente de un valor de 1 en la zona lejana a 0.88 en la IR. En b) se muestran imágenes tomadas durante la medida de los ciclos mostrados. Se describen las imágenes de arriba abajo, en la primera, la línea está casi saturada con la imanación alineada con el campo externo aplicado, de 15 Oe. Cuando el campo cambia de sentido, para un valor de 3 Oe, se aprecia que la imanación ha rotado saliendo del eje de la línea (e.f.) en la IR. Conforme aumenta el campo, comienzan a nuclearse dominios con la imanación antiparalela en defectos, en los bordes de la línea y en la propia IR. Los dominios se expanden lateralmente coalesciendo entre sí y anclándose mínimamente en defectos o bordes de la línea. Se trata de un proceso de inversión de la imanación típicamente observado en líneas, o elementos con relación de aspecto de este tipo, medidos en la dirección del eje fácil, aunque con pequeñas modificaciones asociadas a la zona irradiada que, en ocasiones, actúa como punto de nucleación o de anclaje. Esto se debe a que, aunque no es propiamente un defecto de la línea, la IR presenta una discontinuidad de la anisotropía muy localizada que puede actuar como tal.

Figura 4.36: a) ciclos de histéresis longitudinales medidos en la IR y en otra zona lejana de la muestra SA8. b) Imágenes del proceso de conmutación de la imanación tomadas durante la medida de los ciclos

La disminución local de la remanencia reducida local es apreciable en todas las muestras. Para comprobar el alcance lateral de estas modificaciones se han realizado medidas análogas a las realizadas en las líneas con entalla utilizando spots rectangulares centrados en la zona irradiada y anchuras de 2 a 150 μm .

Figura 4.37: a) Ciclos de histéresis longitudinales con spots de 2, 6, 10, 15, 20, 30, 40, 50, 100 y 150 μm de anchura centrados en la zona irradiada medidos en la muestra SA8. b) Evolución de la remanencia reducida en función de la anchura del spot de medida para las muestras de la serie SA no dañadas.

En la Figura 4.37 a) se muestran todos los ciclos medidos para la muestra SA8. Esta, presenta una disminución máxima de la remanencia reducida de 1 a 0.83 cuando el spot tiene 2 μm de anchura. Esta disminución va menguando conforme aumenta la anchura del spot utilizado. En b) se observa la evolución de la remanencia reducida en función de la anchura del spot de medida para las muestras no dañadas de la serie SA8. Se tiene un cambio máximo del 40% para la muestra SA3 (10'' irradiación; 2 zonas) y mínimo de un 5% para SA17 (1'' irradiación).

La evolución general muestra que para el spot de 50 μm de anchura se alcanza un valor para la remanencia reducida de prácticamente 1. El comportamiento observado para las muestras de la serie SB (15 μm de anchura) cualitativamente muy similar. Por tanto, se puede concluir que independientemente de los cambios introducidos en la remanencia reducida local, éstos se hacen prácticamente nulos a distancias de 25 μm a cada lado de la zona irradiada.

Figura 4.38 Valores de la remanencia reducida en función del tiempo de irradiación obtenidas mediante medidas con spots de 10 y 15 μm de anchura para las muestras no dañadas de la serie a) SA y b) SB.

En cuanto a la magnitud de los cambios y su relación con el tiempo de irradiación, en la Figura 4.38, se muestran los datos recabados para los spots con anchuras más cercanas a la anchura medida para las zonas irradiada (10 y 15 μm). Se ha tomado como tiempo cero de irradiación la medida sobre la línea no irradiada. Para SA (a)), se observa una disminución de la remanencia reducida hasta los 10'', para después aumentar y permanecer estable en torno a un valor de 0.9 para 20'', 30'' y 45''. Finalmente se tiene una nueva disminución para los 75''. Es posible que las muestras irradiadas durante 5'', 10'' y 15'' muestren datos no comparables con el resto al ser las que presentan dos zonas de irradiación. Si no se tienen en cuenta, la tendencia de la remanencia reducida sería de una ligera bajada, seguida por una zona de estabilidad que, por último, acaba en una disminución provocada por la irradiación más larga. No se han observado grandes diferencias entre los datos obtenidos con los dos spots. En cuanto al efecto sobre las líneas de menor anchura, en la serie SB se observa únicamente un descenso lineal alcanzándose una reducción máxima de un 17% a los 45'' de irradiación. Por tanto, se concluye que la modificación local de la remanencia reducida es más complicada en muestras de menor anchura.

- Dirección transversal

Se ha realizado el mismo tipo de análisis en geometría transversal. En la Figura 4.39 a) se muestran los ciclos de histéresis medidos sobre SA8 en la zona irradiada y lejos de ella. Se ha utilizado el mismo spot de $15 \times 25 \mu\text{m}$. Se tienen ciclos que mezclan rotaciones y saltos irreversibles, aunque en la IR el ciclo es más cuadrado. Ambos ciclos presentan campos coercitivos muy similares mientras que la remanencia reducida es significativamente mayor en la IR. El campo de saturación en la zona irradiada es de unos 31 Oe mientras que lejos de ella es de unos 50 Oe lo que confirma la disminución del campo de anisotropía local.

Figura 4. 39 a) ciclos de histéresis transversales medidos en la IR y en otra zona lejana de la muestra SA8.
b) Imágenes del proceso de conmutación de la imanación tomadas durante la medida de los ciclos

En cuanto al proceso de conmutación, se muestra en b) la muestra saturada para campos de 70 Oe con la imanación apuntando hacia arriba. Conforme el campo disminuye, la imanación gira fuera del eje difícil lejos de la zona irradiada, quedando anclada en la misma al ser una dirección fácil local. Cuando el campo cambia de signo, se comienza a nuclear un dominio antiparalelo unido al dominio que se encuentra anclado en la IR, y se forma la estructura con la pared de 180° observada en remanencia. Conforme aumenta el campo, la imanación sigue girando y el tamaño del dominio antiparalelo aumenta lateralmente. Una vez se alcanza el campo de desanclaje, se tiene un salto irreversible del dominio en la zona irradiada, que pasa a apuntar en la dirección del campo externo (hacia abajo). Se comprueba, por tanto, que la IR actúa como un punto de anclaje para los dominios en procesos de conmutación transversales, lo que provoca cambios del campo coercitivo locales medidos en la IR.

Se ha estudiado la evolución del campo coercitivo, remanencia reducida y campo de saturación locales. Se realizan de nuevo medidas en función de la anchura del spot de medida para comprobar el alcance lateral de los cambios inducidos.

Figura 4.40: Evolución de a) la remanencia reducida y b) campo coercitivo en función de la anchura del spot de medida para las muestras de la serie SA no dañadas. En el inset de a) se muestran los ciclos medidos para cada anchura de spot.

En el inset de la Figura 4.40 a) se puede observar que el ciclo para el spot de 2 μm de anchura es muy cuadrado, con remanencia reducida de 0.82 y un campo coercitivo de 6.0 Oe. Sin embargo, conforme la anchura aumenta, la remanencia reducida e histéresis disminuyen y el ciclo va tomando forma de uno medido a lo largo de un eje difícil (de forma) con un proceso de conmutación mediado por rotaciones. El comportamiento observado en todas las muestras es muy similar.

En b) se muestra la evolución del campo coercitivo en función de la anchura del spot. Se tiene un aumento máximo del valor del campo coercitivo local de 3 Oe a 10 Oe en la línea que más tiempo ha sido irradiada (SA19, 75''). Salvo para SA3, se observa que la variación inducida se hace prácticamente nula para spots de 50 μm de anchura. El comportamiento observado para la remanencia reducida es el mismo (no se muestra) con cambios máximos locales de 0.2 a 0.9 en la zona irradiada (spot 2 μm). Para SA3, seguramente debido a la presencia de la segunda zona irradiada, los cambios se mantienen hasta anchuras de 100 μm (distancia de 50 μm desde la IR)

Figura 4.41: Valores del campo coercitivo a) y remanencia reducida b) en función del tiempo de irradiación para las muestras no dañadas de la serie SA.

En cuanto a las modificaciones inducidas en función del tiempo de irradiación, en la Figura 4.40 se muestra la evolución del campo coercitivo y remanencia reducida para las series SA y SB. En ambos casos, se observa un crecimiento leve seguido de un mínimo para los 45'' de irradiación. Después se tiene una subida con los 75'' hasta valores alcanzados anteriormente para los 10''. De nuevo, hay que tener en cuenta el posible efecto que la segunda zona irradiada tenga en las muestras irradiadas 5'', 10'' y 15'' (SA3, SA4, SA21).

Figura

4.42 Valores del campo coercitivo a) y remanencia reducida b) en función del tiempo de irradiación para las muestras no dañadas de la serie SA.

Por último, se estudia la evolución del campo de saturación. En la Figura 4.42 se muestra la evolución del mismo en ambas direcciones. En la dirección transversal se tiene un decrecimiento del campo de saturación (anisotropía) con el tiempo de irradiación asociado a la inducción del eje fácil por la irradiación. En la dirección longitudinal se tiene una evolución inversa con un aumento del campo de saturación asociado a la inducción del eje difícil. Los cambios inducidos son mayores cuanto mayores sean los tiempos de irradiación lográndose una variación del campo de saturación máxima de casi un 50% en ambas direcciones con tiempos de irradiación de 75''.

