



Agustina Asenjo

La microscopía de fuerzas magnéticas: una técnica avanzada para la observación de dominios magnéticos



Manuel Vázquez



J. Miguel Garcia

Los materiales magnéticos desde otro punto de vista

AGUSTINA ASENJO, JOSÉ MIGUEL
GARCÍA Y MANUEL VÁZQUEZ

ABSTRACT: An overview on the Magnetic Force Microscopy, MFM, as an advanced technique to observe magnetic domains and walls is displayed. Basic concepts are first introduced on the domain structure formation as well as on other techniques to observe magnetic domains. Afterwards, the MFM instrumentation is described making also an emphasis in micro-magnetic considerations to interpret the images. Finally, a set of selected advanced magnetic materials with different domain structures is chosen to show the wide possibilities of this technique to characterise the surface magnetic behaviour. The domain structure of materials as commercial magnetic recording media, thin films and multilayers, amorphous microtubes, nanocrystalline ribbons, perovskites or magnetic nanowires is shown.

1. Introducción

1.1. Dominios Magnéticos y Energías que determinan su formación

El fenómeno del magnetismo, ya mencionado por culturas como la persa, la griega o la china, es posible-mente uno de los más antiguos que el hombre ha podido observar de forma espontánea. Su origen se encuentra fundamentalmente en primer lugar en el espín de los electrones el cual da lugar a la existencia de momentos magnéticos elementales. Y en segundo lugar al efecto cooperativo según el cual dichos momentos se acoplan para orientarse en la misma dirección. Pero, a pesar de ese acoplamiento que origina valores muy elevados de la imana-

ción de saturación, es posible alcanzar el estado desimánado en ausencia de campo aplicado. Para explicar esta paradoja, Weiss propuso a comienzos del Siglo XX su hipótesis por la cual los materiales magnéticos se subdividían en regiones o dominios, en cada uno de los cuales la imanación tenía una única dirección diferenciada respecto a la de los dominios adyacentes. Las regiones frontera se denominaron paredes magnéticas, y en ellas la dirección de los momentos magnéticos gira progresivamente entre las dos orientaciones en cada uno de los dominios. El análisis y la distribución de dominios han sido tratados por diversos autores y recopilados en libros ya clásicos [1,2]. La razón de esta subdivisión hay que encontrarla en la distribución de momentos magnéticos que hace mínima la energía magnética total del material. Esta energía magnética tiene diversas contribuciones:

a) La energía de canje entre momentos magnéticos de espín electrónico es el origen de los fenómenos magnéticos cooperativos y aparece como consecuencia de la interacción de canje de origen cuántico. Una expresión sencilla que se emplea con frecuencia en cálculos micromagnéticos es:

$$E_c = A (d\theta/dx)^2 \quad (1)$$

donde la denominada constante de canje, A , depende de la interacción de canje entre espines y de la simetría cristalina de sus átomos, y θ es el ángulo entre dos momentos magnéticos adyacentes según la dirección "x". Esta energía se hace mínima cuando todos

los momentos magnéticos elementales se disponen paralela (ferromagnetismo) o antiparalelamente (antiferromagnetismo y ferrimagnetismo) en función de que el signo de A sea positivo o negativo, respectivamente.

b) La energía de *anisotropía magnetocristalina* tiene su origen en el acoplamiento espín-órbita y en definitiva, refleja la influencia en el magnetismo de las simetrías de la red cristalina del material. La intensidad o densidad de energía de esta anisotropía se mide por las constantes de anisotropía magnetocristalina, $K_{m.c.}$, y su expresión, para el caso de simetría cúbica, es:

$$E_{m.c.} = K_{m.c.} \sum (a_i^2 a_j^2)^2 \quad (2)$$

Las orientaciones de la imanación dadas por los cosenos directores, α , son las direcciones en las que se disponen preferentemente los momentos magnéticos para minimizar esta energía magnetocristalina y se denominan direcciones de fácil imanación.

c) Existen otros tipos de anisotropía magnética como son las *anisotropías magnéticas inducidas*, que aparecen como resultado de la aplicación de tensiones mecánicas, o de tratamientos termomecánicos o termomagnéticos. Las anisotropías inducidas se caracterizan generalmente por ser uniaxiales, es decir, por poseer un eje de fácil imanación. La energía correspondiente se puede expresar típicamente por:

$$E_{ind} = K_{ind} \sin^2 \gamma \quad (3)$$

donde K_{ind} es la constante de anisotropía magnética inducida, y γ el ángulo entre la dirección de la imanación y el eje de fácil imanación.

d) Por último, la *anisotropía de forma* está determinada exclusivamente por la forma macroscópica del material o por la de las partículas que lo constituyen. Esta anisotropía aparece con objeto de minimizar la energía

magnetostática o dipolar asociada a las densidades, tanto superficiales como de volumen, de polos magnéticos. La correspondiente densidad de energía magnetostática se puede expresar de la forma más genérica como:

$$E_f = (1/2) \mu_0 N M_s^2 \quad (4)$$

siendo μ_0 la permeabilidad magnética del vacío, M_s la imanación de saturación del material, y N el factor desimanador según una dirección determinada. Este factor N está asociado a la densidad de polos magnéticos que aparecen al imanar el material, y depende de su forma. Así, podemos diferenciar entre materiales:

- **Unidimensionales:** hilos de diferentes diámetros (nanohilos, microhilos, etc...). Su factor desimanador axial es mínimo (depende de la relación longitud / diámetro), por lo que la imanación trata de orientarse según la dirección del eje del hilo.
- **Bidimensionales:** películas delgadas, multicapas, etc.. En este caso el factor desimanador es máximo en la dirección perpendicular a esa superficie. La imanación trata de disponerse en el plano.
- **Tridimensionales:** polvos y granos magnéticos esféricos, elipsoidales, agujas, sistemas columnares, burbujas, etc... El factor desimanador depende de la relación entre semiejes de los elipsoides asociados.

En el estado de remanencia magnética, es decir, en ausencia de campo magnético aplicado, la imanación se distribuye de modo que minimice la energía total, suma de todas las contri-

buciones hasta aquí mencionadas. Por ejemplo, en el caso de un material con anisotropía magnética uniaxial las probables alternativas de distribución en dominios se indican esquemáticamente en la Figura 1. En la Fig. 1a, la imanación sigue la dirección de fácil imanación en el interior de cada dominio para anular las contribuciones energéticas de anisotropía y de canje. Sin embargo, la formación de paredes requiere una cierta cantidad de esas energías, y por otra parte se almacena energía magnetostática debido a la existencia de polos magnéticos en la superficie.

Una distribución alternativa se muestra en la Fig. 1b donde la energía magnetostática se anula a costa de la formación de una estructura de dominios de cierre con el consiguiente incremento de energía de anisotropía en el interior de esos dominios así como la de formación de las nuevas paredes.

