

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM FÍSICA
Tese de Doutorado

Transferência de Spin em Nanopilares e Nanocontatos Magnéticos

Rafael Otoniel Ribeiro Rodrigues da Cunha

Tese apresentada ao Instituto de Física da Universidade Federal do Rio Grande do Sul como requisito necessário para a obtenção do título de Doutor em Física

ORIENTADOR: *Prof. Dr. Luis Gustavo Pereira*
CO-ORIENTADOR: *Prof. Dr. Daniel Lorscheitter Baptista*

PORTO ALEGRE

2012

Cunha, Rafael

Transferência de Spin em Nanopilares e Nanocontatos Magnéticos / Rafael Otoniel Ribeiro Rodrigues da Cunha – Porto Alegre, 2012.

140 p.

Tese (Doutorado)–Instituto de Física / UFRGS, 2012.

Orientador: Prof. Dr. Luis Gustavo Pereira

Co-orientador: Prof. Dr. Daniel Lorscheitter Baptista

1. Transferência de Spin. 2. Magnetorresistência Gigante. 3. Nanoponteiras.

I. Título.

Agradecimentos

São inúmeras pessoas que, de uma forma ou de outra, contribuíram para a realização deste trabalho. Quero agradecer a todos que apoiaram, incentivaram, acreditaram, sempre depositando confiança e respeito. Agradeço também àqueles que um dia duvidaram, ou fizeram críticas não-construtivas. Estes, indiretamente, também deram forças para superar os desafios propostos para a elaboração desta tese.

Agradeço às pessoas que se dedicaram e se empenharam contribuindo diretamente para o trabalho. Em especial, ao Professor Luis Gustavo Pereira (Gugu), pela orientação, amizade, dedicação, paciência, por sempre estar ao meu lado, clareando as idéias e norteando meus caminhos no meio acadêmico; e ao Professor Daniel Lorscheitter Baptista, pela co-orientação, sempre aberto às discussões do trabalho, criterioso e paciente. A metodologia de trabalho e a filosofia de vida de cada um deles me servirão de exemplo sempre.

Aos colegas e amigos do LAM Rafael Augusto (Nó-cego), Matheus Kuhn (Tripa-Seca), Matheus Heinemann (Poucas-Trancas) e Milena Sulzbach pela dedicação e grande contribuição na parte experimental, nas medidas e fabricação dos dispositivos de medições. À Bárbara Canto e Janaina Galho pela amizade e ensinamentos no processo de fabricação das amostras. Ao irmão Escoteiro Thiago Dias e ao grande amigo Rafael Cichelero (Cica) por pacientemente ajudarem na parte computacional. À Tatiana Marcondes, do CBPF, pelo empenho na fabricação de amostras. Ao Paulinho, da Oficina Mecânica da UFRGS, que, sempre em prontidão, ajudou em vários detalhes técnicos e deu brilhantes idéias. À querida Ana Paula Caruso, que dedicou com todo carinho às correções ortográficas e sintaxe da "nossa tese". A vocês sempre serei grato. Suas contribuições foram fundamentais para esse trabalho.

Aos demais colegas do LAM e da UFRGS: Artur Harres, Arthur Ozelame, Arthur Accioly (Bin Laden), Josiane, Juliano, Vinícius, Kelly, Sabrina, Deise, Lauren, Boff, Ângelo, Allan, Gustavo, Pablo, Rafael Pires, Jadna, Paula Azambuja, Águeda e Jorge, Fabiano, Fabrício, Júlio, Luiz Gustavo Barbosa e várias pessoas que sempre proporcionaram momentos agradáveis, divertidos e memoráveis!

Agradeço aos professores da UFRGS que contribuíram para meu crescimento nessa trilha acadêmica: Julian Geshev, Antônio Marcos (Teco), João Schmidt, Mário Baibich, Miguel Gusmão e Rizzato.

Não posso deixar de citar os grandes companheiros de república que sempre deram forças, seja discutindo física ou qualquer assunto, conselheiros nos "divãs", seguidores do lema: "Quem perdoa é Deus", e sempre fazendo das mais difíceis situações momentos engraçados e de muitas

risadas... Valeu Saulo (Baiano), Pires (Pires mesmo), Rafael (Cica), Rangel (Sassa), Mauro (...) e Marcelo (Javali).

Aos grandes amigos do pedal: Erico Nomura (Eco), João Leite, Carlinha, Diego; e do Grupo Escoteiro 20 de Setembro: Cleide, Pedro, Marcelo, Paim, Dani... Companheiros de grandes aventuras que estiveram sempre presentes nessa jornada.

E o maior agradecimento é reservado àqueles que sempre me deram o maior apoio e sempre acreditaram orgulhosamente no meu trabalho: aos meus queridos pais Denise e Adory, meus irmãos Thiago e Luiza, Daniel e Lucas; todos meus familiares e, em especial, à "minha menina" Aninha. Amo muito vocês!!!

À Deus.

*Este trabalho foi financiado pelo Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Pesquisa –
CNPq*

Sumário

Lista de Figuras	iv
Lista de Tabelas	x
Lista de Símbolos	xi
Resumo	xii
Abstract	xiv
1 Introdução	1
2 Aspectos Teóricos	5
2.1 Magnetorresistência Gigante	5
2.1.1 Modelo de Drude	6
2.1.2 Modelo de Mott	7
2.1.3 Efeito de Magnetorresistência Gigante	9
2.2 Transferência de Spin	11
2.2.1 Efeito de Transferência de Spin	11
2.2.2 Equação de Landau-Lifshitz-Gilbert e Slonczewski	14
2.3 Configurações CPP e CIP	16
2.4 Densidade de corrente	18
3 Aspectos Experimentais	20
3.1 Desbastamento Iônico ou <i>Sputtering</i>	20

3.1.1	Sistemas de deposição por <i>magnetron sputtering</i>	22
3.2	Sistemas de Medidas: aquisição de dados	26
3.3	Sistemas de Medidas: nanoponteiras	28
3.4	Sistemas de Medidas: nanocontatos e nanopilares	35
4	Metodologia de Preparação das Amostras	38
4.1	Preparação das Amostras	38
4.2	Fabricação das Nanoponteiras	42
4.2.1	Método Laminar	44
4.2.2	Método <i>Drop-Off</i>	46
4.2.3	Método <i>Drop-Off</i> Magnético	46
4.2.4	Desbaste por feixe de íons	48
4.3	Nanolitografia	50
4.3.1	Nanolitografia por microscopia de força atômica - AFM	51
4.3.2	Nanolitografia por feixe de íons focalizados - FIB	56
4.3.3	Nanolitografia por feixe de elétrons	60
5	Resultados: Nanoponteiras	65
5.1	Sistema de Nanoponteiras A	67
5.2	Sistema de Nanoponteiras B	69
5.2.1	Ponteiras como feitas	72
5.2.2	Ponteiras com cobertura magnética	74
5.3	Resultados Gerais: sistema de medidas C	75
5.3.1	Ponteiras como feitas	76
5.3.2	Ponteiras com cobertura magnética	79
5.3.3	Densidade de corrente	81
5.4	Considerações	83

6 Resultados: Nanocontatos e Nanopilares	87
6.1 Litografia por AFM - PMMA	89
6.2 Litografia por FIB - Alumina	92
6.2.1 Metalização da superfície	93
6.2.2 Interação do FIB com a alumina	95
6.2.3 Resultados de transferência de spin	99
6.3 Litografia por feixe de elétrons - PMMA	103
7 Conclusões e Perspectivas Futuras	108
Apêndices	114
A Reflectometria de Raios-X em Baixo Ângulo	114
B Limpeza de Substrato - Si	116
Bibliografia	117

Lista de Figuras

2.1	<i>Representação esquemática da estrutura de banda de um metal de transição ferromagnético.</i>	7
2.2	<i>Esquema da difusão dependente do spin numa multicamada magnética com orientações magnéticas (a) paralela e (b) antiparalela.</i>	10
2.3	<i>Esquema de uma tricamada mostrando a rotação do momento magnético de uma camada por transferência de spin.</i>	12
2.4	<i>Direção dos vetores de precessão, amortecimento e transferência de spin descritos na equação de Landau-Lifshitz-Gilbert.</i>	15
2.5	<i>Configurações das camadas magnéticas (a) CIP e (b) CPP.</i>	17
3.1	<i>Esquema do processo de magnetron sputtering em uma câmara de vácuo. Os eletrodos ligados à fonte de tensão DC ou RF são compostos pelo substrato (anodo) e pelo alvo (catodo), sobre ímãs.</i>	23
3.2	<i>Diagrama esquemático da câmara de vácuo do sistema de sputtering do LAM.</i>	25
3.3	<i>Foto do sistema de magnetron sputtering do Laboratório de Magnetismo.</i>	25
3.4	<i>Diagrama de blocos do sistema de medidas de magnetorresistência gigante e transferência de spin (linhas tracejadas).</i>	27
3.5	<i>Esquema do eletroímã utilizado nos sistemas de medidas A e B.</i>	29
3.6	<i>Diagrama esquemático do sistema de medidas A.</i>	30
3.7	<i>Fotos do sistema de medidas A.</i>	30
3.8	<i>Diagrama esquemático do sistema de medidas B.</i>	31
3.9	<i>Fotos do sistema de medidas B.</i>	32