➤ **4.5.4 Medidas dinámicas: microscopía TRMOKE**

Una vez se han caracterizado estáticamente las propiedades magnéticas de las zonas modificadas por la irradiación en las líneas amorfas, se pretende caracterizar sus propiedades dinámicas. El objetivo principal de la tesis ha sido avanzar en la preparación de un dispositivo magnónico. Como ya hemos comentado, este tipo de dispositivos están basados en guías de onda magnónicas que, por un lado, tengan un bajo amortiguamiento que permita la propagación de ondas de espín y, por otro, permitan modificar localmente alguna de las características de las ondas que se propaguen. Para comprobar si nuestras líneas amorfas de FeB son buenas candidatas para ser utilizadas como guías de onda se han realizado medidas de microscopía MOKE con resolución temporal. Para caracterizar su respuesta, se han estudiado las modificaciones locales de estas propiedades dinámicas asociadas a las irradiaciones locales realizadas.

Se han realizado las medidas sobre la muestra SB4, previamente caracterizada angularmente y con una anchura de línea de 15 μm . Se ha elegido esta muestra por ser la más homogénea y la que menos defectos presentaba. Se han utilizado dos geometrías: la longitudinal con el campo dc paralelo al eje de las líneas y el rf perpendicular al mismo ($H_{dc} \parallel \text{eje línea}$, $h(t) \perp \text{eje línea}$) y la transversal el campo dc perpendicular al eje y el rf paralelo ($H_{dc} \perp \text{eje línea}$, $h(t) \parallel \text{eje línea}$). Además, se han aplicado campos externos estáticos de hasta 250 Oe y la frecuencia del campo rf ha sido variada desde los 50 MHz hasta los 8.0 GHz. Se han tomado imágenes con una separación de fase entre ellas de $\pi/4$ rad hasta una diferencia máxima de $9\pi/4$ rad. Conociendo la frecuencia del campo rf en cada caso podemos obtener la separación temporal entre las imágenes tomadas.

➤ **4.5.4.1 Medidas longitudinales (línea || línea trans.; H_{dc} || long; $h(t)$ trans)**

Con la geometría seleccionada, se han realizado medidas con sensibilidad transversal en un estado de remanencia longitudinal y con un campo estático aplicado de 250 Oe.

- **a) Remanencia**

Se han realizado medidas en estado de remanencia variando el campo rf de 1.0 GHz a 4.0 GHz con medidas cada 0.5 GHz. En la Figura 4.43 se muestra en primer lugar la imagen estática del estado de remanencia sobre el que se va a aplicar el campo rf y a realizar las medidas.

Figura 4.43: Imágenes de microscopía TRMOKE de SB4 con sensibilidad transversal en geometría longitudinal para el estado de remanencia y aplicando un campo rf de 2 GHz, 3GHz y 4.0GHz.

Se observa la estructura ya comentada con una pared de 180° separando dos dominios transversales y antiparalelos en la IR. El dominio de la izquierda tiene una forma distinta, con cierta inclinación respecto a la dirección transversal, debida probablemente, a la no alineación perfecta del eje de la línea con la dirección del campo externo. En el resto de la línea la imanación parece estar fuera del eje de la línea, aunque no homogéneamente. Además, se aprecian ciertas estructuras verticales con forma de hilos debidas a inhomogeneidades locales. Al aplicar el campo rf, en el rango de 1.0 GHz a 3.0 GHz, comienzan a resonar en fase, por un lado, la línea y, por otro, la IR. Esta resonancia puede considerarse como una onda de espín con $K=0$ y $\lambda=\infty$.

Figura 4.44: a) Valores de la intensidad de señal MOKE media medida en la zona irradiada y fuera de ella en función de la fase a la que se realiza la medida y ajuste de los datos mediante una función seno. b) Evolución de la amplitud de vibración en función de la frecuencia del campo rf aplicado.

A partir de ajustes temporales de la amplitud de resonancia, se obtienen los puntos para cada fase mostrados en la Figura 4.44 a), donde además, se muestra el ajuste obtenido utilizando una función seno para las medidas a 1.5 GHz en la zona irradiada y en el resto de la línea. En la Figura 4.44 b) se presentan las amplitudes de resonancia en función de la frecuencia del campo rf, donde se comprueba que ambas zonas vibran además en fase. Se tiene un máximo de amplitud de resonancia para 2 GHz en ambas zonas. Además, a partir de los ajustes en a) se observa también que ambas zonas vibran en fase.

Para frecuencias por encima de los 3.0 GHz aparecen ondas de espín transversales con $k \neq 0$ fuera de la zona irradiada. Su longitud de onda va disminuyendo (y aumentando la k) conforme aumenta la frecuencia del campo. Más adelante, se presentarán magnitudes que caracterizan estas ondas calculados a partir de distintas medidas.

- Hdc= 250 Oe

Al aplicar un campo externo de 250 Oe longitudinal, la muestra está saturada en la dirección longitudinal. Se han realizado medidas variando la frecuencia del campo rf entre 2.0 GHz y 8.0 GHz tomando datos cada 0.5 GHz. En la Figura 4.45 se muestran imágenes tomadas para campos de 2.0, 5.5, 6.0, 6.5, 7.0 y 7.5 GHz con sensibilidad transversal. Las imágenes mostradas tienen fases distintas entre sí y han sido seleccionadas por ser las que mejor contraste magnético presentaban.

Figura 4.45: Imágenes de microscopía MOKE para la muestra sometida a un campo externo de 250 Oe con y un campo rf de 2 GHz, 5.5 GHz, 6.0 GHz, 6.5 GHz, 7.0 GHz y 7.5 GHz. Se eligen imágenes con la fase que optimiza el contraste para observar las ondas de espín

A 2GHz, no se aprecia una respuesta resonante. A partir de este punto y hasta los 6.0 GHz se aprecia una señal resonante en la línea, mientras que la zona irradiada, comienza a resonar a partir de los 4.5 GHz. Ambas zonas no resuenan en fase, pero la diferencia de fase entre ellas, obtenida a partir de ajustes temporales, no es la misma ni parece seguir una tendencia concreta en función de la frecuencia del campo rf.

Mediante ajustes temporales se obtiene la amplitud de la resonancia en función de la frecuencia para la línea mostrada en la Figura 4.46 se observa un aumento leve de la amplitud de resonancia en la línea hasta llegar a los 5.5 GHz cuando se dispara aumentando un orden de magnitud. A 6.0 GHz se tiene la amplitud máxima y la imagen medida es bastante similar a la medida en remanencia a 2 GHz (cuando también era máxima).

Figura 4.46 Amplitud de resonancia de la línea en función de la frecuencia del campo rf aplicado.

Se tienen, inhomogeneidades en forma de hilos transversales a la línea que corresponden a pequeñas diferencias en la anisotropía local asociadas a defectos de borde y tensiones. Para frecuencias por encima de los 6.5 GHz aparecen de nuevo ondas de espín transversales con la longitud de onda disminuyendo conforme aumenta la frecuencia del campo alterno. En todas las imágenes mostradas se toma aquella fase para la que el contraste magnético sea mejor y permita medir las ondas de espín.

➤ 4.5.4.2 Medidas transversales (línea $\perp$ línea transmisión)

Una vez se han completado las medidas longitudinales, se gira la línea disponiéndola de manera perpendicular a la línea de transmisión para tener el campo rf paralelo a su eje. El campo dc en este caso será transversal a la línea. Se han realizado en primer lugar medidas en remanencia transversal para después aplicar campos dc transversales de 30 Oe, 40 Oe y 150 Oe.

Remanencia

Se ha realizado un nuevo barrido de frecuencias de 2.0 a 6.0 GHz en el estado de remanencia tomando medidas cada 1 GHz. Las imágenes tomadas en geometría longitudinal presentan un contraste muy pobre que no permite estudiar en detalle los procesos que aparecen y se muestran en la Figura 4.47

Figura 4.47 Imágenes de microscopía MOKE temporal con sensibilidad longitudinal y geometría longitudinal para campos a) 2 GHz, b) 4 GHz y c) 5GHz.

Se tienen en a), a 2 GHz, ondas de espín transversales en la zona inferior de la línea. Así mismo, se observa una zona con forma redondeada debajo de la irradiada con un contraste más claro. Justo encima, se aprecia que la zona irradiada con contraste más oscuro. Conforme aumenta la frecuencia del campo r_f , el contraste va empeorando, imposibilitando la observación de las ondas de espín y de la resonancia de la zona circular. Se observa de 2.0 a 5.0 GHz que en la zona irradiada (zona rectangular sobre la circular en (a)) parecen propagarse ondas de espín longitudinalmente. El pobre contraste no permite su correcta visualización y caracterización. A simple vista, parece que la longitud de propagación de estas va disminuyendo. El valor máximo parece coincidir con las dimensiones medidas para la zona irradiada de $15\ \mu\text{m}$. Para 6 GHz, el contraste se ha perdido completamente y no se puede observar nada.

Figura 4.48: a) Imagen con sensibilidad transversal en remanencia transversal a 2 GHz, se marca con una línea discontinua el centro de la zona irradiada. b) Medidas temporales de la intensidad media medida en las zonas marcadas en la imagen.

Al cambiar la sensibilidad a transversal, el contraste mejora de manera considerable. En la Figura 4.48 a) se presenta una imagen tomada para el campo de 2.0 GHz donde se observa que la zona superior de la línea (A) resuena, al menos a simple vista, en contrafase de la zona circular inferior (B). Hay que señalar que la zona de irradiación se encuentra entre ambas (A y B) y está marcada con una línea discontinua en la imagen. La parte inferior de la zona (C) parece resonar en fase con A, aunque con una amplitud mucho menor. Se han realizado medidas temporales en cada una de las zonas para calcular la diferencia de fase de vibración entre ellas, mostrada en la Figura 4.48 b). Se observa que las zonas A y C resuenan con una diferencia de fase de 30° mientras que A y B lo hacen con una de 190° (10° fuera de la contrafase). Al realizar los ajustes de los datos mediante la función seno se observa que el periodo no es el mismo en todas las zonas de forma que la diferencia de fase entre las zonas no es constante.