El número de paredes que se forman en ambos casos se deduce del compromiso energético entre la reducción de energía magnetostática o de anisotropía y el incremento de energía asociado a la formación de paredes.

e) Cuando se aplica un campo magnético, H , aparece un nuevo término energético, la energía Zeeman, que se puede expresar como:

$$E_H = - \mu_0 M_s \cdot H \quad (5)$$

De esta expresión se desprende que la energía Zeeman se minimiza cuando la imanación se dispone paralelamente al campo aplicado, H . Al aplicar un campo magnético, la estructura de dominios en el estado remanente evoluciona de manera que la componente macroscópica de la imanación en la

dirección del campo aplicado aumentará según aumenta el campo H hasta alcanzar su saturación. Existen dos tipos de procesos de imanación: por un lado, el que consiste en el desplazamiento de paredes, incrementando el volumen relativo de aquellos dominios cuya componente de imanación sea más próxima a la dirección del campo, y por otro, la rotación de la imanación desde su dirección en la remanencia hacia la del campo.

1.2. Técnicas de Observación de Dominios y Paredes Magnéticas

Existen en la actualidad diversas técnicas que permiten observar la estructura de dominios y paredes magnéticas [3,4]. Entre las que podríamos denominar clásicas debemos citar en primer lugar la denominada técnica de Bitter. En ella, se dispone de pequeñas partículas magnéticas (típicamente magnetita) en suspensión coloidal depositadas sobre la superficie de la muestra. Debido a la interacción con los campos magnéticos de dispersión generados por los polos magnéticos en la superficie de la muestra, estas partículas se concentran en las zonas de mayor densidad de polos. En general, las imágenes obtenidas con la técnica de Bitter permiten observar las paredes magnéticas de donde es posible deducir la distribución de dominios en el material.

El efecto Kerr magneto-óptico permite sin embargo la observación directa de los dominios. Según este efecto, se hace incidir un haz de luz plano polarizada sobre la superficie de la muestra. Al analizar la luz reflejada, y como consecuencia de la interacción magneto-óptica con la imanación, se observa una rotación del plano de polarización. El ángulo girado es proporcional a la orientación e intensidad de la imanación en la superficie de la muestra. En el caso de películas delgadas, es posible observar el efecto Faraday, en el que se analiza la rotación del plano de polarización de la luz transmitida a través de la película.

Otra técnica que permite la observación de la estructura de dominios es la microscopía electrónica de transmisión o microscopía de Lorentz. Esta microscopía es sólo aplicable para películas delgadas o materiales masivos adelgazados en forma de láminas que permi-

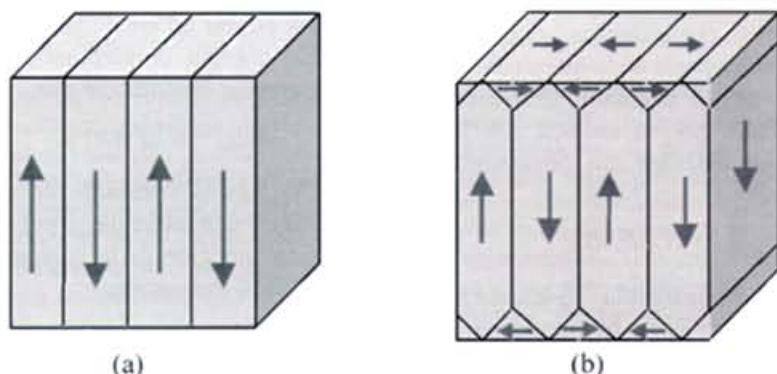


Figura 1. (a) Estructura de dominios en la remanencia en un material con anisotropía uniaxial (según el eje vertical), en donde se almacena una cierta energía magnetostática asociada a los polos magnéticos. (b) Estructura alternativa en donde la formación de dominios de cierre anula la energía magnetostática a costa de incrementar las energías de anisotropía y de paredes.

ten el paso de electrones a través suyo. En este caso, se hace uso de la interacción entre los electrones en movimiento con el campo local determinado por el vector imanación.

Entre las técnicas más modernas para la visualización de la estructura de dominios con alta resolución se encuentran también otros tipos de microscopías. En primer lugar mencionamos la de barrido de electrones con análisis de polarización magnética, *SEMPA*. El microscopio electrónico de barrido hace incidir un haz de electrones enfocado sobre la muestra y detecta los electrones dispersados. La orientación de la imanación queda determinada mediante el análisis de la polarización del espín de los electrones secundarios emitidos por la muestra. Estos electrones secundarios poseen espín antiparalelo al de la imanación local del material analizado. Una técnica relativamente similar es el análisis de la distribución de la intensidad reflejada cuando se hace incidir electrones con espín polarizado de baja energía, *SPEEM*. Esta técnica se ha desarrollado recientemente al poder contar con fuentes de electrones con suficiente grado de polarización.

En la espectroscopía de dicroísmo circular magnético, *XRMCD*, la absorción de energía mediante la incidencia de rayos X polarizados circularmente permite la excitación de electrones hasta niveles desocupados de mayor energía. El efecto se mide a partir de la diferencia de los espectros recogidos cuando los rayos incidentes están polarizados con helicidades a derecha o izquierda. Dado que el espectro obtenido es específico de cada elemento, es útil especialmente para determinar las contribuciones relativas en heteroestructuras. En combinación con técnicas microscópicas permite además la observación de estructuras de dominios.

Por último, la *holografía electrónica* alcanza resolución nanométrica y se basa en el estudio de la interferencia entre una onda electrónica de referencia y la dispersada a través del medio magnético. En concreto, se determina el cambio de fase de la onda del electrón al atravesar la muestra.

2. Microscopía de Fuerzas Magnéticas

En esta sección recordaremos en primer lugar algunos aspectos fundamentales relativos a la microscopía de campo cercano para describir a continuación los modos experimentales de trabajo. En este punto queremos enfatizar las dificultades que hubo que solventar, inherentes al montaje y puesta a punto que conlleva todo nuevo aparato de medida. Por último, se discute el modo de interpretación de los resultados obtenidos en donde es preciso mencionar las dificultades que surgen fundamentalmente debidas a la propia interacción magnética entre la punta y la muestra.

2.1. Microscopías de campo cercano

En las últimas décadas, el estudio de las propiedades de la superficie de los materiales ha despertado un especial interés entre la comunidad científica. El reordenamiento de la estructura cristalina en las cercanías de la superficie conlleva la aparición de nuevos fenómenos y propiedades que difieren de las propiedades de volumen del material. La otra peculiaridad de las superficies es su reactividad frente a agentes externos, factor de gran importancia tecnológica ya que determina el comportamiento de los materiales en condiciones ambientales reales.

