

CENTRO BRASILEIRO DE PESQUISAS FÍSICAS

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO

**Fabricação e propriedades magnéticas de
nanofios de *Permalloy***

Paulo Roberto Soledade Júnior

Orientador: Luiz Carlos Sampaio Lima

Rio de Janeiro, 25 de Junho de 2012

Dedicatória

*Esta dissertação é dedicada
à meus Pais.*

Agradecimentos

Muitas pessoas contribuíram de diferentes maneiras para a realização desta dissertação. Sou grato ao meu orientador Dr. Luiz Carlos Sampaio por me guiar durante a elaboração deste trabalho. Um agradecimento especial ao Dr. Tiago Siman por seu apoio com as simulações e ao Dr. Harold Lozano pelas grandes ajudas preparando amostras. Obrigado também ao Alexandre, Jeovani e a Carolina, que me ajudaram bastante no laboratório e pelas discussões interessantes e conselhos úteis.

Gostaria de agradecer aos meus amigos que tornaram meu mestrado divertido com suas ações e conselhos, a Dr. Tatiana "Tati"☺ , a Roberta Dutra ☺ "você é verdadeira"obrigado pela amizade e por me ensinar a operar o Sputtering!, ao Marcos "Marcão e suas piadas engraçadíssimas", a Carolina Cerqueira "Carol, obrigado pelas revisões da dissertação", Jeovani Bandrão, Alexandre Gonçalves, Dr. Harold, Tiago Siman, Diego e Cilene Labre “ Minha professora de MEV”.

Um grande obrigado aos meus pais, por seus sábios conselhos e por me aturar. Por último, mas não menos importante, gracias ao café Humm Eu não poderia ter feito isso sem você!

Resumo

Este trabalho trata do estudo das propriedades magnéticas e de transporte eletrônico de nanofios de *Permalloy*. As amostras foram feitas por litografia óptica e de feixe de elétrons e foram estudadas com o auxílio de magneto-óptica (Kerr) e medidas de transporte eletrônico. A influência da energia térmica sobre o processo de inversão de magnetização de um nanofio de *Permalloy* ($Ni_{81}Fe_{19}$) de 200 nm de largura foi estudado através de medidas de magnetotransporte entre 6-300 K. Os resultados mostram a presença de uma competição dependente da temperatura entre *Curling* e rotação coerente que governam a inversão da magnetização. Também foram feitas medidas de magnetotransporte em eletrodos de *Permalloy* através de pontes de óxido de cobre (Cu_2O).

Abstract

This work deals with the study of magnetic properties and electronic transport of nanowires *Permalloy* ($Ni_{81}Fe_{19}$). The samples were made by optical and electron-beam lithography and were analyzed with the help of magneto-optical (Kerr) and electronic transport measurements. The influence of thermal energy on the magnetization reversal process of a single *Permalloy* nanowire 200nm wide was probed through magnetotransport measurements as a function of temperature between 6 and 300 K. The results show the presence of a temperature dependent competition between Curling and coherent rotation mechanisms that govern the magnetization reversal. Magnetotransport measurements were also made of Permalloy electrodes through bridges of copper oxide (Cu_2O).

Lista de Figuras

1.1	Esquemas da memória <i>racetrack</i> . (a) A configuração vertical. Os dois desenhos mostram padrões da <i>racetrack</i> magnética antes e depois de paredes de domínio se mudarem após a leitura e gravação dispositivos. (b) Configuração horizontal. (c) Os dados são lidos através de medidas de magnetorresistência túnel (TMR) de uma junção túnel magnética (MTJ) ligada à <i>racetrack</i> . (d) Os dados podem ser gravados, por exemplo, utilizando os campos de franja a partir de uma parede de domínio movida em um nanofio ferromagnético orientada ortogonalmente ao nanofio de armazenamento. (e) Redes de <i>racetrack</i> em um chip. Tomado de Parkin et al.[1].	3
2.1	Minimização da energia magnetostática com a formação de domínios magnéticos.	9
2.2	Representação de paredes de domínios em regimes de paredes distintas como função da largura e espessura de nanolinhas magnéticas [2].	11
2.3	Representação das paredes de domínios. (a) Parede tipo <i>Bloch</i> (b) Parede tipo <i>Néel</i>	12
2.4	Representação das paredes de domínios em um nanofio planar. (a) Parede tipo transversal (b) Parede tipo vórtice.	12
2.5	Esquema mostrando a definição dos ângulos entre o campo aplicado, a magnetização e a direção da corrente em relação ao eixo de anisotropia A	13
2.6	Histerese para o campo magnético aplicado paralelamente ao eixo de anisotropia	14
2.7	Histerese para o campo magnético aplicado perpendicularmente ao eixo de anisotropia	15

2.8	Resistividade de um metal ferromagnético variando com um campo magnético aplicado paralelo e perpendicular a direção da densidade de corrente. A curva superior de magnetorresistência está na configuração paralela e a curva inferior na configuração perpendicular.	18
2.9	Esquema representação a origem da AMR. Figura adaptada de [3].	18
2.10	(a) Figura representando um fio com anisotropia uniaxial que coincide com o eixo do fio. (b) Curva de magnetorresistência para o campo aplicado paralelamente (curva preta) e perpendicularmente (curva vermelha) ao eixo de anisotropia do fio em (a).	20
3.1	Esquema da litografia por feixe de elétrons. Um feixe de elétrons é usado para escrever desenhos diretamente sobre uma fina camada de resina (resiste) pré-depositado sobre o substrato.	22
3.2	Esquema representando o espalhamento do resiste. O espalhamento é feito por centrifugação usando um <i>Spin Coater</i>	23
3.3	Curva da espessura do resiste como função da velocidade de rotação do <i>Spin Coater</i> . A curva em vermelho é um <i>fitting</i> usando o método chi-quadrado para determinar o expoente da velocidade. Dados experimentais retirados do manual de referência do PMMA 950K.	23
3.4	Reação química no PMMA durante a exposição ao feixe de elétrons	25
3.5	Esquema representando o Lift-off.	26
3.6	Esquema representando o Litografia Óptica	28
3.7	Esquema representando os principais componentes do <i>Sputtering</i>	29
3.8	Espectros de raios-X a baixos ângulos dos filmes de Ta, Au e NiFe e os gráficos do vetor espalhamento q vs. seu índice n e o ajuste linear	30
3.9	Rotação do plano de polarização apos reflexão da luz por uma amostra magnética para efeito Kerr magneto-óptico longitudinal.	32
3.10	Configuração da geometria experimental MOKE: polar (a), longitudinal (b), e transversal (c).	33

3.11	Montagem experimental MOKE na configuração longitudinal usando um modulador fotoelástico.	34
3.12	Painel do programa feito em Labview para medidas de magneto-transporte . . .	35
3.13	Esquema do sistema de medidas de magnetotransporte como uma função da temperatura	36
4.1	Foto resiste com espessuras diferentes, espalhado em um substrato de óxido de silício (SiO_2)utilizando um spinner.	38
4.2	Desenho projetado por computador da máscara usada na fabricação dos contatos por litografia óptica. A máscara foi fabricada no LAAS/CNRS/Toulouse (França)	39
4.3	A figura (a) mostra uma linha de permalloy contaminada com uma partícula e a figura (b) uma das linhas que foi destruída no lift-off.	41
4.4	Porta amostra do eline com as amostras posicionadas.	42
4.5	A figura (a) mostra a curva IxV de uma linha que não foi feito etching e a figura (b) a curva IxV de uma linha em que foi feito etching antes do contato da etapa 3.	43
4.6	Imagem de MEV da amostra finalizada, antes de medirmos magnetorresistência	44
4.7	Esquema mostrando a definição dos ângulos entre o campo aplicado \vec{H} , a magnetização \vec{M} e a direção da corrente \vec{j} em relação ao eixo de anisotropia A . . .	45
4.8	Magnetorresistência para $\varphi = 0^\circ, 75^\circ, 80^\circ$ e 90°	45
4.9	As figuras (a)-(f) são uma sequência mostrando como a a curva de magnetorresistência, para $\varphi = 80^\circ$, muda com a temperatura.As barras de erro são menores que o tamanho do símbolo de cada ponto experimental.	47
4.10	Magnetorresistência em função da temperatura medida com $\varphi = 80^\circ$	48
4.11	As figuras (a)-(c) são uma sequência mostrando como a curva de magnetorresistência para $\varphi = 0$ muda com a temperatura.	49
4.12	Variação da amplitude do salto de inversão para $\varphi = 0^\circ$ em função da temperatura	50
4.13	Representam o campo de inversão da magnetização variando com a temperatura para $\varphi = 0^\circ$ (curvas verde e azul) e $\varphi = 80^\circ$ (curvas vermelha e preta).	51

4.14	Resultados simulado para o campo de inversão, para $\varphi=80$, variando com a temperatura.	51
4.15	Comparação dos resultados simulado e experimental da curva MR para $\varphi = 80$ e $\varphi = 0$ respectivamente.	52
4.16	Rede com 143 linhas de permalloy com 200 nm larguras, 40 nm de espessura e $100\mu\text{m}$	53
4.17	Histerese da Rede de linhas de 200nm.	54
4.18	Histereses simuladas para linha de 200nm, para $\varphi =80$ e $\varphi =0$ respectivamente.	54
4.19	Comparação das curvas de histerese e MR simuladas para a linha de 200nm com $\varphi = 0$	55
4.20	(a)Imagem de um eletrodo magnético revertido de Cu_2O e (b) Região do <i>gap</i> dos eletrodos.	57
4.21	Imagem do eletrodo revertido de Cu_2O sem formação da ponte.	58
4.22	(a) DRX de um filme de Cu_2O que corresponde ao eletrodo da figura ?? e (b) corresponde ao eletrodo da figura 4.25.	58
4.23	Imagem de um eletrodo revertido de Cu_2O com contatos próximo ao <i>gap</i>	59
4.24	(a)Imagem da separação (<i>gap</i>) do eletrodo antes da eletrodeposição de Cu_2O e (b) A mesma região após a eletrodeposição.	59
4.25	Imagem de um eletrodo revertido de Cu_2O	60
4.26	Magnetorresistência do eletrodo da figura ??. (a) MR para temperatura igual a 6K (b) para 30K e (c) para 295K.	61

Lista de Tabelas

3.1	A taxa de deposição, o tipo de fonte do canhão e a potência escolhida para a deposição de cada alvo	31
-----	---	----

Conteúdo

Lista de Figuras	V
Lista de Tabelas	IX
1 Introdução	1
2 Nanomagnetismo	6
2.0.1 Ferromagnetismo	6
2.1 Magnetismo de nanoestruturas	6
2.1.1 Energias magnéticas e Domínios magnéticos	7
2.1.2 Energia de Troca	7
2.1.3 Energia de Zeeman	7
2.1.4 Energia Magnetoestática	8
2.1.5 Energia de Anisotropia	8
2.2 Paredes de Domínio em Nanofios Magnéticos	10
2.2.1 Modelo de Stone-Wohlfarth	11
2.2.2 Superparamagnetismo	15
2.3 <i>Magnetorresistência</i>	17
2.3.1 Magnetorresistência e Simulação	19
3 Procedimento experimental	21
3.1 Sistema de litografia por feixe de elétrons	21
3.2 Sistema de litografia Óptica	26

3.3	Sistema de <i>Sputtering</i>	27
3.4	Caracterização Magnética Por Efeito Kerr	32
3.5	Magnetotransporte em Função da Temperatura	34
4	Resultados e Discussão	37
4.1	Preparação das amostras	37
4.2	Magnetorresistência	44
4.3	Magnetorresistência nos eletrodos	56
5	Conclusão e Perspectivas	62
	Bibliografia	64

1. Introdução

Na última década vimos um rápido desenvolvimento no campo da spintrônica, esta nova área de pesquisa que combina dois ramos tradicionais da física: o magnetismo e o transporte eletrônico e que tem como objetivo encontrar maneiras de manipular o spin do elétron. Grande parte da tecnologia de processamento de informação é baseada em dispositivos que utilizam somente a carga do elétron, ou seja dependem apenas do movimento de cargas elétricas e ignoram totalmente o grau de liberdade que cada elétron possui: seu spin. A teoria quântica nos diz que dois elétrons podem possuir a mesma energia, se eles têm spins diferentes: os elétrons de spin para cima (spin-up) e os elétrons de spin para baixo (spin-down). Em dispositivos baseados puramente na carga elétrica os spins estão orientados aleatoriamente e não produzem efeito sobre a corrente, porém quando submetidos a um campo magnético se estabelece uma direção de quantização e os elétrons spin-up e spin-down adquirem energias diferentes que depende da sua orientação em relação ao campo aplicado. Um dispositivo com tecnologia spintrônica pode manipular a corrente polarizada em spin e usa o spin do elétron para controlar a corrente. Materiais ferromagnéticos são particularmente adequados para estes dispositivos porque exibem, em determinadas configurações, magnetização espontânea sem necessidade de um campo aplicado, o que cria um desequilíbrio de populações de spins próximo ao nível de Fermi [4]. Esse desequilíbrio mostra que materiais ferromagnéticos podem ser bons portadores de carga polarizadas em spin.

O impacto comercial da spintrônica até os dias atuais tem ocorrido na área de válvulas de spin utilizados em discos rígidos magnéticos. O princípio de operação das válvulas de spin baseia-se no efeito da magnetorresistência gigante (GMR), para o qual o Prêmio Nobel de Física de 2007 foi concedido a Albert Fert e Peter Grünberg [5].

No efeito GMR um espaçador não ferromagnético é inserido entre duas camadas de metal ferromagnético. Quando as magnetizações das duas camadas ferromagnéticas são paralelas a válvula está num estado de baixa resistência. Quando os dois são antiparalelo, a válvula está em um estado de alta resistência. A válvula de spin atua como um sensor que passa acima do meio de gravação magnética, detectando transições entre os bits de acordo com que o campo magnético gerado pelos bits inverte. As válvulas de spin GMR levaram a um aumento surpreendente da densidade de armazenamento nos discos rígidos, mas as tecnologias continuam avançando e a era GMR já foi superada pelo recentemente desenvolvido dispositivo de tunelamento dependente de spin, em que o espaçador de metal é substituído por um isolante, e a magnetorresistência do dispositivo aumenta à temperatura ambiente em relação ao homólogo GMR por um fator de 10 em aplicações envolvendo detecção para unidades de disco. Essas cabeças de detecção são conhecidas como junções túnel magnéticas (MTJs) ou magnetorresistência túnel (TMR). Dispositivos MTJ foram introduzidos por Moodera et al. [6] e Miyazaki e Tezuka [7], que utilizaram materiais de barreira amorfos. Butler et al.[8] e Mathon e Umerski [9] calcularam que MgO cristalino (001) teria propriedades superiores, o que levou a recentes valores de TMR a temperatura ambiente tão elevados como 600% [10] e 1000% [11].

Assim, a spintrônica abrange o campo em constante evolução da eletrônica magnética. É uma disciplina aplicada que é tão promissora que grande parte da pesquisa que a sustenta está no centro da base da física da matéria condensada.

Nos últimos anos têm sido proposto que paredes de domínio podem ser manipuladas por transferência de torque de spin (TTS) [12]. A partir daí, um tipo inteiramente novo de dispositivo a base da spintrônica surgiu: a memória *racetrack* [1]. A *racetrack* consiste de um nanofio ferromagnético que é codificado com domínios magnéticos. Um esquema da *racetrack* é mostrado na Figura 1.1 nas configurações vertical (Figura 1.1a) e horizontal (Figura 1.1b). A leitura é mostrada (Figura 1.1c), feita através de TMR e a gravação (Figura 1.1d), feita através de campos dispersos, e uma rede de alta densidade de armazenamento está representada na Figura 1.1E.

Esse trabalho teve como meta inicial medir a magnetorresistência túnel em eletrodos de

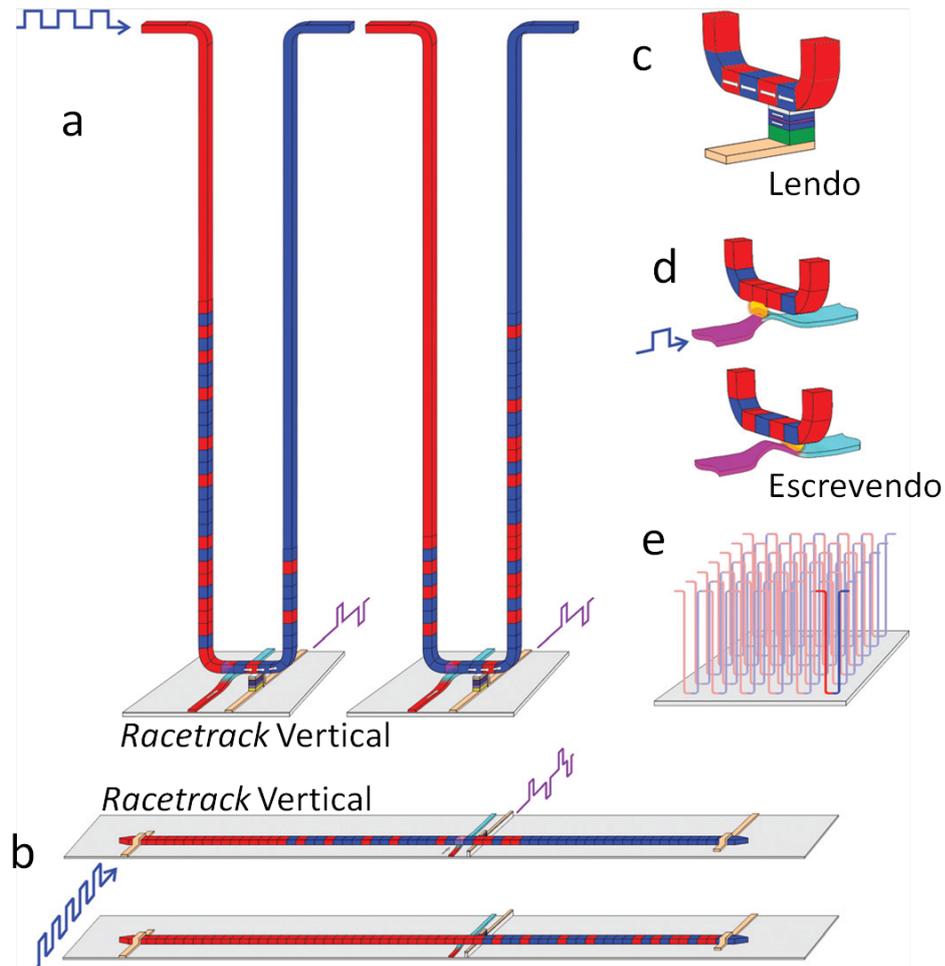


Figura 1.1: Esquemas da memória *racetrack*. (a) A configuração vertical. Os dois desenhos mostram padrões da *racetrack* magnética antes e depois de paredes de domínio se mudarem após a leitura e gravação dispositivos. (b) Configuração horizontal. (c) Os dados são lidos através de medidas de magnetorresistência túnel (TMR) de uma junção túnel magnética (MTJ) ligada à *racetrack*. (d) Os dados podem ser gravados, por exemplo, utilizando os campos de franja a partir de uma parede de domínio movida em um nanofio ferromagnético orientada ortogonalmente ao nanofio de armazenamento. (e) Redes de *racetrack* em um chip. Tomado de Parkin et al.[1].

Permalloy, fabricados por litografia, e conectados por uma ponte de óxido de cobre (Cu_2O) crescida por eletrodeposição. No entanto, esbarramos na dificuldade de fabricar nanoeletrodos próximos o suficiente para que a polarização do spin do elétron não se perdesse ao atravessar o Cu_2O . O mais próximo que conseguimos foi uma distância de 100 nm entre os eletrodos, enquanto que a distância mínima que deveríamos ter para o spin não relaxar seria próxima de 50 nm [13]. Em face a essa dificuldade, que não conseguimos contornar, e como um dos objetivos era ser capaz de produzir nanofios para o eletrodo, decidimos nos concentrar apenas

nas propriedades magnéticas e de transporte de um nanofio, deixando o objetivo inicial para um trabalho futuro. Outro motivo para a escolha de nanofios foi a possibilidade de entender o que ocorre com o processo de inversão da magnetização ao longo do nanofio induzida pela aplicação de um campo magnético, e em diferentes temperaturas [14, 15].

O entendimento do processo foi possível analisando a configuração magnética durante tal processo. Esse estudo foi realizado por simulações e por medidas de magnetorresistência (MR) em apenas um nanofio de 200 nm de largura, 40 nm de espessura e $50\mu\text{m}$ de comprimento. As amostras foram feitas por litografia óptica e de feixe de elétrons no Labnano/CBPF e montei os experimentos de medidas magneto-ópticas (Kerr) e de transporte eletrônico em temperatura variável entre 6 e 300 K. Simulações da configuração magnética (magnetização em cada ponto da nanoestrutura) foram realizadas utilizando a equação de dinâmica de magnetização, também conhecida como equação de Landau-Lifshitz-Gilbert. Os resultados para configuração magnética, histerese, dinâmica de inversão, serão apresentados em conjunto com os resultados experimentais no Capítulo 4.

No processo de inversão da magnetização o campo que induz tal mudança é definido como campo de inversão (H_{in}). Uma maneira de identificar o processo de inversão é pela dependência de H_{in} com o ângulo (φ) de aplicação do campo magnético [16]. O ângulo φ é o ângulo entre o campo aplicado e o eixo do nanofio. Para os processos de inversão da magnetização como *Curling*, *buckling* e rotação coerente, as direções dos momentos em cada ponto do nanofio mudam ao mesmo tempo [17]. Entretanto, existem outras maneiras de inverter a magnetização ao longo do nanofio, sendo uma delas a propagação de uma parede de domínio [18, 19, 20].

No estudo de magnetorresistência por simulação foi considerado como fonte de magnetorresistência a magnetorresistência anisotrópica [21]. No modelo é considerado que a corrente é uniforme, e quando calculamos a curva de magnetorresistência para o nanofio, temos um bom acordo com o resultado experimental (4.2).

A dissertação está organizada com a seguinte estrutura:

- Capítulo 2, Teoria

O Capítulo 2, apresenta os fundamentos teóricos nanomagnetismo em termos de energias

magnéticas, também apresenta de maneira simples a teoria da magnetorresistência anisotrópica (AMR)[22], bem como os parâmetros utilizados para simulação da AMR nos nanofios.

- Capítulo 3, procedimentos experimentais

O Capítulo 3 é dedicado as técnicas de fabricação e caracterização das amostras por litografia. Em particular, Capítulo 3 descreve os processos de litografia e as montagens de medidas Kerr e de magnetorresistência.

- Capítulo 4, Resultados e Discussão

Finalmente, este Capítulo apresenta medidas dos resultados experimentais e resultados de simulações bem como uma discussão sobre o processo de inversão da magnetização do nanofio de *Permalloy*.

- Capítulo 5, Conclusão

Aqui são discutidas as conclusões da dissertação e as perspectivas de novos assuntos a serem investigados.

2. Nanomagnetismo

Neste capítulo serão apresentados conceitos básicos que permitem a compreensão das propriedades magnéticas utilizados para explicar os resultados experimentais no Capítulo 4.

2.0.1 Ferromagnetismo

Em um sólido, o ordenamento coletivo dos momentos magnéticos atômicos pode dar origem ao magnetismo permanente. Um material ferromagnético mostra uma ordem específica, onde todos os momentos magnéticos estão alinhados em paralelo. Este fenômeno é devido a interação de troca entre os diferentes momentos magnéticos. A magnetização depende da temperatura, e deixa de ser ferromagnético acima de uma temperatura crítica, conhecida como temperatura de Curie, temperatura em que a energia térmica predomina sobre a energia de troca quebrando a ordem ferromagnética. A principal característica de um material ferromagnético é a resposta não linear e irreversível da magnetização sob um campo magnético H aplicado.

2.1 Magnetismo de nanoestruturas

O nanomagnetismo estuda as propriedades magnéticas de estruturas com dimensões abaixo de $1\mu\text{m}$. Quando a escala da estrutura é muito pequena suas propriedades magnéticas diferem do massivo. Por exemplo, a quebra na simetria da estrutura cristalina de um material no estado ferromagnético pode influenciar de maneira importante a anisotropia de forma da estrutura.

2.1.1 Energias magnéticas e Domínios magnéticos

A estrutura de domínio magnético é uma consequência direta da minimização da energia livre, e reflete um mínimo local ou absoluto. A energia total de um material ferromagnético é dada pela soma das energias de troca (E_t), anisotropia (E_a), desmagnetizante (E_S) e Zeeman E_Z .

$$E_{total} = E_t + E_Z + E_S + E_a \quad (2.1)$$

Abaixo são descritos cada um dos termos de energias.

2.1.2 Energia de Troca

O primeiro termo da equação 2.1 refere-se a energia de troca, que é um fenômeno puramente quântico. Essa energia surge a interação entre momentos magnéticos atômicos, os quais tentam se alinhar paralelamente ou antiparalelamente. Heisenberg propôs uma expressão para a interação de troca com a forma,

$$E_{troca} = -2 \frac{1}{\Omega} \sum_{i \neq j} J_{ij} \vec{S}_i \cdot \vec{S}_j, \quad (2.2)$$

Onde J_{ij} é integral de troca entre os spins. Vemos que quando $J_{ij} > 0$ a integral de troca leva a um alinhamento paralelo e para $J_{ij} < 0$ antiparalelo. A configuração de mínima energia que ocorre quando os spins estão paralelos entre si é que leva a ordem ferromagnética [?].