Figura 4.49: Amplitud de vibración en función de la distancia a la que se mide respecto de la zona irradiada marcada en la imagen.

Por otro lado, se han realizado medidas temporales sobre las diferentes zonas para comprobar cómo es la evolución de la amplitud de vibración en función de la distancia a la zona irradiada. Se muestra en la Figura 4.49 que la amplitud tiene una disminución exponencial en la zona A conforme se aleja de la zona irradiada. A la amplitud en B se le ha cambiado el signo para señalar que vibra casi en contrafase.

Figura 4.50: Imágenes de microscopía MOKE tomadas en remanencia transversal con la sensibilidad transversal y campos r_f de a) 3.0 GHz, b) 4.0 GHz y c) 5.0 GHz.

Para frecuencias superiores aparecen ondas de espín transversales con $k \neq 0$ fuera de la zona irradiada. La zona circular tiene continúa teniendo una resonancia independiente a frecuencias menores de 5 GHz. A partir de aquí, el contraste no permite su observación. En la Figura 4.50 se muestran imágenes para las frecuencias por debajo de los 6.0 GHz. En todos los casos se observa que el contraste es mucho mejor en la zona superior (A) que en la inferior (B). Además, a 3 GHz se aprecia que, en la zona superior, las ondas de espín tienen una longitud de onda mayor que en la inferior.

-

- Campo dc aplicado

Se aplican campos dc transversales a la línea de 30 Oe, 40 Oe y 150 Oe para estudiar cómo cambian las propiedades dinámicas de las líneas en función del campo rf en cada caso

Figura 4. 51: a) Imagen estática con sensibilidad longitudinal de la muestra sobre la que actúa un campo dc de 30 Oe. b) Imagen con sensibilidad longitudinal, campo dc de 30 Oe y campo rf de 5.0 GHz. c) Medida de la intensidad en función de la fase media a $2.17 \mu\text{m}$ de distancia del centro de la zona irradiada a ambos lados.

Al aplicar un campo transversal de 30 Oe se obtiene la estructura de dominios de la Figura 4.51 a). Se tiene un dominio muy ancho ocupando la parte central de la línea y otros dos dominios más estrechos anclados a los bordes de la línea. De nuevo, la parte superior tiene un mayor

contraste magnético, probablemente se deba a que la línea no está dispuesta completamente horizontal sobre la línea de transmisión (algo de suciedad en algún punto la hace estar ligeramente inclinada) y el microscopio está enfocado únicamente en la parte superior. La zona irradiada tiene un contraste distinto y no se aprecian dominios anclados a los bordes. Al aplicar el campo rf, se aprecia que el centro de la zona irradiada actúa como una antena de ondas de espín que se propagan longitudinalmente en ambos sentidos tal y como se puede apreciar en la imagen b). Se comprueba que las ondas se propagan con la misma fase en ambos sentidos mediante una medida de la fase cuando atraviesan una línea situada a $2.17\text{ }\mu\text{m}$ a ambos lados del centro de la zona irradiada. Las medidas se muestran en la Figura 4.51 (d). A 6 GHz, las ondas de espín tienen un frente de ondas más pequeño y una menor distancia de propagación como se observa en c). Para frecuencias mayores no se observan más ondas de espín.

Figura 4.52: Imágenes tomadas para un campo estático de 40 Oe y un campo rf de a) 4.0 GHz, b) 4.5 GHz, c) 5.0 GHz y d) 5.5 GHz

El contraste para las medidas con un campo externo de 40 Oe es mucho mejor como se aprecia en la Figura 4.52. En este caso y tras las medidas anteriores, se realizan medidas en torno a las frecuencias donde se ha observado las ondas de espín anteriormente, entre 4.0 GHz y 6.0 GHz, tomando datos cada 0.5 GHz. Las ondas de espín tienen una longitud de onda menor cuanto mayor es la frecuencia del campo rf. Además, la distancia de propagación también va disminuyendo con la frecuencia.

Por último, se aplica un campo estático de 150 Oe buscando la saturación transversal de la muestra. Como se observa en la Figura 4.53 a), el borde de incidencia de la zona irradiada

sigue presentando un contraste magnético distinto de forma que no se termina de saturar la muestra.

Figura 4.53: a) Imagen estática para la muestra sometida a un campo externo transversal de 150 Oe con sensibilidad longitudinal. Imagen de la muestra sometida al campo dc y un campo de rf de a) 2.0 GHz, b) 4.0 GHz, c) 6.0 GHz.

Se realiza el mismo barrido que para el campo dc de 30 Oe, de 2.0 GHz a 10.0 GHz con medidas realizadas cada GHz. Para frecuencias bajas se observa la línea vibrando, aunque con una amplitud baja como se aprecia en b). A 4.0 GHz se tiene el máximo de resonancia para el centro y el borde de la línea por separado (ambos con $k=0$). A partir de los 5.0GHz aparecen de nuevo las ondas de espín longitudinales con $k \neq 0$. De nuevo la distancia de propagación y la anchura del frente de ondas disminuyen conforme aumenta la frecuencia. Por encima de 8.0 GHz, las ondas han desaparecido o son tan pequeñas que no se puede observar utilizando este microscopio.

➤ 4.5.4.3 Caracterización cuantitativa de las ondas de espín

Para poder caracterizar las ondas de espín transversales y longitudinales observadas, se han realizado medidas espaciales y temporales sobre las imágenes medidas para obtener valores de: el vector de ondas k , velocidad de propagación v , distancia de propagación d , tiempo de decaimiento t y, por último, del factor de amortiguamiento α .

a) Vector de ondas (k)

A partir de medidas de perfiles de intensidad en la dirección de propagación de las ondas y mediante un ajuste utilizando una función seno se obtiene la longitud de onda de las ondas de espín. En algunos casos, las imágenes no tienen un buen contraste, por ello, se repiten las medidas de perfiles en diferentes partes del frente de onda y en imágenes tomadas a distintas fases para mejorar la estadística y disminuir el error en la medida. Utilizando una sencilla relación, $k=2\pi/\lambda$ se obtiene el vector de ondas.

Figura 4.54: Evolución del vector de ondas de las ondas de espín longitudinales y transversales en función de la frecuencia del campo r_f aplicado

En la Figura 4.54 se presenta la evolución del vector de ondas en función de la frecuencia del campo r_f para las ondas de espín que se propagan longitudinal y transversalmente. Se observa que, en todos los casos, las ondas de espín aparecen a frecuencias mayores conforme aumenta el campo aplicado. Se calcula la longitud de onda máxima que para las ondas transversales imponen las dimensiones de la línea. Considerando que el modo de vibración de menor orden va a coincidir con la semilongitud de onda ocupando la anchura completa de la línea se obtiene una $\lambda_{\max}=30 \mu\text{m}$. Esto impone un límite inferior para la aparición de ondas de espín de $k_{\min}=$

0.1045 rad/ μm . Por otro lado, se realiza un ajuste a los datos obtenidos mediante una función asintótica de la forma $y = a - bc^x$ que al corte con el valor de K_{min} nos da una frecuencia de corte para la aparición de ondas de espín transversales de 2.407 GHz para la remanencia y 6.150 GHz cuando se aplica un campo de 250 Oe. Hay que señalar que los datos para las ondas transversales en remanencia se corresponden con los de las ondas longitudinales cuando se aplica un campo de 30 Oe. Esto nos puede dar una idea de la relación de anisotropías entre el eje difícil fuera de la zona irradiada y el fácil en la zona irradiada. No podemos obtener una frecuencia de corte para la propagación de las ondas longitudinales ya que el límite geométrico de propagación está muy lejos de ser alcanzado por éstas, que decaen a distancias de unas 10 μm .

a) Velocidad de propagación (v)

A partir de la longitud de onda, obtenida de los ajustes espaciales, y del periodo, obtenido a partir de ajustes temporales obtenemos la velocidad de propagación de las ondas a partir de la relación $v = \lambda / \tau$.

Figura4.55: Velocidad de propagación de las ondas de espín longitudinales y transversales en remanencia y con diferentes campos dc aplicados en función de la frecuencia del campo rf.

En la Figura 4.55 se presentan los datos calculados para cada caso. Se observa que, en todos los casos, la velocidad disminuye conforme aumenta la frecuencia del campo rf. Además, esta disminución es más acusada cuanto mayor sea el campo dc aplicado. De nuevo, los valores para las ondas transversales en remanencia coinciden con las longitudinales cuando se aplica un campo de 30 Oe.

a) Distancias de propagación

Para obtener las distancias de propagación de las ondas de espín longitudinales se realizan medidas directamente sobre las imágenes. En la Figura 4.56 se muestran algunas de las medidas realizadas para un campo dc de 40 Oe y diferentes frecuencias.

Figura 4.56 Imágenes de ondas de espín longitudinales sobre las que se miden distancias de propagación con un campo dc de 40 Oe y un campo rf de a) 4.5 GHz, b) 5.5 GHz y c) 6.0 GHz

Se observa que no hay un perfil uniforme para el frente de ondas en ninguno de los sentidos de propagación. La distancia de propagación es siempre mayor en la zona cercana al borde de incidencia del haz de irradiación. Se mide el tamaño lateral y se divide el valor obtenido entre dos para obtener la distancia de propagación a cada lado. En los ejemplos mostrados se miden hasta 4 distancias distintas para la anchura de la zona ocupada por las ondas de espín. En todos los casos se va a considerar la distancia máxima como dato. Se aprecia que conforme aumenta la frecuencia, la distancia es menor.