A principios de la década de los 80, la ciencia de superficies sufrió un importante empuje debido a la aparición de un nuevo instrumento de medida, el microscopio de efecto túnel (*Scanning Tunneling Microscope*, *STM*) [5]. Aprovechando la existencia de una pequeña corriente (del orden de nanoamperios) entre dos electrodos (la muestra y una punta afilada) alejados unos pocos Å, este instrumento es capaz de componer una imagen topográfica de la superficie en el espacio real. Gracias a la dependencia exponencial de la corriente con la distancia, este microscopio tiene una alta resolución en el eje perpendicular a la superficie (alrededor de 0.1 Å) y una resolución lateral que depende del radio en el extremo de la punta. Con este microscopio se logró, por primera vez, resolver en el espacio real átomos de una superficie metálica limpia. Dos

aspectos interesantes de esta técnica son permitir realizar estudios locales y obtener muy alta resolución espacial en superficies no ordenadas. Ambas características diferencian al *STM* de las anteriores técnicas de alta resolución existentes como el *TEM* de alta resolución, el *LEED* o la difracción de rayos X, ya que estas últimas requieren la existencia de periodicidad en la muestra y promedian a amplias zonas de la superficie.

A pesar de ser una potente herramienta, el *STM* tiene sus limitaciones pues sólo puede aplicarse al estudio de materiales metálicos o semiconductores. Sin embargo, el desarrollo experimental llevado a cabo al diseñar el microscopio de efecto túnel y que consiguió solventar el problema técnico de mantener una distancia del orden de Å entre la punta y la muestra, facilitó el desarrollo de toda una familia de microscopios llamados de "campo cercano". El primero en desarrollarse fue el microscopio de fuerzas atómicas (*Atomic Force Microscope*, *AFM*) que permite obtener la topografía de todo tipo de materiales tanto inorgánicos (metales, aislantes y semiconductores) como orgánicos (aplicaciones en biología). Este microscopio utiliza la fuerza de repulsión entre las nubes electrónicas (principio de exclusión de Pauli) pertenecientes a los átomos de la punta y de la muestra para componer un mapa topográfico de la superficie (con resolución atómica en determinados casos). En los años siguientes a la aparición del *AFM*, se desarrollaron otros microscopios basados en el mismo diseño instrumental pero adaptados a la medida de interacciones de diferente naturaleza [6]: fuerzas magnéticas, fuerzas electrostáticas, fuerzas de fricción, interacciones ópticas, y diferentes procesos como deformaciones elásticas e inelásticas, difusión, reacciones químicas y electroquímicas, procesos biológicos, etc.

De entre estas nuevas técnicas el microscopio de fuerzas magnéticas (*MFM*, *Magnetic Force Microscope*) se destaca por sus aplicaciones tecnológicas. Ya desde los primeros trabajos [9], el *MFM* demostró su utilidad en el control de calidad de materiales empleados para el almacenamiento de datos. Actualmente, el uso de este microscopio se ha extendido a la caracterización de nuevos materiales magnéticos [7].

2.2. Instrumentación: Modos de operación

El instrumento utilizado por nuestro grupo es un microscopio comercial de la casa Nanotec, desarrollado en España, que trabaja en modo de reflexión. En esta configuración la punta está crecida sobre una micropalanca con una constante de fuerzas muy baja (entre 0.1 y 10 N/m), la deflexión de dicha palanca debida a la interacción entre punta y muestra se mide haciendo incidir un láser en su extremo libre. La posición del haz reflejado es recogida en un fotodiodo y sirve para cuantificar la fuerza que actúa entre punta y muestra. Para obtener una imagen topográfica es necesario contar con un sistema de traslación de alta precisión que en el caso de los microscopios de campo cercano es un sistema de elementos piezoeléctricos adecuadamente calibrados que realizan los barridos en los ejes X e Y y los desplazamientos en el eje Z (perpendicular a la muestra). El movimiento en el eje Z se regula por un sistema de retroalimentación que permite mantener constante la fuerza entre punta y muestra y por lo tanto nos ofrece la información topográfica.

Al medir la interacción magnética, la distancia entre punta y muestra debe ser mayor que 20 nm [6] para que la interacción magnética supere en magnitud a las fuerzas de repulsión de Pauli, fuerzas de Van der Waals y fuerzas de capilaridad (debidas a la formación de meniscos de agua entre punta y muestra) presentes en el sistema punta-muestra en condiciones ambientales estándar.

Tras obtener la imagen topográfica, la punta se aleja de la muestra una distancia entre 20 y 100 nm para medir la interacción magnética. Esta interacción puede medirse en dos modos diferentes: registrando la fuerza entre punta y muestra (modo dc o estático) o el gradiente de la fuerza (modo ac o dinámico) [8]. En el modo dinámico, la micropalanca se hace oscilar a su frecuencia de resonancia mediante un elemento piezoeléctrico adosado a la misma. La señal recibida en el fotodiodo es analizada en un amplificador síncrono que nos devuelve la amplitud, la frecuencia y el desfase de la oscilación. El sistema mecánico de la micropalanca funciona como un oscilador armónico amortiguado forzado mecánicamente. La

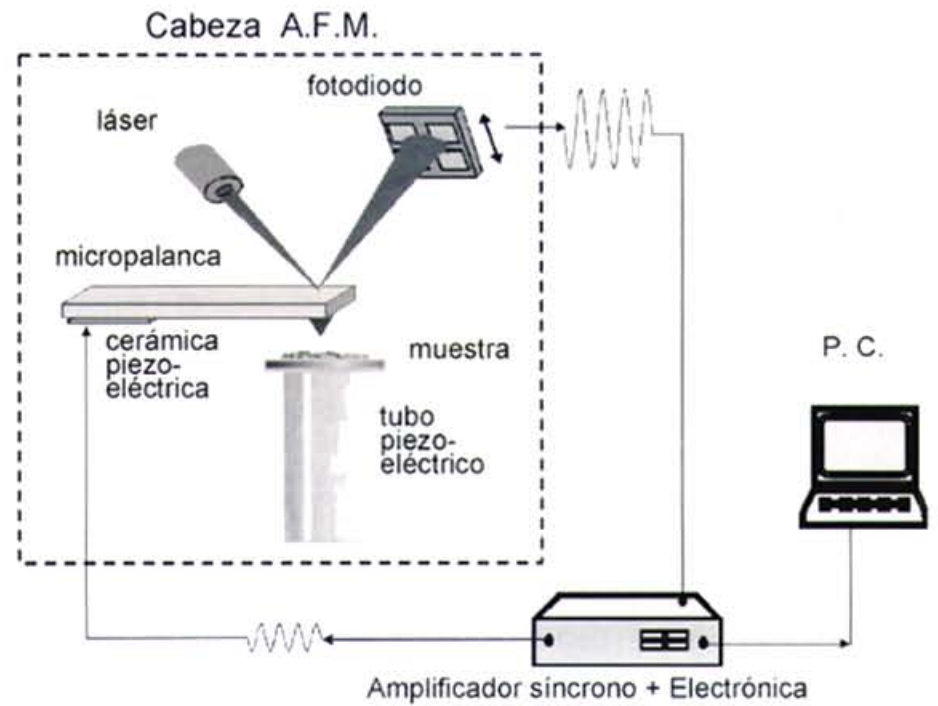


Figura 2. Esquema de un microscopio de campo cercano utilizado como microscopio de fuerzas magnéticas

interacción magnética puede tomarse como una fuerza perturbadora de manera que la amplitud de oscilación A y el desfase de la señal β varían como [7]:

$$dA = \frac{A_0 Q}{2k} \frac{\partial F_z^{ext}}{\partial z} \quad (3)$$

$$\theta = \frac{1}{\gamma} \left[-\frac{\omega_0}{2k} \frac{\partial F_z^{ext}}{\partial z} + \omega_0 - \omega_{vib} \right] \quad (4)$$

donde A_0 y ω_{vib} son la amplitud y la frecuencia de la oscilación forzada, Q el factor de calidad de la palanca, k la constante de fuerzas, γ el coeficiente de amortiguamiento, ω_0 la frecuencia propia del oscilador y F_z la fuerza magnética entre punta y muestra.