3.10	<i>Representação esquemática do porta-amostra utilizado no sistema de medidas C.</i>	33
3.11	<i>Fotos do sistema de medidas C. Em detalhe, contatos sobre a amostra.</i>	34
3.12	<i>Esquema dos contatos elétricos feitos em amostras de nanocontatos ou nanopilares. As linhas tracejadas indicam os contatos por baixo do porta-amostra. A região mais clara na superfície da amostra indica a região dos nanopilares.</i>	36
3.13	<i>Foto do sistema de medidas utilizado para medidas de GMR e TS de nanopilares e nanocontatos.</i>	37
4.1	<i>Esquema de (a) nanopilar, (b) nanocontato e (c) nanoponteira.</i>	39
4.2	<i>Foto do aparato utilizado para a fabricação das nanoponteiras.</i>	43
4.3	<i>Etapas da fabricação de nanoponteiras pelo método laminar: (a) procedimento inicial; (b) processo de corrosão; (c) rompimento da parte inferior.</i>	44
4.4	<i>Esquema de fabricação de nanoponteiras pelo método drop-off.</i>	46
4.5	<i>Foto do sistema experimental do método drop-off magnético.</i>	47
4.6	<i>Imagens de MEV das nanoponteiras.</i>	48
4.7	<i>(a) Imagem de MEV da nanoponteira como feita. (b) e (c) Imagens feitas com FIB mostrando as etapas de desgaste. (d) Resultado da nanoponteira desgastada por FIB.</i>	49
4.8	<i>(a) Imagem de MEV da ponteira como feita apresentando várias nanoponteiras. (b), (c) e (d) Imagens do resultado da nanoponteira desgastada por FIB.</i>	50
4.9	<i>Esquema mostrando as etapas do processo de spin coating. (a) Deposição da solução. (b) Rotação do substrato. (c) Evaporação do substrato.</i>	52
4.10	<i>Esquema de um microscópio de força atômica.</i>	53
4.11	<i>(a) Matrizes de furos na superfície do PMMA para diferentes tempo de interação da sonda com a superfície. (b) Imagem de um corte lateral mostrando a profundidade de três furos.</i>	54

4.12	<i>(a) Esquema de um nanocontato sobre PMMA. (b) Esquema de um nanopilar sobre PMMA. (c) Imagem esquemática da superfície de uma amostra indicando a região de deposição do Au e os contatos elétricos de Cu.</i>	56
4.13	<i>(a) Imagem do microscópio de varredura (MEV) do padrão de furos feitos pela técnica de FIB sobre um filme de alumina. (b) Imagem do microscópio de força atômica.</i>	57
4.14	<i>(a) Análise das profundidades dos furos. (b) Curva de calibração da profundidade dos furos na alumina em função da dose aplicada.</i>	58
4.15	<i>Esquema das etapas de fabricação dos nanopilares usando a técnica de FIB. (a) Alumina depositada sobre cobre. (b) Litografia por FIB: nanofuros e macrofuro. (c) Multicamada depositada somente nos nanofuros. Macrofuro protegido por uma máscara. (d) Esquema dos contatos elétricos feitos com tinta prata. (Figura fora de escala).</i>	60
4.16	<i>Esquema do padrão desenhado por litografia de feixe de elétrons. (a) Primeira etapa de exposição (alaranjado). (b) Segunda etapa de exposição (vermelho), sobreposta à primeira etapa.</i>	62
4.17	<i>Esquema dos passos para a fabricação de nanoestruturas usando feixe de elétrons: Primeira Etapa.</i>	63
4.18	<i>Esquema dos passos para a fabricação de nanoestruturas usando feixe de elétrons: Segunda Etapa.</i>	64
5.1	<i>Esquema dos contatos elétricos no sistema de medidas A. A ponteira de W faz o contato nanométrico e o contato macrométrico é feito por um fio de Cu "soldado" com tinta prata na superfície da multicamada.</i>	68
5.2	<i>Medida de magnetorresistência gigante na tricamada composta de Co/Cu/NiFe, realizada no sistema A.</i>	68

5.3	<i>Curvas de magnetização típicas de bicamadas de NiFe, separadas por Cu. (i) Si(100)/Cu(50 nm)/NiFe(30 nm)/Cu(5 nm)/NiFe(3 nm)/Cu(3 nm). (ii) Si(100)/Cu(50 nm)/NiFe(30 nm)/Cu(3 nm)/NiFe(10 nm)/Cu(3 nm). (iii) Si(100)/Cu(50 nm)/NiFe(10 nm)/Cu(3 nm)/NiFe(2 nm)/Cu(3 nm).</i>	70
5.4	<i>Curva de magnetização de uma bicamada de NiFe separada por 8 nm Cu. Composição do filme: Si(100)/Cu(50 nm)/NiFe(30 nm)/Cu(8 nm)/NiFe(3 nm)/Cu(5 nm).</i>	71
5.5	<i>Esquema dos contatos elétricos no sistema de medidas B. A ponteira de W faz o contato nanométrico e o pino de Au faz o contato macrométrico diretamente na primeira camada do filme.</i>	71
5.6	<i>Esquema dos contatos elétricos utilizando uma trilha de cobre. A ponteira faz contato na multicamada sobre a trilha de Cu.</i>	72
5.7	<i>Efeito de transferência de spin. Os pontos correspondem aos valores de resistência em função da corrente elétrica em um contato pontual na tricamada NiFe/Cu/NiFe. As setas horizontais representam as orientações das aquisições de dados da medida. O esquema incluso representa o sentido da corrente elétrica através da amostra.</i>	73
5.8	<i>Efeito de transferência de spin na tricamada NiFe/Cu/NiFe para diferentes valores de campo magnético: (a) 65 Oe e (b) 300 Oe. As setas horizontais representam as orientações das aquisições de dados da medida.</i>	75
5.9	<i>Variação da tensão AC em função da posição da nanoponteira com relação à superfície da amostra.</i>	76
5.10	<i>Influência do campo magnético externo no efeito de transferência de spin. Todos os gráficos estão na mesma escala.</i>	78
5.11	<i>Efeito de transferência de spin na tricamada NiFe/Cu/NiFe utilizando uma ponteira de tungstênio recoberta com NiFe (15 nm).</i>	80

5.12	<i>Efeito de transferência de spin para uma monocamada de NiFe (6 nm) utilizando uma ponteira de tungstênio recoberta com NiFe (15 nm). O esquema incluso representa o sentido da corrente elétrica através da amostra.</i>	81
5.13	<i>Medidas do efeito de transferência de spin em duas etapas, com intervalo de 150 s. A primeira medida está representada pelos símbolos pretos e a segunda em vermelho.</i>	83
5.14	<i>Curvas de magnetização do filme magnético depositado sobre a ponteira em diferentes orientações de campo magnético.</i>	84
6.1	<i>Etapas das etapas de fabricação dos nanopilares, nanocontatos e estruturas mistas. (a) Camada isolante depositada sobre metal condutor. (b) Litografias em diferentes regiões. (c) (Multi)camada depositada somente nos nanofuros. (d) Contatos elétricos de Cu.</i>	88
6.2	<i>(a) e (b) Demarcação das regiões nanoindentadas. (c) Máscara para deposição do filme metálico na região nanolitografada. (d) Filme depositado. (e) Contatos elétricos.</i>	91
6.3	<i>Imagens de MEV da superfície da alumina para diferentes tempos de exposição ao feixe de íons de Ga.</i>	94
6.4	<i>Ilustração da máscara de proteção utilizada para a deposição do filme magnético sobre a superfície nanolitografada.</i>	97
6.5	<i>Ilustração das máscaras de proteção utilizadas para a deposição do filme magnético sobre a superfície nanolitografada.</i>	98
6.6	<i>Representação de nanopilares.</i>	100
6.7	<i>Efeito de transferência de spin. Os pontos representam os dados experimentais da tricamada NiFe/Cu/NiFe. As setas horizontais indicam as orientações das aquisições de dados da medida.</i>	101

6.8	<i>Efeito de transferência de spin. Os pontos representam os dados experimentais da tricamada Co/Cu/Co. As setas horizontais indicam as orientações das aquisições de dados da medida.</i>	102
6.9	<i>Estruturas "desenhadas" no PMMA por feixe de elétrons. Imagens obtidas em microscópio óptico da superfície "revelada".</i>	104
6.10	<i>Imagem de MEV da primeira etapa de fabricação. Cu depositado sobre Si no desenho padrão das amostras, após lift off do PMMA.</i>	104
6.11	<i>Imagens de MEV das nanoestruturas de Cu depositadas sobre SiO₂.</i>	105
6.12	<i>Imagem de microscópio óptico do padrão "redesenhado" após revelação do PMMA.</i>	106
6.13	<i>Imagem de MEV da primeira etapa de fabricação. Cu depositado sobre SiO₂ no desenho padrão das amostras, após lift off do PMMA.</i>	107
6.14	<i>Primeira e segunda etapa de litografia mostrando (a) as cruzes de alinhamento alinhadas e (b) a estrutura desejada.</i>	107
A.1	<i>(a) Refratividade de uma camada de Cu depositada sobre Si [100]. (b) Curva que fornece a taxa de deposição em função do tempo de deposição.</i>	115

Lista de Tabelas

4.1	<i>Parâmetros de deposição dos elementos utilizados na fabricação das amostras, via magnetron sputtering do LAM</i>	41
4.2	<i>Parâmetros de deposição dos elementos utilizados na fabricação das amostras, via magnetron sputtering do LCN</i>	41
5.1	<i>Valores das densidades críticas calculadas segundo a metodologia de Jansen et al. e Tsoi et al.</i>	82
5.2	<i>Valores das densidades críticas calculadas a partir da área de contato. O raio da ponteira (~ 50 nm) foi estimado através das imagens de MEV.</i>	82

Lista de Símbolos

GMR – Magnetorresistência Gigante

TS – Transferência de Spin

CIP – Corrente elétrica no Plano

CPP – Corrente Perpendicular ao Plano

FM – Camada Ferromagnética

NM – Camada Não-Magnética

PMMA – Polimetacrilato de Metila

AFM – Microscopia de Força Atômica

MEV – Microscopia por Varredura Eletrônica

FIB – Feixe de Íons Focalizados

EDS – Espectroscopia por Dispersão de Energia de Raios-X

LAM – Laboratório de Magnetismo–UFRGS

LCN – Laboratório de Conformação Nanométrica–UFRGS

LABNANO – Laboratório Multiusuário de Nanociência e Nanotecnologia–CBPF/RJ

Resumo

Neste trabalho serão apresentados resultados recentes de estudos de magnetorresistência gigante (GMR), na configuração corrente perpendicular ao plano, e de transferência de spin (TS) em multicamadas magnéticas. Para tal foram desenvolvidos sistemas de análise magnetorresistiva, assim como a preparação de amostras. O ponto fundamental para este tipo de estudo está, basicamente, na construção de sistemas que apresentam alta densidade de corrente e com estabilidade. Com o objetivo de contornar estas dificuldades, o problema foi abordado em duas frentes de estudo: *i*) nanocontatos e nanopilares, e *ii*) nanoponteiras.