Figura 4.57: Distancia de propagación de las ondas longitudinales en función de la frecuencia del campo rf.

En la Figura 4.57 Se presentan las distancias de propagación de las ondas longitudinales medidas en función de la frecuencia del campo rf. Se observa que la tendencia decreciente con la frecuencia es más acusada cuanto mayor sea el campo dc aplicado sobre la muestra. También, las distancias medidas son mayores cuanto mayor sea el campo aplicado obteniendo una distancia máxima de propagación de casi 15 μm para un campo aplicado de 150 Oe. Hay que señalar en este punto que se presentan aquí distancias medidas para un campo dc de 40 Oe a 6.0 GHz y de 30 Oe a 7.0 GHz y 8.0 GHz para las que no se ha podido calcular ni el vector de ondas ni la velocidad de propagación al no haber podido medir un perfil de intensidad.

a) Tiempo de decaimiento τ_0

Se ha realizado un cálculo aproximado del tiempo de vida o decaimiento de las ondas de espín. Se han obviado, por un lado, posibles deformaciones que puedan tener y, por el otro, la disminución de su amplitud conforme se propaga. Así, a partir de la distancia de propagación y conociendo la velocidad de propagación se realiza el sencillo cálculo utilizando $t = (\text{distancia propagación}) / (\text{velocidad propagación})$.

Figura 4.58: Tiempos de decaimiento o vida de las ondas de espín en función de la frecuencia del campo rf.

Se observa de nuevo una tendencia decreciente del tiempo de decaimiento de las ondas de espín en el material conforme aumenta la frecuencia del campo rf. Cuanto mayor es el campo dc aplicado, mayor es el tiempo de vida.

a) Factor de amortiguamiento α

Finalmente, se ha calculado el factor de amortiguamiento α de las líneas, punto clave para la viabilidad de estas estructuras en la preparación de dispositivos magnónicos. De nuevo, éste puede ser calculado únicamente para las ondas de espín longitudinales ya que las transversales ocupan la anchura total de la línea sin decaer. Se hace uso de la expresión utilizada por Yu et. Al [magnetic thin film insulator with ultralow spin waves damping for coherent nanomagnonics]:

$$\alpha = \frac{1}{2\pi\tau_0 f_0} \quad (2)$$

donde α es el factor de amortiguamiento, τ_0 el tiempo de decaimiento o relajación de los espines y f_0 la frecuencia de resonancia global ($k=0$). En el denominador se ha obviado el factor de elipticidad PA ($PA \leq 1$) de modo que se obtendrá el límite inferior para el factor α . Por otro lado, se puede obtener la frecuencia de resonancia f_0 a partir de la amplitud de vibración en función de la frecuencia o aprovechar los ajustes realizados para el vector de ondas y tomar el corte de las curvas con el eje de abscisas. Se utiliza el segundo método al ser más preciso obteniendo: f_0 (30 Oe) = 2.316 GHz, f_0 (40 Oe) = 2.790 GHz y f_0 (150 Oe) = 4.486 GHz. Los valores obtenidos se han representado en la Figura 4.61 y hacen referencia a la propagación de ondas de espín en la zona irradiada únicamente por lo que se desconoce el factor de amortiguamiento del material no irradiado

Figura 4.59: Factores de amortiguamiento en función del campo dc aplicado y la frecuencia del campo rf

Se observa que el factor de amortiguamiento disminuye conforme aumenta el campo dc aplicado y cuando la frecuencia del campo rf es menor. El valor mínimo obtenido es de $5 \cdot 10^{-2}$, un orden de magnitud mayor que el medido en láminas delgadas. Esto puede deberse a los puntos de anclaje asociados a inhomogeneidades en las muestras litografiadas. Se tienen distancias de propagación de decenas de micras y velocidades usuales medidas para las ondas

de espín. Todo ello confirma la posibilidad de usar guías de ondas de FeB para desarrollar dispositivos magnónicos.

➤ **4.5.5 Conclusiones**

Mediante la irradiación local con Rayos X se ha conseguido inducir una anisotropía con un eje fácil transversal a las líneas. Aunque el área irradiada tiene una anchura nominal de 2 μm , la zona modificada tiene una anchura de hasta 12-15 μm . Este hecho, junto con la información obtenida de las modificaciones locales de las propiedades de histéresis, parecen indicar un origen térmico de estas, inducido por la irradiación.

La zona irradiada permite la estabilización de paredes de 180° en remanencia transversal y provoca el anclaje fuerte de las paredes de imanación en procesos de inversión longitudinales con zonas de susceptibilidad nula. La estabilización de este tipo de estructuras de dominios inhomogéneas en remanencia se ha propuesto como un mecanismo para la obtención de un cambiador de fase a utilizar en el desarrollo de dispositivos magnónicos.

Las medidas con resolución temporal en remanencia muestran la resonancia en desfase a ambos lados de la zona irradiada (pared de 180°) en distancias de hasta 20 μm a ambos lados confirmando lo propuesto. Se ha conseguido además observar y caracterizar la propagación de ondas de espín transversales y longitudinales a partir de las cuales se ha calculado un factor de amortiguamiento mínimo de $5 \cdot 10^{-2}$. El aumento de un orden de magnitud en este valor respecto a los medidos para lámina delgada se debe a los defectos que presentan las líneas litografiadas y confirman que los puntos de anclaje debidos a inhomogeneidades son un punto clave para obtener distancias de propagación compatibles con el desarrollo de dispositivos magnónicos.

Capítulo 5

Conclusions

5.1 Conclusions

The main hypothesis of our work corresponds to the possibility of using field stable inhomogeneous magnetization distributions to implement local modifications of the ferromagnetic resonance and spin waves propagation characteristics making them suitable to design and fabricate basic circuit magnonic devices, as, archetypically, a phase shifter. Thus, our conclusions refer, ultimately, to the validation (or rebuttal) of that hypothesis.

Nonetheless, apart from the principal hypothesis, our work has also incorporated some other instrumental assumptions. Those are the choice of the working material (a- $\text{Fe}_{80}\text{B}_{20}$) and that of the considered approach to the stabilization of inhomogeneous magnetization distributions (X-rays irradiation with nano and microbeams).

The conclusions of the first part of the work (Chapter III) are focused on the preparation; thermal treatments; chemical, structural, and morphological characterizations; dc hysteretic behavior; and ferromagnetic resonance behavior of the as-prepared, relaxed and crystallized $\text{Fe}_{80}\text{B}_{20}$ thin films. Among the concrete results achieved it is worth to highlight the following:

- Direct identification through X-rays diffraction of a structural relaxation occurring bellow 150 °C in the amorphous $\text{Fe}_{80}\text{B}_{20}$ thin films
- Crystallization process analysis by EXAFS and XRD measurements
- Detailed TEM imaging of the crystallization process
- Study of the ferromagnetic resonance behavior for the as-deposited and crystallized films and its relationship with their morphologies
- Measurement of the amorphous $\text{Fe}_{80}\text{B}_{20}$ thin films damping constant finding a value of the order of 10^{-3} , fully compatible with tens of microns spin waves propagation

The last point allowed us to select the as-deposited amorphous films as those used to implement the local magnetic properties modifications required to build stable inhomogeneous magnetization structures on magnonic waveguides.

That implementation constitutes the core of the second part of this work (Chapter IV). The first group of conclusions within it includes the results linked to the fabrication of the microstripes used as spin wave guides and, importantly, those related to the domain wall stabilization investigated considering two different approaches, i.e.: guides local narrowing and X-rays nano and microirradiation. The most significant results achieved within this group are:

- The non-suitability of the guide narrowing approach implemented using laser lithography to the stabilization of domain walls in the spin waves guides
- The occurrence of weak interactions (leading to reduced magnitude coercivity increases) between regions irradiated using X-rays nanobeams and domain walls propagating in the spin waves guides due to an induced structural relaxation.
- The identification of the induction, in the ten of microns scale, of a local magnetic anisotropy allowing the stabilization of a domain wall/flux-closure structure getting strongly pinned at microbeam irradiated regions.

The latter result is the crucial one allowing the resonance and spin waves behavior modification when they are excited across the irradiated/anisotropy modified region.

Finally, the last conclusions correspond to the investigation of the characteristics of the resonances and surface backwards magnetostatic spin waves propagation in suitably irradiated guides. The main results of this third group are:

- The observation of a 180° phase shift of the resonances excited, at a remanent state, in a guide in which a 180° wall was localized at the irradiated region ($k=0$)
- The measurement of the microwaves field frequency dependence of the resonant amplitude ($k=0$)
- The measurement of a 45° phase shift between spin waves propagating at both sides of a micro-irradiated region ($k=0$)

- The measurement of the dispersion relationships of surface backwards magnetostatic spin waves at and outside the irradiated region (velocities of the order of the thousands of meters per second) ($k \neq 0$)
- The direct measurement of the spin waves propagation distance that for ac field frequencies of the order of 7 GHz correspond to tens of microns ($k \neq 0$)

Thus, and as main conclusion of this PhD Thesis, our original hypothesis can be validated with the following limitations:

- The implementation of spin waves basic circuit elements (as logic gates) is possible when considering guides with lateral dimensions on the ten of microns range which incorporate stabilized structures of the domain wall type associated to local anisotropy modifications induced through X-rays microbeam irradiation

It is important to remark that our conclusions cannot be scaled down, without further explicit test, to nano-sized systems since in that length scale the structure of the walls mediating the reversal of the stripes guiding the spin waves is radically different from that of the walls present in micron-sized systems.