2.1.3 Energia de Zeeman

A energia Zeeman (E_Z) surge da interação entre o campo aplicado \vec{H} e o vetor de magnetização \vec{M} , e é dada por

$$E_Z = M_s (\hat{M} \cdot \vec{H}), \quad (2.3)$$

Onde M_s é a magnetização saturação e \hat{M} a direção da magnetização.

2.1.4 Energia Magnetoestática

A energia magnetostática por unidade de volume de um dipolo de magnetização M em um campo magnético H é dada por

$$E_S = -\mu_0 \int \vec{H} dM \quad (2.4)$$

Onde μ_0 é a permeabilidade magnética no vácuo.

Quando submetido a seu próprio campo de desmagnetização H_d , gerado por M , portanto podemos colocar $H = H_d = -N_d M$ na integral, onde N_d é o fator de desmagnetização, de modo que a energia torna-se,

$$E_S = \mu_0 N_d \int \vec{M} dM \quad (2.5)$$

$$E_S = \frac{1}{2} \mu_0 N_d M^2 = \frac{1}{2} \mu_0 N_d M_S^2 \cos^2(\varphi) \quad (2.6)$$

Onde o fator desmagnetizante N_d depende da forma do material e φ é o ângulo entre o momento magnético e a normal ao plano do filme. Um material que tem comportamento de monodomínio possui uma grande energia magnetostática associada, mas essa energia pode ser minimizada pela quebra da magnetização em regiões localizadas (domínios), fechando o fluxo de campo nas extremidades. Se a diminuição da energia magnetostática for maior do que a energia necessária para formar paredes de domínio magnéticos, uma estrutura de vários domínios irá ocorrer. A configuração de domínio é resultado da competição entre as energias, a Figura 2.3 mostra de maneira ilustrativa a formação de domínios magnéticos quando a energia magnetostática é minimizada.

2.1.5 Energia de Anisotropia

A anisotropia magnética pode influenciar significativamente a forma da curva de histerese, o que indica que as propriedades magnéticas dependem da direção em que a medida é feita, ou seja, os eixos ferromagnético ou antiferromagnético de uma amostra estão ao longo de algumas direções fixas chamadas de eixo fácil da magnetização ou eixo difícil da magnetização. Em geral, a densidade de energia para uma magnetização que está ligada ao eixo fácil ou difícil, é

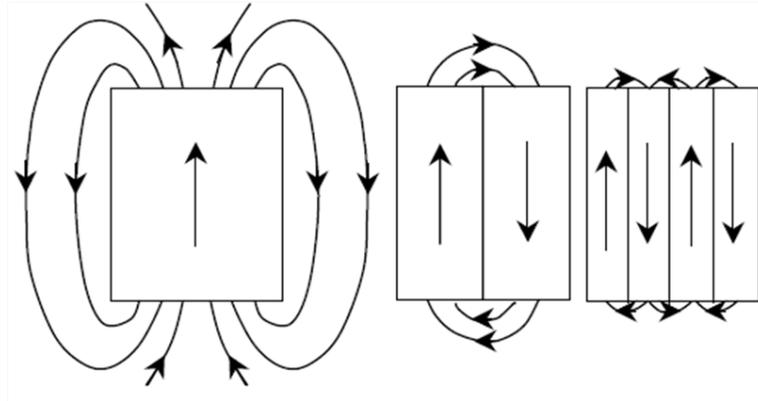


Figura 2.1: Minimização da energia magnetostática com a formação de domínios magnéticos.

representada por:

$$E_a = K \sin^2(\theta) \quad (2.7)$$

Onde θ é o ângulo entre \vec{M} e o eixo de anisotropia. Na equação 2.7 K é a constante de anisotropia, e $K > 0$ representa o eixo fácil e $K < 0$ representa o eixo difícil. A anisotropia depende da temperatura e deve tender a zero na temperatura de Curie (T_C) para campo aplicado nulo. Existem vários tipos de anisotropias magnéticas, aqui vou listar apenas quatro:

- Anisotropia magnetocristalina: surge devido a simetria do cristal e se traduz por uma contribuição no volume.
- Anisotropia induzida por recozimento magnético: surge quando se aplica um campo magnético durante a deposição de uma camada magnética ou durante um recozimento do filme magnético.
- Anisotropia de troca: Surge quando ocorre o acoplamento de troca entre uma camada de um material ferromagnético e uma camada de material antiferromagnético.
- Anisotropia de forma: Um material policristalino não possui uma direção preferencial de seus grãos e, portanto não possui anisotropia magnetocristalina. Por exemplo, se uma amostra desse material tem simetria esférica um campo magnético magnetizará a esfera facilmente em qualquer direção, mas se a amostra possui forma não esférica, será mais

fácil magnetiza-la ao longo do eixo maior, devido a efeitos de desmagnetização, ou seja, a forma da amostra induz uma anisotropia no eixo alongado. Uma representação matemática para a energia de anisotropia de forma é dada pela equação 2.6, que representa a energia magnetostática. Na equação 2.6 assume-se que a magnetização é uniforme e possui módulo igual a magnetização de saturação M_S .

2.2 Paredes de Domínio em Nanofios Magnéticos

Os domínios magnéticos são separados por paredes de domínios, que são regiões de transição da direção dos momentos magnéticos quando passam de um domínio a outro. O deslocamento total dos ângulos, entre a magnetização nos dois domínios, ao longo de uma parede de domínio é, em geral, de 180° ou 90° . A parede de 90° separa domínios que têm magnetização perpendicular entre si, e as paredes 180° separam domínios alinhados com magnetizações antiparalelas.

Em nanofios magnéticos, longos e estreitos, feitos de materiais magneticamente macios, onde a anisotropia de forma domina, a magnetização reside normalmente ao longo do eixo dos nanofios e paredes de domínio de 180° são formadas. Em campo aplicado zero, a forma da parede depende da largura e da espessura da linha devido a competição entre a energia de troca e a energia de anisotropia [30 ver tese Uhlir-These]. A Figura 2.2 mostra representações de regimes de parede para diferentes espessuras e larguras de linhas [2].

Se a magnetização da parede gira no plano paralelo a parede, ela representa uma forma chamado parede Bloch, figura 2.2-(a) . Quando a magnetização gira no plano perpendicular a parede é chamada de parede de Néel, figura 2.2-(b) .

A parede de domínio em nanofios planares feitos de um material ferromagnético macio tal como o permalloy difere enormemente da parede de Bloch encontrada em materiais *bulk* [23] . A magnetização está contida no plano do filme pela anisotropia de forma e a magnetização dos domínios deve está presa ao longo do eixo do fio. Basicamente as paredes formadas são de dois tipos. Uma é a parede tipo *Bloch* ou tipo *Néel*, figura 2.2-(a), na qual a magnetização é transversal no centro do fio, e a outra é tipo vórtice, figura 2.2-(b).

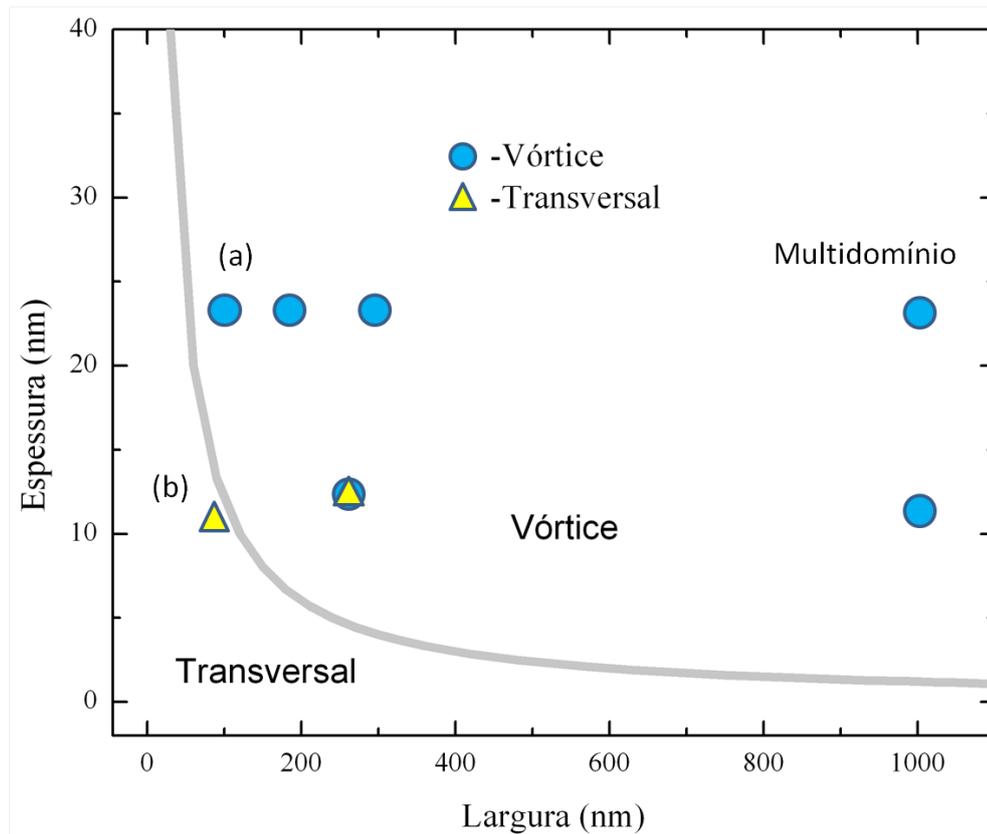
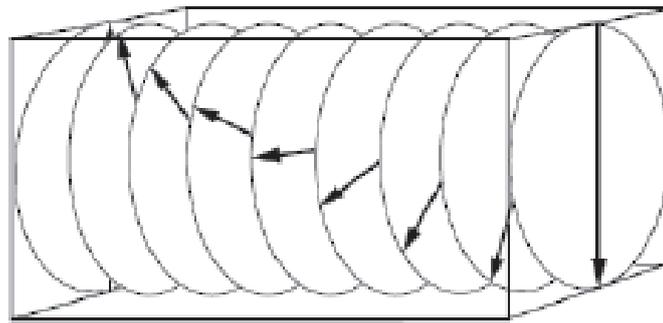


Figura 2.2: Representação de paredes de domínios em regimes de paredes distintas como função da largura e espessura de nanolinhas magnéticas [2].

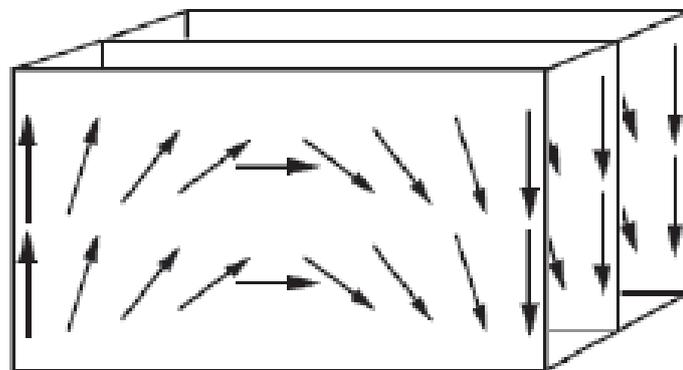
2.2.1 Modelo de Stone-Wohlfarth

Quando uma partícula magnética é saturada, ou quando é suficientemente pequena para que a magnetização seja totalmente uniforme, seu comportamento é de monodomínio magnético. No processo de inversão de magnetização de um monodomínio sob a influência de um campo magnético aplicado, a inversão ocorre por rotação coerente, em um campo crítico, sem qualquer movimento de parede de domínio. Vamos considerar que a partícula seja um nanofio planar, isto é, a partícula é um filme fino lateralmente confinado. Vamos supor que o fio se comporta como monodomínio e apresenta uma anisotropia uniaxial, assim poderemos utilizar o modelo de Stone-Wohlfarth afim de ter uma análise qualitativa da magnetização sob ação de um campo magnético aplicado.

O modelo de Stoner-Wohlfarth [23] descreve as curvas de magnetização de partículas com anisotropia uniaxial e com comportamento de monodomínio. Nesse modelo, a energia do sis-

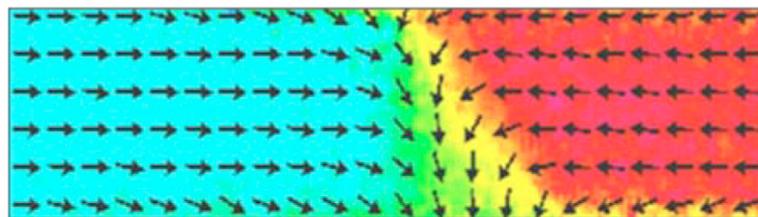


(a)

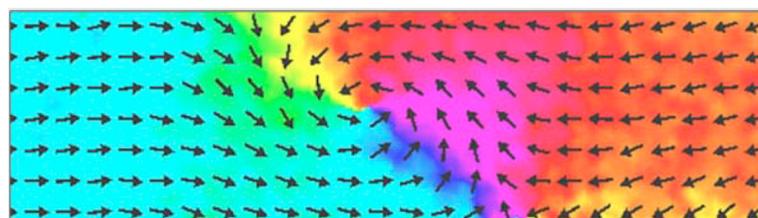


(b)

Figura 2.3: Representação das paredes de domínios. (a) Parede tipo *Bloch* (b) Parede tipo *Néel*



(a)



(b)

Figura 2.4: Representação das paredes de domínios em um nanofio planar. (a) Parede tipo transversal (b) Parede tipo vórtice.

tema se comporta de acordo com a equação 2.1 , porém a energia de troca e a energia magnostática permanecem constante e não são consideradas na equação da energia:

$$E_a = K \sin^2(\theta) - \mu_0 H \cdot M_S \cos(\varphi - \theta) \quad (2.8)$$

Os dois termos da equação 2.8 estão de acordo com as equações 2.3 e 2.7 . O ângulo θ é o ângulo entre a magnetização e o eixo de anisotropia, enquanto φ é ângulo entre o campo aplicado e o eixo de anisotropia (Ver Figura 2.5).

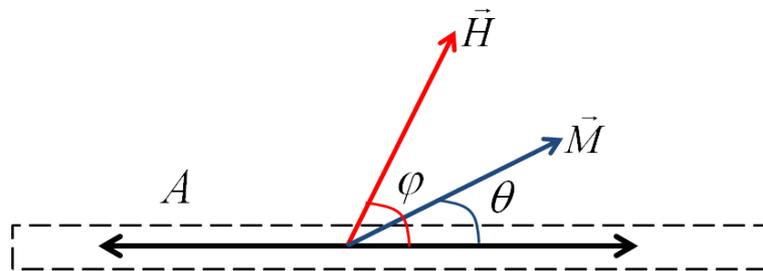


Figura 2.5: Esquema mostrando a definição dos ângulos entre o campo aplicado, a magnetização e a direção da corrente em relação ao eixo de anisotropia A

A equação 2.8 pode ser expressa usando o campo de anisotropia H_a , definido como o campo necessário para saturar a magnetização na direção de difícil magnetização [23] [página 171], ficando da seguinte forma:

$$\frac{E_a}{2K} = \frac{1}{2} \sin^2(\theta) - (H/H_a) \cdot M_S \cos(\varphi - \theta) \quad (2.9)$$

onde $H_a = 2(K/\mu_0 M)$

Os estados de equilíbrio para a direção da magnetização são encontrados minimizando a equação 2.9 em θ :

$$\frac{\partial E}{\partial \theta} = 0 \text{ e } \frac{\partial^2 E}{\partial^2 \theta} \geq 0 \quad (2.10)$$

Das equações 2.9 e 2.10 temos,

$$\frac{1}{2K} \frac{\partial E}{\partial \theta} = \sin(\theta) \cos(\theta) - \frac{H}{H_a} \sin(\varphi - \theta) \quad (2.11)$$

$$\frac{1}{2K} \frac{\partial^2 E}{\partial^2 \theta} = \cos(2\theta) + \frac{H}{H_a} \cos(\varphi - \theta) \geq 0 \quad (2.12)$$

Podemos encontrar soluções analíticas desse modelo em duas situações particulares, que são quando o campo é aplicado paralelamente ao eixo de anisotropia e quando o campo é aplicado perpendicularmente ao eixo de anisotropia. Para o caso paralelo, $\varphi = 0$ e as soluções da equação 2.11 são:

$$\begin{aligned} \theta &= \pi \\ \cos(\theta) &= -\frac{H}{H_a} \end{aligned} \quad (2.13)$$

Pela equação 2.12 , obtemos:

$$\begin{aligned} \theta &= 0 \text{ se } -H_a \leq H \\ \theta &= \pi \text{ se } H \leq H_a \end{aligned} \quad (2.14)$$

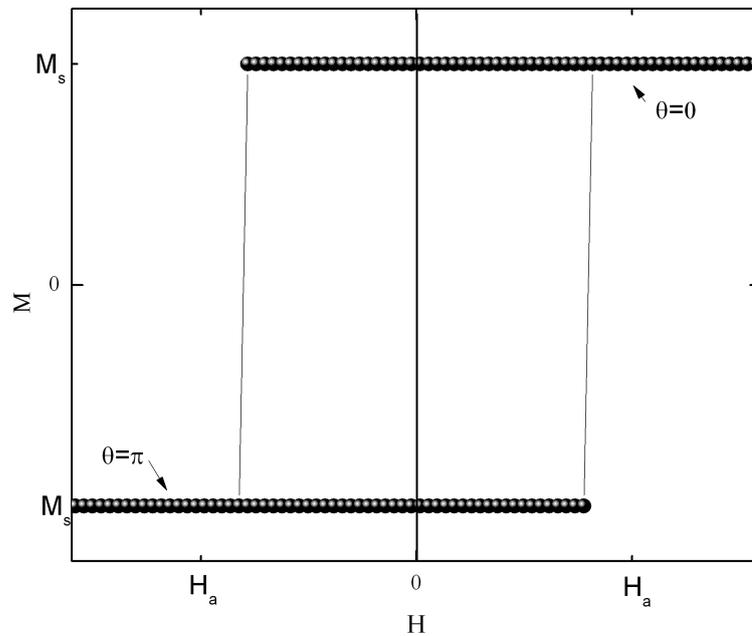


Figura 2.6: Histerese para o campo magnético aplicado paralelamente ao eixo de anisotropia

Para o caso perpendicular, $\varphi = \pi/2$ e a equação 2.11 terá três soluções:

$$\theta = \frac{\pi}{2}, \quad \theta = -\frac{\pi}{2} \quad \text{e} \quad \sin(\theta) = \frac{H}{H_a}$$

E novamente pela equação 2.12 temos,

$$\begin{aligned} \theta &= \frac{\pi}{2} \quad \text{se} \quad H \leq -H_a \\ \theta &= -\frac{\pi}{2} \quad \text{se} \quad H_a \leq H \\ \sin(\theta) &= \frac{H}{H_a} \quad \text{se} \quad -H_a \leq H \leq H_a \end{aligned} \tag{2.15}$$

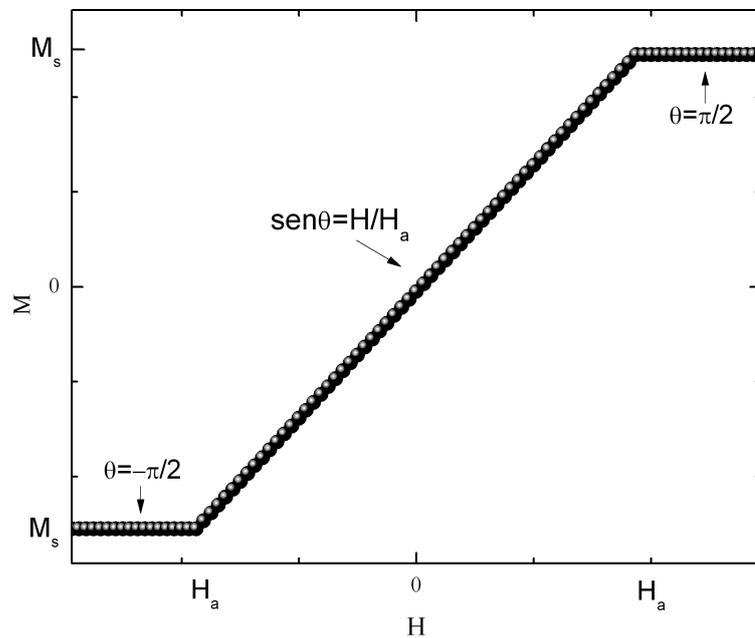


Figura 2.7: Histerese para o campo magnético aplicado perpendicularmente ao eixo de anisotropia

Sempre que o campo for aplicado perpendicularmente ao eixo de anisotropia, a magnetização será saturada para $H > H_a$ e estará também perpendicular ao eixo de anisotropia. Em seguida, o campo começa a diminuir e inverte, a magnetização segue o campo e inverte coerentemente e reversivelmente.

2.2.2 Superparamagnetismo

Vamos considerar um conjunto de pequenas partículas sob influência de um campo magnético aplicado em sentido contrário a magnetização inicial. A magnetização inicial aponta ao longo

do eixo de anisotropia, que é a configuração de mínima de energia. Nessa configuração, com eixo de anisotropia uniaxial, existem dois mínimos de energias iguais, em que a magnetização aponta em sentidos opostos ao longo do eixo de anisotropia. Existe uma barreira de potencial que separa esses dois mínimos que, para campo zero, é $E_B = KV$, onde K é a constante de anisotropia e V o volume. A transição de um mínimo para outro pode ser ativada termicamente, se a energia térmica kT , onde k é a constante de Boltzmann, for comparável ou maior do que KV . Quando uma partícula possui volume menor ou igual a um dado volume crítico, a energia térmica torna-se maior que a energia KV , o que faz a partícula ter um comportamento paramagnético, ou seja, seus momentos magnéticos atômicos apontam em direções aleatórias. Quando o volume é muito maior que o volume crítico, a magnetização é estável e definida à certa temperatura, e dependendo das dimensões da partícula ela pode ou não ser descrita pelo modelo de Stone-Wohlfarth[Ref]. Se o volume dessa partícula cresce, os processos de inversão mudam, e a inversão pode ser por “curling”, “buckling” ou rotação uniforme como no modelo de Stone-Wohlfarth.

Se a partícula em questão for um nanofio planar, a mudança na magnetização pode ocorrer, dependendo da razão entre o diâmetro e o comprimento do fio, por rotação uniforme, “buckling” ou “curling”, ou por nucleação de paredes de domínios. Muitos parâmetros no magnetismo dependem das dimensões das partículas, tal como o campo coercivo, que pode ser obtido diretamente da curva de histerese da partícula. O campo coercivo também varia com a temperatura, que está diretamente ligado a barreira de potencial que separa dois mínimos presos a um eixo de anisotropia. Outra maneira de se obter informações de amostras magnéticas é medir a magnetorresistência da amostra, de onde podemos facilmente verificar os campos de inversão, campo coercivo e campo de saturação e se levarmos em conta a definição de campo de anisotropia podemos encontrá-lo aproximando com uma extrapolação da curva de magnetorresistência na configuração perpendicular (ver secção 2.3).

2.3 Magnetorresistência

Quando uma corrente elétrica atravessa um metal, os elétrons procuram caminhos com menor dissipação de energia para atravessarem o material, ou seja, o deslocamento dos elétrons por diferentes caminhos na superfície de Fermi é tal que o espalhamento é minimizado. Acontece que quando os elétrons são forçados a tomarem diferentes caminhos, por exemplo, devido a presença de um campo magnético aplicado, esses caminhos levam a um maior espalhamento. Na presença de um campo magnético, a nuvem eletrônica que forma a camada $3d$ do metal (ferromagnético) é deformada, e é isso que modifica a quantidade de espalhamento dos elétrons de condução, o que faz a resistividade variar. A Figura 2.9 mostra um esquema ilustrativo, que explica como a resistência varia quando um campo magnético é aplicado perpendicularmente e paralelamente a direção da corrente elétrica. Esse fenômeno, em que a resistividade elétrica varia quando aplicamos um campo magnético é chamado de magnetorresistência e em geral é definida como:

$$\frac{\Delta\rho}{\rho} = \frac{R(H) - R(0)}{R(0)} \quad (2.16)$$

Onde $R(H)$ e $R(0)$ são a resistência com campo aplicado e sem campo aplicado respectivamente.

Chamamos de magnetorresistência anisotrópica (AMR), quando a variação da resistência depende da direção entre a corrente elétrica e o campo magnético aplicado. A dependência angular da AMR é definida como:

$$\rho = \rho_{per} + (\rho_{par} - \rho_{per}) \cos^2(\theta) \quad (2.17)$$

Onde ρ_{per} é a resistividade quando a corrente e a magnetização são perpendiculares e ρ_{par} quando são paralelas. θ é o ângulo entre a densidade de corrente \vec{j} e a magnetização \vec{M} . A Figura 2.5 mostra a definição para os ângulos entre \vec{M} , \vec{j} e \vec{H} .