Os nanocontatos e as nanopilares são estruturas que apresentam características similares às multicamadas convencionais, mas que apresentam dimensões laterais de ordem nanométrica. Elas podem ser fabricadas por nanolitografia, tornando a confecção das amostras bastante delicada e complexa. Nesta etapa do trabalho dois tipos de materiais foram utilizados como camada para a gravura: PMMA e alumina. No primeiro caso, PMMA, técnicas de litografia por microscopia de força atômica (AFM) e feixe de elétrons foram utilizadas. No caso da alumina utilizou-se litografia por feixe de íons focalizados (FIB).

Nos estudos via nanoponteiras destacam-se duas características importantes: a construção das nanoestruturas e a estabilidade do sistema de medidas. Para a fabricação foram utilizados fio de tungstênio, os quais foram preparados por eletrocorrosão. Durante o desenvolvimento das ponteiras foram feitas algumas modificações que resultaram numa otimização da estrutura final. As principais foram: uso de um campo magnético estático durante a corrosão, gerando um melhora significativa da qualidade das ponteiras e o recobrimento da região nanoscópica por uma camada de material magnético. O aparato de medida também sofreu várias transformações durante o desenvolvimento da tese. Um conjunto de melhorias na estabilidade e na aproximação das

nanoponteiras acarretaram em melhoras na qualidade e na reprodutibilidade das medidas.

Os principais resultados apresentados nesta tese são: *i*) desenvolvimento de técnicas de fabricação de sistemas nanométricos para análise dos efeitos de magnetorresistência gigante e de transferência de spin; *ii*) o uso de PMMA e alumina para a gravação nanolitografada; *iii*) condições ótimas para a obtenção de nanoponteiras; e *iv*) observação da função de camada polarizadora de spin, quando a nanoponteira é recoberta por material magnético.

Abstract

In this work, spin transference and current perpendicular to the plane giant magnetoresistance (GMR) studies are presented. Specific measurement system and samples were also prepared. The crucial point concern these type of measurements is the design of devices that allow stable and high current densities. In this way, two approaches were considered: *i*) nanocontact and nanopillar systems and; *ii*) nanotip systems.

Nanocontacts and nanopillars are structures defined by nanometric lateral dimensions. It can be fabricated through nanolithography techniques which are intrinsically complex. In the current work, two different materials were used as lithography mask: PMMA and alumina. For the first one, PMMA, atomic force microscopy (AFM) and e-beam lithography techniques were performed. For alumina, focus ion beam (FIB) lithography was used.

In the nanotips experiments, two important issues were overcome: the fabrication of the nanostructures and the measurement system stability. For the nanotip fabrication, tungsten wires were subjected to electrocorrosion. Some process improvements were developed such as the use of static magnetic field during the corrosion, which leads to better tip quality. Also, processes involving tip coating by magnetic layers were developed. The measurement apparatus was also improved during the current research. The stability of the system and the tip approach to the surface are some crucial points which were improved leading to better measurement quality and reproducibility.

The principal results of this thesis can be summarized as: *i*) development of nanometric structures to spin transference and giant magnetoresistance experiments; *ii*) the use of PMMA and alumina layers in the fabrication of nanocontacts and nanopillars; *iii*) the improvement of nanotip fabrication; *iv*) the observation of exchange in the spin polarizer layer when using magnetic coated

nanotips.

Capítulo 1

Introdução

O estudo de sólidos nanoestruturados tem contribuído bastante para o entendimento do comportamento da matéria, onde os efeitos quânticos assumem um importante papel, assim como para o desenvolvimento de novos materiais. Com relação ao magnetismo, sistemas com dimensionalidades reduzidas apresentam comportamentos peculiares, os quais não são observados em sistemas massivos similares, trazendo novas informações sobre suas propriedades magnéticas. Entretanto, a fabricação de tais sistemas apresenta grandes dificuldades experimentais. Essa barreira só foi transposta nas últimas décadas com o desenvolvimento de técnicas de alto vácuo e de crescimento controlado de materiais, tais como deposição química de vapor (CVD), deposição física de vapor (PVD), epitaxia por feixes moleculares (MBE), eletrodeposição e evaporação catódica de íons (*sputtering*), com as quais tornou-se possível fabricar estruturas de ordem nanométrica, levando a várias combinações.

O interesse por esses materiais teve grande motivação a partir de 1986 com a descoberta do acoplamento de troca entre as camadas dos filmes finos magnéticos. Em particular, o estudo desenvolvido pelo grupo de pesquisa do Professor Peter Grünberg *et al.* [1] sobre o acoplamento antiferromagnético no sistema Fe/Cr/Fe, abriu uma nova janela na área de magnetismo. Uma das principais descobertas feitas a partir do trabalho de Grünberg foi o fenômeno de magnetorresistência gigante (GMR), pelo grupo do Professor Albert Fert. A GMR foi observada experimentalmente, no ano de 1988, por Baibich *et al.* [2]. Grünberg e Fert dividiram o prêmio Nobel de 2007 pela descoberta da GMR. Desde então, a GMR tem inspirado inúmeras pesquisas. O efeito que inicialmente foi medido em multicamadas metálicas [2, 3], na configuração de corrente elétrica no

plano da amostra (CIP), também foi observado em sistemas cuja camada de separação é composta por um material isolante (magnetorresistência por tunelamento, TMG) [4] e, em especial, para o nosso caso, medidas com corrente perpendicular ao plano da amostra (CPP).

Dentre os novos caminhos abertos pelos experimentos de Baibich *et al.* [2], é importante citar um trabalho desenvolvido por Slonczewski [5], que serviu como fonte de uma nova linha de pesquisa. Em 1989, Slonczewski [5] calculou o acoplamento de troca para o caso em que a camada espaçadora seja uma barreira túnel. Em sua teoria, foi calculado o torque gerado por uma corrente elétrica spin-polarizada atravessando a barreira túnel da camada isolante. Esse foi o primeiro estudo relativo ao efeito de transferência de spin (TS) entre os momentos magnéticos da corrente spin-polarizada (\vec{s}) e da camada ferromagnética (\vec{M}) de um filme fino. O efeito de TS despertou um maior interesse a partir de 1996, quando Slonczewski [6] e Berger [7], de forma independente, determinaram que a corrente fluindo perpendicularmente ao plano do filme pode gerar um torque devido transferência de spin entre \vec{s} e \vec{M} suficientemente grande capaz de reorientar a direção de magnetização de uma das camadas magnéticas.

As primeiras medidas experimentais do efeito de TS foram realizadas por Tsoi *et al.* [8], em 1998, em um dispositivo constituído de um contato pontual em uma multicamada magnética. Posteriormente, experimentos em estruturas de nanopilares [9, 10, 11, 12] e nanofios [13] confirmaram o efeito. Em 1999, o efeito de TS foi identificado em manganitas, por Sun [14].

Do ponto de vista de aplicações tecnológicas, filmes finos magnéticos apresentam larga aplicabilidade em armazenamento e leitura de dados e na eletrônica de spin (spintrônica). O objetivo é utilizar corrente elétrica spin-polarizada para modificar a configuração relativa da magnetização das camadas magnéticas dos filmes finos, e desta forma modificar as propriedades de condução. Existe um segundo efeito associado à TS: efeito de hiperfrequência (EH). O EH é consequência do torque exercido pela corrente na magnetização local, mas que não é capaz de fazer a inversão completa da magnetização. Nesta configuração o momento magnético precessiona em torno do campo externo com frequência na ordem de gigahertz. Em suma, dispositivos baseados na TS podem ser utilizados tanto para gerar radiação de micro-ondas, aplicada à tecnologia de

telecomunicações, por exemplo, como em memórias magnéticas não-voláteis [15, 16].

Como exposto acima, a pesquisa básica na área de filmes finos magnéticos é de fundamental importância para o entendimento dos fenômenos envolvidos em sistemas de baixa dimensionalidade. Entretanto, existe um conjunto de parâmetros tão grande, tanto na construção como na forma de análise, que este estudo envolve um imenso universo de possibilidades. Dessa forma, faz-se necessário a implementação constante de novos estudos e métodos de construção e caracterização de nanoestruturas.

O objetivo deste trabalho consiste no estudo dos efeitos de magnetorresistência gigante e de transferência de spin em nanopilares, nanocontatos magnéticos e em nanoponteiras. Para isso, foi desenvolvido um estudo sistemático que envolve desde a fabricação de nanoestruturas, como também a construção de dispositivos para a caracterização das propriedades magnetorresistivas das mesmas.