Capítulo 6

Bibliografía

Bibliografía

Capítulo 1: Introducción

- [1] T. Schneider, A. A. Serga, B. Leven, B. Hillebrands, R. L. Stamps, and M. P. Kostylev, "Realization of spin-wave logic gates," *Applied Physics Letters*, vol. 92, no. 2, p. 022505, 2008.
- [2] A. Shutyř and D. Sementsov, "Coupled magnetostatic waves and beats of the envelope in a two-layer garnet ferrite structure," *Technical physics*, vol. 51, no. 10, pp. 1362-1366, 2006.
- [3] S.-K. Kim, "Micromagnetic computer simulations of spin waves in nanometre-scale patterned magnetic elements," *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 43, no. 26, p. 264004, 2010.
- [4] F. Bloch, "Zur theorie des ferromagnetismus," *Zeitschrift für Physik*, vol. 61, no. 3-4, pp. 206-219, 1930.
- [5] C. Herring and C. Kittel, "On the theory of spin waves in ferromagnetic media," *Physical Review*, vol. 81, no. 5, p. 869, 1951.
- [6] A. I. Akhiezer, S. Peletminskii, and V. G. Baryakhtar, "Spin waves," 1968.
- [7] T. Holstein and H. Primakoff, "Field dependence of the intrinsic domain magnetization of a ferromagnet," *Physical Review*, vol. 58, no. 12, p. 1098, 1940.
- [8] P. Fleury, "PORTO SPS. CHEESMAN LE and GUGGENHEIM HJ, Phi's," *Rev. Lett*, vol. 17, p. 84, 1966.
- [9] J. Eshbach, "Spin-wave propagation and the magnetoelastic interaction in yttrium iron garnet," *Physical Review Letters*, vol. 8, no. 9, p. 357, 1962.
- [10] F. Goedsche, "Reflection and refraction of spin waves," *physica status solidi (b)*, vol. 39, no. 1, pp. K29-K33, 1970.
- [11] E. Vilkov, "Spectrum of magnetostatic waves in a ferromagnet with a moving superlattice of domain walls," *Physics of the Solid State*, vol. 48, no. 9, pp. 1754-1759, 2006.
- [12] M. Wu, P. Krivosik, B. A. Kalinikos, and C. E. Patton, "Random generation of coherent solitary waves from incoherent waves," *Physical review letters*, vol. 96, no. 22, p. 227202, 2006.
- [13] S. Demokritov *et al.*, "Tunneling of dipolar spin waves through a region of inhomogeneous magnetic field," *Physical review letters*, vol. 93, no. 4, p. 047201, 2004.

- [14] C. Hauser *et al.*, "Yttrium iron garnet thin films with very low damping obtained by recrystallization of amorphous material," *Scientific reports*, vol. 6, p. 20827, 2016.
- [15] V. E. Demidov, U.-H. Hansen, and S. O. Demokritov, "Spin-wave eigenmodes of a saturated magnetic square at different precession angles," *Physical review letters*, vol. 98, no. 15, p. 157203, 2007.
- [16] I. Vincze, T. Kemeny, and S. Arajs, "Short-range order in transition-metal—metalloid glasses," *Physical Review B*, vol. 21, no. 3, p. 937, 1980.
- [17] S. Steeb and P. Lamparter, "Structure of binary metallic glasses," *Journal of non-crystalline solids*, vol. 156, pp. 24-33, 1993.
- [18] D. Polk, "The structure of glassy metallic alloys," *Acta metallurgica*, vol. 20, no. 4, pp. 485-491, 1972.
- [19] R. E. Maringer and C. E. Mobley, "Casting of metallic filament and fiber," *Journal of Vacuum Science and Technology*, vol. 11, no. 6, pp. 1067-1071, 1974.
- [20] P. Chaudhari, B. C. Giessen, and D. Turnbull, "Metallic glasses," *Scientific American*, vol. 242, no. 4, pp. 98-117, 1980.
- [21] D. Twisselmann and R. D. McMichael, "Intrinsic damping and intentional ferromagnetic resonance broadening in thin Permalloy films," *Journal of applied physics*, vol. 93, no. 10, pp. 6903-6905, 2003.
- [22] H. Yu *et al.*, "High propagating velocity of spin waves and temperature dependent damping in a CoFeB thin film," *Applied Physics Letters*, vol. 100, no. 26, p. 262412, 2012.
- [23] M. Oogane *et al.*, "Magnetic damping in ferromagnetic thin films," *Japanese journal of applied physics*, vol. 45, no. 5R, p. 3889, 2006.
- [24] V. Kruglyak, S. Demokritov, and D. Grundler, "Magnonics," *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 43, no. 26, p. 264001, 2010.
- [25] Y. V. Gulyaev, S. Nikitov, and A. Volkov, "Surface magnetostatic spin waves in 2D magnonic crystals," *Journal of Communications Technology and Electronics*, vol. 50, no. 9, pp. 1024-1030, 2005.
- [26] A. Chumak, A. Serga, B. Hillebrands, and M. Kostylev, "Scattering of backward spin waves in a one-dimensional magnonic crystal," *Applied Physics Letters*, vol. 93, no. 2, p. 022508, 2008.
- [27] M. Kostylev *et al.*, "Resonant and nonresonant scattering of dipole-dominated spin waves from a region of inhomogeneous magnetic field in a ferromagnetic film," *Physical Review B*, vol. 76, no. 18, p. 184419, 2007.
- [28] M. Kostylev, A. Serga, T. Schneider, B. Leven, and B. Hillebrands, "Spin-wave logical gates," *Applied Physics Letters*, vol. 87, no. 15, p. 153501, 2005.

- [29] A. Serga, T. Neumann, A. Chumak, and B. Hillebrands, "Generation of spin-wave pulse trains by current-controlled magnetic mirrors," *Applied Physics Letters*, vol. 94, no. 11, p. 112501, 2009.
- [30] Y. K. Fetisov and C. E. Patton, "Microwave bistability in a magnetostatic wave interferometer with external feedback," *IEEE transactions on magnetics*, vol. 35, no. 2, pp. 1024-1036, 1999.
- [31] A. Chumak, T. Neumann, A. Serga, B. Hillebrands, and M. Kostylev, "A current-controlled, dynamic magnonic crystal," *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 42, no. 20, p. 205005, 2009.
- [32] A. Serga *et al.*, "Parametrically stimulated recovery of a microwave signal stored in standing spin-wave modes of a magnetic film," *Physical review letters*, vol. 99, no. 22, p. 227202, 2007.
- [33] L. Mach, "Ueber einen interferenzrefraktor," *Zeitschrift für Instrumentenkunde*, vol. 12, no. 3, p. 89, 1892.
- [34] R. L. Stamps *et al.*, "The 2014 magnetism roadmap," *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 47, no. 33, p. 333001, 2014.
- [35] K.-S. Lee and S.-K. Kim, "Conceptual design of spin wave logic gates based on a Mach-Zehnder-type spin wave interferometer for universal logic functions," *Journal of Applied Physics*, vol. 104, no. 5, p. 053909, 2008.
- [36] R. Damon and H. Van de Vaart, "Dispersion of long-wavelength spin waves from pulse-echo experiments," *Physical Review Letters*, vol. 12, no. 21, p. 583, 1964.
- [37] M. Freeman, R. Ruf, and R. Gambino, "Picosecond pulsed magnetic fields for studies of ultrafast magnetic phenomena," *IEEE transactions on magnetics*, vol. 27, no. 6, pp. 4840-4842, 1991.
- [38] M. van Kampen *et al.*, "On the realization of artificial XY spin chains," *Journal of Physics: Condensed Matter*, vol. 17, no. 2, p. L27, 2004.
- [39] A. V. Kimel, A. Kirilyuk, F. Hansteen, R. V. Pisarev, and T. Rasing, "Nonthermal optical control of magnetism and ultrafast laser-induced spin dynamics in solids," *Journal of Physics: Condensed Matter*, vol. 19, no. 4, p. 043201, 2007.
- [40] G. M. Müller *et al.*, "Magnetization dynamics in optically excited nanostructured nickel films," *New journal of physics*, vol. 10, no. 12, p. 123004, 2008.
- [41] S. I. Kiselev *et al.*, "Microwave oscillations of a nanomagnet driven by a spin-polarized current," *nature*, vol. 425, no. 6956, p. 380, 2003.
- [42] S. Zhang, S. Oliver, N. Israeloff, and C. Vittoria, "High-sensitivity ferromagnetic resonance measurements on micrometer-sized samples," *Applied physics letters*, vol. 70, no. 20, pp. 2756-2758, 1997.