A pesar de que ambos parámetros (A y β) son proporcionales al gradiente de la fuerza, generalmente se registra el desfase de la señal para obtener la imagen magnética. Esta elección se basa en que el cambio en la amplitud de oscilación es proporcional al factor de calidad Q que se ve muy afectado por los cambios de distancia entre punta y muestra. El cambio en la amplitud es por lo tanto muy sensible a la topografía y es el parámetro utilizado para medir la topografía en los microscopios de campo cercano que trabajan en modo de no contacto.

En cuanto al tipo de puntas que se utilizan en MFM, son puntas microfabricadas en Si o N_4Si_3 con forma de pirámide o cono y recubiertas de una lámina delgada de material magnético duro (Co o $Co_{80}Cr_{20}$). Sólo en algunas ocasiones y para aplicaciones especiales se usan puntas de otras características como hilos de material magnético adelgazados en forma de punta o bien puntas comerciales recubiertas de láminas delgadas de material magnéticamente blando. Atendiendo a las características que presentan los distintos tipos de puntas (imanación, campos coercitivos y campos de anisotropía) se eligen las más adecuadas para cada experimento. En los ejemplos que mostraremos en la siguiente sección se han utilizado dos tipos de puntas comerciales: puntas piramidales de la casa Park Scientific Instruments, fabricadas de N_4Si_3 y recubiertas con una capa de Co de 50 nm de espesor y puntas cónicas de la casa NT-MDT fabricadas de Si y recubiertas de $Co_{80}Cr_{20}$.

El MFM se basa en la interacción magnética entre una punta y una muestra ambas magnéticas. La energía de interacción entre ellas viene dada por

$$E(r) = \mu_0 \int_{punta} [M_{punta}(r') H_{muestra}(r+r')] d^3r' \quad (5)$$

donde M_{punta} es la imanación de la punta y H_{muestra} el campo que crea la muestra. La fuerza entre ambas será:

$$F(r) = -\text{grad}[E(r)] \quad (6)$$

En un modelo ideal la punta y la muestra no se perturban mutuamente, para lograrlo debe cumplirse que

$$H_k^{\text{muestra}} > M_s^{\text{punta}} \text{ y } H_k^{\text{punta}} > M_s^{\text{muestra}} \quad (7)$$

donde H_k es el campo de anisotropía y M_s es la imanación de saturación. Para resolver la integral es necesario aproximar la imanación de la punta a un dipolo o a un monopolo. La aproximación más acertada depende del tipo de puntas utilizadas y de las condiciones del experimento. La aproximación a un dipolo puntual será apropiada cuando la distancia punta-muestra es grande y por el contrario, para distancias pequeñas, podemos considerar la punta como un monopolo ya que sólo contribuye la parte de la punta más próxima a la muestra. Con cada aproximación la señal recogida tendrá la expresión que se recoge en la Tabla I.

Tipo de Punta	Modo Estático: Fuerza	Modo Dinámico: grad (Fuerza)
monopolar	$\mu_0 \sigma H_z$	$\mu_0 \sigma \frac{\partial H_z}{\partial z}$
dipolar	$\mu_0 \mathbf{m} \frac{\partial \mathbf{H}}{\partial z}$	$\mu_0 \mathbf{m} \frac{\partial^2 \mathbf{H}}{\partial z^2}$

Tabla I. Expresión de la señal medida en MFM en función del modo de trabajo y del tipo de punta considerada. H_z es la componente vertical del campo creado por la muestra, \mathbf{m} es el momento magnético de la punta y σ es la densidad superficial de polos magnéticos.

Obsérvese que sólo se ha tenido en cuenta la componente perpendicular de la fuerza ya que es la componente a la que la micropalanca es sensible.

2.3. Interpretación de resultados. Resolución

Para interpretar correctamente las imágenes obtenidas mediante MFM es necesario por un lado conocer el estado de imanación de la punta (habitualmente imanada en la dirección de su eje axial) y asegurarse de que la interacción entre punta y muestra es pequeña y que por lo tanto no hay remagnetización entre ellas. Así, podemos asociar el contraste obtenido en MFM a la pre-

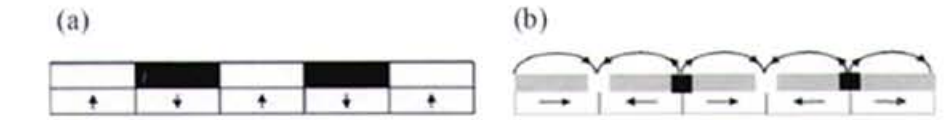


Figura 3. Esquema de la estructura de dominios y de la imagen observada por MFM. Las flechas indican la dirección de la imanación dentro de cada dominio. Muestra con anisotropía perpendicular (a), y Muestra con anisotropía en el plano (b).

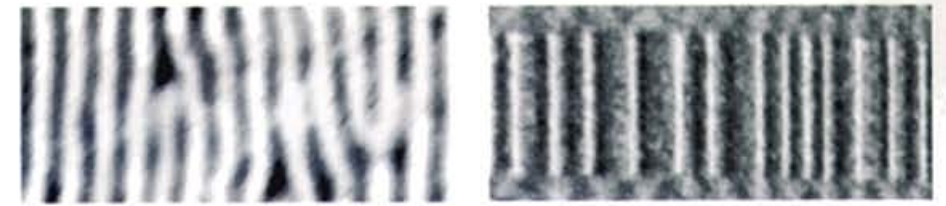


Figura 3.c. Imagen de MFM de una lámina delgada de $\text{Fe}_{50}\text{Pd}_{50}$ crecida por MBE. El tamaño es de $2.3 \mu\text{m} \times 1.3 \mu\text{m}$. Las bandas claras y oscuras corresponden a los dominios con la imanación hacia arriba y hacia abajo.

sencia de polos magnéticos en la superficie. Teniendo en cuenta la expresión (4) un aumento del desfase corresponde a una fuerza repulsiva mientras que la disminución del contraste resulta de una fuerza atractiva.