Utilizamos a técnica de desbastamento iônico magnético (*magnetron sputtering*) para a deposição das multicamadas magnéticas, composta basicamente Co/Cu/Co e NiFe/Cu/NiFe. As nanoestruturas podem ser fabricadas por diversos processos. Nesta tese utilizamos três processos litográficos diferentes, fazendo nanoindentações em uma superfície isolante, como um polímero (PMMA) ou alumina. Além disso, foram fabricadas ponteiras de tungstênio com dimensões nanométricas em uma das extremidades, através de um processo eletroquímico de corrosão, usadas como nanocontatos de superfície. Também foi desenvolvido um aparato para as medidas de GMR e TS especialmente para o uso dessas ponteiras. O uso das nanoponteiras tem se destacado como uma configuração alternativa bastante eficiente para investigar o efeito de TS, com a vantagem de fabricação relativamente simples.

Os próximos capítulos estão divididos da seguinte forma: no Capítulo 2 fazemos uma abordagem dos aspectos teóricos que descrevem os efeitos de GMR e TS, e apresentamos, ainda, uma seção que aborda as configurações elétricas para o transporte elétrico, ressaltando suas vantagens particulares.

No Capítulo 3 detalhamos a parte experimental deste trabalho, mostrando as principais

técnicas utilizadas para a fabricação e caracterização das amostras. Esse capítulo aborda detalhadamente os sistemas de medidas construídos para atender aos requisitos de medidas das estruturas estudadas.

No Capítulo 4 apresentamos as estruturas estudadas, descrevendo os métodos e as técnicas utilizadas para a obtenção das amostras, os processos envolvidos na fabricação das nanoponteiras e, por fim, os processos de fabricação das estruturas nanométricas. Esse capítulo serve como base para ter uma visão geral dos processos litográficos e das diversas técnicas exploradas para a construção dos dispositivos.

No Capítulo 5 são apresentados os resultados dos experimentos usando as nanoponteiras, em cada etapa evolutiva do aparato de medidas. Discussões são amplamente abordadas com relação aos resultados de magnetorresistência e transferência de spin.

O Capítulo 6 apresenta os resultados de cada uma das etapas de construção das nanoestruturas para as diferentes técnicas utilizadas para a obtenção das mesmas. É feita uma abordagem envolvendo as etapas de construção, fazendo-se um comparativo entre as metodologias. Por fim, são apresentados os resultados das medidas de transferência de spin em estruturas como nanopilares.

Por fim, o Capítulo 7 é reservado à apresentação das principais conclusões e novas idéias que podem nortear trabalhos futuros.

Capítulo 2

Aspectos Teóricos

Neste capítulo apresentamos os aspectos teóricos que descrevem os efeitos relevantes ao tema desta tese: magnetorresistência gigante (GMR) e transferência de spin (TS). Em cada uma das seções contém uma rápida abordagem destes efeitos, bem como suas principais características. Na terceira seção, estão descritas as configurações CPP e CIP para os sistemas de medidas, ressaltando suas particularidades para os estudos dos efeitos de GMR e TS. A última seção apresenta uma metodologia para calcular a densidade de corrente que atravessa os nanocontatos.

2.1 Magnetorresistência Gigante

O efeito de magnetorresistência gigante (GMR) foi observado pela primeira vez em 1988 por Baibich *et al.* [2] dando início a uma nova eletrônica chamada Spintrônica. Os autores perceberam que a resistência elétrica da multicamada $[\text{Fe}(30 \text{ \AA})/\text{Cr}(9 \text{ \AA})]_{40}$ diminuía consideravelmente na presença de um campo magnético externo. Como veremos mais adiante, o comportamento magnetorresistivo do sistema está associado ao espalhamento eletrônico dependente do spin no interior das camadas magnéticas (por impurezas ou defeitos) e/ou nas interfaces, e depende das orientações relativas das magnetizações das camadas magnéticas.

Uma abordagem prévia de alguns modelos de resistividade em metal, apresentando conceitos essenciais para o estudo da GMR, será feita nas seções seguintes antes de apresentarmos o efeito de magnetorresistência gigante.

2.1.1 Modelo de Drude

Um dos primeiros modelos para descrever o comportamento elétrico nos metais foi elaborado por P. Drude em 1900, três anos após a descoberta do elétron por J. J. Thomson. Ele desenvolveu seu modelo para o transporte elétrico aplicando a teoria cinética dos gases a um metal, considerando que a condução é dada por um gás de elétrons. Contudo, por ser anterior à quântica, o modelo de Drude é demasiadamente simples para explicar os fenômenos envolvidos na estrutura da matéria. No modelo de Drude os elétrons de condução do metal se movimentam livremente formando o "gás de elétrons" [17]. A densidade desse gás é dada pelo número total de elétrons que ocupam um determinado volume do metal. As colisões são consideradas eventos instantâneos que alteram abruptamente a velocidade de um elétron, nas quais as interações elétron-elétron e elétron-íon são desprezadas. O tempo decorrido entre duas colisões é conhecido como *tempo de relaxação*, τ . A *condutividade elétrica* σ em um metal está diretamente relacionada ao tempo de relaxação, onde a carga total transportada deve ser proporcional à densidade de carga ne submetida a um campo elétrico \vec{E} que, por sua vez, gera uma aceleração diretamente proporcional à carga e e inversamente proporcional à massa efetiva m dos elétrons de condução, tal que [17, 18]:

$$\sigma = \frac{ne^2\tau}{m} \quad (2.1)$$

A distância percorrida pelos elétrons de condução na presença do campo elétrico \vec{E} , em um intervalo de tempo correspondente ao tempo de relaxação τ , é chamada de *livre caminho médio*, λ . O livre caminho médio é, portanto, a distância percorrida pelo elétron entre duas colisões consecutivas. A relação entre λ e τ é expressa em termos da velocidade adquirida pelos elétrons de condução: $\lambda = v\tau$.

Para n elétrons se movendo com velocidade v em uma determinada direção, a densidade de corrente elétrica, \vec{j} , associada será proporcional a \vec{v} , dada por:

$$\vec{j} = -ne\vec{v} \quad (2.2)$$

A densidade de corrente também é uma consequência direta do campo elétrico aplicado no metal

e depende das características relacionadas à condução eletrônica do metal. A relação entre as grandezas \vec{j} e \vec{E} é dada pela Lei de Ohm:

$$\vec{E} = \rho \vec{j} \quad (2.3)$$

onde ρ é a constante de proporcionalidade definida como a *resistividade elétrica* de um metal isotrópico.

A resistividade elétrica é inversamente proporcional à condutividade, $\rho = 1/\sigma$. Assim, sabendo que $\lambda = v\tau$ e, substituindo v na equação 2.1, obtém-se que a resistividade elétrica é inversamente proporcional ao livre caminho médio λ . É importante ressaltar que a velocidade v se refere à velocidade dos elétrons de condução na superfície de Fermi, uma vez que as colisões envolvem apenas elétrons nas proximidades da superfície de Fermi [19].

2.1.2 Modelo de Mott

As funções de onda dos elétrons de cada átomo dos metais se superpõem no nível de Fermi, ε_F . No caso dos metais de transição, que possuem os níveis de energia "d" incompletos, dão origem às bandas "d" que se superpõem a uma banda de tipo "s" nas vizinhanças da energia de Fermi [18], conforme está esquematizado na figura 2.1. Nos metais de transição "3d" a distribuição das populações de spin nas sub-bandas $3d^\uparrow$ e $3d^\downarrow$ no nível de Fermi não estão balanceadas gerando diferentes densidades de estados para os elétrons de spins *up* e *down* e, conseqüentemente, uma assimetria da condução eletrônica.

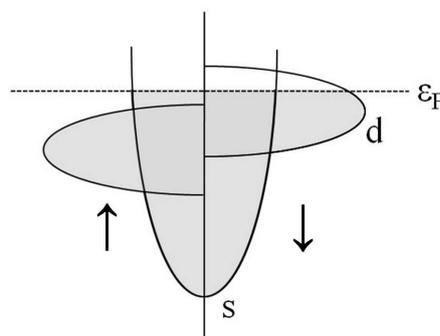


Figura 2.1: Representação esquemática da estrutura de banda de um metal de transição ferromagnético.

De uma forma simplificada, pode-se dizer que o modelo de duas correntes de Mott [20]

propõe que os elétrons de condução percorrem o metal em dois canais paralelos e independentes, um para cada estado de spin, com resistividades diferentes, ρ_{\uparrow} e ρ_{\downarrow} . Por convenção, o canal de resistividade ρ_{\uparrow} está relacionado aos elétrons majoritários e o canal de resistividade ρ_{\downarrow} aos elétrons minoritários.