A Figura 2.8 mostra a resistência variando, quando a corrente e o campo magnético estão paralelos entre si, e quando estão perpendiculares. Vemos que na configuração paralela a resis-

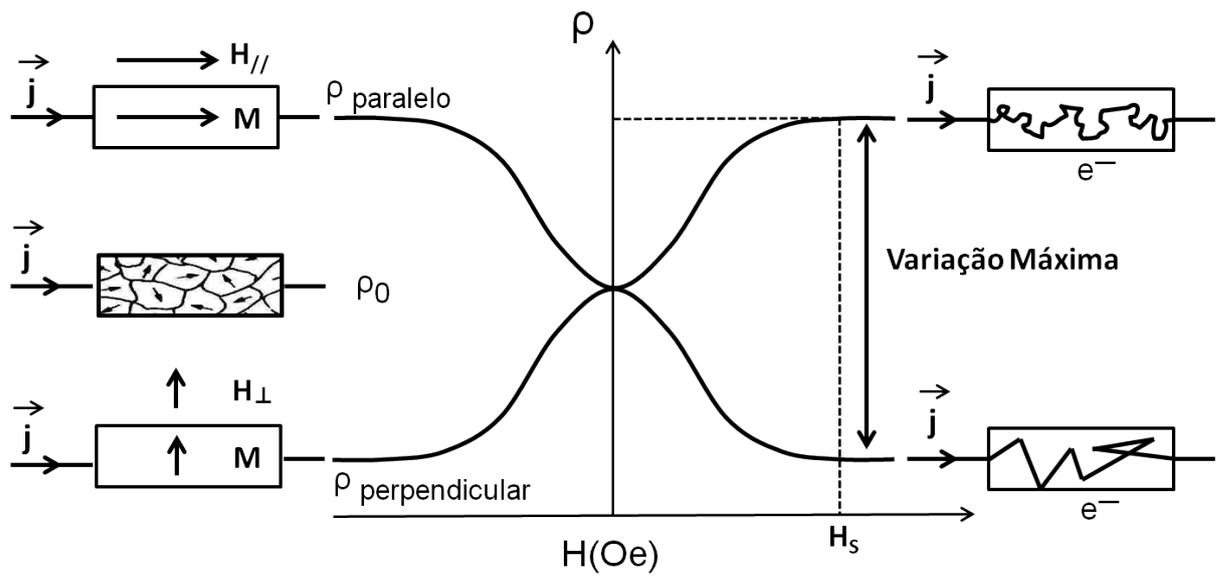


Figura 2.8: Resistividade de um metal ferromagnético variando com um campo magnético aplicado paralelo e perpendicular a direção da densidade de corrente. A curva superior de magnetorresistência está na configuração paralela e a curva inferior na configuração perpendicular.

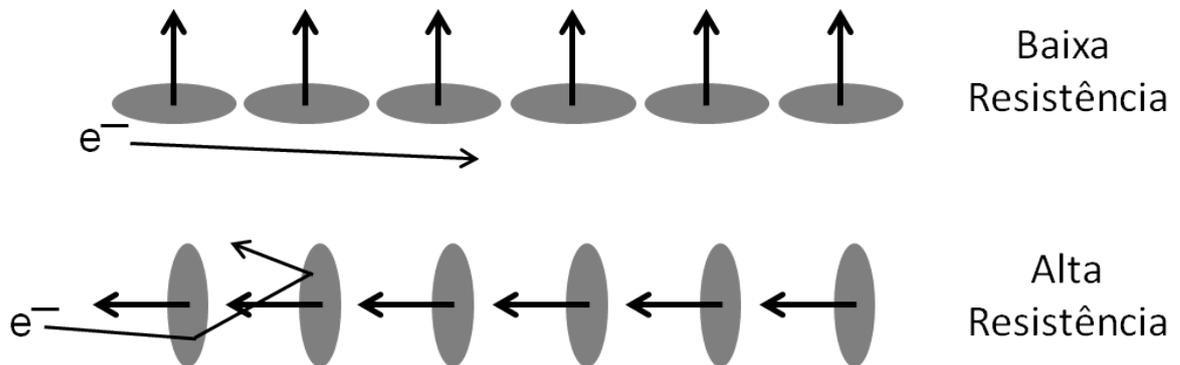


Figura 2.9: Esquema representação a origem da AMR. Figura adaptada de [3].

tividade aumenta com a aplicação do campo enquanto que na configuração perpendicular ela decresce. A magnetorresistência é um fenômeno de magneto-transporte relativístico e surge dos efeitos combinados do acoplamento spin-órbita e da quebra de simetria do sistema no estado ferromagneticamente ordenado [24].

Quando a corrente flui na direção do eixo de anisotropia A , que é eixo de fácil magnetização definido pela anisotropia de forma da uma linha (ver Figura 2.3 (a)), e o campo é aplicado perpendicularmente ao eixo A , podemos encontrar θ minimizando a equação 2.8, obtendo $\sin(\theta) = H/H_a$ (ver secção 2.2.1). Então de 2.17 temos

$$\rho = \rho_{per} \left[1 + \frac{\delta\rho}{\rho_{per}} \left(1 - \frac{M_s^2 H^2}{4K^2} \right) \right] \quad (2.18)$$

Onde M_s é a magnetização de saturação, K a constante de anisotropia e \vec{H} o campo magnético aplicado. A equação 2.18 fornece que $M_s H / 2K < 1$ e obedece a regra de Kohler [23]. Esse resultado é aplicado para rotação da magnetização sem histerese [23]. A Figura 2.3 (b) mostra a AMR para uma amostra com anisotropia uniaxial, a curva preta é para o campo aplicado paralelamente, Figura 2.3 (a), e a curva em vermelho para o campo aplicado perpendicular ao eixo de anisotropia. Essa curva prevê um comportamento parabólico com o campo que pela equação 2.18 é proporcional a H^2 . No capítulo 4, um comportamento semelhante, é visto nas curvas experimentais para temperaturas próximas a ambiente (250 K-300 K).

2.3.1 Magnetorresistência e Simulação

Para melhor entender os resultados experimentais, utilizamos um modelo desenvolvido por Tiago Simman [21] para calcular a magnetorresistência. O modelo resolve a equação de Landau-Lifshitz-Gilbert (LLG) para um nanofio de permalloy de 200 nm de largura, 40 nm de espessura e $6\mu\text{m}$ de comprimento. Os parâmetros do permalloy usados no cálculo são a integral de troca $A = 3010^{-12} \text{ J/m}$, a magnetização de saturação $M_s = 1,410^6 \text{ A/m}$, o coeficiente de amortecimento $\alpha = 0,5$ e o volume elementar $V_e = 5X5X5 \text{ nm}^3$. Além de calcular a magnetorresistência do nanofio, foram calculadas as curvas de histereses e a dependência do campo de inversão com a temperatura. A fonte da magnetorresistência é a magnetorresistência anisotrópica (AMR) e somente a anisotropia de forma da linha é considerada, deixando uma eventual anisotropia magnetocristalina excluída. Os resultados das simulações são mostrados no Capítulo 4. As Figura 2.3-(a) e (b) ilustram configuração da partícula e a forma da curva de magnetorresistência esperada, caso a amostra tenha anisotropia uniaxial, para uma medida com a direção da densidade corrente paralela ao eixo de anisotropia e que a inversão da magnetização seja por rotação coerente como previsto por Stone-Wohlfarth.

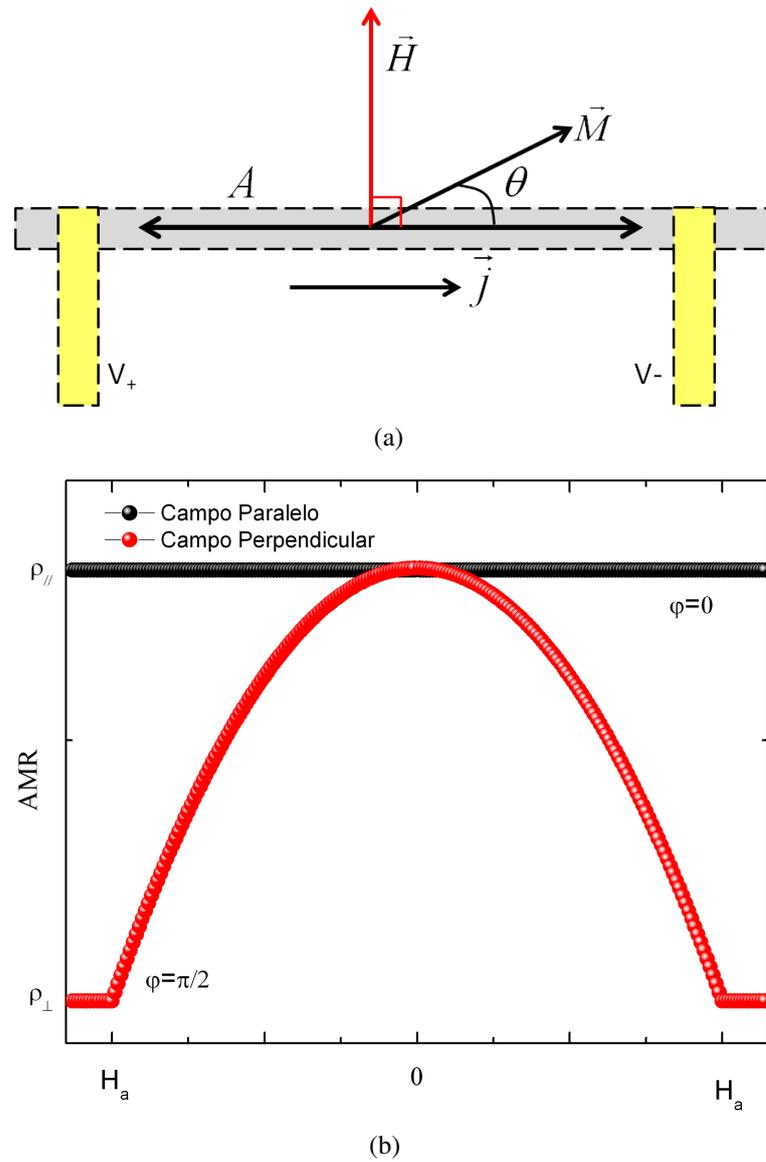


Figura 2.10: (a) Figura representando um fio com anisotropia uniaxial que coincide com o eixo do fio. (b) Curva de magnetorresistência para o campo aplicado paralelamente (curva preta) e perpendicularmente (curva vermelha) ao eixo de anisotropia do fio em (a).

3. Procedimento experimental

Nesse trabalho foram produzidas nanoestruturas magnéticas em forma de linhas. O material magnético usado foi *Permalloy* ($Ni_{81}Fe_{19}$), foram feitos contatos com camadas de ouro e tântalo para medidas elétricas. A técnica usada para fabricar as linhas foi a litografia por feixe de elétrons, enquanto que os contatos foram feitos por litografia óptica. Para a deposição dos materiais foi utilizado um "*Magnetron Sputtering*". Na caracterização magnética das linhas foram medidas curvas de magnetização usando um sistema de medidas magneto ópticas (Kerr), um sistema de medidas de magnetorresistência, além de um dedo frio para caracterização de transporte elétrico a baixas temperaturas.

3.1 Sistema de litografia por feixe de elétrons

Esta seção é dedicada à apresentação da técnica de litografia eletrônica, bem como sistema de litografia utilizado no Laboratório Multiusuário de Nanociência e Nanotecnologia (LAB-NANO).

Litografia

A litografia de elétrons nada mais é do que irradiar um material elétron-sensível com um feixe de elétrons muito fino e focalizado em um ponto. Este material é uma resina (resiste) e é o suporte para a escrita eletrônica. A irradiação do resiste provoca modificações químicas dentro do material. Essas modificações são a origem da aparição de diferenças de solubilidade ou da taxa de ataque químico entre as partes intactas e das partes irradiadas. Dizemos que o resiste é positivo quando as zonas irradiadas são dissolvidas e de resiste negativo no caso inverso onde

as zonas irradiadas permanecem intactas após o ataque químico ver Figura 3.1.

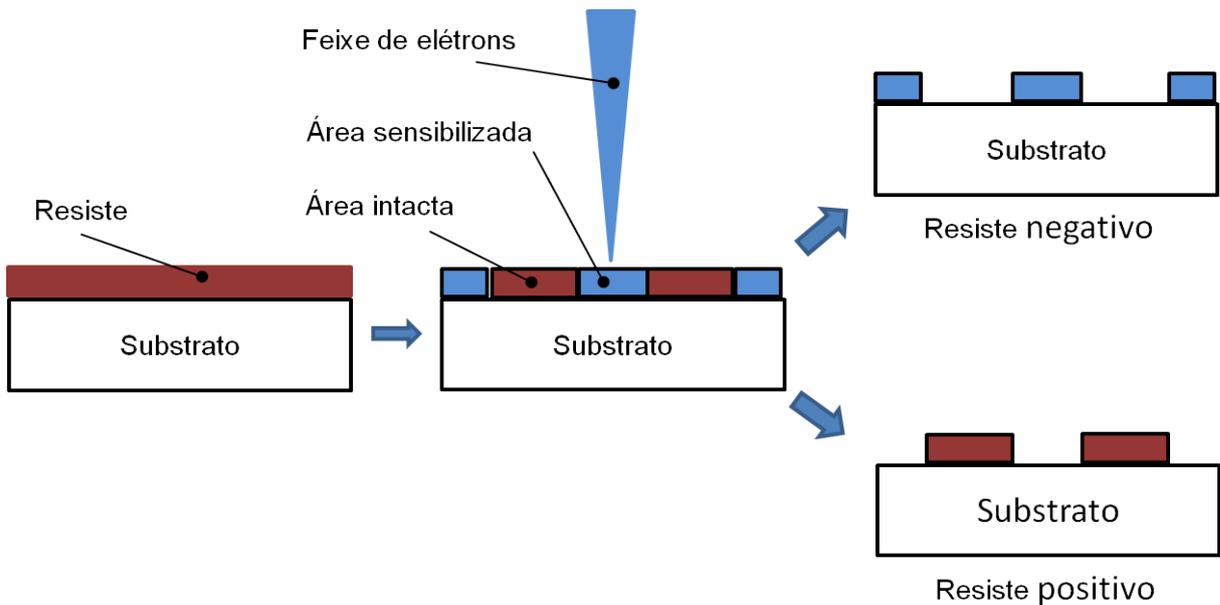


Figura 3.1: Esquema da litografia por feixe de elétrons. Um feixe de elétrons é usado para escrever desenhos diretamente sobre uma fina camada de resina (resiste) pré-depositado sobre o substrato.

O resiste é geralmente composto de um polímero dissolvido em um solvente. Nesse trabalho usamos o PMMA 950K AR-P672.045, que é o resiste orgânico mais usado e o mais conhecido pela sua alta resolução intrínseca. Além de ser sensível aos elétrons, o PMMA pode ser utilizado em fotolitografias (DUV), é estável, pouco sensível a luz do dia e adere perfeitamente a um grande número de substratos. Por outro lado, tem uma fraca resistência mecânica e, não resiste bem a ambientes de plasma.

Depósito do Resiste

A primeira etapa da litografia consiste em recobrir a superfície do substrato com uma camada fina de resiste. A fim de minimizar todas as possíveis contaminações, o depósito é realizado em uma sala limpa (onde o número de partículas por volume é controlado). Para obter uma camada fina de resiste é utilizado um *"Spin Coater"* (G3 spin coater model G3P-8 – specialty coating systems SCS), que é um dispositivo que faz a amostra girar com grande velocidade. Assim que o substrato gira, o resiste, que é colocado sobre o substrato, se espalha radialmente para fora. Durante a rotação, ao mesmo tempo em que o resiste se espalha sobre o substrato

a evaporação do solvente faz aumentar a concentração de sólidos, isso leva a um aumento de viscosidade e finalmente, a formação de um filme sólido. Essa técnica nos permite espalhar o resiste uniformemente sobre o substrato sem a formação de micro-bolhas de ar no filme de resiste. Um esquema do espalhamento do resiste é mostrado na Figura 3.2.

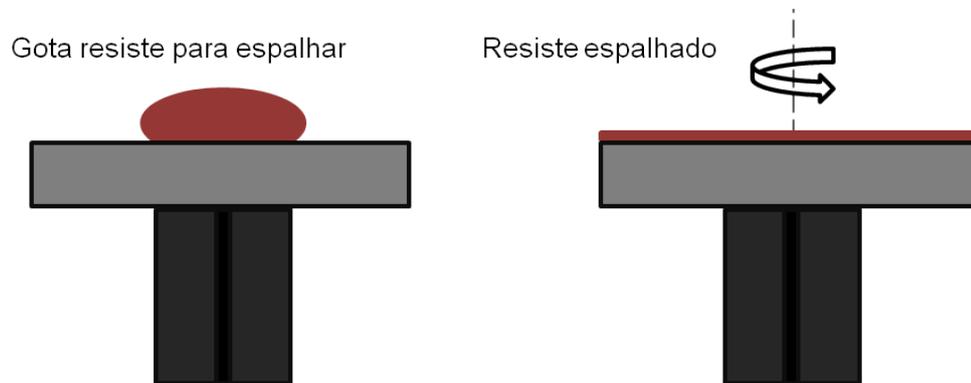


Figura 3.2: Esquema representando o espalhamento do resiste. O espalhamento é feito por centrifugação usando um *Spin Coater*.

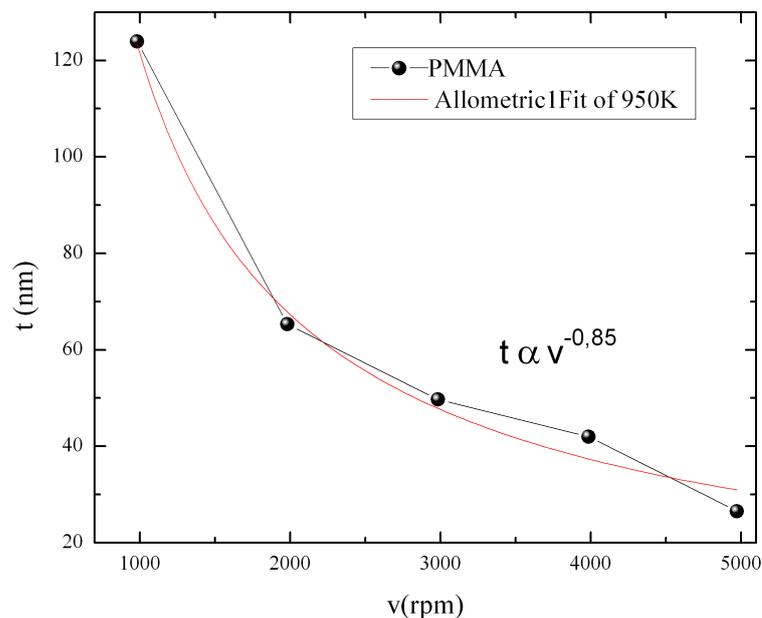


Figura 3.3: Curva da espessura do resiste como função da velocidade de rotação do *Spin Coater*. A curva em vermelho é um *fitting* usando o método chi-quadrado para determinar o expoente da velocidade. Dados experimentais retirados do manual de referência do PMMA 950K.

A espessura do resiste depende das propriedades do polímero utilizado, de sua concentração e, principalmente, dos parâmetros de rotação. A Figura 3.3 mostra como a espessura (t) pode ser estimada pela seguinte fórmula:

$$t = \frac{KC^\beta}{W^\alpha}. \quad (3.1)$$

Onde C é a concentração do resiste, W a velocidade de rotação, e K , α e β são constantes determinadas experimentalmente.

Recozimento do resiste

Aquecer a amostra após a deposição do resiste elimina inteiramente o solvente do resiste. Além disso, ajuda a relaxar as tensões acumuladas no filme, a diminuir a rugosidade do resiste e a melhorar a adesão ao substrato. As condições do recozimento utilizadas foram:

- Duração de 1 minuto
- Temperatura de $110^\circ C$

Exposição ao Feixe de Elétrons

Na exposição do PMMA ao feixe de elétrons, colisões inelásticas entre elétrons incidentes e os átomos de polímeros provocam ionização das moléculas do polímero e a formação de radicais e de espécies descarregadas de baixo peso molecular [25]. Essas ionizações desencadeiam uma série de reações químicas dentro do resiste. A energia necessária para iniciar essas reações é muito fraca, da ordem de 5 eV [26]. Todos os elétrons possuem uma energia superior (elétrons do feixe primário, os elétrons retroespalhados e secundários) e, portanto, causam modificações químicas provocando a quebra das moléculas (sensibilização) do resiste (ver Figura 3.4).

Revelação

O passo seguinte a exposição do resiste é a revelação do desenho. A amostra que foi sensibilizada é mergulhada em uma solução reveladora (AR 600-56), e a diferença de peso molecular entre as partes irradiada e não irradiada resulta em uma diferença de velocidade de solubilidade no solvente. Isto leva ao aparecimento da imagem desenhada na camada do resiste.

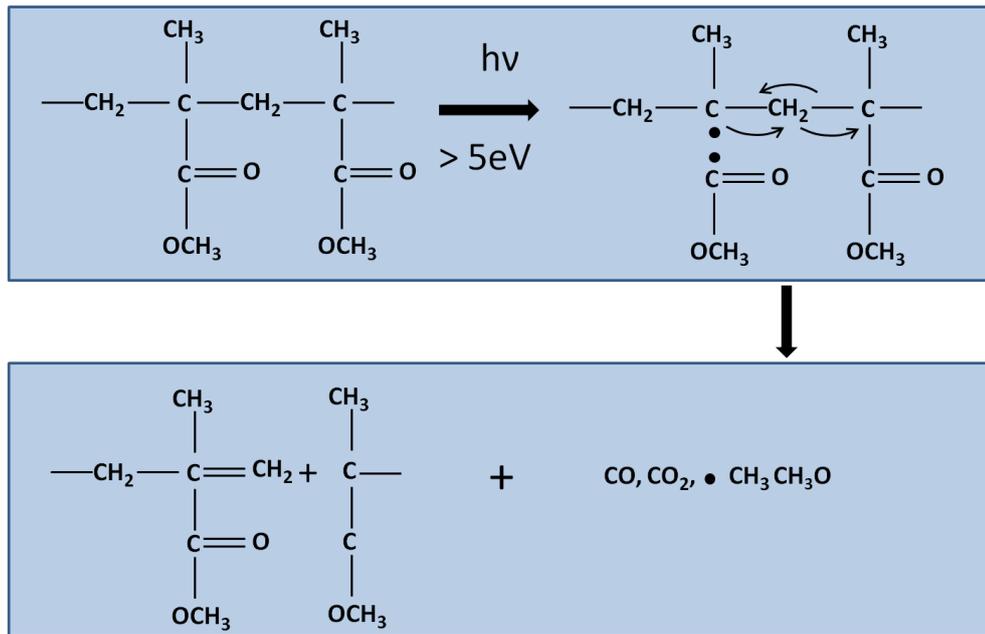


Figura 3.4: Reação química no PMMA durante a exposição ao feixe de elétrons

A revelação é um procedimento rápido, porém crucial, e as condições de revelação (solvente, tempo, temperatura, agitação) devem ser escolhidas em função das condições de exposição, afim de que uma pequena diferença de exposição produza uma grande diferença de dissolução do resiste na revelação. O tempo utilizado na revelação foi de 72 s.

Transferência de padrões

Após a exposição e revelação correspondentes a imagem estará presente como um molde no resiste. A função deste último será para atuar como intermediário para a transferência da imagem para o substrato. A transferência requer que a reprodução seja o mais parecido possível a imagem presente no resiste. Nessa dissertação a técnica utilizada para a transferência foi o *lift-off*.

A técnica *lift-off*:

Um desenho que funciona como um molde de resiste que é obtido diretamente sobre o substrato (no nosso caso o silício-Si), então uma fina camada de um material é depositada na amostra. O material é depositado tanto sobre o resiste, que permaneceu após a revelação, quanto sobre o

substrato puro. A amostra é colocada em acetona e ultra-som, e somente nas regiões em que o material está diretamente em contato com o substrato permanecem, obtendo o desenho desejado (ver Figura 3.5).

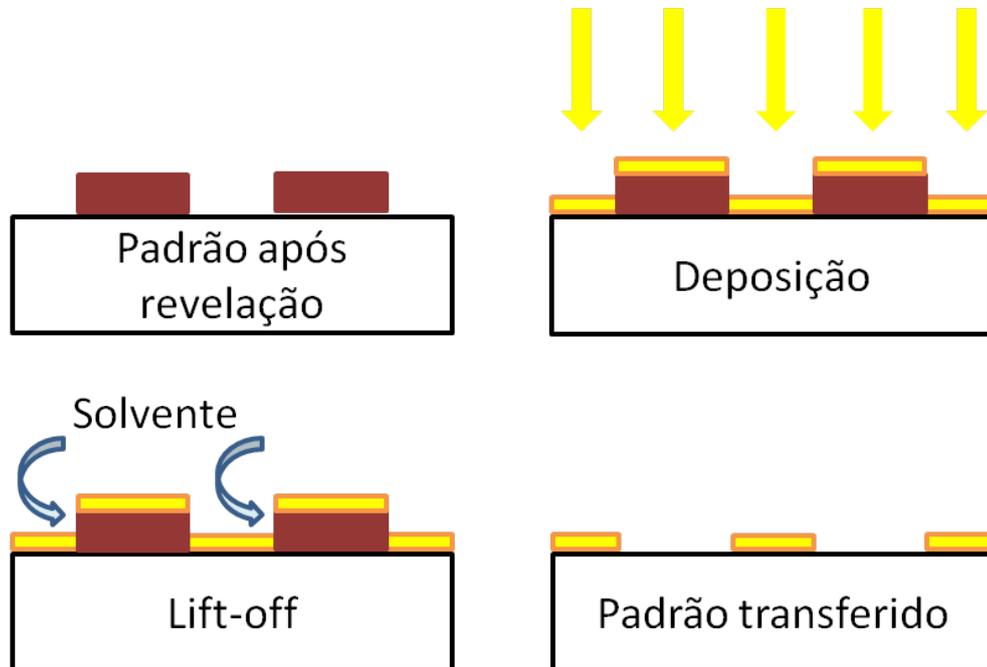


Figura 3.5: Esquema representando o Lift-off.

No processo de *lift-off* é essencial que além de um filme de qualidade (filme com boa aderência ao substrato e com mínimo de rugosidade), seja descontínuo nas bordas do resiste, isso é o que permite que o solvente penetre e dissolva o resiste. A condição para se ter essa descontinuidade é que a espessura do filme seja de até 30% da espessura do resiste.