Figura 3.d. Imagen de MFM de un soporte flexible de almacenamiento de datos (ZIP). El tamaño es de $25 \mu\text{m} \times 11 \mu\text{m}$. Las bandas claras y oscuras corresponden a las paredes que separan los dominios magnéticos.

dominio magnético de la punta y la distancia entre punta y muestra. No se han resuelto estructuras magnéticas menores de 10 nm [9]. La sensibilidad sin embargo viene determinada por el tipo de micropalanca utilizada. Disminuyendo la constante de fuerza del MFM aumenta la sensibilidad pero también aumenta la probabilidad de que las fuerzas entre punta y muestra inestabilicen a la micropalanca. Por ejemplo, con una micropalanca de constante de fuerza de 1 N/m podríamos detectar una partícula de 20 nm de diámetro con momento magnético $m = 1.4 \times 10^{-18} \text{ J/T}$ midiendo a 30 nm de distancia con una punta cuyo radio en el extremo tenga el mismo tamaño que la partícula (20 nm) y el mismo momento magnético ($m = 1.4 \times 10^{-18} \text{ J/T}$) y suponiendo una interacción dipolar entre ellas [8]. El gradiente de fuerza creado tendría el valor mínimo detectable de $2 \times 10^{-5} \text{ N/m}$ con un microscopio estándar.

3. Observación de dominios y paredes en diversos materiales

A continuación pasamos a mostrar las imágenes obtenidas por MFM en una serie de materiales interesantes tanto desde el punto de vista tecnológico como de la investigación básica. Es importante enfatizar de nuevo el hecho de que la estructura de dominios está decisivamente determinada por las anisotropías magnéticas que presenta el material. En este trabajo nos limitare-

Una muestra con anisotropía perpendicular tiene polos positivos y negativos en su superficie coincidiendo con los dominios con la imanación hacia arriba y hacia abajo. El contraste positivo y negativo observado por MFM estará centrado en dichos dominios (ver Figuras 3a y 3c).

Sin embargo, en las muestras con anisotropía en el plano, los polos se acumulan en las proximidades de las paredes de dominio. En ese caso, el contraste magnético está centrado en las paredes (ver Figuras 3b y 3d).

En cuanto a la resolución del microscopio de fuerzas magnéticas podemos distinguir entre resolución espacial y sensibilidad. La resolución espacial vendrá dada por el tamaño del

mos a describir las imágenes obtenidas pasando por alto otras características de estos materiales.

3.1. Soportes de almacenamiento magnético de información

Presentamos aquí imágenes de dos tipos de muestras: un disco duro comercial, y una lámina delgada para grabación magneto-óptica. Los discos duros, por ejemplo, películas delgadas del tipo CoPtCr, son soportes de grabación magnética longitudinal en los que la información se almacena en dominios con imanación en el plano. Estos dominios se graban empleando un pequeño electroimán (cabeza escritora) y se leen, en los equipos más modernos, mediante un dispositivo basado en el fenómeno de la magnetoresistencia gigante (cabeza lectora). La técnica de MFM se ha revelado como una herramienta muy útil a la hora de estudiar la estabilidad de la información almacenada, problemas de sobre-escritura, etc. [10]. La Figura 4 presenta una imagen de una de las pistas en las que se graba la información, habiéndose indicado mediante flechas cuál es la imanación en cada dominio. Puede apreciarse en detalle que el contraste se localiza en las paredes que separan los dominios, es decir, donde se acumulan los polos magnéticos.

Un modo alternativo de almacenamiento es el magneto-óptico. El ejemplo que mostraremos a continuación consiste en un material crecido en forma de la lámina delgada fabricada mediante pulverización catódica por el grupo del Prof. C. Lodder [9]. Consiste en una serie de multicapas de CoNi/Pt

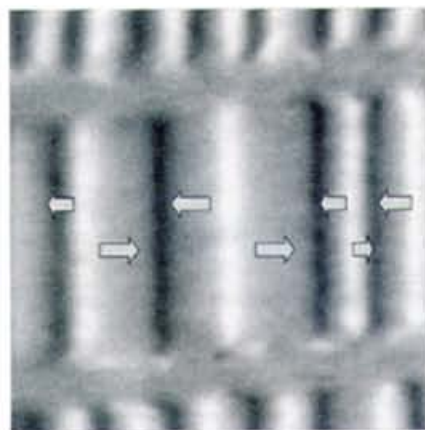


Figura 4. Imagen de $20\mu\text{m} \times 20\mu\text{m}$ de un disco duro comercial. Distancia punta-muestra: 500 nm. Las flechas indican la dirección local de la imanación.

que poseen fuerte anisotropía magnética perpendicular. Mediante irradiación local por láser y la aplicación simultánea de un campo magnético, se han creado monodominios (en otras palabras, zonas con imanación uniforme que constituyen los "bits") cuyo volumen depende de la potencia del haz láser empleado. En la Figura 5 podemos observar que los bits aparecen con un contraste claro homogéneo (imanación perpendicular al plano orientada hacia arriba), mientras que en las regiones que no han sido irradiadas es posible distinguir pequeñas estructuras claras y oscuras que corresponden a pequeñas regiones con imanación opuesta (hacia arriba y hacia abajo).

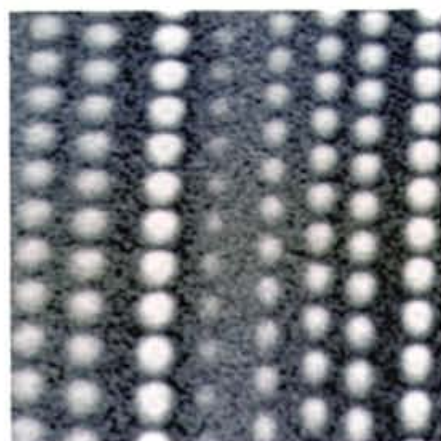


Figura 5. Imagen de MFM de $30\mu\text{m} \times 30\mu\text{m}$ de una multicapa de CoNi/Pt. Distancia punta-muestra: 250 nm.

3.2. Películas delgadas

A continuación, mostramos imágenes de películas delgadas con distinta anisotropía magnética: una de ellas ($\text{Fe}_{50}\text{Pd}_{50}$) posee anisotropía perpendicular, mientras que la otra (una bicapa de $(\text{FeB})_{25\text{nm}}/(\text{CoSiB})_{100\text{nm}}$) presenta una anisotropía en el plano. En ambos casos, la anisotropía se induce en el propio proceso de fabricación.

La lámina delgada de $\text{Fe}_{50}\text{Pd}_{50}$ ha sido fabricada por el grupo del Prof. F. Briones en el Centro Nacional de Microelectrónica de Madrid mediante pulverización catódica en alto vacío. En un primer paso, se deposita una capa de Pt sobre un sustrato de MgO, y luego, por co-deposición a 500°C , se crece epitaxialmente una película de 100 nm de espesor de FePd orientado en la dirección (100). Finalmente, las muestras se recubren con una capa externa de Pt de 5 nm de espesor para impedir la oxidación. Esta capa exte-

rior no magnética no influye en la medida de MFM, dado que esta técnica mide fuerzas de largo alcance (la distancia típica de medida es de varias decenas de nanómetros de distancia).