- [43] J. Podbielski, D. Heitmann, and D. Grundler, "Microwave-assisted switching of microscopic rings: correlation between nonlinear spin dynamics and critical microwave fields," *Physical review letters*, vol. 99, no. 20, p. 207202, 2007.
- [44] A. Borovik-Romanov and N. M. Kreines, "Brillouin-Mandelstam scattering from thermal and excited magnons," *Physics Reports*, vol. 81, no. 5, pp. 351-408, 1982.
- [45] M. Freeman and B. Choi, "Advances in magnetic microscopy," *Science*, vol. 294, no. 5546, pp. 1484-1488, 2001.
- [46] J. Sankey, P. Braganca, A. Garcia, I. Krivorotov, R. Buhrman, and D. Ralph, "Spin-transfer-driven ferromagnetic resonance of individual nanomagnets," *Physical review letters*, vol. 96, no. 22, p. 227601, 2006.
- [47] S. Petit *et al.*, "Spin-torque influence on the high-frequency magnetization fluctuations in magnetic tunnel junctions," *Physical review letters*, vol. 98, no. 7, p. 077203, 2007.
- [48] C. Fowley *et al.*, "Local modification of magnetic anisotropy and ion milling of Co/Pt multilayers using a He⁺ ion beam microscope," *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 46, no. 19, p. 195501, 2013.
- [49] Y. Takemura and J. I. Shirakashi, "Modification of electrical properties and magnetic domain structures in magnetic nanostructures by AFM nanolithography," *Advanced engineering materials*, vol. 7, no. 3, pp. 170-173, 2005.
- [50] A. Aziz, S. Bending, H. Roberts, S. Crampin, P. Heard, and C. Marrows, "Artificial domain structures realized by local gallium focused Ion-beam modification of Pt/Co/Pt trilayer transport structure," *Journal of applied physics*, vol. 98, no. 12, p. 124102, 2005.
- [51] J. McCord, I. Mönch, J. Fassbender, A. Gerber, and E. Quandt, "Local setting of magnetic anisotropy in amorphous films by Co ion implantation," *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 42, no. 5, p. 055006, 2009.
- [52] R. Allenspach, A. Bischof, U. Dürig, and P. Grütter, "Local modification of magnetic properties by an electron beam," *Applied physics letters*, vol. 73, no. 24, pp. 3598-3600, 1998.
- [53] L. Schultz, E. Giess, R. Hodgson, and T. Sedgwick, "Permanent local modification of the magnetic bubble properties of epitaxial garnet films by laser annealing," *Journal of Applied Physics*, vol. 50, no. 9, pp. 5902-5905, 1979.
- [54] A. Alekseev *et al.*, "Observation of laser-induced local modification of magnetic order in transition metal layers," *Journal of Experimental and Theoretical Physics Letters*, vol. 73, no. 4, pp. 192-196, 2001.
- [55] A. Pagliero *et al.*, "Doping change in the Bi-2212 superconductor directly induced by a hard X-ray nanobeam," *Nano letters*, vol. 14, no. 3, pp. 1583-1589, 2014.

- [56] M. Truccato *et al.*, "Direct-write X-ray nanopatterning: A proof of concept Josephson Device on Bi₂Sr₂CaCu₂O₈+ δ superconducting oxide," *Nano letters*, vol. 16, no. 3, pp. 1669-1674, 2016.
- [57] S. Vasiliev, V. Kruglyak, M. Sokolovskii, and A. Kuchko, "Spin wave interferometer employing a local nonuniformity of the effective magnetic field," *Journal of Applied Physics*, vol. 101, no. 11, p. 113919, 2007.

Capítulo 2: Técnicas experimentales

- [1] J. Gonzalo and F. J. Palomares, "Depósito por láser pulsado (PLD)," in *Láminas delgadas y recubrimientos. Preparación, propiedades y aplicaciones*, vol. 11, J. M. Albella Ed. Madrid: Consejo Superior de Investigaciones Científicas, 2003, ch. 8.
- [2] E. Paz, "Preparation, characterization and magnetic properties of epitaxial iron nanostructures," Departamendo de Física de la Materia Condensada, Universidad Autónoma de Madrid, Madrid, 2010.
- [3] A. Jacquot, B. Lenoir, M. Boffoue, and A. Dauscher, "Pulsed laser deposition of PbTe films on glass substrates," *Applied Physics A*, vol. 69, no. 1, pp. S613-S615, 1999.
- [4] C. Prieto and A. de Andrés, "Técnicas de difracción de Rayos X," in *Láminas delgadas y recubrimientos. Preparación, propiedades y aplicaciones*, vol. 11, J. M. Albella Ed., (Biblioteca de Ciencias. Madrid: Consejo Superior de Investigaciones Científicas, 2003, ch. 15.
- [5] I. Montero and F. J. Palomares, "Espectroscopías de electrones: XPS y AES," in *Láminas delgadas y recubrimientos. Preparación, propiedades y aplicaciones*, vol. 11, J. M. Albella Ed. Madrid: Consejo Superior de Investigaciones Científicas, 2003, ch. 16.
- [6] Á. Landa and C. Rojas, "Técnicas microscopía electrónica SEM-TEM," in *Láminas delgadas y recubrimiento. Preparación, propiedades y aplicaciones*, vol. 11, J. M. Albella Ed., (Biblioteca de Ciencias. Madrid: Consejo Superior de Investigaciones Científicas, 2003, ch. 20.
- [7] S. V. Von Sovskii, *Ferromagnetic resonance: the phenomenon of resonant absorption of a high-frequency magnetic field in ferromagnetic substances*. Elsevier, 2016.
- [8] M. Lakshmanan, "The fascinating world of the Landau–Lifshitz–Gilbert equation: an overview," *Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, vol. 369, no. 1939, pp. 1280-1300, 2011.
- [9] M. Freiser, "A survey of magnetooptic effects," *IEEE Transactions on magnetics*, vol. 4, no. 2, pp. 152-161, 1968.
- [10] R. Lopusník, "Time Resolved Magneto Optical Investigations of Magnetization Dynamics in Iron Garnet Films," Verlag nicht ermittelbar, 2001.

- [11] B. Mozooni, T. von Hofe, and J. McCord, "Picosecond wide-field magneto-optical imaging of magnetization dynamics of amorphous film elements," *Physical Review B*, vol. 90, no. 5, p. 054410, 2014.
- [12] R. B. Holländer, C. Müller, M. Lohmann, B. Mozooni, and J. McCord, "Component selection in time-resolved magneto-optical wide-field imaging for the investigation of magnetic microstructures," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 432, pp. 283-290, 2017.

Capítulo 3: Láminas delgadas

- [1] W. Klement, R. Willens, and P. Duwez, "Non-crystalline structure in solidified gold-silicon alloys," *Nature*, vol. 187, no. 4740, pp. 869-870, 1960.
- [2] P. Duwez and S. Lin, "Amorphous ferromagnetic phase in iron-carbon-phosphorus alloys," *Journal of applied physics*, vol. 38, no. 10, pp. 4096-4097, 1967.
- [3] R. C. Crewdson, California Institute of Technology (1966), 1966.
- [4] P. Duwez, R. Willens, and R. Crewdson, "Amorphous Phase in Palladium—Silicon Alloys," *Journal of Applied Physics*, vol. 36, no. 7, pp. 2267-2269, 1965.
- [5] J. Van Wonerghem, S. Mørup, C. J. Koch, S. W. Charles, and S. Wells, "Formation of ultra-fine amorphous alloy particles by reduction in aqueous solution," *Nature*, vol. 322, no. 6080, pp. 622-623, 1986.
- [6] G. Ambrosone, U. Coscia, S. Ferrero, F. Giorgis, P. Mandracci, and C. Pirri, "Structural and optical properties of hydrogenated amorphous silicon-carbon alloys grown by plasmaenhanced chemical vapour deposition at various rf powers," *Philosophical Magazine B*, vol. 82, no. 1, pp. 35-46, 2002.
- [7] C. Koch, O. Cavin, C. McKamey, and J. Scarbrough, "Preparation of "amorphous" Ni60Nb40 by mechanical alloying," *Applied Physics Letters*, vol. 43, no. 11, pp. 1017-1019, 1983.
- [8] L. Schultz, "Formation of amorphous metals by mechanical alloying," *Materials Science and Engineering*, vol. 97, pp. 15-23, 1988.
- [9] R. B. Schwarz and C. C. Koch, "Formation of amorphous alloys by the mechanical alloying of crystalline powders of pure metals and powders of intermetallics," *Applied Physics Letters*, vol. 49, no. 3, pp. 146-148, 1986.
- [10] S. Steeb and P. Lamparter, "Structure of binary metallic glasses," *Journal of non-crystalline solids*, vol. 156, pp. 24-33, 1993.
- [11] D. Polk, "The structure of glassy metallic alloys," *Acta metallurgica*, vol. 20, no. 4, pp. 485-491, 1972.

- [12] R. O'handley, "Temperature dependence of magnetostriction in Fe₈₀B₂₀ glass," *Solid State Communications*, vol. 22, no. 8, pp. 485-488, 1977.
- [13] R. O'handley, "Magnetostriction of ferromagnetic metallic glasses," *Solid State Communications*, vol. 21, no. 12, pp. 1119-1122, 1977.
- [14] R. O'handley, "Magnetostriction of transition-metal-metalloid glasses: Temperature dependence," *Physical Review B*, vol. 18, no. 2, p. 930, 1978.
- [15] R. Hasegawa, "Applications of amorphous magnetic alloys," in *Properties and Applications of Nanocrystalline Alloys from Amorphous Precursors*: Springer, 2005, pp. 189-198.
- [16] R. Hasegawa, "Applications of amorphous magnetic alloys in electronic devices," *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 287, no. 1-3, pp. 405-412, 2001.
- [17] L.-P. Shen, T. Uchiyama, K. Mohri, E. Kita, and K. Bushida, "Sensitive stress-impedance micro sensor using amorphous magnetostrictive wire," *IEEE Transactions on Magnetics*, vol. 33, no. 5, pp. 3355-3357, 1997.
- [18] S. S. P. Parkin, "Magnetic tunnel junctions using amorphous materials as reference and free layers," ed: Google Patents, 2008.
- [19] J. Park and H. Yim, "Designing the composition of amorphous free layer of a magnetic tunnel junction," *IEEE Transactions on Magnetics*, vol. 45, no. 6, pp. 2413-2416, 2009.
- [20] H. Iwasaki, S. Oikawa, K. Kouji, and K. Yamada, "Spin torque oscillator, magnetic recording head, magnetic head assembly and magnetic recording apparatus," ed: Google Patents, 2013.
- [21] B. Dai, T. Kato, S. Iwata, and S. Tsunashima, "Temperature dependence of critical current density of spin transfer torque switching amorphous GdFeCo for thermally assisted MRAM," *IEEE Transactions on Magnetics*, vol. 49, no. 7, pp. 4359-4362, 2013.
- [22] Y. Guo, C. T. Horng, and R.-Y. Tong, "Spin transfer MRAM device with novel magnetic free layer," ed: Google Patents, 2009.
- [23] R. C. O'Handley, L. Mendelsohn, R. Hasegawa, R. Ray, and S. Kavesh, "Low-field magnetic properties of Fe₈₀B₂₀ glass," *Journal of Applied Physics*, vol. 47, no. 10, pp. 4660-4662, 1976.
- [24] R. Hasegawa, R. O'handley, L. Tanner, R. Ray, and S. Kavesh, "Magnetization, magnetic anisotropy, and domain patterns of Fe₈₀B₂₀ glass," *Applied Physics Letters*, vol. 29, no. 3, pp. 219-221, 1976.
- [25] L. Davis, R. Ray, C.-P. Chou, and R. O'handley, "Mechanical and thermal properties of Fe₈₀B₂₀ glass," *Scripta Metallurgica*, vol. 10, no. 6, pp. 541-546, 1976.
- [26] G. Schroeder, R. Schäfer, and H. Kronmüller, "Magneto-optical investigation of the domain structure of amorphous Fe₈₀B₂₀ alloys," *physica status solidi (a)*, vol. 50, no. 2, pp. 475-481, 1978.