3.2 Sistema de litografia Óptica

Litografia óptica é usada para transferir um desenho em uma máscara para um resiste foto-sensível que recobre a amostra. Aqui, são descritos os três passos necessários no processo litográfico.

- I) A superfície da amostra é revestida com uma fina camada ($0,3\ \mu\text{m}$ - $3\ \mu\text{m}$) de resiste foto-sensível, como mostrado na figura 3.6(a). Assim como na litografia por feixe de elétrons

o resiste, para assegurar a homogeneidade e a continuidade da camada, é espalhado sobre a superfície da amostra com ajuda de um *spin coater*.

II) Neste passo, representado pela Figura 3.6(b), o resiste é irradiado com radiação Ultra-Violeta (UV) com uso de uma máscara física. A máscara é uma lâmina de quartzo, na qual os desenhos que queremos transferir para a amostra são feitos como uma sucessão de regiões transparentes e opacas na superfície da lâmina, que pode ser negativa ou positiva. A máscara é positiva quando as regiões opacas correspondem as geometrias do desenho na máscara. O valor do comprimento de onda da radiação incidente, a espessura do resiste e o desempenho da máscara alinhadora limita a resolução espacial do processo. A alinhadora UV (360 nm) usada tem uma resolução espacial de 1 μm .

III) O passo representado pelas figuras 3.6 (c) e (d) corresponde a revelação. O processo de revelação na litografia óptica é semelhante ao da litografia por feixe de elétrons, só difere pela solução reveladora (AR 300-47, 4:1) usada. Aqui a revelação também pode ser positiva ou negativa. Após uma reação positiva, o resiste que tinha sido irradiado é revelado enquanto que no negativo a região não irradiada é revelada. Consequentemente, em função da máscara utilizada e do tipo de resiste se tem duas situações.

1. Uma máscara positiva e um resiste positivo é equivalente a uma máscara negativa e um resiste negativo, e
2. Um a máscara positiva e um resiste negativo é equivalente a uma máscara negativa e um resiste positivo.

Nesse trabalho usamos uma máscara positiva e um resiste positivo (AR-P 3740).

3.3 Sistema de *Sputtering*

A técnica de sputtering consiste em bombardear o alvo com um feixe de íons de um gás inerte (geralmente argônio) ou uma mistura de gases. Um par de eletrodos é posto em uma câmara a alto vácuo, um deles é o alvo, mantido com potencial negativo. Do lado oposto ao

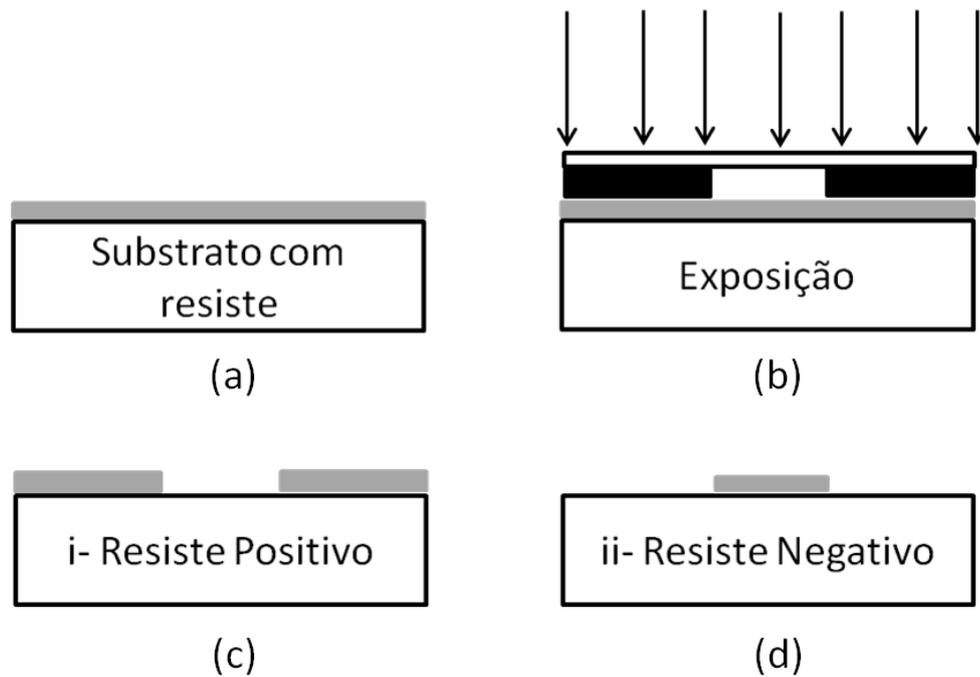


Figura 3.6: Esquema representando o Litografia Óptica

alvo é colocado um suporte com o substrato, o qual é aterrado ou mantido em potencial flutuante. Dentro da câmara, o campo elétrico produz íons de gás positivos que são acelerados em direção ao eletrodo negativo (alvo) e arrancam átomos e moléculas (neutras) por transferência de energia. O material arrancado viaja através do gás e se deposita no substrato. Um esquema simplificado do *Sputtering* está mostrado na Figura 3.7.

Neste trabalho os filmes foram depositados por "*Magnetron Sputtering*" com pressão de base de 2×6.10^{-8} Torr em uma atmosfera de Argônio (Ar) de 5 mTorr, o fluxo de Ar foi de aproximadamente 50,0 sccm (centímetro cúbico padrão por minuto). O sistema utilizado possui quatro canhões, um com alvos de $Ni_{81}Fe_{19}$ alimentado por uma fonte RF, de Ta e Au alimentados por fontes DC.

Calibração da Taxa de Deposição

Controlar a espessura dos filmes é essencial para o sucesso da fabricação das amostra, visto que a espessura do filme deve ser 30% da espessura do resiste, e deve-se sempre calibrar as taxas de deposição.

A calibração da taxa de deposição foi feita utilizando a técnica de Difração de Raios-X

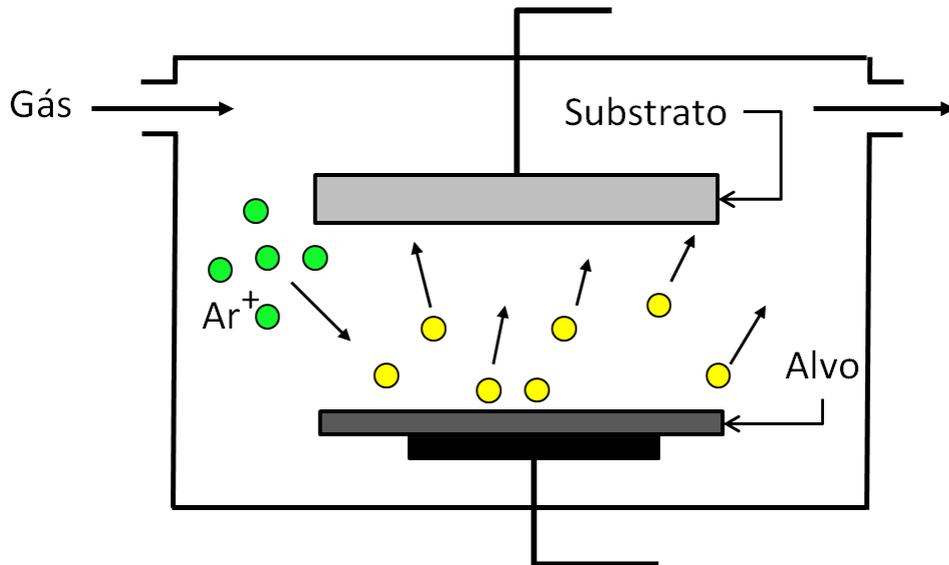


Figura 3.7: Esquema representando os principais componentes do *Sputtering*

(DRX), com incidência rasante (2° - 10°), no Difratorômetro X'Pert PRO da marca Panalytical. A radiação emitida (Cu-K α) pelo difratômetro possui comprimento de onda de $1,54056 \text{ \AA}$.

Foram depositados filmes finos de Ta, $Ni_{81}Fe_{19}$ e Au com parâmetros de deposição aproximados por tentativas e se esperava obter filmes de aproximadamente 60 nm.

A partir dos espectros de DRX foram localizados os picos de difração de Bragg e construído um gráfico do vetor de espalhamento q (3.2) em função do índice n que indica o número do pico de difração achado, onde o módulo deste vetor espalhamento é calculado pela expressão

$$q = \frac{4\pi \sin \theta}{\lambda}, \quad (3.2)$$

onde θ é o ângulo de cada pico de Bragg e λ é o comprimento de onda dos raios-X emitidos pelo tubo do difratômetro. Foi executado um ajuste linear ($q = an + b$) dos valores achados e a partir do coeficiente angular a da reta, calculamos a espessura t dos filmes:

$$t = \frac{2\pi}{a}. \quad (3.3)$$

Assim, usando a seguinte equação calculamos a taxa de deposição τ dos alvos:

$$\tau = \frac{t}{T}, \quad (3.4)$$

onde T é o tempo de deposição utilizado para o filme de calibração. Os espectros de raios-X a baixos ângulos dos filmes finos de $Ni_{81}Fe_{19}$, Au e Ta depositados sobre Si(100) são apresentados na Figura 3.8, juntamente com os gráficos do vetor espalhamento q vs. seu índice n e o ajuste linear ($q = an + b$) de cada valor medido. A taxa de deposição, o tipo de fonte do canhão e a potência escolhida para a deposição de cada alvo são apresentados na Tabela 3.1.

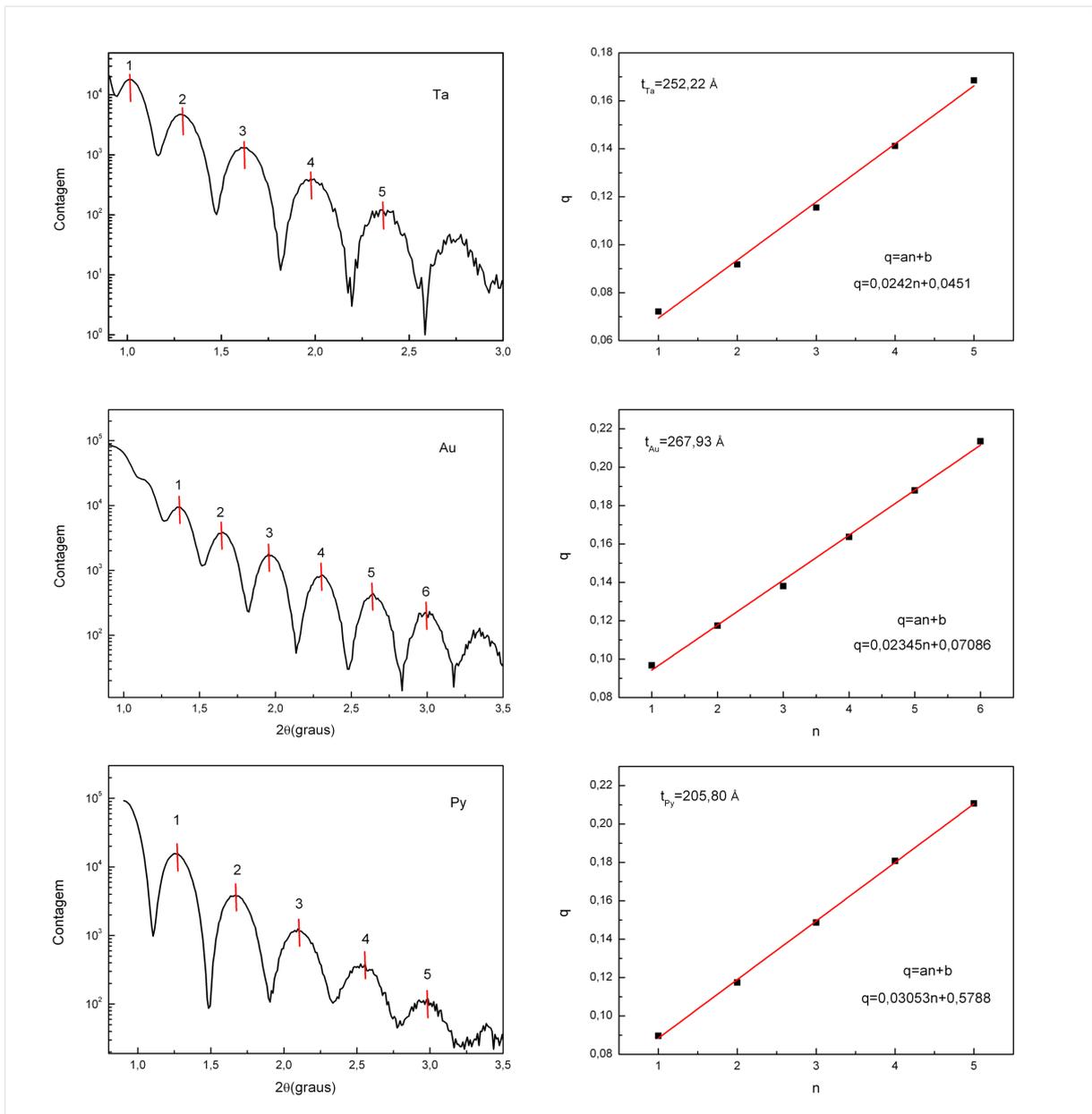


Figura 3.8: A esquerda: espectros de raios-X para ângulos com incidência rasante dos filmes de Ta, Au e NiFe. A direita: os gráficos de q em função de n e o ajuste linear ($q = an + b$). Os pontos pretos indicam os dados experimentais e a reta vermelha o ajuste linear.

Tabela 3.1: A taxa de deposição, o tipo de fonte do canhão e a potência escolhida para a deposição de cada alvo

Alvo	Taxa de deposição	Fonte de Alimentação	Potência ou Corrente
Ta	2,27 Å /s	DC	150 mA (249 V)
$Ni_{81}Fe_{19}$	0,89 Å /s	RF	65 W ($R : 0$ W)
Au	2,5 Å /s	DC	50 mA (279 V)

3.4 Caracterização Magnética Por Efeito Kerr

O princípio desta técnica consiste em medir a rotação do plano de polarização ou a elipticidade de um feixe de laser incidente após este ser refletido por uma superfície magnetizada sob ação de um campo magnético (ver Figura 3.9). Dependendo da orientação relativa da magnetização da amostra com o plano de incidência da luz polarizada, podemos diferenciar o efeito de Kerr em três configurações (Figura 3.10):

- i A configuração polar a componente sensível da magnetização é perpendicular a amostra e está contida no plano de incidência da luz (Figura 3.10 a).
- ii A configuração longitudinal é sensível a componente da magnetização paralela ao plano da amostra e paralela ao plano de incidência (Figura 3.10 b).
- iii Na configuração transversal mede-se a componente da magnetização orientada no plano da amostra e perpendicular ao plano de incidência do feixe de laser (Figura 3.10 c).

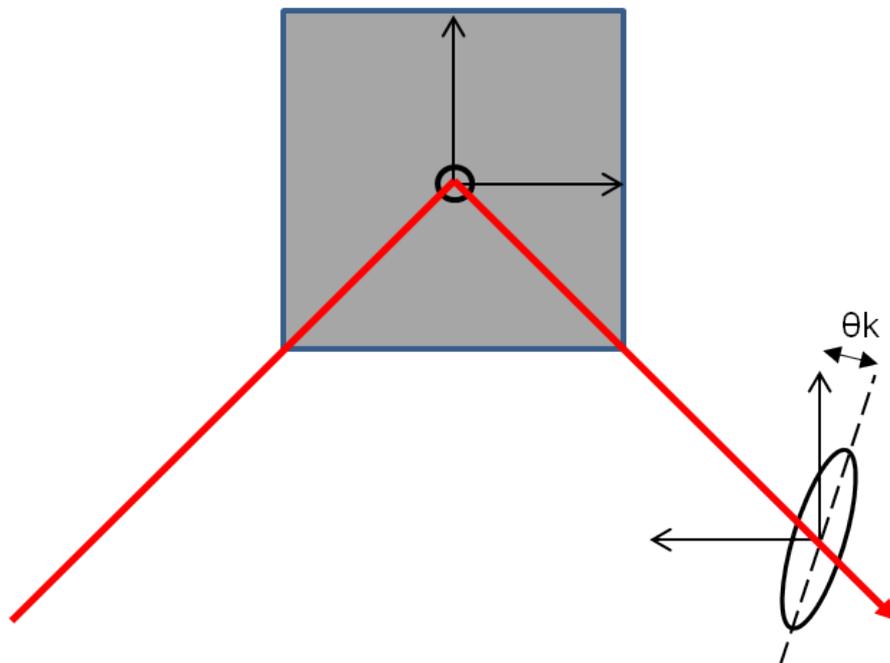


Figura 3.9: Rotação do plano de polarização após reflexão da luz por uma amostra magnética para efeito Kerr magneto-óptico longitudinal.

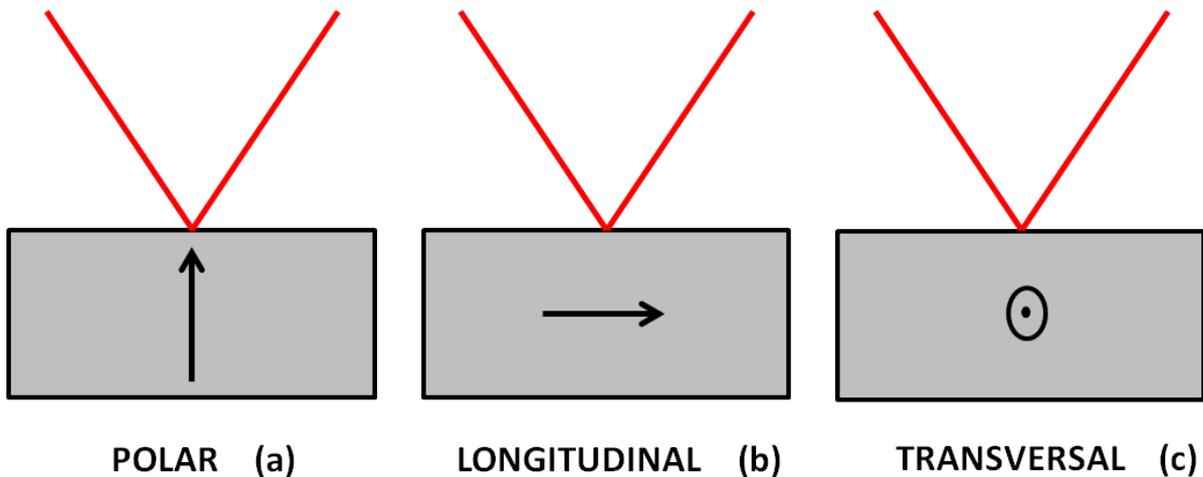


Figura 3.10: Configuração da geometria experimental MOKE: polar (a), longitudinal (b), e transversal (c).

A montagem experimental MOKE usada em nossos experimentos está representada pela Figura 3.11 e se baseia na configuração longitudinal. A fonte de luz é um laser de diodo, que emite luz monocromática com comprimento de onda 670 nm (linha vermelha) e potência estimada entre 7 mW-10 mW. O laser envia um feixe, a uma amostra colocada entre duas bobinas de um solenoide alimentado por um gerador de corrente contínua. Primeiro o feixe passa através de um polarizador, usado para que a luz incidente tenha estado de polarização linear, em seguida, incide na amostra. Após reflexão sobre a amostra, o feixe passa através de um foto-modulador (PEM-SEM controler modulator) que fornece uma fase dependente do tempo e com frequência de 50 KHz entre as componentes de polarização de entrada de luz (essa modulação é usada como condição inicial ou referência para filtrar o sinal da medida). O feixe modulado passa por um analisador antes de atingir um fotomultiplicador. O detector usado é um foto-díodo sensível a vários comprimentos de onda (New Focus-model 2031). O detector transforma o sinal luminoso em elétrico que é amplificado por um lock-in (model 7265 DSP/ que opera com sensibilidade entre 1 V e $5\mu V$ e nas nossas medidas com tempo de integração de 10 ms) e direcionado para um osciloscópio. A aquisição de dados é realizada por um computador com ajuda de um programa chamado Open Choice-VISA (Software disponibilizado pela National Instrument).

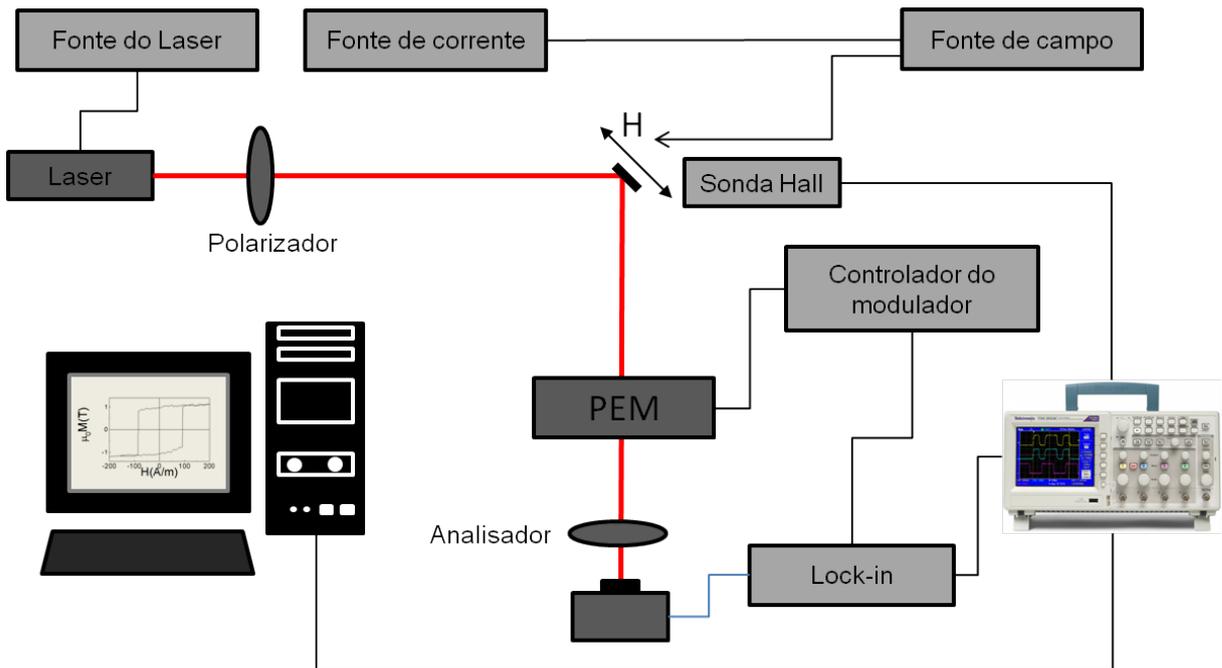


Figura 3.11: Montagem experimental MOKE na configuração longitudinal usando um modulador fotoelástico.

3.5 Magnetotransporte em Função da Temperatura

Para estudar medidas de transporte elétrico das amostras em função da temperatura e campo magnético foi utilizado um conjunto de equipamentos:

- i) Um sistema Keithley combinado composto por uma fonte DC e AC 6221 e um nanovoltmeter 2182A.
- ii) Um refrigerador de ciclo fechado (Janis). Por meio de um ciclo termodinâmico com gás de He, o criostato abaixa a temperatura da amostra até 6 K. O controle da temperatura é realizado usando parâmetros PID padrões com o controlador- Lake Shore Cryotronics 332.
- iii) Um elétron-ímã (GMW modelo 5403). Fornecendo um campo máximo de 10 KOe. Controlado por uma fonte Kepco.

O controle de todos os equipamentos via PC foi projetado em Labview. Os projetos no Labview foram feitos em conjunto com o integrante do grupo e doutorando *Alexandre Medeiros*. Para as medidas de curvas da corrente em função da tensão (I vs V) foi usado um *vi* (KI6220-*vi*-

disponibilizado pela Keithley) que controla o sistema Keithley combinado. Para adquirir os dados das medidas de magneto-transporte construímos um *vi*, ver Figura 3.12, que automatiza os multímetros e a fonte de campo. O *vi* que adquire os dados de resistência e plota em função do campo magnético, é programado para utilizar o modo delta do equipamento, em que a voltagem é medida com alternância entre amplitudes de corrente positiva e negativa. Isso permite o cancelamento de voltagens termelétricas constantes devido a corrente de teste alternada. Esse método reduz significativamente o ruído branco, resultando em medidas mais precisas de resistências baixas quando é necessário aplicar uma potência muito baixa.