A baixas temperaturas, a resistividade total ρ do metal ferromagnético é dada por:

$$\rho = \frac{\rho_{\uparrow}\rho_{\downarrow}}{\rho_{\uparrow} + \rho_{\downarrow}} \quad (2.4)$$

A altas temperaturas, as colisões elétron-fônon tendem a igualar a corrente eletrônica dos dois canais e esses deixam de ser independentes. Para considerar os efeitos de transferência entre os dois canais é preciso introduzir um termo de mistura de spin $\rho_{\uparrow\downarrow}$ [21]. Assim, a resistividade ρ pode ser escrita como:

$$\rho = \frac{\rho_{\uparrow}\rho_{\downarrow} + \rho_{\uparrow\downarrow}(\rho_{\uparrow} + \rho_{\downarrow})}{\rho_{\uparrow} + \rho_{\downarrow} + 4\rho_{\uparrow\downarrow}} \quad (2.5)$$

Para o caso em que $\rho_{\uparrow\downarrow} \gg \rho_{\uparrow}, \rho_{\downarrow}$ (altas temperaturas), a resistividade ρ se resume em:

$$\rho = \frac{\rho_{\uparrow} + \rho_{\downarrow}}{4} \quad (2.6)$$

Em conclusão, o transporte eletrônico nos metais ferromagnéticos "3d" é dependente do spin do elétron [20, 22]. Uma consequência importante da diferença de resistividade dos canais de condução de spin majoritário e minoritário é que a corrente tende a passar com mais facilidade no canal de menor resistividade. No nível de Fermi, ε_F , as bandas responsáveis pela condução dos elétrons são "s", "d" e as hibridizações "s-d", onde os elétrons "s" são mais difusos que os elétrons "d", mais localizados e de mesmo spin. Portanto, existe uma probabilidade de transição de elétrons "s" e "d" em cada canal de condução, porém com taxas diferenciadas, uma vez que o canal de spins majoritários tem a sub-banda "3d" "totalmente" preenchida abaixo de ε_F . Consequentemente, a resistividade é maior para o canal dos portadores minoritários que possui uma maior probabilidade de transição "s-d"(neste contexto representado na figura 2.1 pelos spins *down*).

Outra consequência imediata do desbalanceamento das densidades de estados no nível de

Fermi ε_F (figura 2.1) é a magnetização líquida do sistema, que é proporcional a diferença entre o número de spins *up* e *down*. Este deslocamento em energia das sub-bandas gera um momento magnético resultante, \vec{M} , na direção oposta aos momentos magnéticos dos spins majoritários ($\vec{M} \propto -\vec{s}$ [19]). As sub-bandas relacionadas aos spins majoritários, abaixo do nível de Fermi, estão "completamente" preenchidas e, portanto, são responsáveis pela magnetização líquida do metal. Considerando que nos metais "3d" a contribuição do momento orbital é desprezível, a magnetização desses é dada apenas pela contribuição de spin.

2.1.3 Efeito de Magnetorresistência Gigante

O efeito de GMR pode ser entendido a partir do modelo de Mott quando aplicado a sistemas de baixa dimensionalidade. A figura 2.2 mostra representativamente o comportamento dos elétrons de spins *up* e *down* em uma multicamada magnética, supondo uma corrente elétrica atravessando duas camadas ferromagnéticas (FM) separadas por uma camada não magnética (NM) condutora. As camadas magnéticas, cujas direções de magnetização estão representadas com vetores apontando para baixo, são definidas como se os portadores majoritários sejam os elétrons de spin *up*. Assim, as camadas magnéticas com direção de magnetização representadas com vetores apontando para cima correspondem aos portadores majoritários definidos pelos elétrons de spin *down*.

Supondo que as direções de magnetização das camadas magnéticas FM1 e FM2 sejam paralelas (figura 2.2(a)), com magnetizações definidas pelos portadores majoritários de spin *up* (conforme esquematizado na figura 2.1), tem-se um forte espalhamento dos elétrons de spin *down* nas duas camadas FMs, pois os canais de condução ρ_{\downarrow} são mais resistivos nesta configuração ($\rho_{\downarrow} > \rho_{\uparrow}$). Por outro lado, os elétrons de spin *up*, os quais representam os portadores majoritários para essa configuração, são pouco espalhados ocorrendo um curto-circuito para este canal de condução.

Numa configuração antiparalela entre os momentos magnéticos das camadas FMs, conforme figura 2.2(b), tem-se que os elétrons de spin *down* são fortemente espalhados na camada FM1 onde estes são minoritários, enquanto na camada FM2 estes são pouco espalhados. Os elétrons de spin *up* apresentam um comportamento semelhante, mas em camadas diferentes. Dessa

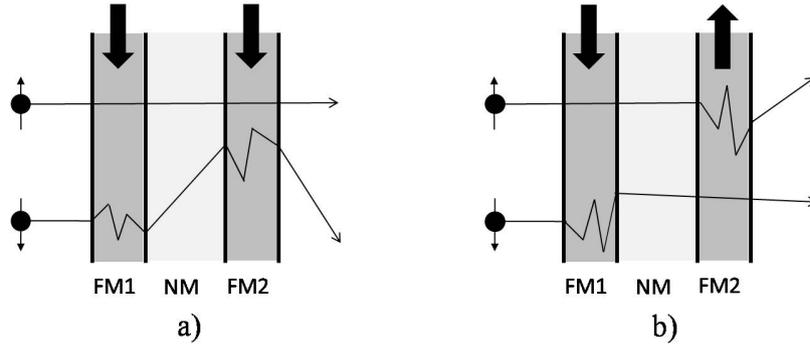


Figura 2.2: Esquema da difusão dependente do spin numa multicamada magnética com orientações magnéticas (a) paralela e (b) antiparalela.

forma, a resistividade da multicamada na configuração paralela é menor do que na configuração antiparalela.

As relações para as resistividades nas diferentes configurações foram estudadas por Baibich *et al.* [2] usando como fundamento as equações 2.4 e 2.6. Para a configuração paralela das magnetizações das camadas FMs, tem-se que $\rho_{\uparrow\downarrow} = 0$, pois a corrente spin-polarizada atravessa as multicamadas em canais independentes, tal que a resistividade ρ^P nessa configuração é:

$$\rho^P = \frac{\rho_{\uparrow}\rho_{\downarrow}}{\rho_{\uparrow} + \rho_{\downarrow}} \quad (2.7)$$

Para a configuração antiparalela das magnetizações, o termo de mistura de spin $\rho_{\uparrow\downarrow}$ torna-se relevante, pois a corrente spin-polarizada atravessa dois canais de resistividades diferentes, ρ_{\uparrow} e ρ_{\downarrow} . Portanto, similar ao efeito para altas temperaturas ($\rho_{\uparrow\downarrow} \gg \rho_{\uparrow}, \rho_{\downarrow}$), a resistividade nessa configuração a resistividade ρ^{AP} é:

$$\rho^{AP} = \frac{\rho_{\uparrow} + \rho_{\downarrow}}{4} \quad (2.8)$$

A magnetorresistência gigante é definida como a variação da resistividade normalizada pela resistividade de saturação do sistema e pode ser escrita como [23]:

$$GMR = \frac{\rho^{AP} - \rho^P}{\rho^P} = \frac{(\alpha - 1)^2}{4\alpha} \quad (2.9)$$

onde $\alpha = \frac{\rho_{\downarrow}}{\rho_{\uparrow}}$ é definido como coeficiente de assimetria de spin. Para o caso de alguns metais, como Fe, Co e do Ni, onde $\rho_{\uparrow} < \rho_{\downarrow}$, então $\alpha > 1$. Entretanto, esta relação também depende da interface:

para Fe/Cr, por exemplo, $\rho_{\uparrow} > \rho_{\downarrow}$, tal que $\alpha < 1$.

2.2 Transferência de Spin

O efeito de transferência de spin (TS) foi proposto por Slonczewski [6] e Berger [7], de forma independente, em 1996, onde sugeriram a possibilidade de controlar a magnetização de uma camada magnética por injeção de uma corrente elétrica spin-polarizada. Nesse modelo, os momentos magnéticos de uma determinada camada sofrem um torque resultante da transferência de momento angular de spin dos elétrons, devido a conservação de momento angular. O efeito de TS resulta, portanto, da interação entre uma corrente elétrica spin-polarizada com os momentos magnéticos de um material ferromagnético. Esse efeito foi observado experimentalmente pela primeira vez por Tsoi *et al.* [8] em 1998, com a injeção de corrente contínua através de um contato pontual em multicamadas Co/Cu.

A observação experimental do efeito de TS só é possível utilizando-se altas densidades de corrente elétrica atravessando a amostra, da ordem de $10^6 - 10^9$ A/cm² [16, 24, 25]. Essa condição se faz necessária para que haja uma quantidade mínima de elétrons spin-polarizados para dar início ao efeito, chamada de densidade crítica do sistema. Para obter esses valores de densidade de corrente elétrica, sem danificar as amostras, a alternativa mais adequada é a redução das dimensões das amostras, a ordens nanométricas.

2.2.1 Efeito de Transferência de Spin

O efeito de transferência de spin pode ser melhor compreendido considerando uma corrente elétrica, com densidade igual ou superior à densidade crítica, atravessando perpendicularmente uma tricamada composta por duas camadas ferromagnéticas, FM1 e FM2, separadas por uma camada condutora não-magnética, NM, na direção \hat{z} , como mostra a figura 2.3. Neste diagrama, vamos considerar a camada FM1 suficientemente espessa tal que sua magnetização \vec{M} esteja "fixa" na direção \hat{x} . Portanto, essa camada, chamada de *camada de referência*, não sofre influência dos momentos dos elétrons da corrente e desempenha o papel de "polarizadora" desses elétrons, formando uma corrente spin-polarizada. Por outro lado, vamos considerar a segunda

camada ferromagnética, FM2, fina o suficiente para sofrer a ação dos momentos dos elétrons da corrente spin-polarizada, chamada de *camada livre*, com sua magnetização \vec{m} não-colinear com relação à direção \hat{x} , com um afastamento angular θ . Por fim, devemos considerar a camada não-magnética, NM, conhecida como *camada espaçadora*, com uma determinada espessura tal que seja suficiente para manter a corrente spin-polarizada entre FM1 e FM2 e, simultaneamente, deve evitar a interação de troca entre as duas camadas ferromagnéticas. A distância média em que o momento de spin eletrônico é mantido é conhecida como *comprimento de difusão eletrônico*, λ_{sf} [26]. Para uma camada espaçadora de Cu, valores típicos de λ_{sf} são da ordem de 500 nm [27].