- [27] T. Egami, "Magnetic amorphous alloys: physics and technological applications," *Reports on Progress in Physics*, vol. 47, no. 12, p. 1601, 1984.
- [28] M. Takahashi, M. Koshimura, and T. Abuzuka, "Phase diagram of amorphous and crystallized Fe-B alloy system," *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 20, no. 10, p. 1821, 1981.
- [29] O. Inal, C. Robino, L. Keller, F. Yost, and M. Karnowsky, "Annealing behaviour of amorphous Fe 80 B 20 on continuous heating," *Journal of Materials Science*, vol. 16, no. 11, pp. 3183-3193, 1981, doi: 10.1007/BF00540327.
- [30] A. L. Greer, "Crystallisation kinetics of Fe80B20 glass," *Acta Metallurgica*, vol. 30, no. 1, pp. 171-192, 1982.
- [31] E. Babić, Ž. Marohnić, and E. Wohlfarth, "Stoner excitations in the strong itinerant amorphous ferromagnets Fe_xNi_{80-x}B₁₈Si₂ and Fe₈₀B₂₀," *Physics Letters A*, vol. 95, no. 6, pp. 335-338, 1983.
- [32] V. Harris, S. Oliver, J. Ayers, B. Das, and N. Koon, "Reduced-temperature crystallization of thin amorphous Fe₈₀B₂₀ films studied via empirical modeling of extended x-ray absorption fine structure," *Applied physics letters*, vol. 68, no. 15, pp. 2073-2075, 1996.
- [33] J. Wang *et al.*, "Magnetostriiction, Soft Magnetism, and Microwave Properties in Co-Fe- C Alloy Films," *Physical Review Applied*, vol. 12, no. 3, p. 034011, 2019.
- [34] M. Bersweiler, H. Sato, and H. Ohno, "Magnetic and Free-Layer Properties of MgO/(Co) FeB/MgO Structures: Dependence on CoFeB Composition," *IEEE Magnetics Letters*, vol. 8, pp. 1-3, 2017.
- [35] X. Liu, G. Ishida, and A. Morisako, "Magnetization reversal mechanism of Nd-Fe-B films with perpendicular magnetic anisotropy," *Journal of Applied Physics*, vol. 109, no. 7, p. 07A725, 2011.
- [36] C. Bilzer *et al.*, "Study of the dynamic magnetic properties of soft CoFeB films," *Journal of Applied Physics*, vol. 100, no. 5, p. 053903, 2006.
- [37] M. Konoto *et al.*, "Effect of MgO cap layer on Gilbert damping of FeB electrode layer in MgO-based magnetic tunnel junctions," *Applied Physics Express*, vol. 6, no. 7, p. 073002, 2013.
- [38] J. Jagielski, M. Kopcewicz, and L. Thome, "Mössbauer study of the amorphization process induced in α -Fe by boron implantation," *Journal of applied physics*, vol. 73, no. 10, pp. 4820-4824, 1993.
- [39] J. Balogh, L. Bujdosó, T. Kemény, T. Pusztai, L. Tóth, and I. Vincze, "Diffusion amorphization and interface properties of FeB multilayers," *Applied Physics A: Materials Science & Processing*, vol. 65, no. 1, pp. 23-27, 1997.

- [40] T. Miyazaki and M. Takahashi, "Magnetic annealing effect in amorphous Fe_{100-x}B_x and Co_{100-x}B_x binary alloys," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 42, no. 1, pp. 29-34, 1984, doi: 10.1016/0304-8853(84)90286-5.
- [41] A. Skryshevskii, "Structural Analysis of Liquids and Amorphous Materials," ed: Vysshaya Shkola, Moscow, 1980.
- [42] E. Paz, F. Cebollada, F. Palomares, F. Garcia-Sanchez, and J. González, "Control of magnetization reversal by combining shape and magnetocrystalline anisotropy in epitaxial Fe planar nanowires," *Nanotechnology*, vol. 21, no. 25, p. 255301, 2010.
- [43] J. Budnick *et al.*, "Study of the local structure of metastable crystalline iron-boron alloys," *IEEE transactions on magnetics*, vol. 23, no. 4, pp. 1937-1944, 1987.
- [44] A. Schaafsma, H. Snijders, F. Van der Woude, J. Drijver, and S. Radelaar, "Amorphous to crystalline transformation of Fe 80 B 20," *Physical Review B*, vol. 20, no. 11, p. 4423, 1979.
- [45] C. Chien *et al.*, "Magnetic properties of amorphous Fe x B 1 0 0- x (72<~ x<~ 8 6) and crystalline Fe 3 B," *Physical Review B*, vol. 20, no. 1, p. 283, 1979.
- [46] C. Chien, "Mössbauer study of a binary amorphous ferromagnet: Fe 80 B 20," *Physical Review B*, vol. 18, no. 3, p. 1003, 1978.
- [47] U. Herold and U. Köster, "Metastabile Phasen in extreme schnell erstarrten Eisen-Bor-Legierungen," *Z. Metallkd*, vol. 69, no. 5, pp. 326-332, 1978.
- [48] J. L. Walter, S. F. Bartram, and R. R. Russell, "Crystallization of the amorphous alloys Fe 50 Ni 30 B 20 and Fe 80 oB 20," *Metallurgical Transactions A*, vol. 9, no. 6, pp. 803-814, 1978.
- [49] P. Vavassori, F. Ronconi, M. Traldi, and E. Puppini, "Surface crystallization and frequency dependence of AC coercivity in Fe₈₀B₂₀ amorphous alloy," *Journal of magnetism and magnetic materials*, vol. 177, pp. 127-128, 1998.
- [50] G. Woltersdorf and B. Heinrich, "Two-magnon scattering in a self-assembled nanoscale network of misfit dislocations," *Physical Review B*, vol. 69, no. 18, p. 184417, 2004.
- [51] E. Paz, "Preparation, characterization and magnetic properties of epitaxial iron nanostructures," Departamendo de Física de la Materia Condensada, Universidad Autónoma de Madrid, Madrid, 2010.
- [52] Z. Celinski, K. Urquhart, and B. Heinrich, "Using ferromagnetic resonance to measure the magnetic moments of ultrathin films," *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, vol. 166, no. 1-2, pp. 6-26, 1997.
- [53] F. J. Dyson, "Electron spin resonance absorption in metals. II. Theory of electron diffusion and the skin effect," *Physical Review*, vol. 98, no. 2, p. 349, 1955.
- [54] J. Smith and H. Beljers, "Ferromagnetic resonance absorption in BaFe₁₂O₁₉, a highly anisotropic crystal," *Phillips Res. Rep*, vol. 10, no. 2, pp. 113-130, 1955.