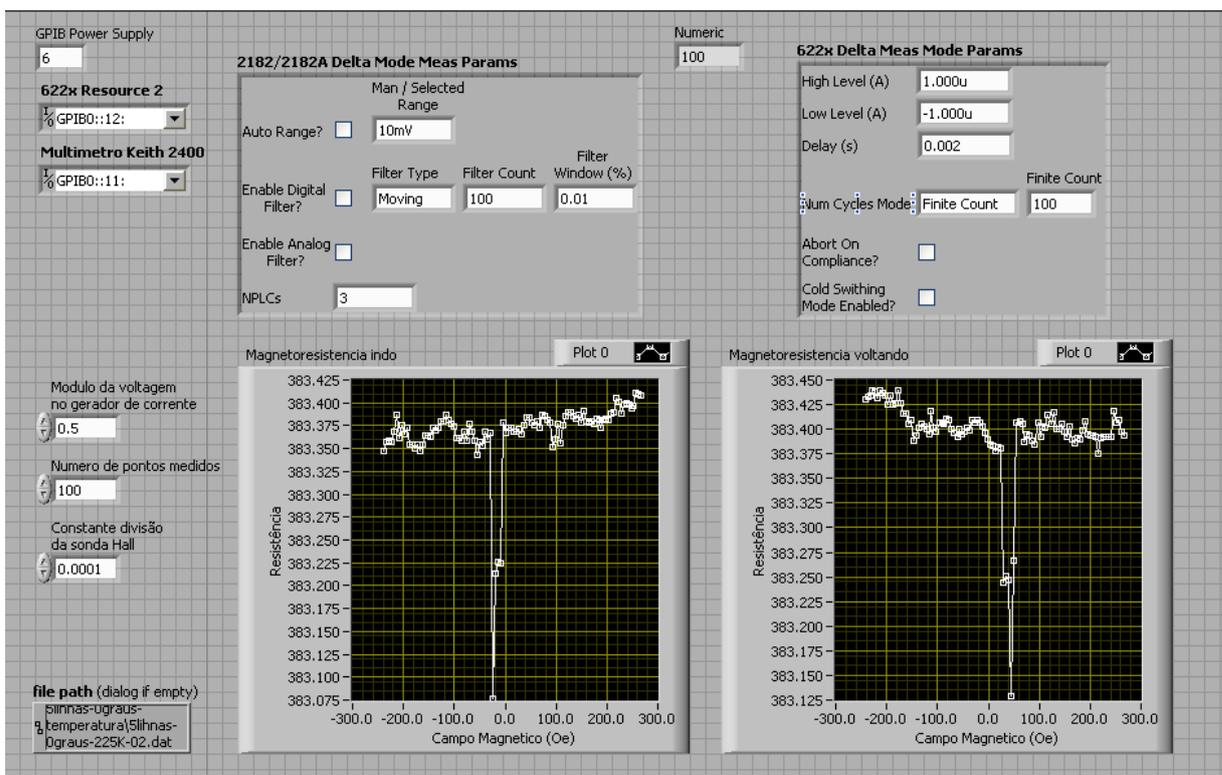


Figura 3.12: Painel do programa feito em Labview para medidas de magneto-transporte .

Um esquema do sistema está representado na Figura 3.13. As medidas elétricas foram feitas com a configuração 4-pontas, para evitar medidas de resistências dos contatos. Medimos a variação da resistência elétrica na presença de um campo magnético DC. Usamos o criostato para abaixar a temperatura da amostra e estudar a coercividade do material.

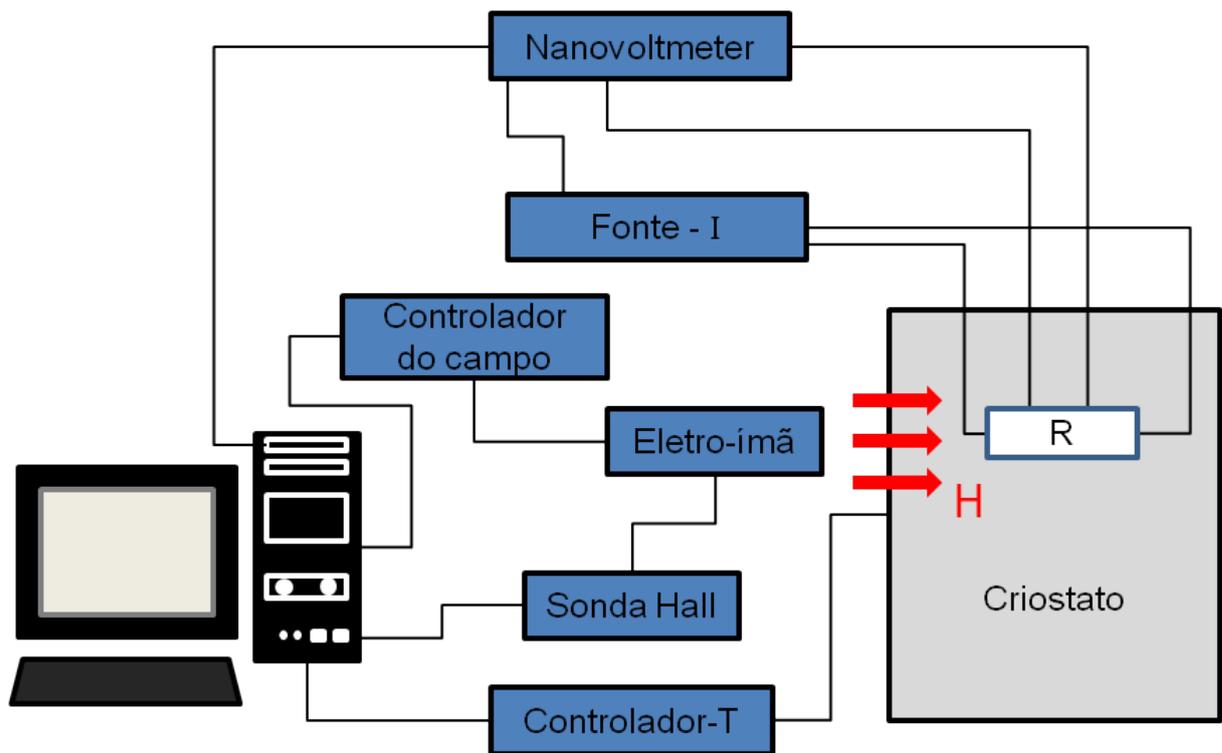


Figura 3.13: Esquema do sistema de medidas de magnetotransporte como uma função da temperatura

4. Resultados e Discussão

Neste capítulo são apresentados e discutidos os resultados obtidos na fabricação das amostras, nas medidas de transporte eletrônico e magnetorresistência das linhas de permalloy e nos eletrodos magnéticos conectados por uma ponte semi-condutora de Cu_2O .

A apresentação dos resultados será dividida em três partes, na primeira será apresentada a etapa de fabricação das linhas que passa por 4 etapas, desde a produção até a realização das medidas.

Fabricar somente a linha de permalloy diretamente no substrato é uma tarefa difícil, e quando se trata de fabricar tal linha com contatos de ouro para medição a tarefa se torna mais difícil. Para fabricar a linha e contatos a amostra passa por três processos de litografia, e podemos dizer que para essa operação ser bem sucedida todas as etapas da produção devem ser executadas com muito cuidado.

4.1 Preparação das amostras

- Etapa 1-Contatos

Os pad's para os contatos elétricos são feitos por litografia óptica, o procedimento foi explicado na seção 3.2 e segue os seguintes passos:

- a) Limpeza do silício

O silício usado como substrato é do tipo-p dopado com boro, possui resistividade entre 1 e $100\Omega\text{cm}$ com orientação cristalina $\langle 100 \rangle$.

- b) Deposição da resina óptica (fotorresiste)

Após a limpeza o silício é posto em uma chapa quente, a 110° C, por 5 minutos para ajudar na evaporação da acetona e gotículas de água. Transferimos o substrato da chapa quente para um spin coater (spinner), em seguida gotejamos e com o giro do prato o fotorresiste (AR-P 3740) é espalhado sobre o silício. O silício gira 4000 rpm durante 2 minutos, ao final a espessura do resiste é de 1,4 μ m. Após espalharmos o resiste levamos o substrato novamente a chapa quente por exatos 60 s. A Figura 4.1 mostra o resiste quando retiramos do spinner. Note que a diferença de coloração está ligada a diferentes espessuras de resiste.

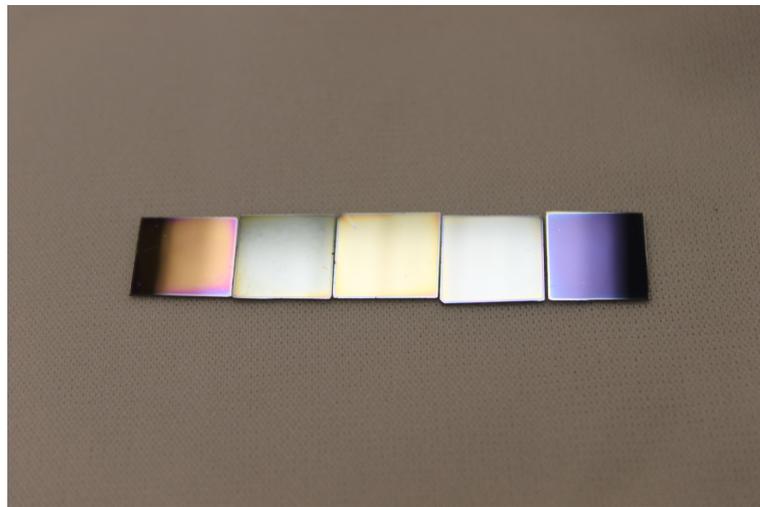


Figura 4.1: Foto resiste com espessuras diferentes, espalhado em um substrato de óxido de silício (SiO_2) utilizando um spinner.

c) Exposição à luz UV

Levamos o substrato com resiste para a foto alinhadora e alinhamos o substrato com a máscara e colocamos o tempo de exposição de 20 s. A máscara foi fabricada no LAAS/CNRS/Toulouse (França) e a Figura 4.2 mostra o desenho usado na fabricação da máscara

d) Revelação

Mergulhamos o substrato na solução reveladora (AR 300-47, diluição 4:1) por 60 s, retiramos e lavamos com água deionizada.

e) Deposição de cromo e ouro

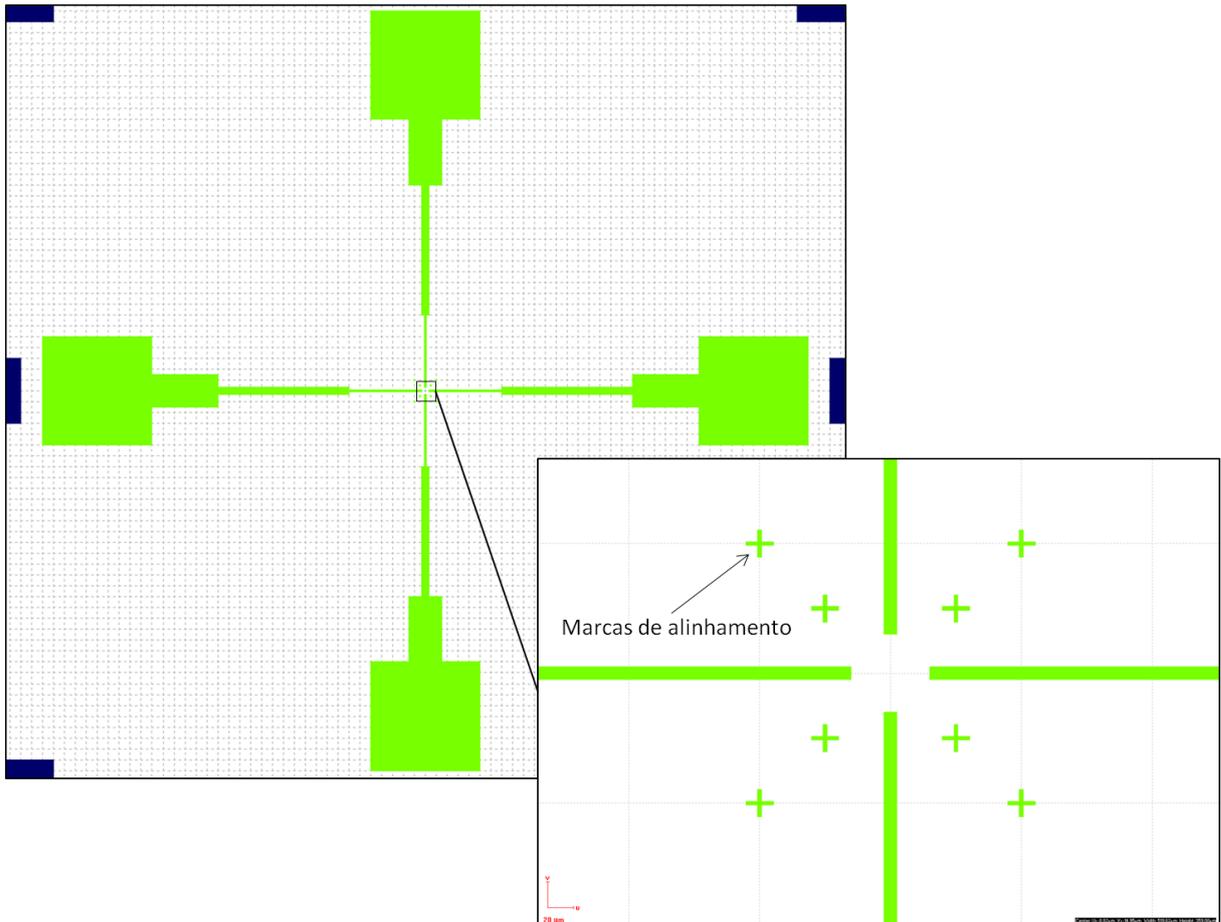


Figura 4.2: Desenho projetado por computador da máscara usada na fabricação dos contatos por litografia óptica. A máscara foi fabricada no LAAS/CNRS/Toulouse (França)

Nossos pad's de contatos são feitos com 10 nm de cromo (Cr) e 90 nm de ouro (Au). O cromo é utilizado para dar aderência ao ouro sobre o silício.

f) *Lift-off*

Esse é o último passo da fabricação do contato. Após a deposição do ouro, mergulhamos o substrato em acetona e esperamos o filme cisalhar, em seguida levamos ao ultrassom para que todo o resiste seja retirado. Com o *lift-off* bem sucedido lavamos o substrato, já com os contatos de ouro, com acetona ultra-pura, sem partículas, e água deionizada e partimos para a etapa seguinte.

- Etapa 2-Fabricação da linha

A linha de permalloy (Py) foi fabricada com uso da litografia por feixe de elétrons. Foram feitas linhas de Py com largura de 200 nm. Na litografia é essencial ter um subs-

trato livre de sujeira, a cada etapa temos que colocar resiste e é difícil manter o substrato limpo. A cada etapa o substrato possui uma microestrutura e não podemos danificá-la com o processo de limpeza. Devemos portanto ter muito cuidado para não contaminar o substrato com partículas. Foram muitas as amostras que não funcionaram devido a contaminação. Essa contaminação não é apenas externa, quando o *lift-off* na Etapa 1 não retira completamente o resiste do substrato, isso afeta todas as outras etapas. A Figura 4.1 mostra um exemplo de duas amostras que não funcionaram, em (a) o *lift-off* não ficou bom deixando restos de resiste na estrutura, enquanto que em (b) mostra que o *lift-off* retira a estrutura. Provavelmente ainda havia resiste embaixo da estrutura, que pode ter ficado desde a primeira etapa ou o tempo de revelação na Etapa 2 não foi o suficiente para dissolver todo o resiste sensibilizado.

a) Deposição do PMMA

Assim como na Etapa 1, o substrato é esquentado por 5 minutos e o resiste sensível para elétron (PMMA-950K AR-P672.045) é espalhado com a ajuda do Spinner. Em seguida o PMMA é recozido por 60s.

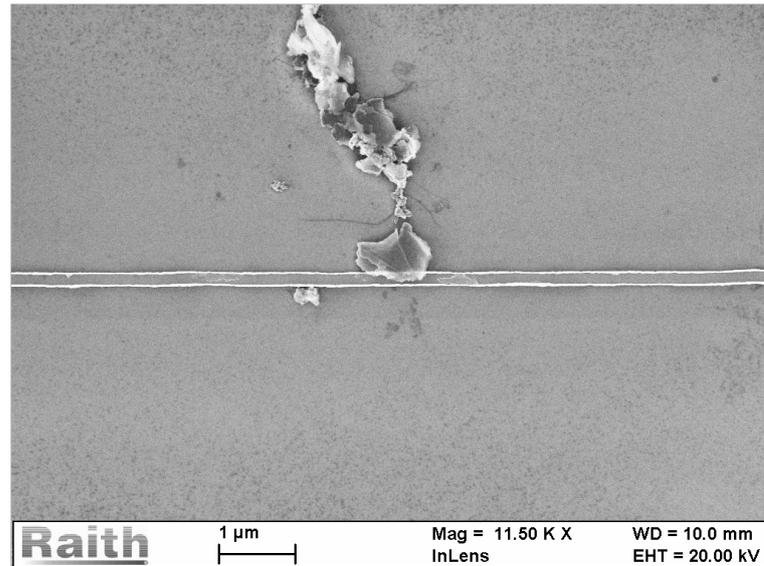
b) Exposição ao feixe de elétrons

Diferente da litografia óptica nesta etapa a máscara não é utilizada. O substrato é posto no porta amostra e o feixe de elétrons escreve diretamente o desenho da linha. Como é apenas uma linha de 200 nm de largura e 50 micrômetros de comprimento, a exposição demora alguns segundos, e alguns minutos se uma rede de linhas for exposta. O mais demorado na litografia é o processo de alinhamento do substrato. A Figura 4.4 mostra as amostras já com o PMMA no porta amostra do sistema de litografia(eLine).

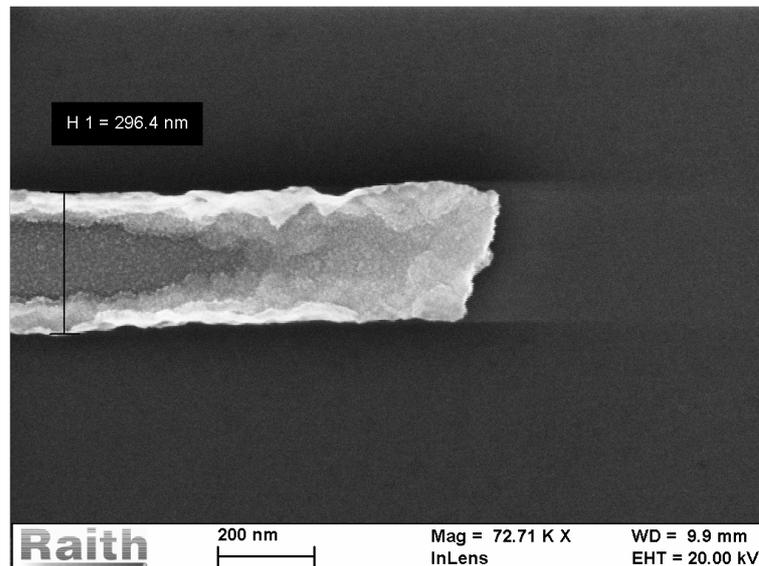
c) Revelação

Este passo não é diferente do passo (d) da Etapa 1, exceto pela solução reveladora (AR 600-56) e o uso do *Stopper* (AR 600-60)

d) Deposição de permalloy



(a) Linha contaminada



(b) Linha destruída

Figura 4.3: A figura (a) mostra uma linha de permalloy contaminada com uma partícula e a figura (b) uma das linhas que foi destruída no lift-off.

Foram depositados 40 nm de permalloy com fonte RF com 65 W de potência. A taxa de deposição foi de $0,89 \text{ \AA/s}$ com pressão de base de $5 \cdot 10^{-8} \text{ Torr}$ e atmosfera de Ar de 5 mTorr, e o fluxo de Ar foi de 50 sccm (centímetro cúbico padrão por minuto).

e) *Lift-off*

O procedimento é o mesmo do passo (f) da Etapa 1.

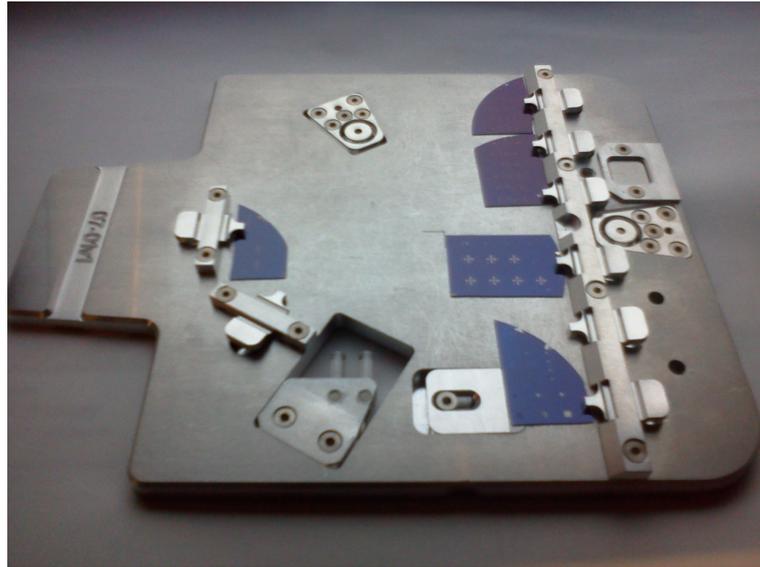


Figura 4.4: Porta amostra do eline com as amostras posicionadas.

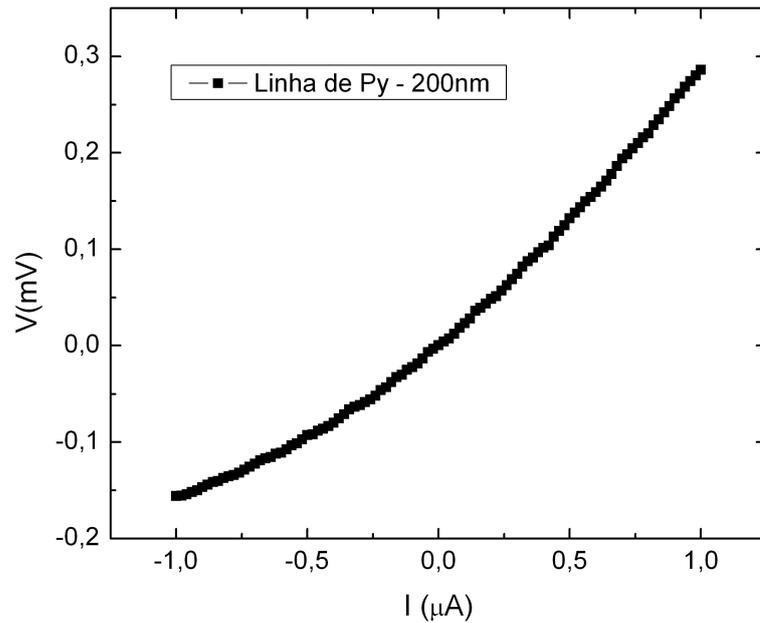
- Etapa 3- Finalizando com a deposição dos contatos

Essa etapa é para fazer os contatos entre os *pad's* feitos na etapa 1 com as linhas feitas na segunda etapa, que é muito crítica, pois o contato ôhmico é necessário para as medidas elétricas. E em muitas amostras houve um comportamento diferente, possivelmente houve contaminação entre a segunda etapa e a terceira. Uma possível solução para o problema é fazer *Etching* de plasma de argônio (Ar) de 5 minutos antes de depositar o contato. A Figura 4.1 mostra curvas da tensão em função da corrente (I vs V). A curva (a), obtida de uma amostra na qual não fizemos *Etching* apresenta contato com barreira e a curva (b) obtido de uma amostra em que se fez *Etching*, antes do contato da Etapa 3, o comportamento é de contato ôhmico.

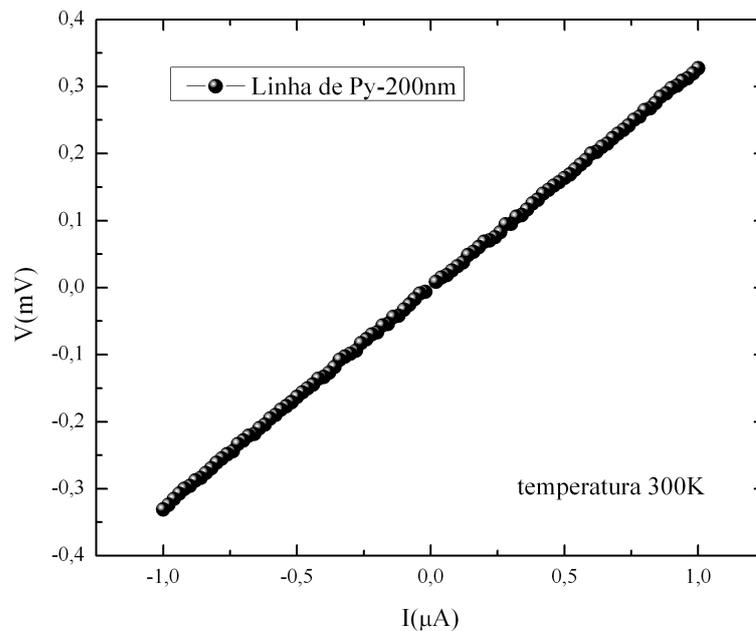
A figura 4.6 mostra a amostra em sua forma final após essas 3 etapas de fabricação.