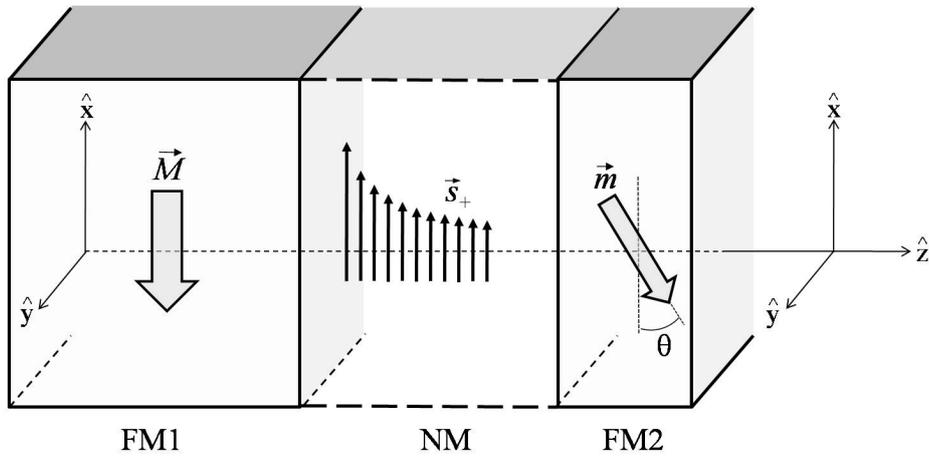


Figura 2.3: Esquema de uma tricatada mostrando a rotação do momento magnético de uma camada por transferência de spin.

Supondo a corrente elétrica fluindo na direção \hat{z} , existem duas situações distintas: *i*) uma para os elétrons fluindo da camada FM1 para FM2, definida como corrente positiva; e *ii*) outra para os elétrons fluindo da camada FM2 para FM1, definida como corrente negativa. Para o primeiro caso, corrente positiva, os elétrons são polarizados em FM1 com momentos de spin \vec{s}_+ (considerando $\vec{M} \propto -\vec{s}$, como mostra a figura 2.3). A camada FM1 tem magnetização definida pelos spins majoritários \vec{s}_+ e possui o canal de condução com ρ_{\uparrow} menos resistivo. Os elétrons percorrem a camada NM mantendo \vec{s}_+ na direção \hat{x} , uma vez que a espessura de NM é menor que λ_{sf} . Como \vec{m} está deslocada em θ com relação a \vec{M} , então ocorre um acúmulo de elétrons com momentos \vec{s}_+ na interface da camada FM2, aumentando a densidade de corrente spin-polarizada na interface NM / FM2. Quando essa densidade de corrente atinge o valor da densidade crítica, a corrente

spin-polarizada gera um torque cujo efeito é a rotação da magnetização da camada livre FM2. Esse efeito é também conhecido como transferência de spin e, quando ocorre, a configuração magnética relativa entre FM1 e FM2 é alterada. Nesse caso (corrente positiva), é favorecido o alinhamento paralelo das magnetizações \vec{m} e \vec{M} . Esse torque pode causar a reversão total da magnetização ou, ainda, levar a magnetização \vec{m} a um determinado ângulo, em estados intermediários precessionais. Slonczewski concluiu que existem dois mecanismos principais que resultam na mútua transferência de momento: reflexão na interface dos elétrons com spins minoritários e precessão dos spins eletrônicos, no ferromagneto, em torno da magnetização [28, 29].

Para o segundo caso, corrente negativa (não representado na figura 2.3), o efeito é semelhante ao primeiro caso, porém o torque gerado em FM2 é dado pela corrente spin-polarizada com os momentos em direção oposta aos momentos \vec{s}_+ do primeiro caso. Os elétrons com momentos de spin \vec{s}_- , com direção $-\hat{x}$, sofrem maior resistência ao atravessar FM1, que tem o canal ρ_{\downarrow} mais resistivo, ocorrendo um acúmulo na interface NM / FM1. Como consequência, há um aumento de densidade desses elétrons na camada NM, analogamente ao caso anterior. Porém, a camada FM1 é espessa suficiente tal que não sofre influência do efeito de transferência de spin. Assim, a densidade de elétrons com momentos \vec{s}_- se estende por toda a camada NM e estes elétrons passam a se acumular também na interface NM / FM2. Este novo acúmulo, por sua vez, é o responsável pela densidade crítica de corrente com momentos \vec{s}_- que geram um torque mudando a orientação de \vec{m} . Esta transferência de spin tende a uma configuração antiparalela de \vec{m} com relação à direção de \vec{M} .

Vimos na seção anterior que a resistividade da multicamada na configuração paralela é menor do que na configuração antiparalela. Portanto, para os elétrons atravessando de FM1 para FM2 (corrente positiva), onde há um favorecimento de uma configuração paralela entre \vec{m} e \vec{M} , a resistência elétrica é menor comparada à configuração estabelecida pela passagem da corrente de FM2 para FM1 (corrente negativa). Em resumo, a corrente elétrica se polariza na camada de referência FM1 e transfere momento para a camada livre FM2 alterando a direção da magnetização \vec{m} . Em consequência, a resistência do sistema é alterada. É importante salientar que esse efeito

necessita de uma alta densidade de corrente elétrica atravessando a multicamada e independe da aplicação de um campo magnético externo.

2.2.2 Equação de Landau-Lifshitz-Gilbert e Slonczewski

A dinâmica da magnetização da camada magnética FM2 pode ser descrita pela equação de Landau-Lifshitz-Gilbert (LLG), acrescido de um termo de torque de Slonczewski. Essa equação corresponde a três equações acopladas cuja solução analítica se torna quase impossível para a maioria dos casos de interesse físico. A equação de LLG modificada apresenta a seguinte forma [6, 7, 30]:

$$\frac{d\vec{m}}{dt} = -\gamma\vec{m} \times \vec{H}_{ef} + \frac{\alpha}{M_S}\vec{m} \times \frac{d\vec{m}}{dt} + \gamma\frac{a_j}{M_S}\vec{m} \times (\vec{m} \times \hat{M}) \quad (2.10)$$

onde γ é a razão giromagnética, \vec{m} é a magnetização da camada FM2 e \hat{M} indica a direção da magnetização da camada FM1. \vec{H}_{ef} é o campo magnético efetivo, que inclui as contribuições de campo externo (se aplicado) e os campos de acoplamento e das anisotropias existentes no sistema. α é um coeficiente fenomenológico de amortecimento de Gilbert; M_S é a magnetização de saturação e a_j está relacionado à densidade de corrente que atravessa a multicamada magnética [24]. Os dois primeiros termos da equação representam a precessão e o amortecimento da magnetização \vec{m} com relação ao campo efetivo \vec{H}_{ef} . O terceiro termo corresponde à transferência de spin e o torque gerado pela corrente depende de sua direção.

Antes de analisar cada termo da equação 2.10, vamos supor que a magnetização da camada ferromagnética FM1, \vec{M} , esteja orientada na direção de \vec{H}_{ef} e que a magnetização \vec{m} da camada FM2 esteja em outra direção afastada em θ de \vec{H}_{ef} , como está representado na figura 2.4. Por simplicidade, os macrospins representados pelas setas que indicam as direções de \vec{M} e \vec{m} estão situados representativamente na mesma origem do sistema de coordenadas.

O primeiro termo que contribui para a dinâmica de \vec{m} está relacionado diretamente ao campo efetivo \vec{H}_{ef} que atua sobre a direção de \vec{m} . O campo efetivo, que pode ou não ter contribuição de um campo magnético externo, faz com que a magnetização \vec{m} tenha um movimento de precessão em torno da direção de \vec{H}_{ef} .

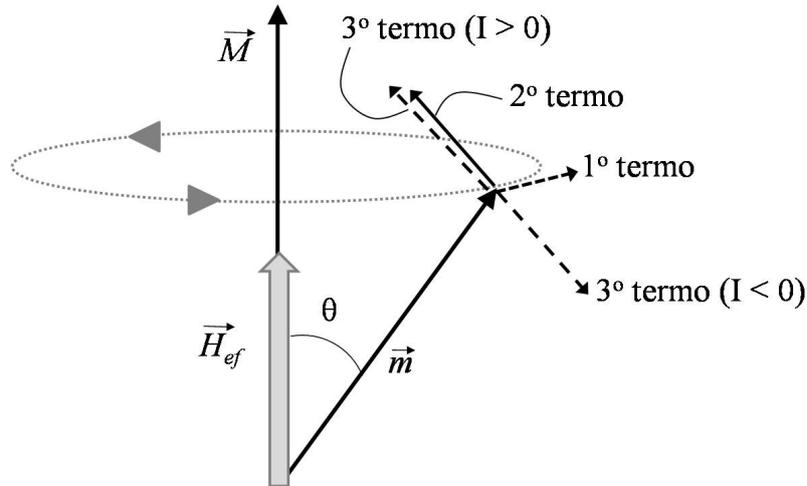


Figura 2.4: Direção dos vetores de precessão, amortecimento e transferência de spin descritos na equação de Landau-Lifshitz-Gilbert.

O termo de dissipação foi inicialmente proposto por Landau e Lifshitz, em 1935, na forma $\frac{\lambda}{M_S} \vec{m} \times (\vec{m} \times \vec{H}_{ef})$, que leva em considerações as dissipações de energia e descreve a precessão da magnetização em um meio contínuo. Contudo, nesta primeira formulação, a equação divergia para um amortecimento muito grande ($\lambda \rightarrow \infty$) da precessão em torno de \vec{H}_{ef} . Em 1955, Gilbert propôs uma formulação diferente para a dinâmica da magnetização, considerando uma espécie de força viscosa, com componentes proporcionais às derivadas temporais das coordenadas generalizadas (componentes do vetor magnetização) [28], introduzindo um novo termo de dissipação: α . O segundo termo da equação 2.10 representa a proposta de Gilbert. Essa proposta torna a equação fisicamente plausível para o limite de grandes amortecimentos. O segundo termo na dinâmica da magnetização tende a alinhar \vec{m} na direção de \vec{H}_{ef} . Este movimento em conjunto com a contribuição da precessão (primeiro termo) gera um movimento em forma de espiral de \vec{m} .