El orden químico de las muestras depende del espesor de la capa intermedia de Pt. En concreto, se comprueba que sólo las muestras con una capa de Pt superior a 15 nm presentan un eje fácil de imanación perpendicular al plano de la película [11]. Estudiadas en remanencia, estas muestras exhiben franjas claras y oscuras, como puede observarse en la Figura 6 correspondiente a una muestra con una capa intermedia de Pt de 30 nm de espesor. Teniendo en cuenta la anisotropía perpendicular de dicha muestra, al interpretar la imagen en términos de densidad superficial de polos podemos afirmar que las franjas claras y oscuras corresponden a dominios con imanación perpendicular al plano de la superficie (hacia arriba y hacia abajo) separados por estrechas paredes (estrechas comparadas con la anchura de los dominios y con el tamaño del dominio final de la punta).

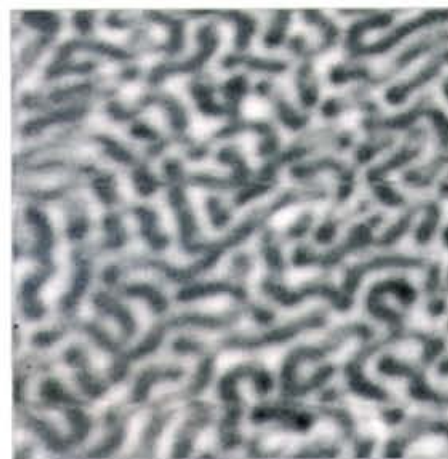


Figura 6. Imagen de $4.5\mu\text{m} \times 4.5\mu\text{m}$ una lámina de FePd adquirida con una distancia entre punta y muestra de 72 nm.

La bicapa amorfa de $(\text{Fe}_{80}\text{B}_{20})_{25\text{nm}}/(\text{Co}_{75}\text{Si}_{15}\text{B}_{10})_{100\text{nm}}$, ha sido crecida en el Instituto de Magnetismo Aplicado mediante pulverización catódica sobre un sustrato de vidrio pandeado. Al extraer la muestra de la cámara de crecimiento, el sustrato recupera su forma original, por lo que se genera una compresión efectiva en la película que le confiere una anisotropía magnética en el plano en virtud del acoplamiento magnetoelástico [12]. La lámina posee un carácter magnético blando

y en el estado de remanencia posee dominios con imanación en el plano a lo largo de su eje fácil [13].

La Figura 7 es una imagen de MFM de la zona de transición entre dos dominios que presentan imanaciones en sentidos opuestos. Podemos observar una pared que tiene forma de zigzag para minimizar la energía magnetostática, aun a costa de aumentar la superficie de la pared y por tanto la energía almacenada en la misma. Además, es posible distinguir cómo en una zona de la pared hay un contraste alternado de regiones claras y oscuras, lo que correspondería a regiones con distinta quilaridad de la pared de Bloch. Con este proceso alternante, la pared intenta reducir su carga magnética.

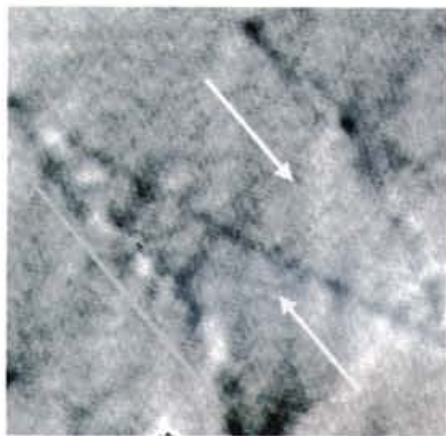


Figura 7. Imagen de $17\ \mu\text{m} \times 17\ \mu\text{m}$ de una bicapa de $(\text{FeB})_{25\text{nm}}/(\text{CoSiB})_{100\text{nm}}$. Distancia punta-muestra: 100 nm. Las flechas indican la dirección de la imanación en cada dominio. La doble flecha señala la zona de la pared con transiciones de quilaridad de la pared de Bloch.

3.3. Materiales amorfos y nanocristalinos

A continuación, presentamos imágenes de dos tipos de materiales: microtubos magnéticos amorfos de CoP, y cintas nanocristalinas de composición $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{11}\text{B}_{10}\text{Nb}_3\text{Sn}_1$, ambos preparados en el Instituto de Magnetismo Aplicado. Los microtubos han sido fabricados mediante la electrodeposición de láminas de $\text{Co}_{90}\text{P}_{10}$ con espesor micrométrico sobre hilos de Cu con 200 μm de diámetro. Los depósitos poseen estructura amorfa y una anisotropía magnética perpendicular (radial) que es debida a su crecimiento columnar. Dada la geometría cilíndrica del sustrato, esto último confiere a las

muestras una anisotropía radial. Los microtubos presentan efecto de magnetoimpedancia gigante (GMI), por lo que son muy prometedores para su empleo como elementos sensores en dispositivos de medida (por ejemplo, sensores de campo magnético y de corriente) [14].

El análisis por MFM nos permite afirmar que los tubos poseen una estructura de Kittel con dominios de cierre, en consonancia con la anisotropía radial ya mencionada. La Figura 8 muestra la imagen MFM de un microtubo de $\text{Co}_{90}\text{P}_{10}$ de 10 μm de espesor. Se comprueba que el contraste magnético no queda reducido a dos tonos (claros y oscuros), sino que aparece una tonalidad intermedia (gris). Podemos atribuir la tonalidad intermedia a los dominios de cierre, puesto que tienen imanación en el plano y, por tanto, aparecen en las imágenes de MFM. Asimismo, es de destacar la ondulación que presentan los dominios principales, que aparece para reducir la energía magnetostática debida a los polos superficiales (a medida que polos de signos opuestos se entremezclan, la energía magnetostática disminuye).

La cinta amorfa de $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{11}\text{B}_{10}\text{Nb}_3\text{Sn}_1$ ha sido fabricada mediante la técnica del enfriamiento ultra-rápido. Posteriormente, ha sido sometida a un tratamiento térmico a 630°C durante una hora para alcanzar un estado metaestable parcialmente desvitrificado en el que la muestra posee anisotropía perpendicular y un carácter magnético semiduro. Tras pulir la muestra (la

rugosidad de las cintas fabricadas por enfriamiento ultra-rápido es excesiva), es posible observar por MFM (ver Figura 9) franjas claras y oscuras que corresponden a dominios con imanación perpendicular al plano de la superficie (hacia arriba y hacia abajo) [15].

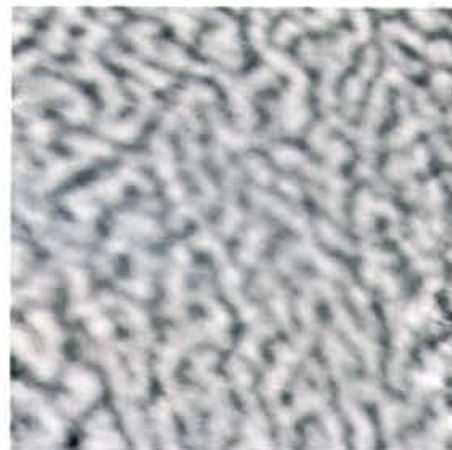


Figura 9. Imagen de $25\ \mu\text{m} \times 25\ \mu\text{m}$ de una cinta parcialmente cristalizada de $\text{Fe}_{75}\text{Si}_{11}\text{B}_{10}\text{Nb}_3\text{Sn}_1$.