- Etapa 4- Solda dos Contatos

Para fixar a amostra no porta-amostra que vai para o criostato, utilizamos uma fita dupla face e em seguida fizemos contatos com fios de ouro sobre os *pad's* de ouro, com auxílio da máquina de solda (*wirebonding*/HYBOND-modelo 572A). Esse aparelho utiliza ultrassom para soldar os fios de ouro. Inicialmente só era possível soldar com o *wirebonding* filmes com espessuras acima de 300 nm, isso dificultou a preparação dos



(a) Curva IxV com barreira



(b) Curva IxV com comportamento Ôhmico

Figura 4.5: A figura (a) mostra a curva IxV de uma linha que não foi feito etching e a figura (b) a curva IxV de uma linha em que foi feito etching antes do contato da etapa 3.

pad's pois a espessura do resiste usado era de $1,4\mu\text{m}$ e quando o filme era muito espesso o *lift-off* não funciona direito. Quando usávamos uma espessura menor e tentávamos soldar o filme era danificado devido ao ultrassom. Os parâmetros de soldagem, intensidade de ultrassom, tempo de ultrassom e força aplica pela ponta de solda, variam com a

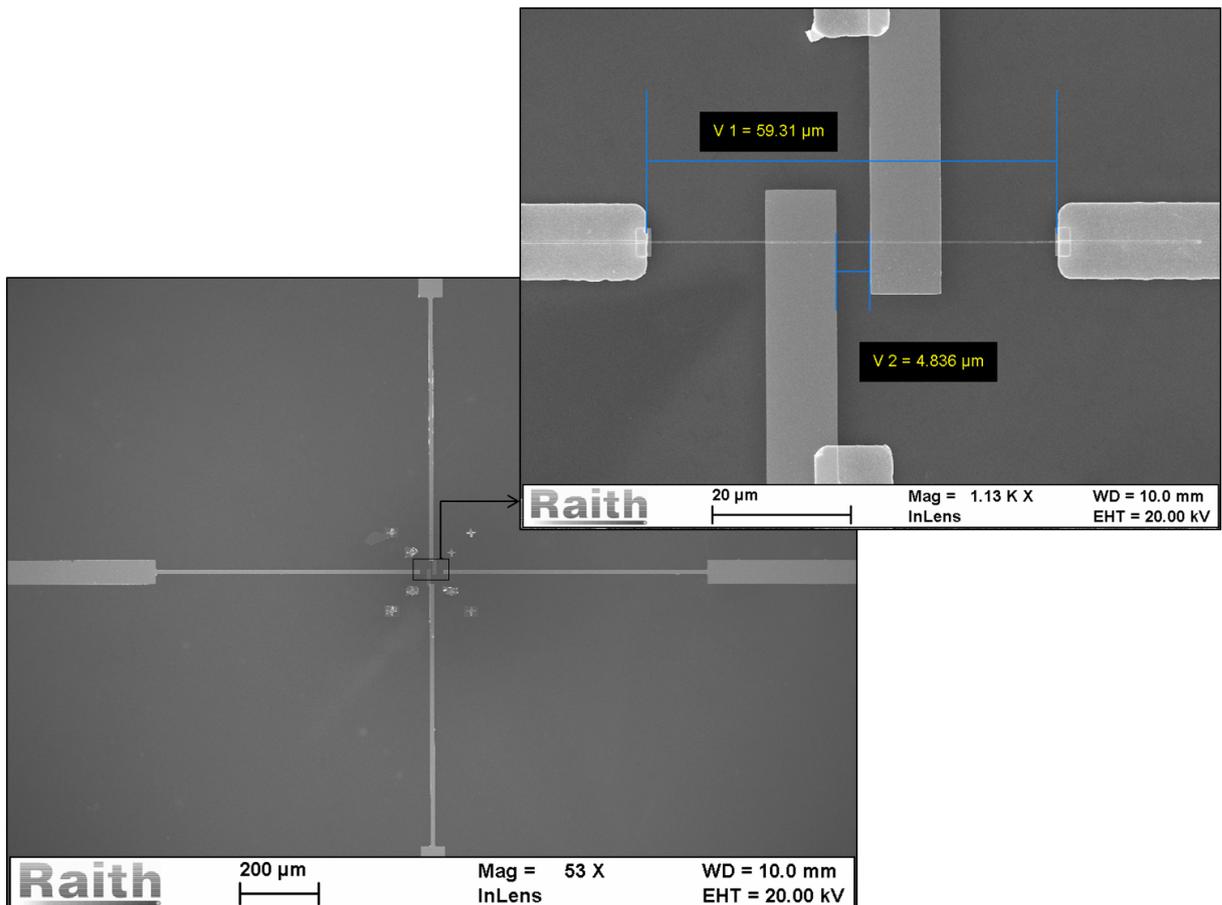


Figura 4.6: Imagem de MEV da amostra finalizada, antes de medirmos magnetorresistência

espessura e a adesão do filme ao substrato. Fazendo testes verificamos que o problema era que a adesão do filme que não estava boa, devido a limpeza não ser adequada. Após verificarmos os passos da limpeza e refazê-los, conseguimos soldar com facilidade em filmes de até 100 nm de espessura. Todos os contatos têm 100 nm de espessura (10 nm de Cr e 90 nm de Au).

4.2 Magnetorresistência

Foram feitas medidas de magnetorresistência para a linha de 200 nm de largura, 40 nm de espessura e 50 μm de comprimento, para diferentes ângulos entre a direção do campo magnético e a corrente aplicada (ver Figura 4.8). A Figura 4.8 mostra um comportamento típico da magnetorresistência anisotrópica (AMR), que é a variação da resposta magnetorresistiva quando o

ângulo entre o campo magnético e a direção da corrente aplicada varia e a 4.7 mostra a definição dos ângulos entre o campo aplicado, a magnetização e a direção da corrente em relação ao eixo de anisotropia (A).

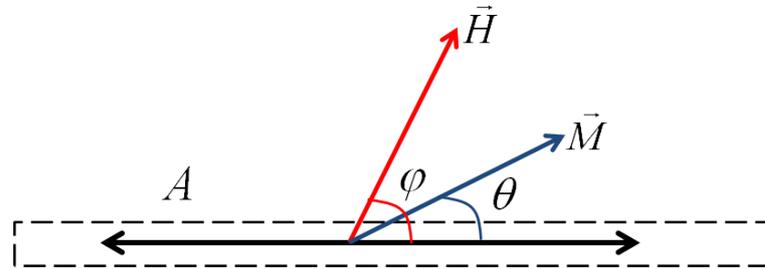


Figura 4.7: Esquema mostrando a definição dos ângulos entre o campo aplicado \vec{H} , a magnetização \vec{M} e a direção da corrente \vec{j} em relação ao eixo de anisotropia A .

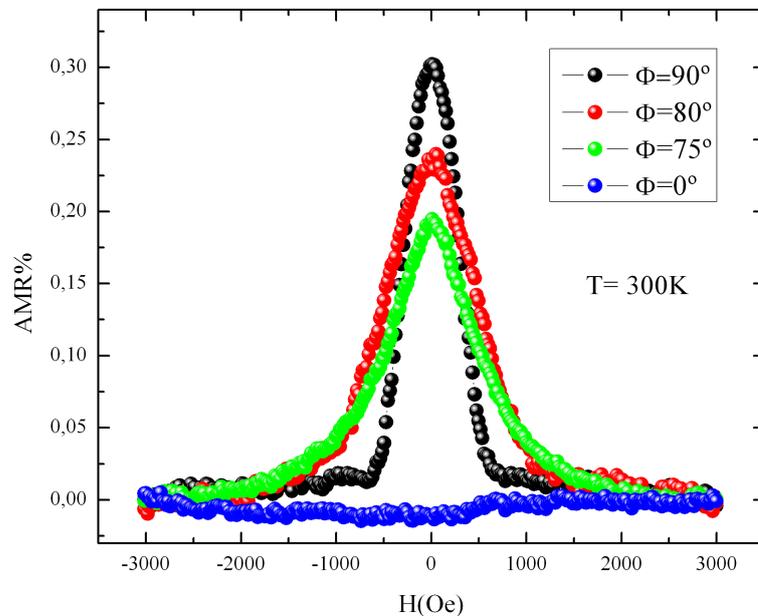


Figura 4.8: Magnetorresistência para $\varphi = 0^\circ, 75^\circ, 80^\circ$ e 90° .

As Figuras 4.2 mostram como as curvas de magnetorresistência mudam com a da temperatura. Com o ângulo φ fixo em 80° fizemos diversas curvas de magnetorresistência para temperaturas de 300 K, 250 K, 200 K, 150 K, 100 K, 50 K, 25 K e 6 K. Nas curvas com temperaturas no intervalo entre 6 K e 200 K (ver Figura 4.2(a)-(d)) é possível ver saltos na curva de magnetorresistência. Esses saltos ocorrem em um determinado campo magnético aplicado chamado campo de inversão H_{IN} , no qual a magnetização se inverte. À medida em que a temperatura aumenta o campo coercivo diminui e as curvas de AMR apresentam um comportamento reversível, ou

seja, não apresentam histerese. Além disso os saltos de inversão ficam menores e o campo de inversão diminui (ver Figuras 4.12 e 4.13). Quando a temperatura chega a 200 K as curvas de AMR não apresentam histerese, mas ainda é possível ver o salto de inversão (Figura ?? (d)). A partir 250 K o salto de inversão da magnetização desaparece completamente e podemos dizer que a curva é quase reversível, e com o campo coercivo muito pequeno.

Ao plotar os valores de AMR em função da temperatura (ver Figura ??) vemos que a porcentagem de MR diminui com o aumento da temperatura. A porcentagem diminuiu de 0,4% para 0,2% no intervalo de 100 K para 300 K. Note que os pontos da curva 4.10 correspondem ao máximo da variação da AMR para aquela temperatura.

Para essa mesma amostra foram repetidas as medidas de AMR em função da temperatura, mas agora com o ângulo entre a corrente e o campo aplicado igual a 0° . Com $\varphi = 0^\circ$ aparecem somente os saltos de inversão nas curvas de AMR, pois nesse caso a resistência permanece constante quando \vec{H} varia, exceto no momento da inversão (ver Figura 4.2). Vemos um comportamento dos saltos de inversão, semelhante ao de $\varphi = 80^\circ$ mas agora fica mais claro que a amplitude do salto de inversão diminui com o aumento da temperatura.

A magnetização da linha está contida no plano do filme pela anisotropia de forma e a magnetização dos domínios deve estar presa ao longo do eixo da linha. Para medir a AMR em $\varphi = 0^\circ$ aplicamos um campo paralelamente a linha, saturando-a ao longo do seu eixo e em seguida invertamos novamente até a saturação. A Figura 4.12 mostra que algo muda no processo de inversão da magnetização quando mudamos a temperatura da linha. É razoável supormos que o eixo de anisotropia coincide com o eixo da linha, e que existe duas configurações de energia mínima para a linha, em que a magnetização aponta em um sentido ou outro da linha. Esses dois mínimos são separados por uma barreira de potencial que para campo nulo é $E_B = KV$, onde K é a constante de anisotropia e V o volume da linha. No momento em que aplicamos um campo magnético, a configuração de energia é resultado da competição entre a energia de Zeeman, devido ao campo, e a energia de anisotropia que tende a manter a magnetização ao longo da linha. À medida em que o valor do campo aumenta a energia de Zeeman ganha a competição, fazendo a magnetização acompanhar o campo e inverter. Se pensarmos no con-

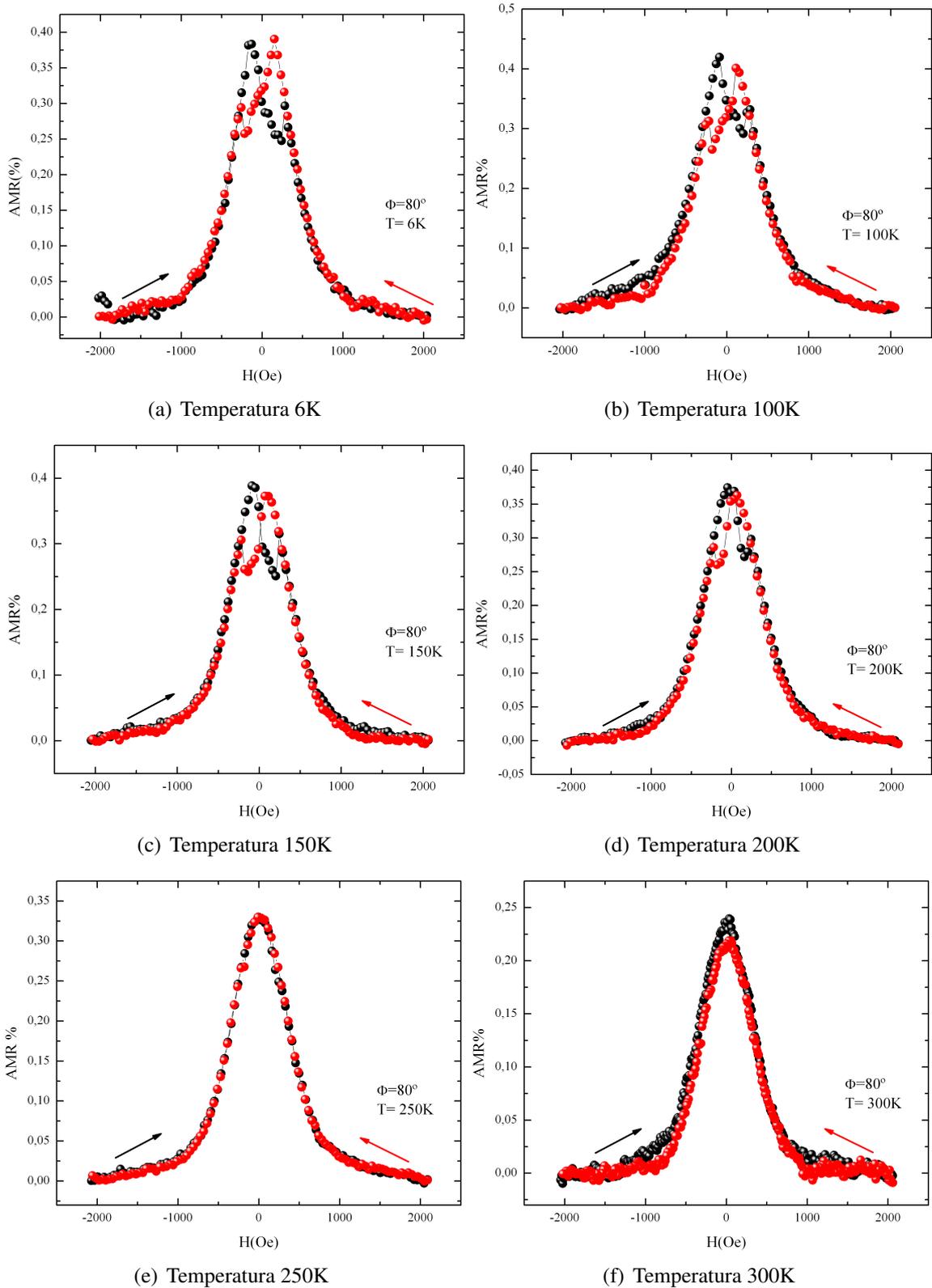


Figura 4.9: As figuras (a)-(f) são uma seqüência mostrando como a a curva de magnetorresistência, para $\varphi = 80^\circ$, muda com a temperatura. As barras de erro são menores que o tamanho do símbolo de cada ponto experimental.

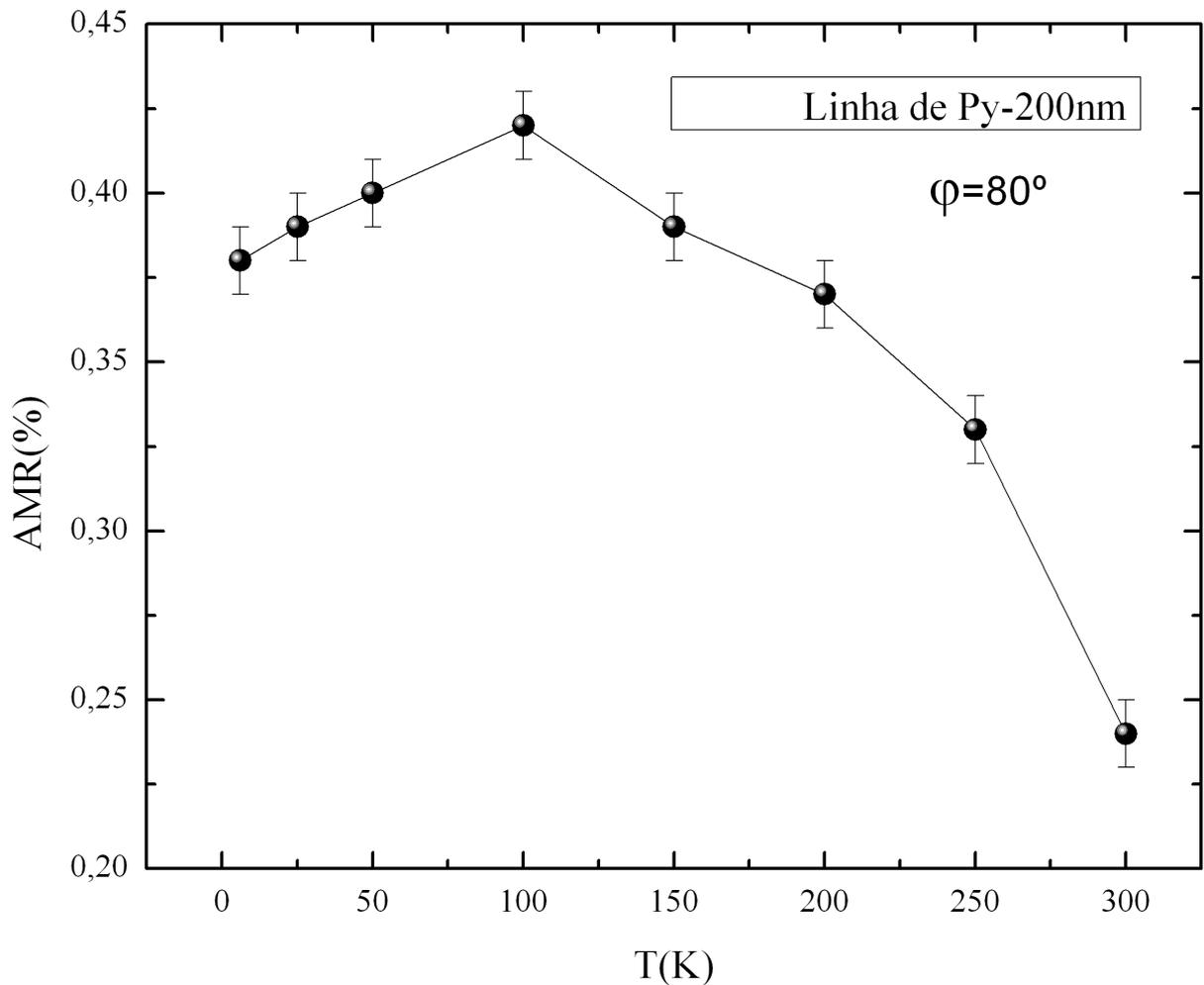


Figura 4.10: Magnetorresistência em função da temperatura medida com $\varphi = 80^\circ$

ceito de superparamagnetismo, o que estamos fazendo é diminuir a altura da barreira E_B ao aplicar um campo no sentido contrário a magnetização. A transição de um mínimo para outro também pode ser ativada termicamente, se a energia térmica kT for comparável ou maior do que KV . Quando aumentamos a temperatura estamos dando energia aos momentos magnéticos, e a consequência é que precisaremos de um valor de campo cada vez menor para superar a barreira de energia KV e inverter a magnetização, podemos ver isso nas figuras 4.13 e 4.14, que mostra o campo de inversão diminuindo com o aumento da temperatura. A amplitude do salto de inversão também diminui quando a temperatura aumenta (ver Figura 4.12). Outra possibilidade de que pode variar é o processo de inversão que está mudando de inversão por nucleação de paredes de domínio (Figura 4.12 (a)-(c)) para modos como rotação uniforme (Figura 4.12 (d)). As dimensões da amostra sugerem uma parede de domínio tipo transversal ou tipo vórtice

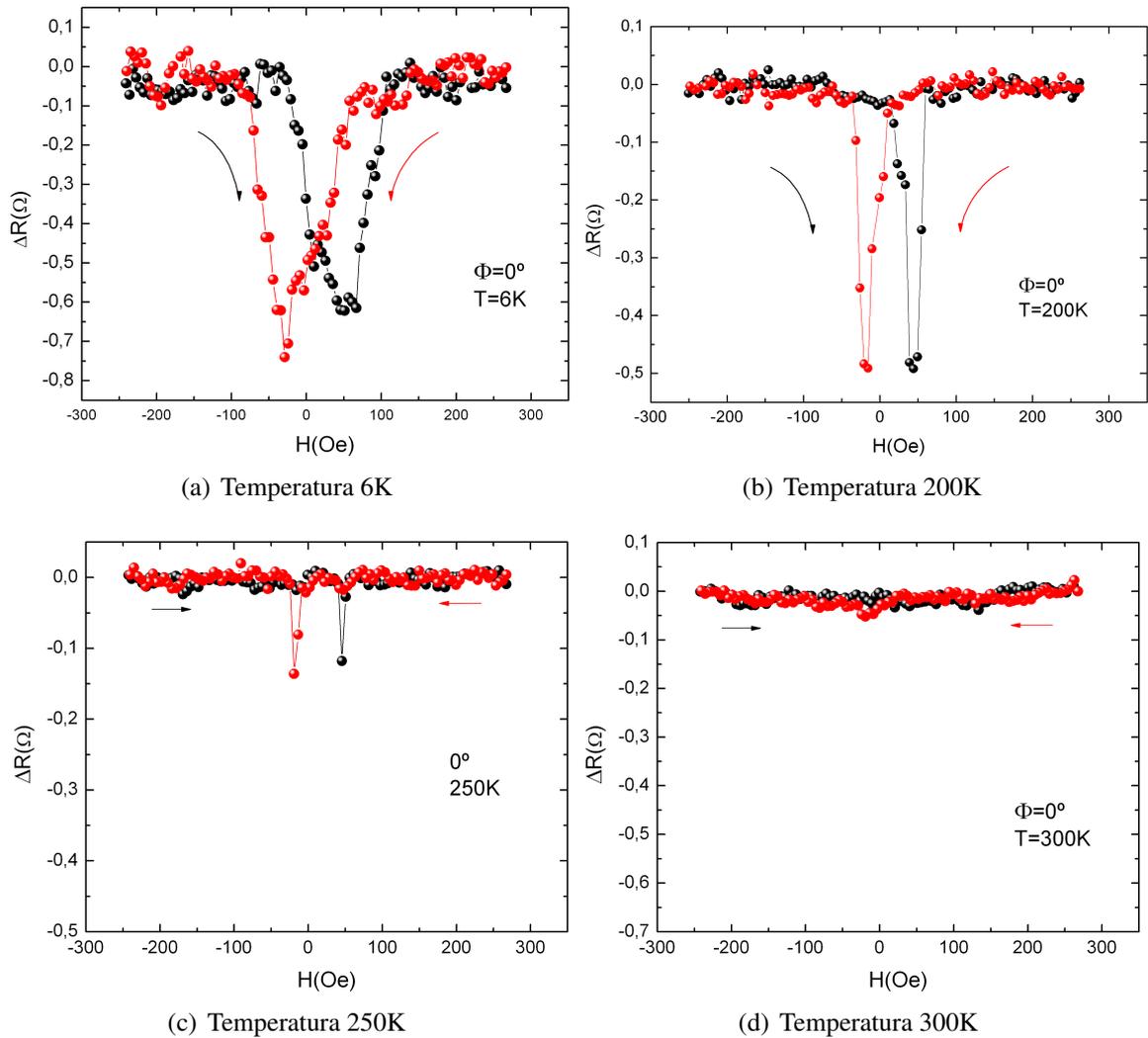


Figura 4.11: As figuras (a)-(c) são uma sequência mostrando como a curva de magnetorresistência para $\varphi = 0$ muda com a temperatura.

[2] (Figura 2.2). Para $\varphi = 80^\circ$ o campo de inversão teve variação de aproximadamente 75 Oe, enquanto para $\varphi = 0^\circ$ a variação foi de apenas 10 Oe, para um mesmo intervalo de temperatura. Para $\varphi = 80^\circ$ o salto de inversão desaparece em 250 K, e para $\varphi = 0^\circ$, o salto só desaparece completamente em 300 K.

A Figura 4.13 mostra a variação do campo de inversão para $\varphi = 80^\circ$ e $\varphi = 0^\circ$ com a temperatura (T). A Figura 4.14 mostra o resultado simulado do campo de inversão em função de T. Tanto simulação quanto experimental mostram a diminuição do campo de inversão com a temperatura.

As figuras 4.2-(a) e (b) mostram respectivamente, o resultado obtido por simulação e o re-

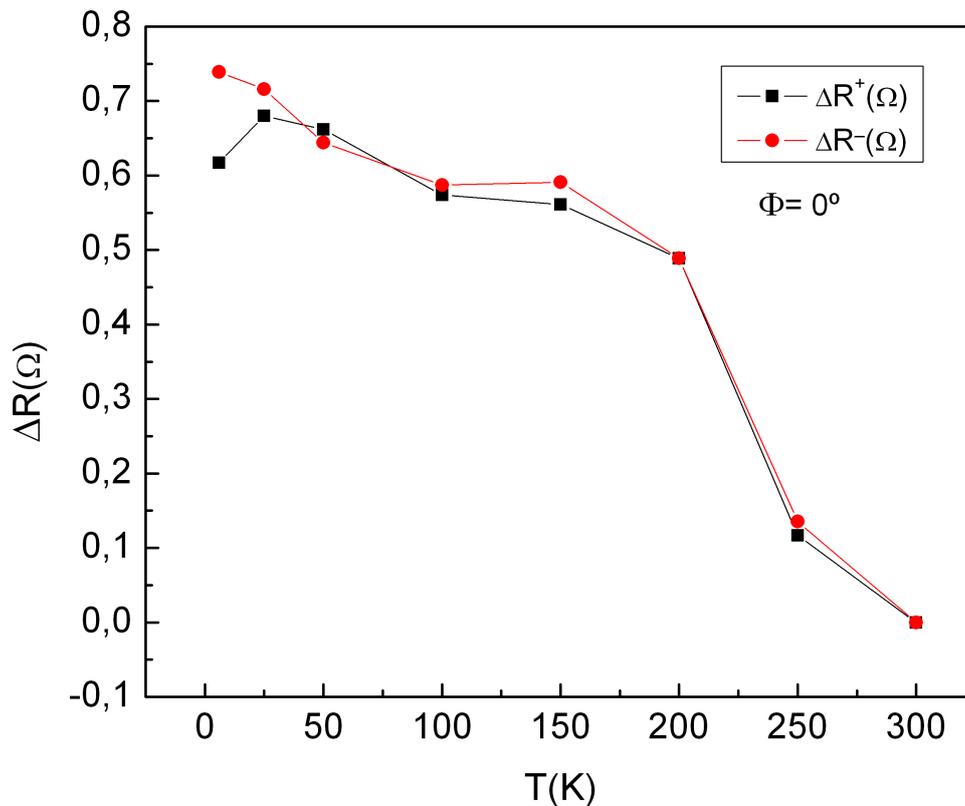


Figura 4.12: Variação da amplitude do salto de inversão para $\varphi = 0^\circ$ em função da temperatura resultado experimental da curva de magnetorresistência com o ângulo fixo em 80° . Na simulação não há abertura da curva de magnetorresistência próximo de campo zero. Esta abertura vem provavelmente da anisotropia que varia com a temperatura. Por outro lado a forma da curva é parecida com o formato da experimental onde é possível ver a inversão. Para $\varphi = 0^\circ$ a curva simulada, Figura 4.2-(c), também apresenta saltos de inversão como a experimental (Figura 4.2-(d)), e novamente a curva experimental tem uma abertura devido a variação da energia anisotrópica com a temperatura. Notemos que a simulação não leva em conta a temperatura ($T=0K$).