O terceiro termo da equação 2.10 está relacionado à transferência de momento entre a corrente elétrica e a magnetização \vec{m} , proposto por Slonczewski, em 1996. A contribuição deste termo na dinâmica de magnetização depende da direção da corrente aplicada e da densidade de corrente \vec{j} . Considerando a magnetização \vec{M} orientada na mesma direção de \vec{H}_{ef} , o torque resultante da transferência de spin sobre \vec{m} pode ser paralelo ou antiparalelo ao amortecimento (segundo termo), contribuindo para o alinhamento entre as direções \vec{m} e \vec{M} no mesmo sentido ou em sentidos opostos, respectivamente. A análise dessas duas situações se faz em duas condições distintas, definidas

anteriormente: uma para densidade corrente positiva e outra para densidade de corrente negativa.

No caso de uma densidade de corrente positiva, definida para os elétrons fluindo da camada ferromagnética de referência, FM1, para a camada livre, FM2, o vetor torque tem a mesma direção e sentido do vetor de amortecimento. A transferência de spin contribui para o alinhamento de \vec{m} com \vec{M} . Essa contribuição se soma ao termo de amortecimento fazendo com que a magnetização \vec{m} espirale mais rapidamente para a direção positiva de \vec{M} . Por outro lado, para uma densidade de corrente negativa, definida para os elétrons fluindo de FM2 para FM1, a contribuição do termo de transferência compete com o termo de amortecimento. Os vetores transferência de spin e amortecimento têm sentidos opostos tal que \vec{m} espirala para uma configuração de baixa energia em torno da direção negativa de \vec{M} , podendo ocorrer total reversão de \vec{m} [31].

É importante ressaltar que a análise da equação 2.10 feita até o momento foi considerando a magnetização da camada de referência, \vec{M} , na mesma direção e sentido do campo magnético efetivo, \vec{H}_{ef} . Estudos recentes mostram que quando \vec{H}_{ef} e \vec{M} estão alinhados, ambos contribuem para reorientar a magnetização da camada livre, \vec{m} , nessa mesma direção, e são competitivos em relação à precessão de \vec{m} . Em uma análise mais detalhada da equação 2.10, considerando uma configuração antiparalela entre \vec{H}_{ef} e \vec{M} (ou suas componentes), ocorre uma situação oposta: os termos contribuem na mesma direção da precessão, mas são competitivos em relação à reorientação da magnetização [28]. Nesse caso, existe a possibilidade de uma precessão estável. O termo de amortecimento dissipa energia do sistema e faz a magnetização \vec{m} tenha uma orientação correspondendo a um mínimo de energia (direção de \vec{H}_{ef}), mas o termo de transferência de spin cede energia ao sistema, compensando a dissipação e mantendo, assim, uma precessão contínua de \vec{m} , com frequência da ordem de GHz. Este efeito é conhecido como Hiperfrequência.

2.3 Configurações CPP e CIP

As seções anteriores descrevem os principais conceitos que explicam os efeitos de magnetorresistência gigante e transferência de spin. Contudo, para sua observação experimental, se fazem necessárias condições específicas que atendem aos aspectos teóricos apresentados.

Medidas de GMR em multicamadas magnéticas podem ser realizadas em diferentes configurações, conforme a direção da corrente elétrica que passa na amostra: corrente no plano (CIP) e corrente perpendicular ao plano (CPP) da amostra. Na configuração CIP, a camada espaçadora deve ser da ordem do livre caminho médio (para o cobre, $\lambda \sim 10^2$ nm [32]). Camadas mais espessas que λ diminuem drasticamente o efeito de GMR nesta configuração, pois os elétrons sofrem menos influência da magnetização relativa entre as camadas ferromagnéticas. Na configuração CPP, ocorre o fenômeno de acúmulo de elétrons nas interfaces quando atravessam as camadas magnéticas perpendicularmente, quando a camada espaçadora é da ordem do comprimento de difusão eletrônico (λ_{sf}), em geral, maior que o livre caminho médio [26].

A figura 2.5 mostra esquemas com os dois tipos de configuração, sendo a corrente elétrica, I , fluindo da esquerda para a direita, na configuração CIP, e de cima para baixo, na configuração CPP, nas camadas ferromagnéticas (FM) separadas por uma camada não-magnética (NM) condutora.

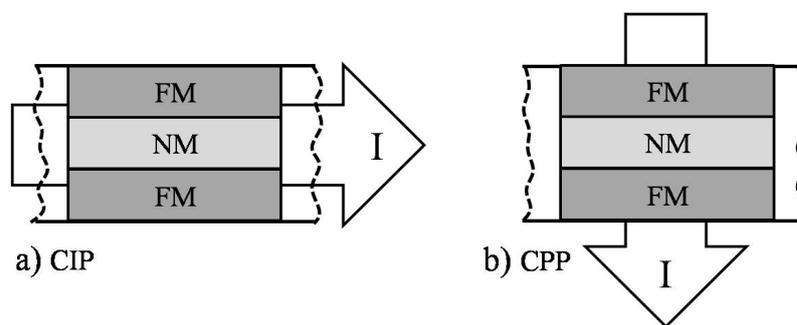


Figura 2.5: Configurações das camadas magnéticas (a) CIP e (b) CPP.

Considerando que a resistência elétrica é inversamente proporcional à área da seção transversal do condutor, pode-se obter uma resistividade considerável quando as dimensões laterais da amostra forem reduzidas. Dessa forma, as dificuldades de medida são teoricamente contornadas.

A grande diferença entre as configurações CIP e CPP está, principalmente, na amplitude do efeito. Em geral, medidas de GMR na configuração CPP apresentam valores com maiores variações percentuais [33], porém a resistência elétrica de contato é muito maior que a resistência da amostra, mascarando o efeito magnetorresistivo, necessitando de um aparato de medidas mais complexo. Por essa razão, a maioria dos aparatos experimentais para medidas de magnetorresis-

tência é do tipo CIP, especialmente no "sistema de quatro pontas", que consiste em quatro contatos elétricos no plano da amostra, colineares ou não. Um par dos contatos fornece corrente elétrica e o outro par faz a leitura da tensão do sistema.

Entretanto, o efeito de transferência de spin é observado somente em sistemas cuja densidade de corrente elétrica é elevada e, sobretudo, onde ocorre o acúmulo de elétrons spin-polarizados nas interfaces entre as camadas (conforme discutido na seção 2.2). Assim, as medidas de TS são realizadas em sistemas com configurações do tipo CPP. Para obter tais condições são construídas estruturas onde a corrente elétrica atravessa uma área de ordem nanométrica. Em geral, estas estruturas são obtidas em forma de nanopilares, nanocontatos ou nanoponteiras.

Apesar das dificuldades experimentais, todas as medidas de GMR e TS desta tese foram realizadas em sistemas com configuração CPP. No próximo capítulo é feita uma discussão detalhada dos sistemas de medidas fabricados para a obtenção dos resultados.

2.4 Densidade de corrente

A densidade de corrente j corresponde à corrente I que atravessa uma determinada área superficial. Conhecendo-se a área do contato elétrico é possível calcular o valor da densidade de corrente em função da corrente aplicada. Considerando o contato com uma área circular de raio a , temos a relação para a densidade:

$$j = \frac{I}{\pi a^2}, \quad (2.11)$$

A partir desta equação, podemos calcular o valor das densidades críticas nas quais ocorrem os efeitos de TS, para cada uma das medidas. Entretanto, é preciso conhecer o valor de a .

Jansen *et al.* [34] e Tsoi *et al.* [35] desenvolveram uma metodologia para calcular o valor do raio da ponteira. Nesta teoria, a resistência de contato elétrico é dividida em três regiões, determinadas pela relação entre o livre caminho médio do elétron λ e o raio a do contato: *i*) $\lambda \gg a$; *ii*) $\lambda \ll a$ e *i*) $\lambda \sim a$.

Segundo Tsoi *et al.* [35], para $\lambda \gg a$, a resistência deve ser balística, do tipo:

$$R_S = \frac{4\rho l}{3\pi a^2} \quad (2.12)$$

Onde ρ é a resistividade do contato. No caso em que $\lambda \ll a$, a resistência de contato é do tipo:

$$R_M = \frac{\rho}{2a} \quad (2.13)$$

No limite em que $\lambda \sim a$, a resistência de contato total é determinada por $R_c = R_S + R_M$. O termo de expansão em primeira ordem, em potência de a/λ é aproximadamente:

$$R_c = \frac{4\rho l}{3\pi a^2} + \frac{\rho}{2a} \Gamma(a/\lambda) \quad (2.14)$$

Segundo os autores, a função gama $\Gamma(a/\lambda)$ varia de $\Gamma(0) = 1$ a $\Gamma(\infty) = 0,694$. Adotando $\Gamma(a/\lambda) = 1$, e considerando o limite em que o contato pontual seja um filme circular com espessura $t < a$ e diâmetro $D \gg a$, com resistividade ρ_f , a resistência R_M do contato fica:

$$R_M(t < a) = \frac{\rho}{2\pi t} \ln\left(\frac{D}{a}\right) \quad (2.15)$$

Para o caso em que $t > a$, R_M deve ser analisada em duas situações: perto e longe do contato. As equações a seguir descrevem cada uma dessas situações, respectivamente:

$$R_M(t > a) = \frac{\rho_f}{a} \quad (2.16)$$

$$R_M(t > a) = \frac{\rho_f}{2\pi t_f} \ln\left(\frac{D}{t_f}\right) \quad (2.17)$$

A resistência total de contato R_T é dada pela contribuição das equações 2.15, 2.16 e 2.17, tal que [35]:

$$R_T = \frac{4\rho_W l}{3\pi a^2} + \frac{\rho_f}{a} + \frac{\rho_f}{2\pi t_f} \ln\left(\frac{D}{t_f}\right) \quad (2.18)$$

Onde ρ_W e ρ_f são as resistividades do fio de tungstênio e do filme.