3.4. Nuevas aplicaciones de la MFM

El futuro de la MFM requiere desarrollar una teoría para la correcta interpretación de las imágenes de microscopía de fuerzas magnéticas lo que permitiría obtener datos cuantitativos de la imanación de la muestra. Uno de los problemas micromagnéticos fundamentales del MFM es conocer con precisión la interacción entre punta y muestra que puede desembocar en la modificación de la estructura de dominios observada.

Entre las aplicaciones de esta técnica a la caracterización de nuevos mate-

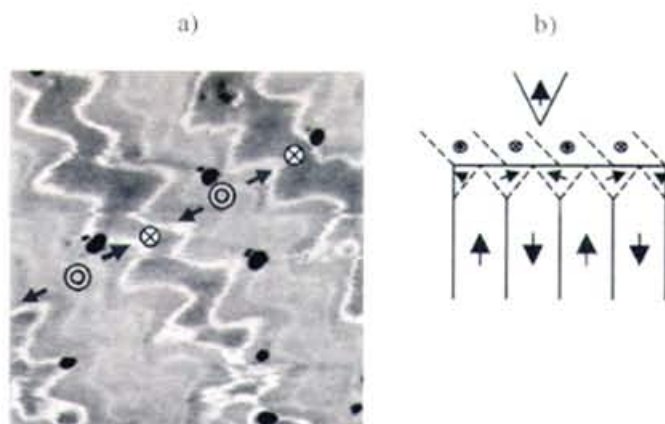


Figura 8. Imagen de $12.5\ \mu\text{m} \times 12.5\ \mu\text{m}$ de la superficie de un microtubo de $\text{Co}_{90}\text{P}_{10}$ de 10 μm de espesor (a), y esquema de la probable estructura de dominios en volumen (b) (la punta ha sido también representada).

riales es de destacar la utilización del MFM bajo campos magnéticos externos con el fin de estudiar el proceso de imanación de los materiales a escalas submicrométricas. En este sentido, el MFM aventaja al resto de técnicas de visualización de dominios por su combinación de resolución, adaptabilidad a distintas condiciones de trabajo y facilidad en la preparación de las muestras [13].

Una de las aplicaciones más interesantes del MFM desde el punto de vista tecnológico es la posibilidad de utilizarlo como sistema de grabación-lectura de información en medios de grabación magnética. La ventaja de emplear la punta de un microscopio de campo cercano como cabeza grabadora-lectora es que puede aumentarse notablemente la densidad de información. Podrían medirse bits con 20 nm de diámetro lo que supondría una densidad de información cercana a 30 Gbytes/cm². El inconveniente de esta aplicación es su pobre velocidad de acceso. Existen varios grupos en el mundo intentando enmendar esto para lo que están desarrollando cabezas de MFM con cientos de puntas leyendo simultáneamente otros tantos bits magnéticos.

Con los nuevos materiales obtenidos gracias a los avances en la técnica de fabricación, se ha conseguido grabar en la actualidad alrededor de 3 Gbytes/cm², el MFM destaca como una de las técnicas más avanzadas de caracterización ya que permite la observación directa, a escala nanométrica, de la distribución de momentos magnéticos en estos nuevos materiales.

Como últimos ejemplos de la utilidad del MFM para estudiar nuevos materiales magnéticos, queremos mostrar dos interesantes trabajos aun incipientes. El primero se refiere al estudio de la estructura magnética de un material con estructura perovskita. En la Figura 10 podemos ver una imagen MFM de una perovskita crecida por el grupo del Prof. J. Rivas de la Universidad de Santiago de Compostela cuya composición es Pr_{0.67}Sr_{0.33}MnO₃. La interpretación completa de la estructura observada presenta aun ciertos problemas.

Por otro lado, uno de los objetivos tecnológicos actuales consiste en desarrollar dispositivos cada vez más pequeños, siendo especialmente interesantes los crecidos en forma de hilos.



Figura 10. Imagen de 25 $\mu\text{m} \times 25 \mu\text{m}$ de una muestra de Pr_{0.67}Sr_{0.33}MnO₃ con estructura de perovskita.

En la Figura 11 podemos observar las imágenes topográfica y magnética, y el esquema de la estructura de dominios de un nanohilo de Co de 80 nm de diámetro [16]. Estos nanohilos han sido fabricados en el Instituto de Magnetismo Aplicado mediante electrodeposición en el interior de una membrana porosa.



Figura 11a. Topografía de un nanohilo de Co electrodepositado. El tamaño de la imagen es 3.9 $\mu\text{m} \times 1 \mu\text{m}$.



Figura 11b. Imagen de MFM de 3.9 $\mu\text{m} \times 1 \mu\text{m}$ del mismo nanohilo.



Figura 11c. Esquema de su posible estructura de dominios.

Agradecimientos

La técnica de observación de dominios por Microscopía de Fuerzas Magnéticas ha sido puesta a punto en el Instituto de Magnetismo Aplicado, UCM-RENFE, Unidad Asociada al ICM, CSIC, y es el primer grupo español especializado en MFM. Los autores quieren agradecer la colaboración de los diferentes miembros del Instituto y muy especialmente a su

Director, el Prof. A. Hernando, y a los Drs. C. Prados y D. García. Nos sentimos también muy agradecidos al Prof. A. Baró y su grupo de la Universidad Autónoma de Madrid por la ayuda prestada para la mejora del equipo de MFM. Quisiéramos agradecer igualmente a aquellos grupos con los que hemos colaborado en el estudio conjunto de nuevos materiales magnéticos. Estos trabajos han sido financiados por la CICYT, proyecto IN95-0502, y por la Comunidad Autónoma de Madrid a través del proyecto 07N/0033/1998.

Referencias

- [1] CHIKAZUMI, S. (1975): "Physics of Magnetism" Ed. Krieger, N.York.
- [2] MORRISH, A. (1980): "The Physical Principles of Magnetism" Ed. Krieger, N.York.
- [3] CRAIK, D.J. and TEBBLE, R.S. (1965): "Ferromagnetism and Ferromagnetic Domains", North Holland, Amsterdam.
- [4] HUBERT, A. and SCHÄFER, R. (1998): "Magnetic Domains", Springer-Verlag, Berlin.
- [5] BINNIG, G., ROHRER, H., GERBER, CH. and WEIBEL, W. (1981): "Tunnel through a Controllable Vacuum Gap", *Appl. Phys. Lett.* **40** p. 178.
- [6] MARTIN, Y. and WICKRAMASINGHE, H.K. (1987): "Magnetic imaging by force microscopy with 1000Å resolution", *Appl. Phys. Lett.* **50** p. 1455.
- [7] LÖHNDORF, M., WADAS, A., WIESENDANGER, R. and Van KESTEREN, H.W. (1996): "Domain structure of Co/Pt multilayers studied by magnetic force microscopy", *J. Vac. Sci. Technol. B* **14**(2) p. 1214.
- [8] GARCÍA, J.M. (1999): "Nanohilos y Microtubos Magnéticos Fabricados por Electrodeposición y Caracterizados Mediante Microscopía de Fuerzas Magnéticas" Tesis Doctoral. Ed. Universidad Complutense de Madrid.
- [9] PORTHUN, S., ABELMANN, L. and LODDER, C. (1998): "Magnetic force microscopy of thin films for high density magnetic recording" *J. Magn. Magn. Mat.* **182** p. 238.
- [10] RUGAR, D., MAMIN, H.J., GUETHNER, P., LAMBERT, S.E., STERN, J.E., McFAYDEN, I. and YOGI, T. (1990): "Magnetic Force Microscopy: General principles and application to longitudinal recording media" *J. Appl. Phys.* **68** p. 1169.
- [11] ASENJO, A., GARCÍA, J.M., GARCÍA, D., HERNANDO, A., VÁZQUEZ, M., CARO, P.A., RAVELOSONA, D., CEBOLLADA, A. and