Uma forma mais direta para se obter informações de um material magnético é observando a curva de histerese (M-H). Nossa amostra possui um volume muito pequeno, e portanto é necessário usar um equipamento sensível para fazer a curva M-H. O nosso laboratório possui duas montagens de medidas magneto-ópticas por efeito Kerr (MOKE), o efeito Kerr têm alta

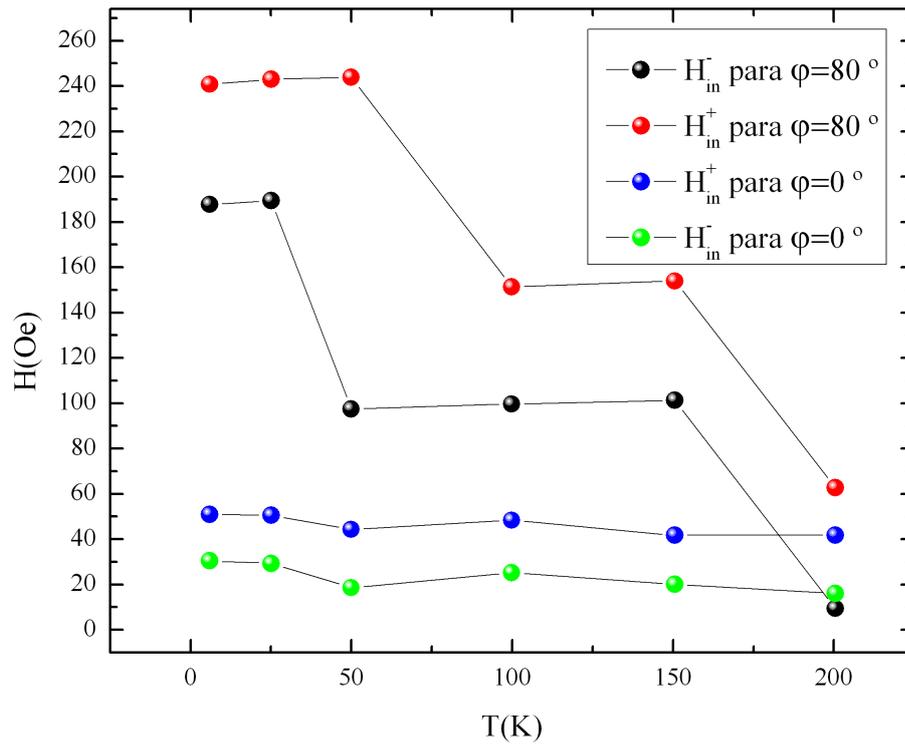


Figura 4.13: Representam o campo de inversão da magnetização variando com a temperatura para $\varphi = 0^\circ$ (curvas verde e azul) e $\varphi = 80^\circ$ (curvas vermelha e preta).

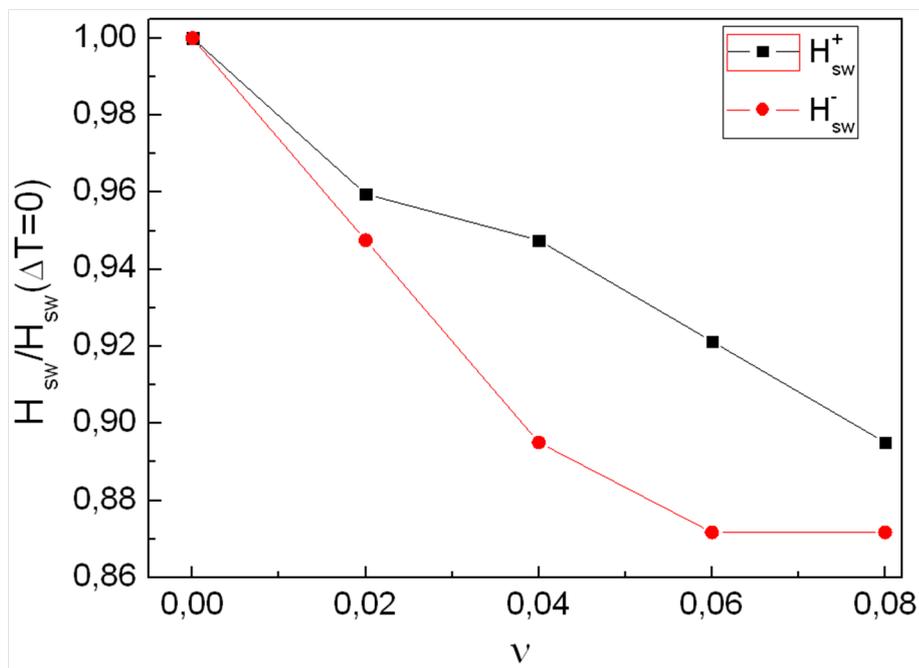


Figura 4.14: Resultados simulado para o campo de inversão, para $\varphi=80$, variando com a temperatura.

sensibilidade na medida de amostras com pequena espessura magnética mas o sistema não tem resolução lateral para medir uma única linha de 200 nm de largura e para contornar esse

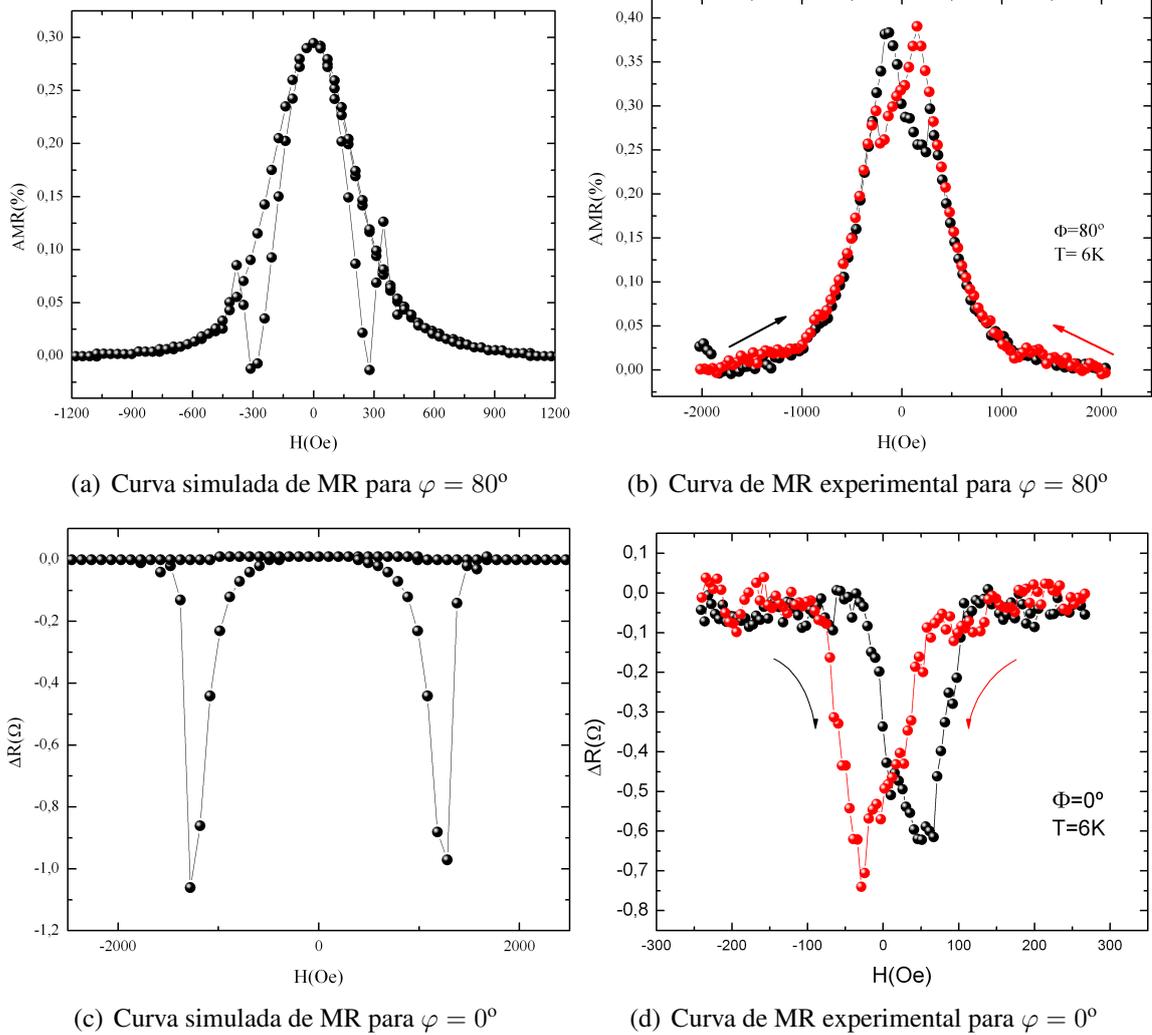


Figura 4.15: Comparação dos resultados simulado e experimental da curva MR para $\varphi = 80$ e $\varphi = 0$ respectivamente.

problema medimos uma rede de linhas de 200 nm (ver figura 4.17). A figura 4.16 mostra a rede com 143 linhas feita por litografia de feixe de elétrons.

Para melhor compreender os resultados fizemos simulações da histerese para a linha de 200 nm para $\varphi = 0^\circ$ e $\varphi=80^\circ$. Na Figura 4.2, ambos os gráficos (a) e (b) representam a magnetização no eixo da linha (a componente paralela a linha), com a diferença é que na curva (a) o campo é aplicado paralelamente ao eixo da linha e na curva (b) o campo é aplicado a 80° com o eixo da linha.

A simulação considera sobre um plano cartesiano e que eixo da linha coincide com o eixo x, assim o eixo de anisotropia. Aplicamos um campo magnético \vec{H} com um ângulo de 80° com a

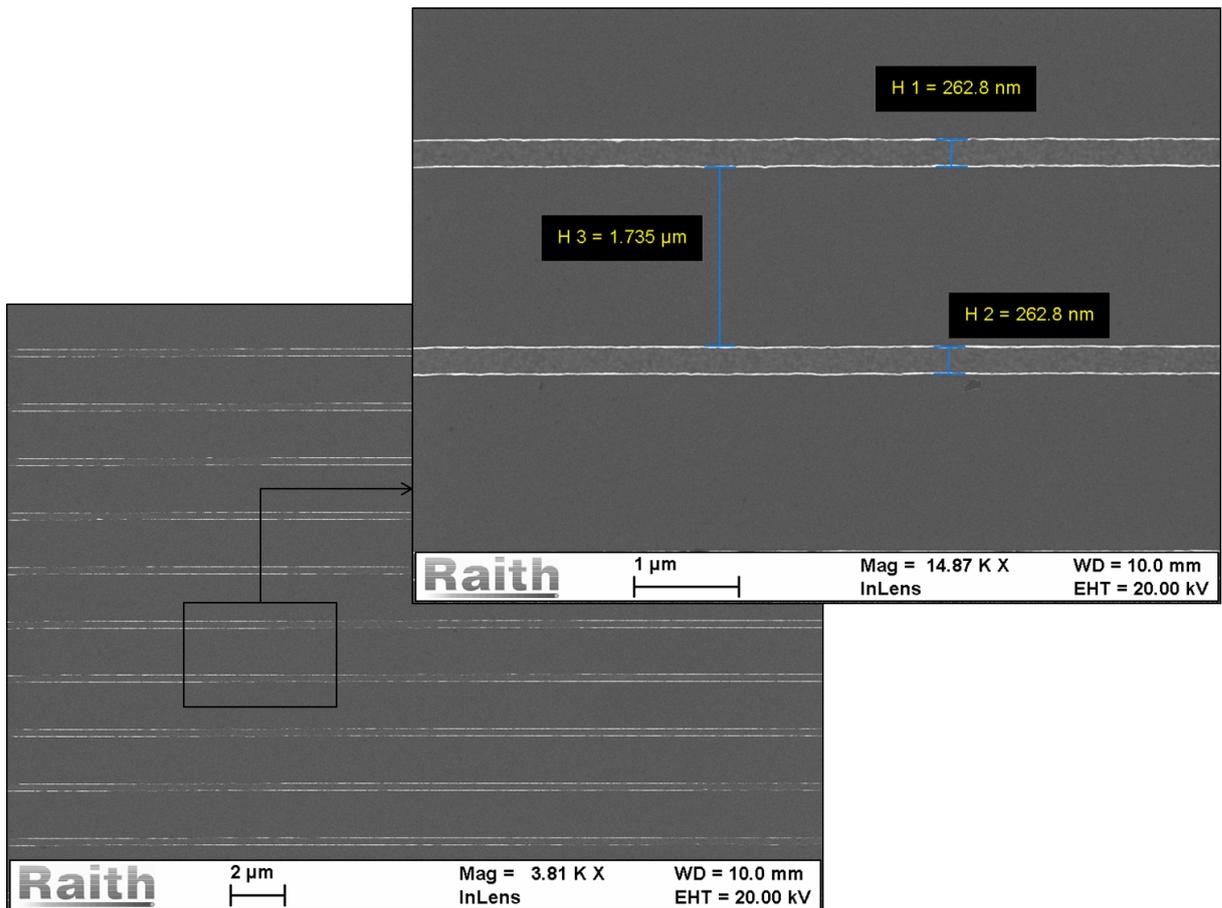


Figura 4.16: Rede com 143 linhas de permalloy com 200 nm larguras, 40 nm de espessura e 100 μm.

magnetização \vec{M} a qual está inicialmente na direção positiva + x. O campo gira a magnetização uniformemente até um ângulo crítico no qual a magnetização salta para um ângulo próximo a 180° e a medida que o campo aumenta ela se alinha ao campo e satura. Podemos verificar isso analisando a curva de histerese para $\varphi = 80^\circ$, começando da saturação, o campo começa a diminuir e a magnetização no eixo x aumenta alcançando seu máximo para H nulo, quando o campo inverte a magnetização inverte e salta para um ângulo maior que 90° e a medida que o campo aumenta a magnetização diminui até a saturação. Quando aplicamos o campo paralelo ao eixo da linha a histerese se comporta como a Ffigura 4.2-(b).

Os saltos na curva de magnetorresistência ocorrem exatamente no ponto do campo que corresponde a inversão da magnetização de $m_x = +1$ para $m_x = -1$. Podemos verificar isso apenas observando a curva de histerese sobreposta pelo gráfico de magnetorresistência (ver figura 4.19).

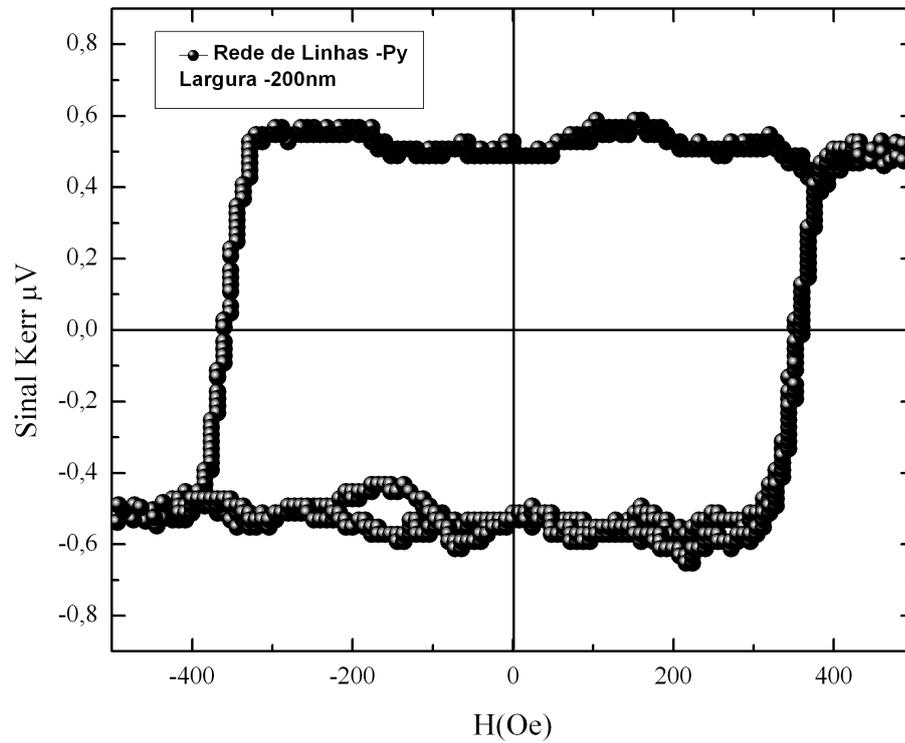
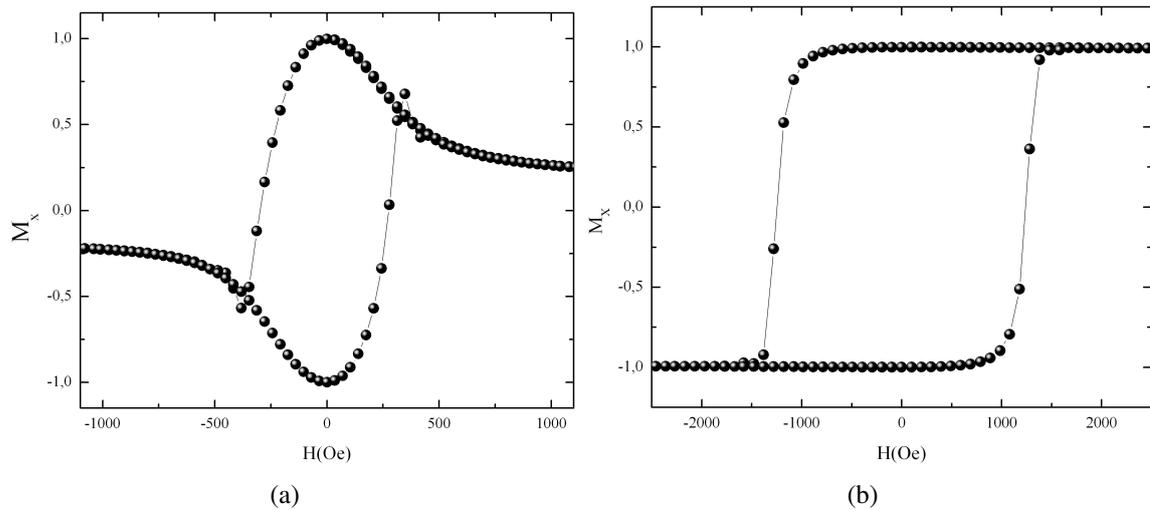


Figura 4.17: Histerese da Rede de linhas de 200nm.

Figura 4.18: Histereses simuladas para linha de 200nm, para $\varphi = 80$ e $\varphi = 0$ respectivamente.

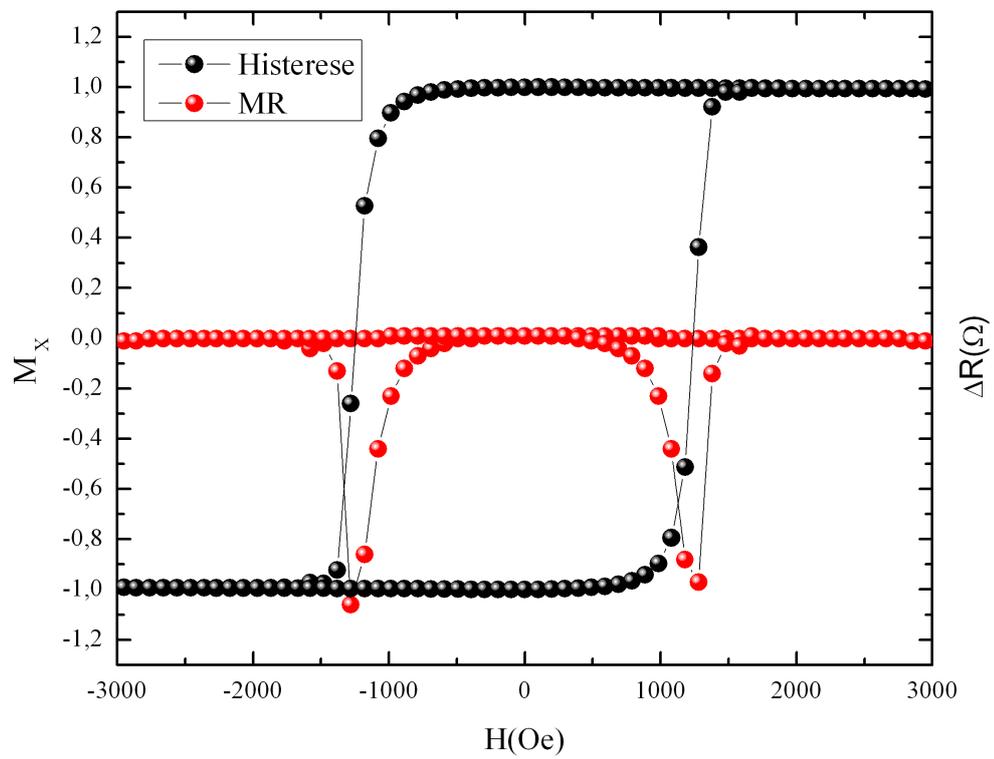


Figura 4.19: Comparação das curvas de histerese e MR simuladas para a linha de 200nm com $\varphi = 0$.

4.3 Magnetorresistência nos eletrodos

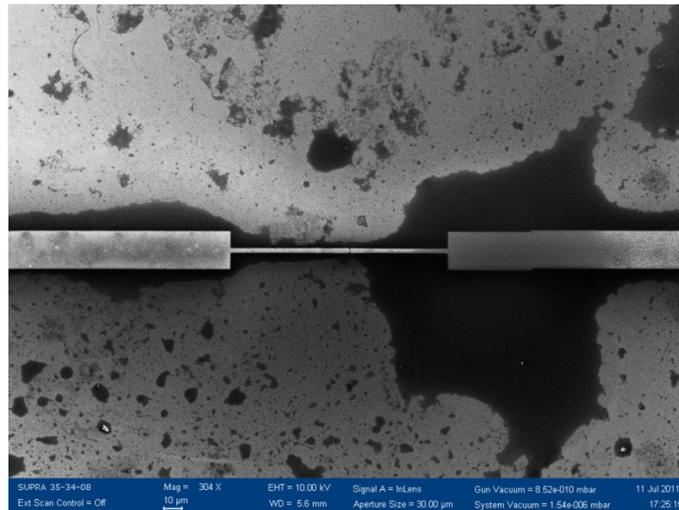
Inicialmente nosso objetivo foi de medir a magnetorresistência túnel em eletrodos de Permalloy através de pontes de óxido de cobre (Cu_2O). Os eletrodos foram feitos por nanolitografia e a ponte crescida por eletrodeposição. O objetivo de medir a magnetorresistência de eletrodos através de uma ponte semicondutora não foi concluído, ficará para um trabalho futuro pois o laboratório de eletroquímica entrou em reforma, além do que o tempo não foi o suficiente, pois ainda estamos aperfeiçoando o processo de fabricação. Por esse motivo decidimos nos concentrar em aperfeiçoar a fabricação das linhas magnéticas e medir a magnetorresistência anisotrópica, o que servirá como base para fabricar e medir os eletrodos. A seguir estão as imagens dos eletrodos de Permalloy com Cu_2O e as curvas de MR obtidas.

A Figura 4.2 mostra um dos primeiros eletrodos que fabricamos, feito para se medir com o método de duas pontas. Conseguimos crescer o Cu_2O até os eletrodos se conectarem, e a eletrodeposição foi feita por todo o eletrodo e aos poucos o óxido foi crescendo até formar uma ponte de óxido entre os eletrodos. A Figura 4.3-(b) mostra a região do *gap* que o óxido preencheu.

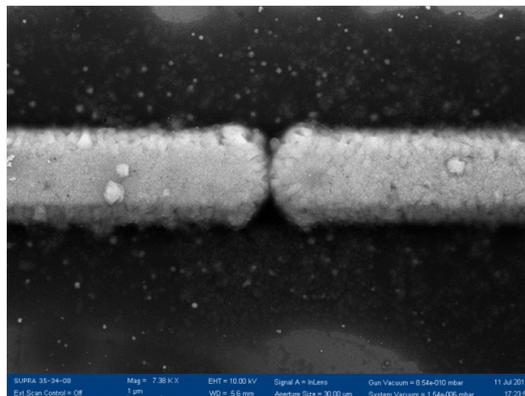
Fazer a junção dos eletrodos foi uma tarefa difícil, pois a formação da ponte depende do tempo de deposição, e por consequência da corrente de deposição. Qualquer mudança na corrente muda o tempo necessário para a formação da ponte, e portanto, todos os parâmetros que contribuem na variação da corrente devem ser controlados, tal como a temperatura, a sensibilidade a luz ambiente sobre o Cu_2O , a concentração e o pH da solução. A Figura 4.21 mostra um eletrodo no qual não houve a formação da ponte.