- [55] S. V. Vonsovskii, *Ferromagnetic resonance: the phenomenon of resonant absorption of a high-frequency magnetic field in ferromagnetic substances*. Elsevier, 2016.
- [56] H. Suhl, "Ferromagnetic resonance in nickel ferrite between one and two kilomegacycles," *Physical Review*, vol. 97, no. 2, p. 555, 1955.
- [57] S. Akansel *et al.*, "Thickness-dependent enhancement of damping in $\text{Co}_2\text{FeAl}/\beta\text{-Ta}$ thin films," *Physical Review B*, vol. 97, no. 13, p. 134421, 2018.
- [58] D. L. Mills and S. M. Rezende, "Spin damping in ultrathin magnetic films," in *Spin Dynamics in Confined Magnetic Structures II*: Springer, 2003, pp. 27-59.
- [59] T. L. Gilbert, "A phenomenological theory of damping in ferromagnetic materials," *IEEE Transactions on Magnetics*, vol. 40, no. 6, pp. 3443-3449, 2004.
- [60] J. Seib, D. Steiauf, and M. Fähnle, "Linewidth of ferromagnetic resonance for systems with anisotropic damping," *Physical Review B*, vol. 79, no. 9, p. 092418, 2009.
- [61] K. Zakeri *et al.*, "Spin dynamics in ferromagnets: Gilbert damping and two-magnon scattering," *Physical Review B*, vol. 76, no. 10, p. 104416, 2007.
- [62] J. Lindner *et al.*, "Two-magnon damping in thin films in case of canted magnetization: Theory versus experiment," *Physical Review B*, vol. 80, no. 22, p. 224421, 2009.
- [63] B. Heinrich, "Spin relaxation in magnetic metallic layers and multilayers," in *Ultrathin Magnetic Structures III*: Springer, 2005, pp. 143-210.
- [64] R. Arias and D. Mills, "Extrinsic contributions to the ferromagnetic resonance response of ultrathin films," *Journal of Applied Physics*, vol. 87, no. 9, pp. 5455-5456, 2000.
- [65] R. D. McMichael, D. Twisselmann, J. E. Bonevich, A. Chen, W. F. Egelhoff Jr, and S. E. Russek, "Ferromagnetic resonance mode interactions in periodically perturbed films," *Journal of applied physics*, vol. 91, no. 10, pp. 8647-8649, 2002.
- [66] T. Egami and S. Dahlgren, "Low-field magnetic properties of sputter deposited amorphous $\text{Fe}_{80}\text{B}_{20}$," *Journal of Applied Physics*, vol. 49, no. 3, pp. 1703-1705, 1978.
- [67] T. Devolder *et al.*, "Damping of $\text{CoFe}_{80-x}\text{B}_{20}$ ultrathin films with perpendicular magnetic anisotropy," *Applied Physics Letters*, vol. 102, no. 2, p. 022407, 2013.
- [68] H. Yu *et al.*, "High propagating velocity of spin waves and temperature dependent damping in a CoFeB thin film," *Applied Physics Letters*, vol. 100, no. 26, p. 262412, 2012.
- [69] D. Twisselmann and R. D. McMichael, "Intrinsic damping and intentional ferromagnetic resonance broadening in thin Permalloy films," *Journal of applied physics*, vol. 93, no. 10, pp. 6903-6905, 2003.

- [70] S. Azzawi, A. Hindmarch, and D. Atkinson, "Magnetic damping phenomena in ferromagnetic thin-films and multilayers," *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 50, no. 47, p. 473001, 2017.
- [71] M. Takahashi and C. O. Kim, "Temperature Dependence of the Magnetic Anisotropy in Amorphous Fe₈₁B₁₉ Alloy," *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 16, no. 11, p. 2061, 1977.
- [72] F. Malizia and F. Ronconi, "Grain-growth process during crystallization of Fe₈₀B₂₀ amorphous alloys," *Journal of applied physics*, vol. 74, no. 11, pp. 6988-6989, 1993.
- [73] A. Conca, S. Keller, M. R. Schweizer, E. T. Papaioannou, and B. Hillebrands, "Separation of the two-magnon scattering contribution to damping for the determination of the spin mixing conductance," *Physical Review B*, vol. 98, no. 21, p. 214439, 2018.
- [74] J. B. S. Mendes, L. H. Vilela-Leao, S. M. Rezende, and A. Azevedo, "Possible interplay between intrinsic and extrinsic ferromagnetic damping mechanisms," *IEEE transactions on magnetics*, vol. 46, no. 6, pp. 2293-2296, 2010.
- [75] I. Barsukov *et al.*, "Tailoring spin relaxation in thin films by tuning extrinsic relaxation channels," *IEEE transactions on magnetics*, vol. 46, no. 6, pp. 2252-2255, 2010.

Capítulo 4: Muestras litografiadas

- [1] S. Vasiliev, V. Kruglyak, M. Sokolovskii, and A. Kuchko, "Spin wave interferometer employing a local nonuniformity of the effective magnetic field," *Journal of Applied Physics*, vol. 101, no. 11, p. 113919, 2007.
- [2] K.-S. Lee and S.-K. Kim, "Conceptual design of spin wave logic gates based on a Mach-Zehnder-type spin wave interferometer for universal logic functions," *Journal of Applied Physics*, vol. 104, no. 5, p. 053909, 2008.
- [3] F. Giesen, J. Podbielski, T. Korn, and D. Grundler, "Multiple ferromagnetic resonance in mesoscopic permalloy rings," *Journal of applied physics*, vol. 97, no. 10, p. 10A712, 2005.
- [4] J. Podbielski, F. Giesen, M. Berginski, N. Hoyer, and D. Grundler, "Spin configurations in nanostructured magnetic rings: From DC transport to GHz spectroscopy," *Superlattices and Microstructures*, vol. 37, no. 5, pp. 341-348, 2005.
- [5] M. Miller, G. Prinz, S.-F. Cheng, and S. Bounnak, "Detection of a micron-sized magnetic sphere using a ring-shaped anisotropic magnetoresistance-based sensor: A model for a magnetoresistance-based biosensor," *Applied Physics Letters*, vol. 81, no. 12, pp. 2211-2213, 2002.
- [6] J. Rothman *et al.*, "Observation of a bi-domain state and nucleation free switching in mesoscopic ring magnets," *Physical Review Letters*, vol. 86, no. 6, p. 1098, 2001.

- [7] Y. Zheng and J.-G. Zhu, "Switching field variation in patterned submicron magnetic film elements," *Journal of Applied Physics*, vol. 81, no. 8, pp. 5471-5473, 1997.
- [8] M. Kläui, C. Vaz, L. Lopez-Diaz, and J. Bland, "Vortex formation in narrow ferromagnetic rings," *Journal of Physics: Condensed Matter*, vol. 15, no. 21, p. R985, 2003.
- [9] J.-G. Zhu, Y. Zheng, and G. A. Prinz, "Ultrahigh density vertical magnetoresistive random access memory," *Journal of Applied Physics*, vol. 87, no. 9, pp. 6668-6673, 2000.
- [10] R. P. Cowburn, D. Koltsov, A. Adeyeye, M. Welland, and D. Tricker, "Single-domain circular nanomagnets," *Physical Review Letters*, vol. 83, no. 5, p. 1042, 1999.
- [11] G. Gubbiotti *et al.*, "Finite size effects in patterned magnetic permalloy films," *Journal of Applied Physics*, vol. 87, no. 9, pp. 5633-5635, 2000.
- [12] T. Pokhil, D. Song, and J. Nowak, "Spin vortex states and hysteretic properties of submicron size NiFe elements," *Journal of Applied Physics*, vol. 87, no. 9, pp. 6319-6321, 2000.
- [13] A. Khitun, M. Bao, and K. L. Wang, "Magnonic logic circuits," *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 43, no. 26, p. 264005, 2010.
- [14] A. Khitun and K. L. Wang, "Nano scale computational architectures with spin wave bus," *Superlattices and Microstructures*, vol. 38, no. 3, pp. 184-200, 2005.
- [15] A. Khitun *et al.*, "Logic devices with spin wave buses-an approach to scalable magneto-electric circuitry," *MRS Online Proceedings Library Archive*, vol. 1067, 2008.
- [16] Y. Wu, M. Bao, A. Khitun, J.-Y. Kim, A. Hong, and K. L. Wang, "A three-terminal spin-wave device for logic applications," *Journal of Nanoelectronics and Optoelectronics*, vol. 4, no. 3, pp. 394-397, 2009.
- [17] M. Kostylev, A. Serga, T. Schneider, B. Leven, and B. Hillebrands, "Spin-wave logical gates," *Applied Physics Letters*, vol. 87, no. 15, p. 153501, 2005.
- [18] T. Schneider, A. A. Serga, B. Leven, B. Hillebrands, R. L. Stamps, and M. P. Kostylev, "Realization of spin-wave logic gates," *Applied Physics Letters*, vol. 92, no. 2, p. 022505, 2008.
- [19] B. Lenk, H. Ulrichs, F. Garbs, and M. Münzenberg, "The building blocks of magnonics," *Physics Reports*, vol. 507, no. 4-5, pp. 107-136, 2011.
- [20] R. Hertel, W. Wulfhekel, and J. Kirschner, "Domain-wall induced phase shifts in spin waves," *Physical review letters*, vol. 93, no. 25, p. 257202, 2004.
- [21] A. Hubert and R. Schäfer, *Magnetic domains: the analysis of magnetic microstructures*. Springer Science & Business Media, 2008.

- [22] H. Van den Berg, "Self-consistent domain theory in soft-ferromagnetic media. II. Basic domain structures in thin-film objects," *Journal of applied physics*, vol. 60, no. 3, pp. 1104-1113, 1986.
- [23] H. A. van den Berg, "Order in the domain structure in soft-magnetic thin-film elements: A review," *IBM Journal of Research and Development*, vol. 33, no. 5, pp. 540-582, 1989.
- [24] W. Rave and A. Hubert, "Magnetic ground state of a thin-film element," *IEEE Transactions on Magnetics*, vol. 36, no. 6, pp. 3886-3899, 2000.
- [25] A. El-Ghazaly, J. M. Mullenix, R. M. White, and S. X. Wang, "Kerr-imaged edge-curling Wall effects of narrow magnetic cores," *IEEE Transactions on Magnetics*, vol. 49, no. 7, pp. 4017-4020, 2013.
- [26] F. Otto and J. Steiner, "The concertina pattern," *Calculus of variations and partial differential equations*, vol. 39, no. 1-2, pp. 139-181, 2010.
- [27] R. Cantero-Álvarez, F. Otto, and J. Steiner, "The concertina pattern: A bifurcation in ferromagnetic thin films," *Journal of nonlinear science*, vol. 17, no. 3, pp. 221-281, 2007.
- [28] J. M. Albella, *Capas delgadas y modificación superficial de materiales*. Consejo Superior de Investigaciones Científicas: Biblioteca de Ciencias, 2018.
- [29] G. Martinez-Criado *et al.*, "ID16B: a hard X-ray nanoprobe beamline at the ESRF for nano-analysis," *Journal of synchrotron radiation*, vol. 23, no. 1, pp. 344-352, 2016.