- BRIONES, F. (1999): "MFM imaging of FePd stripe domains. Evolution with Pt buffer layer thickness" *J. Magn. Magn. Mat.* 196-197, p. 23.
- [12] GARCÍA, D., MUÑOZ, J.L., CASTAÑO, F.J., PRADOS, C., ASENJO, A., GARCÍA, J.M. and VÁZQUEZ, M. (1999): "Anisotropy induced by bowed-substrate sputtering technique in positive/negative magnetostriction FeB/CoSiB bilayers". *J. Appl. Phys.* **85** p. 4809.
- [13] ASENJO, A., GARCÍA, D., GARCÍA, J.M., PRADOS, C. and VÁZQUEZ, M. (2000): "Magnetic force microscopy study of dense stripe domains in FeB/CoSiB multilayers and the evolution under an external applied field" *Phys. Rev. B* **62** p. 6538.
- [14] GARCÍA, J.M., ASENJO, A., SINNECKER, J.P. and VÁZQUEZ, M. (2000): "Correlation between GMI effect and domain structure in electrodeposited Co-P tubes" *J. Magn. Magn. Mat.* 215-216, p. 352.
- [15] CREMASCI, V., ARCONDO, V., SIRKIN, H., VÁZQUEZ, M., ASENJO, A., GARCÍA, J.M., ABROSIMOVA, G. and ARONIN, A. (2000): "Huge magnetic hardening ascribed to metastable crystallites during first stages of devitrification of amorphous FeSiBNbSn alloys" *J. Mater. Res.* **15**, p. 1936.
- [16] GARCÍA, J.M., ASENJO, A., VELÁZQUEZ, J., GARCÍA, D., VÁZQUEZ, M., ARANDA, P. and RUIZ-HITZKY, E. (1999): "Magnetic Behavior of an array of cobalt nanowires". *J. of Appl. Phys.* **85** p. 5480.

A. Asenjo
*está en el Dpto. de Física de
 Materiales de la UCM*
J.M. García
*está en la Université de Paris-Sud,
 Orsay*
M. Vázquez
*está en el Instituto de Ciencia de
 Materiales de Madrid, CSIC*

XXVIII Reunión Bienal de la Real Sociedad Española de Física

La XXVIII Reunión Bienal de la Real Sociedad Española de Física tendrá lugar en Sevilla entre los días 24 al 27 de Septiembre de 2001.

Simultáneamente con la Reunión Bienal se celebrará el 11º Encuentro Ibérico para la Enseñanza de la Física, en colaboración con la Sociedad Portuguesa de Física.

Comité Organizador

Presidente: Rafael Márquez Delgado

Vicepresidente: Alejandro Conde Amiano.

Secretario y Tesorero: Victorino Franco García.

Vocales: Demetrio Álvarez Nevado (Bach. SE), J. Javier Brey Abalo (USE), Carmen Carreras Béjar (UNED), Antonio Castellanos Mata (USE), Antonio Córdoba Zurita (USE), José L. Huertas Díaz (USE), Rafael Jiménez Garay (UCA), Manuel Lozano Leyva (USE), Marcelo Rodríguez Danta (USE), José Antonio Paixao (U. Coimbra), José Antonio Pereira (DTE da SPF), Manuel Zamora Carranza (USE).

Secretaría Científica: Departamento de Física de la Materia Condensada, Facultad de Física, Apdo. de Correos 1065. Sevilla 41080. Tlf.: 954 552 886. Fax: 954 612 097.

Estructura de la Bienal

La estructuración de la Bienal seguirá las mismas líneas de las anteriores. Las mañanas estarán dedicadas a la impartición de Conferencias Plenarias (7) y a Mesas Redondas (2), y las tardes se dedicarán a las reuniones paralelas a los Grupos Especializados de la RSEF (conferencias invitadas, comunicaciones orales y sesiones de paneles, asambleas de grupo, etc.). Se pretende instalar una exposición de prácticas de Física de interés para la Enseñanza.

Relación de profesores que impartirán las conferencias plenarias: Humberto Brandi (Presidente de la Sociedad Brasileña de Física); Ignacio Cirac Sasturain (Universidad de Innsbruck); Martial Ducloy (Presidente de la EPS, Francia); G. Escoles (Universidad de Princeton); Emilio Martínez (Director Gral. del Lucent Technologies); Emilio Méndez (Premio Príncipe de Asturias, Universidad del Estado de Nueva York); Stephen Chu (Premio Nobel de Física, U.S.A.).

Resumen de los trabajos

Los resúmenes de los trabajos a presentar en la Reunión Bienal se enviarán a la Secretaría de la misma. La recepción de resúmenes estará abierta hasta el 1 de Abril de 2001. El formato de los mismos, al igual que otras características de la Bienal, se detallará en la página WEB de la Bienal y en la segunda circular.

Preinscripción

El Comité Organizador le agradece la cumplimentación y envío de la tarjeta de preinscripción adjunta antes del 15 de enero de 2001, para poder remitirle la Segunda Circular con la información completa y detallada de la Bienal. Podrá hacerse por internet, o por correo ordinario o fax a la dirección de la Secretaría Técnica.

Cuotas de Inscripción

Antes del 1 de Junio de 2001: Socios, 35.000 ptas.; No socios, 43.000 ptas.; Acompañantes, 20.000 ptas.; Estudiantes, 18.000 ptas.; Profesores de Bachillerato, 20.000 ptas.; Encuentro Ibérico, 20.000 ptas. Las inscripciones recibidas después de esa fecha llevarán el 25% de recargo.

Becas

Existirá un número limitado de becas para estudiantes y becarios. Éstas deberán solicitarse al Comité Organizador, acompañando un breve curriculum e indicando las razones de su interés en asistir a la Bienal.

Programa Social

Los participantes que lo deseen podrán asistir a los actos sociales programados para cada tarde-noche de los días de la Bienal. Los acompañantes dispondrán además de un interesante Programa Social de visitas a la ciudad incluyendo almuerzo.

Más información sobre la Bienal

Para obtener más información puede consultar la Página WEB: www.us.es/bienalrsef o dirigirse a la Secretaría Técnica de la Bienal: Grupo ECA.