É importante ressaltar que devido o volume de óxido ser muito pequeno, não foi possível caracterizar o óxido por raio-X diretamente dos eletrodos. Para contornar esse problema sempre que fazíamos a eletrodeposição em um eletrodo fazíamos também um filme para caracterizar e nos certificar que o depósito era Cu_2O . Podemos perceber pelas imagens 4.3, 4.21, 4.23 e 4.25 a diferença do tamanho dos grãos de Cu_2O , isso deve ser devido a concentração das soluções que são diferentes [27]. A Figura 4.3, mostra o raio-x dos filmes de Cu_2O .

Quando conseguimos reproduzir a ponte de Cu_2O mudamos a forma de medida do método



(a)



(b)

Figura 4.20: (a) Imagem de um eletrodo magnético revertido de Cu_2O e (b) Região do *gap* dos eletrodos.

de duas pontas para o método de quatro pontas. A Figura 4.23 mostra um dos eletrodos coberto por óxido de cobre, tanto o eletrodo quanto o contato foram completamente revestidos de óxido de cobre. Nessa amostra o *gap* do eletrodo era de 149,4 nm e foi completamente preenchido, e podemos ver o eletrodo antes da deposição do Cu_2O na Figura 4.3-(a) e ao lado, Figura 4.3-(b) a junção depois da deposição.

A maioria das amostras não apresentou MR. Apenas uma das amostras cujo *gap* é de 100 nm teve sinal de magnetorresistência. Provavelmente não detectamos MR nas outras amostras devido a resistividade do óxido de cobre que é um semicondutor ser muito grande e com isso perdíamos o sinal no ruído térmico da resistência. As pontes de Cu_2O se rompem quando passamos correntes acima de $100\mu A$. A Figura 4.25 mostra um eletrodo com o *gap* de 100 nm antes

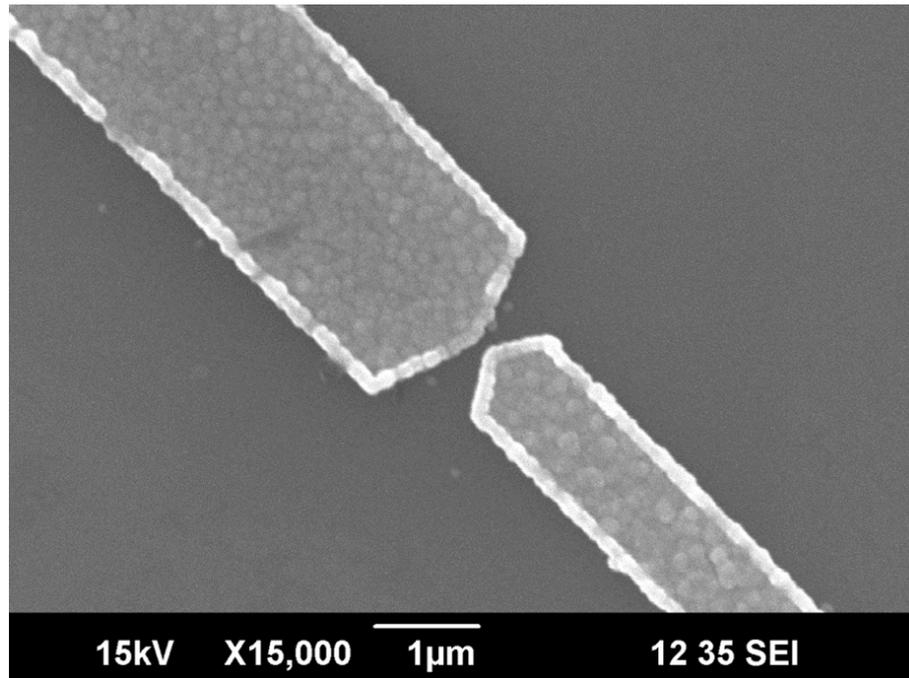


Figura 4.21: Imagem do eletrodo revertido de Cu_2O sem formação da ponte.

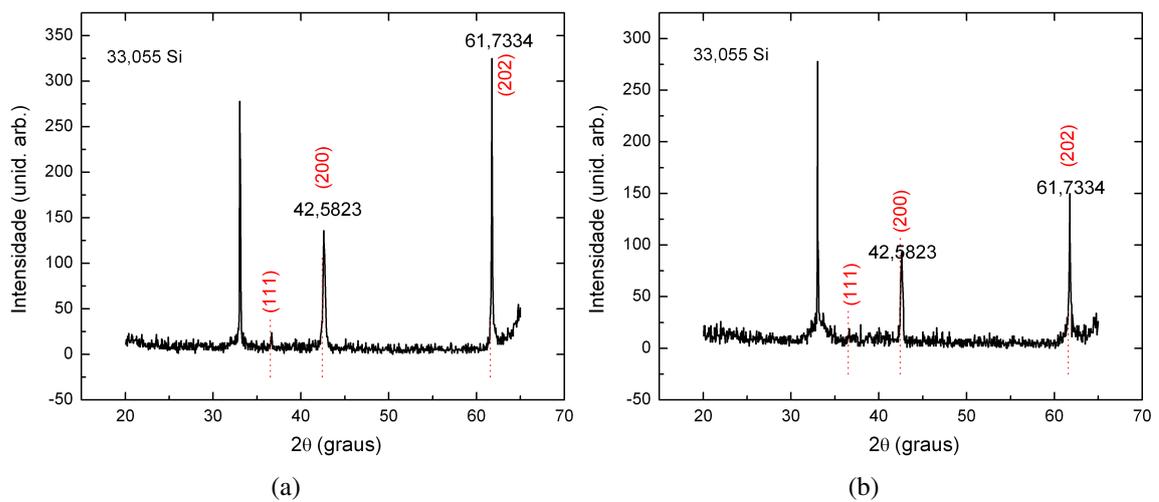


Figura 4.22: (a) DRX de um filme de Cu_2O que corresponde ao eletrodo da figura ?? e (b) corresponde ao eletrodo da figura 4.25.

da eletrodeposição, na imagem é possível ver os grãos de Cu_2O e que apesar de ter formado a ponte o eletrodo não foi completamente revestido de óxido.

A única amostra dos eletrodo que teve sinal de magnetorresistência foi o eletrodo com gap de 100nm (figura 4.25). As curvas de MR, (Figura 4.3), foram obtidas somente para $\varphi=0^\circ$ e para temperaturas de 6K, 30K e 295K.

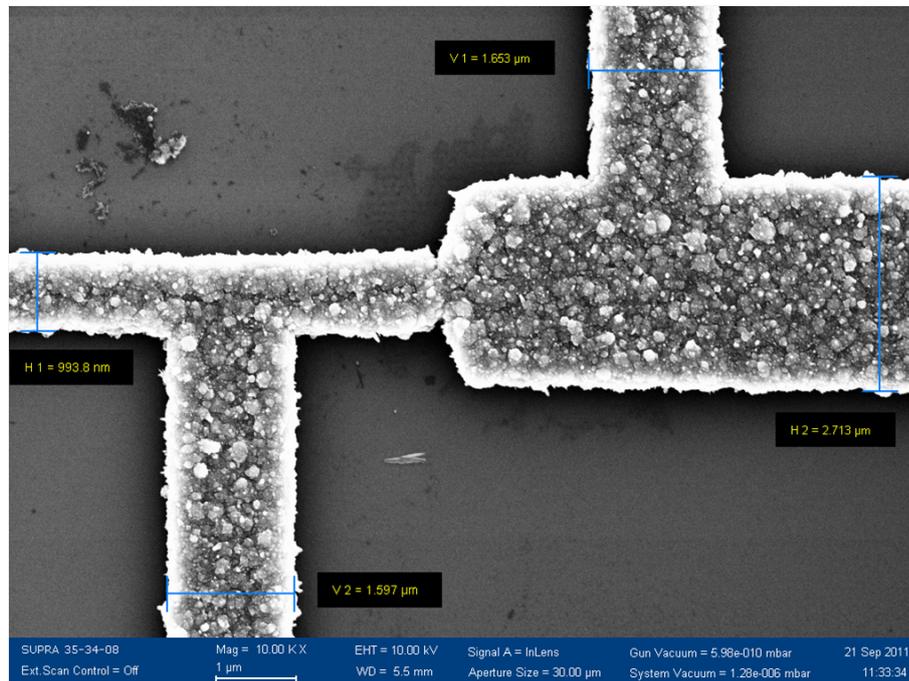


Figura 4.23: Imagem de um eletrodo revertido de Cu_2O com contatos próximo ao gap.

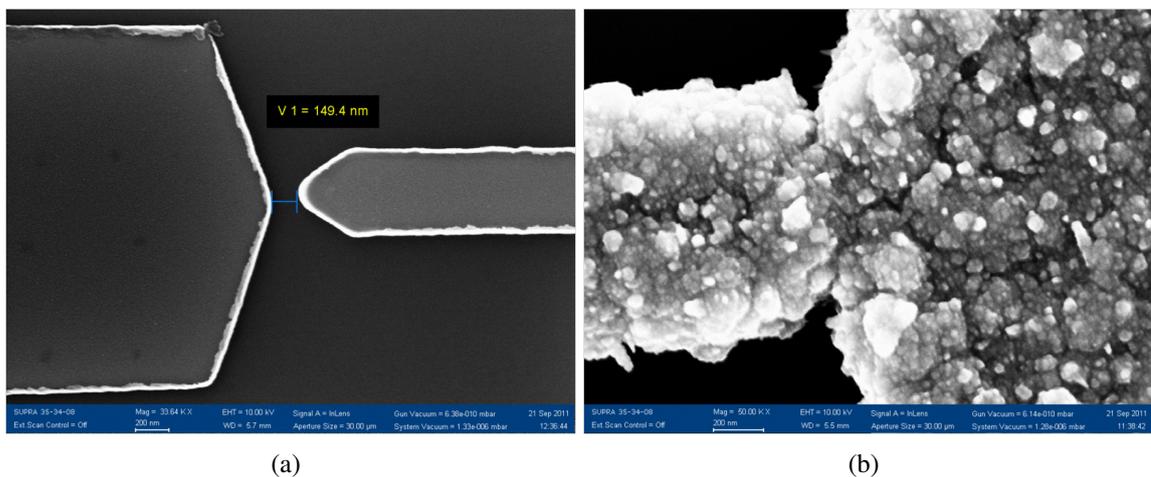


Figura 4.24: (a) Imagem da separação (*gap*) do eletrodo antes da eletrodeposição de Cu_2O e (b) A mesma região após a eletrodeposição.

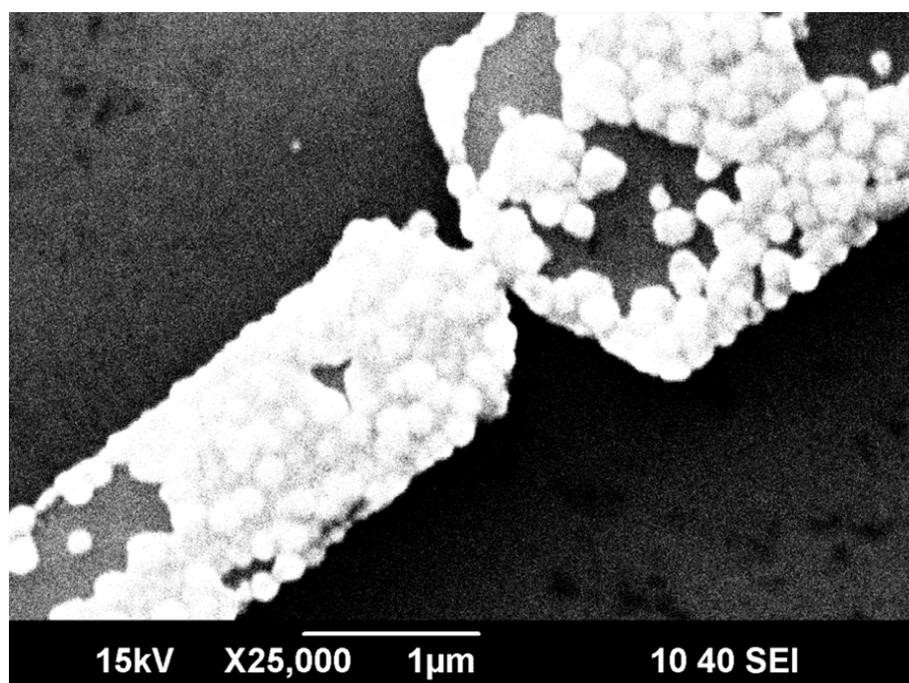


Figura 4.25: Imagem de um eletrodo revertido de Cu_2O

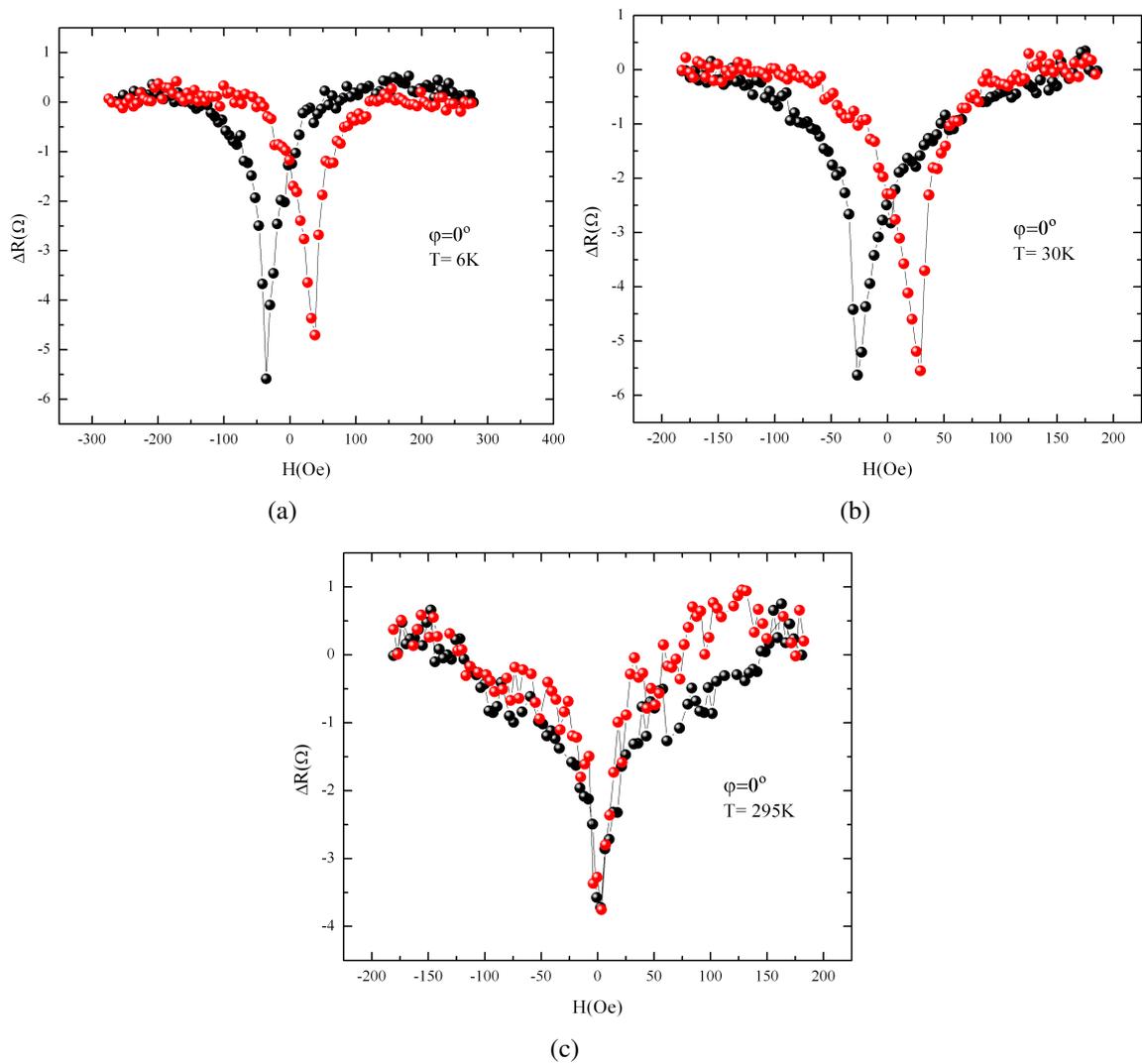


Figura 4.26: Magnetorresistência do eletrodo da figura ???. (a) MR para temperatura igual a 6K (b) para 30K e (c) para 295K.

5. Conclusão e Perspectivas

Neste trabalho estudamos a influência da energia térmica sobre o processo de inversão de magnetização de um nanofio de Permalloy de 20 nm de largura, medindo magnetotransporte em função da temperatura entre 6-300 K. Os resultados mostraram a presença de uma interação dependente da temperatura entre *Curling* e a rotação coerente que governam a inversão da magnetização. Para estudar as propriedades magnéticas dos fios por outras técnicas foram fabricadas redes periódicas com fios magnéticos por meio de litografia óptica e litografia de feixe de elétrons. Essas redes permitiu-nos medir a histerese da magnetização não apenas indiretamente, através de medições de MR, mas também diretamente utilizando a magneto-óptica (Kerr).

Até o presente trabalho nosso grupo ainda não tinha fabricado nanofios por litografia nem fabricados contatos para medidas elétricas. Conseguimos fabricar nanofios e fazer contatos ôhmicos com baixa resistência, o que é extremamente importante para as medidas de transporte. Nas medidas de MR os resultados mostraram que os processos de inversão são dados por uma combinação de dois mecanismos diferentes dependente da temperatura: a rotação coerente e o processo de *Curling*. Quando o campo é reduzido a partir da saturação, em seguida a magnetização gira reversivelmente até atingir a direção dos nanofios onde inverte o seu sinal por um processo irreversível em campos baixos. A amplitude do salto de inversão é reduzido à medida que a temperatura é aumentada. Para temperaturas mais elevadas, uma passagem para um processo de rotação coerente é observado.

Esse trabalho possui muitas derivações que podem ser seguidas no futuro. Conseguir fabricar nanofios submicrométricos e fazer contatos torna possível medidas dinâmicas das paredes de domínios no fio através de magnetorresistência anisotrópica [28] e uma de nossas perspectivas é conseguir medir a velocidade da paredes de domínios para fios de várias dimensões entre

100 nm e 300 nm de largura e de 10 nm a 40 nm de espessura. Ainda nesse sentido de fabricação pretendemos continuar com a fabricação de nanoeletrodos e medir magnetorresistência túnel.

Bibliografia

- [1] Stuart S. P. Parkin, Masamitsu Hayashi, and Luc Thomas. Magnetic domain-wall racetrack memory. *Science*, 320(5873):190–194, 2008.
 - [2] D. T. Pierce W. C. Uhlig, M. J. Donahue and J. Unguris. Direct imaging of current-driven domain walls in ferromagnetic nanostripes. *J. Appl. Phys*, 105:134405, May 2009.
 - [3] Nicola A. Spaldin. *Magnetic Materials: Fundamentals and Applications*. Cambridge, Germany.
 - [4] Alberto Passos Guimarães. Principles of Nanomagnetism. *Springer*, 2009.
 - [5] M. N. Baibich, J. M. Broto, A. Fert, F. Nguyen Van Dau, F. Petroff, P. Etienne, G. Creuzet, A. Friederich, and J. Chazelas. Giant magnetoresistance of (001)fe/(001)cr magnetic superlattices. *Phys. Rev. Lett.*, 61:2472–2475, Nov 1988.
 - [6] J. S. Moodera, Lisa R. Kinder, Terrilyn M. Wong, and R. Meservey. Large magnetoresistance at room temperature in ferromagnetic thin film tunnel junctions. *Phys. Rev. Lett.*, 74:3273–3276, Apr 1995.
 - [7] M.R. Ibarra, P.A. Algarabel, C. Marquina, Y. Otani, S. Yuasa, and H. Miyajima. Giant room temperature volume magnetostriction in an fe-rh-pd alloy. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 140-144, Part 1(0):231–232, 1995. <ce:title>International Conference on Magnetism</ce:title>.
 - [8] W. H. Butler, X.-G. Zhang, T. C. Schulthess, and J. M. MacLaren. Spin-dependent tunneling conductance of Fe|MgO|Fe sandwiches. *Phys. Rev. B*, 63:054416, Jan 2001.
-

- [9] J. Mathon and A. Umerski. Theory of tunneling magnetoresistance of an epitaxial fe/mgo/fe(001) junction. *Phys. Rev. B*, 63:220403, May 2001.
- [10] S. Ikeda, J. Hayakawa, Y. Ashizawa, Y. M. Lee, K. Miura, H. Hasegawa, M. Tsunoda, F. Matsukura, and H. Ohno. Tunnel magnetoresistance of 604diffusion in cofeb/mgo/cofeb pseudo-spin-valves annealed at high temperature. *Applied Physics Letters*, 93(8):082508, 2008.
- [11] Lixian Jiang, Hiroshi Naganuma, Mikihiko Oogane, and Yasuo Ando. Large tunnel magnetoresistance of 1056% at room temperature in mgo based double barrier magnetic tunnel junction. *Applied Physics Express*, 2(8):083002, 2009.
- [12] D.C. Ralph and M.D. Stiles. Spin transfer torques. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 320(7):1190 – 1216, 2008.
- [13] I. Pallecchi, L. Pellegrino, N. Banerjee, M. Cantoni, A. Gadaleta, A. S. Siri, and D. Marré. Cu_2O as a nonmagnetic semiconductor for spin transport in crystalline oxide electronics. *Phys. Rev. B*, 81:165311, Apr 2010.
- [14] A Pérez-Junquera, J I Martín, M Vélez, J M Alameda, and J L Vicent. Temperature dependence of the magnetization reversal process in patterned ni nanowires. *Nanotechnology*, 14(2):294, 2003.
- [15] S. Goolaup, A.O. Adeyeye, and N. Singh. Magnetoresistance of closely packed ni80fe20 nanowires. *Thin Solid Films*, 505(1–2):29 – 34, 2006. <ce:title>Proceedings of The International Conference on Materials for Advanced Technologies (ICMAT 2005) Symposium D: Magnetic Nanomaterials and Devices</ce:title> <ce:subtitle>ICMAT 2005 Symposium H</ce:subtitle> <xocs:full-name>Proceedings of The International Conference on Materials for Advanced Technologies (ICMAT 2005) Symposium D: Magnetic Nanomaterials and Devices</xocs:full-name>.
-

-
- [16] A. B. Oliveira, S. M. Rezende, and A. Azevedo. Magnetization reversal in permalloy ferromagnetic nanowires investigated with magnetoresistance measurements. *Phys. Rev. B*, 78:024423, Jul 2008.
- [17] U.K. Rossler, A.N. Bogdanov, and K.-H. Muller. Surface anisotropy and vortex states in ferromagnetic wires. In *Magnetics Conference, 2002. INTERMAG Europe 2002. Digest of Technical Papers. 2002 IEEE International*, april-2 may 2002.
- [18] R. Ferré, K. Ounadjela, J. M. George, L. Piraux, and S. Dubois. Magnetization processes in nickel and cobalt electrodeposited nanowires. *Phys. Rev. B*, 56:14066–14075, Dec 1997.
- [19] Jun-Young Lee, Ki-Suk Lee, Sangkook Choi, Konstantin Y. Guslienko, and Sang-Koog Kim. Dynamic transformations of the internal structure of a moving domain wall in magnetic nanostripes. *Phys. Rev. B*, 76:184408, Nov 2007.
- [20] Chun-Yeol You. Equation of motion for a domain wall movement under a nonuniform transverse magnetic field. *Applied Physics Letters*, 92(19):192514, 2008.
- [21] R. A. Silva, T. S. Machado, G. Cernicchiaro, A. P. Guimarães, and L. C. Sampaio. Magnetoresistance and magnetization reversal of single co nanowires. *Phys. Rev. B*, 79:134434, Apr 2009.
- [22] T. McGuire and R. Potter. Anisotropic magnetoresistance in ferromagnetic 3d alloys. *Magnetics, IEEE Transactions on*, 11(4):1018 – 1038, jul 1975.
- [23] J.M.D. Coey. *Magnetism and Magnetic Materials*. Cambridge., 2010.
- [24] Maxim Trushin, Karel Výborný, Peter Moraczewski, Alexey A. Kovalev, John Schlie-
mann, and T. Jungwirth. Anisotropic magnetoresistance of spin-orbit coupled carriers scattered from polarized magnetic impurities. *Phys. Rev. B*, 80:103902, Oct 2009.
- [25] Jin Tae Kim, Sang-Pil Han, and Myung Yung Jeong. A modified dxrl process for fabricating a polymer microstructure. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 14(2):256, 2004.
-

-
- [26] A. N. Broers. Resolution limits for electron-beam lithography. *IBM Journal of Research and Development*, 32(4):502–513, july 1988.
- [27] LONGCHENG WANG. Preparation and characterization of properties of electrodeposited copper oxide films. *DOCTOR OF PHILOSOPHY, UNIVERSITY OF TEXAS AT ARLINGTON*, 2006.
- [28] Masamitsu Hayashi, Luc Thomas, Rai Moriya, Charles Rettner, and Stuart S. P. Parkin. Current-controlled magnetic domain-wall nanowire shift register. *Science*, 320(5873):209–211, 2008.
-