Por fim, isolando a na equação 2.18, onde R_T é medido experimentalmente, é possível calcular o raio do contato e, conseqüentemente, estimar o valor da densidade de corrente j conhecendo-se o valor da corrente elétrica I que atravessa o contato pontual, retomando à equação 2.11.

Capítulo 3

Aspectos Experimentais

Este capítulo está dividido em quatro seções nas quais descrevemos os principais aspectos experimentais utilizados neste trabalho. Na primeira seção apresentamos uma descrição sucinta da principal técnica experimental utilizada para fabricação: *magnetron sputtering*. Na segunda seção abordamos em linhas gerais o sistema de medidas, bem como algumas características básicas e comuns entre os efeitos estudados. Nas últimas seções fazemos uma descrição detalhada dos sistemas de medidas construídos especialmente para as medidas utilizando ponteiras de tungstênio como contato elétrico nanométrico e mostraremos como amostras constituídas de nanopilares ou nanocontatos são preparadas para as medidas de GMR e TS.

3.1 Desbastamento Iônico ou *Sputtering*

As multicamadas magnéticas foram fabricadas pela técnica de desbastamento iônico magnético (*magnetron sputtering*). Essa técnica consiste na retirada de átomos de um material (alvo) para serem depositados em um substrato, formando filmes finos.

O fenômeno de *sputtering* ocorre quando átomos da superfície de um sólido são ejetados devido à colisões de partículas em sua superfície. Essas partículas, com energias entre 5 eV e 10 keV, transferem energia aos átomos da rede cristalina do sólido gerando um processo de colisões em cascata. Os átomos ejetados possuem energias da ordem de 10 a 100 eV [36]. A formação do filme fino ocorre quando esses átomos ejetados se reagrupam em um anteparo a uma determinada distância da superfície do sólido. O anteparo é conhecido como "substrato", que sustenta a amostra, e o sólido bombardeado pelas partículas é chamado de "alvo".

Para que as colisões ocorram, as partículas colidentes são submetidas a uma diferença de potencial estabelecida por dois eletrodos: um negativo, que é o alvo (catodo), e um positivo onde se situa o substrato (anodo). Todo o processo é realizado em uma câmara especial, em vácuo na ordem de 10^{-7} Torr. Em geral, estas partículas são íons de um gás nobre, usualmente argônio de alta pureza, que não reage quimicamente com os átomos do alvo. O gás de argônio injetado na câmara não possui portadores de carga e, portanto, precisa ser ionizado para acelerá-lo contra o alvo promovendo as colisões. A ionização dos átomos de argônio ocorre devido à presença de elétrons livres na câmara: quando um elétron aparece no campo elétrico existente entre o anodo e o catodo, é acelerado em direção do anodo e pode colidir com um átomo de argônio e, pela conservação de energia, pode levar à ionização desse átomo ou à emissão de um ou mais fótons de luz. Ocorrendo a ionização, haverá mais um elétron livre que contribui para a ionização de outros átomos de argônio, gerando uma cascata de colisões e aumentando o número de íons livres de argônio. Estes íons positivos, por sua vez, são acelerados em direção ao catodo (alvo) provocando o desbaste do alvo ao colidirem em sua superfície.

Entretanto, o efeito de *sputtering* passa a ser detectado quando a pressão na câmara é da ordem de 10^{-3} Torr, onde a descarga se torna auto-sustentável, gerando um plasma característico com um número significativo de elétrons e íons positivos em um espaço de carga [37].

Existem diferentes processos para gerar o plasma que estão vinculados às fontes de tensão utilizadas nos eletrodos, DC ou RF, podendo ser na presença de um campo magnético local e/ou em atmosfera gasosa reativa [36, 38].

***Sputtering* por DC**

O processo de *sputtering* por DC é utilizado em alvos condutores. Os eletrodos são ligados a uma fonte de tensão que produz um potencial elétrico contínuo gerando um campo elétrico que acelera os íons de argônio contra o alvo, resultando no desbaste iônico. Os elétrons secundários gerados nesse processo sustentam o plasma e contribuem significativamente para as ionizações subsequentes, aumentando a eficiência do processo.

Sputtering por RF

O processo de *sputtering* por RF tem os eletrodos ligados à uma fonte que opera por meio de um potencial alternado AC, em frequências da ordem de MHz. Em geral, esse processo de *sputtering* por RF é utilizado para alvos isolantes. Portanto, nesse processo não há geração de elétrons secundários e o plasma é sustentado pelos elétrons decorrentes da ionização dos átomos de argônio. Esses elétrons acompanham as flutuações do campo elétrico fazendo com que um número significativo de colisões provoque ionização suficiente para sustentar o plasma. Por outro lado, os íons pouco interagem com o campo alternado [38], por serem relativamente pesados.

Desbaste iônico magnético ou *magnetron sputtering*

O *magnetron sputtering* consiste na aplicação de um campo magnético nas imediações do alvo com o objetivo de confinar o plasma próximo à superfície do alvo. Esse procedimento aumenta a eficiência do desbaste e é realizado através da instalação de ímãs na parte inferior do alvo (ver figura 3.1). Essa configuração magnética pode ser utilizada nas fontes DC e RF, onde o campo magnético atua nos elétrons que ionizam o gás de argônio, fazendo com que esses elétrons percorram trajetórias helicoidais confinadas às linhas do campo magnético aumentando o tempo que permanecem no plasma. Isto aumenta a probabilidade de colisões dos elétrons com os átomos de argônio, gerando maior número de íons, e evita a recombinação dos elétrons com os íons [36].

Sputtering por RF reativo

O *sputtering* reativo é realizado em uma atmosfera gasosa reativa, composta de argônio e oxigênio. Um dos elementos do gás, o oxigênio, reage quimicamente com os átomos ejetados do alvo, seguindo uma proporção estequiométrica adequada. Em geral, esta técnica é utilizada na deposição de óxidos e utiliza-se uma fonte de tensão RF. Para aumentar a eficiência de *sputtering*, a configuração magnética também pode ser utilizada.

3.1.1 Sistemas de deposição por *magnetron sputtering*

As amostras desta tese foram fabricadas, em sua maioria, por um sistema de *magne-*

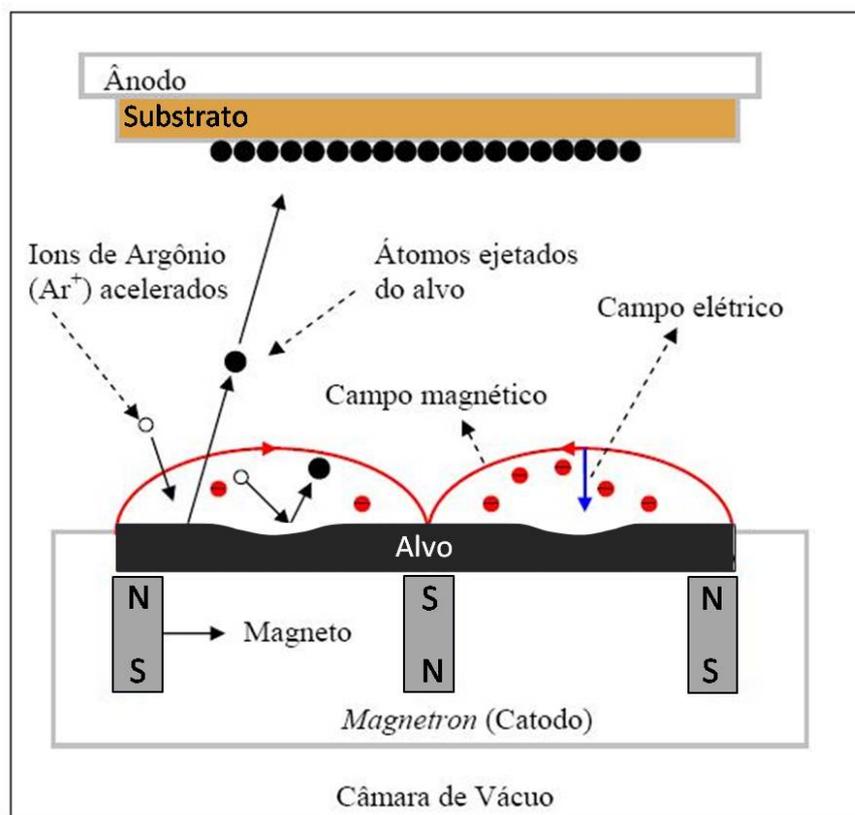


Figura 3.1: Esquema do processo de magnetron sputtering em uma câmara de vácuo. Os eletrodos ligados à fonte de tensão DC ou RF são compostos pelo substrato (ânodo) e pelo alvo (catodo), sobre ímãs.

tron sputtering utilizando fontes DC e RF, fabricado na UFRGS, pertencente ao Laboratório de Magnetismo (LAM), UFRGS. Algumas amostras foram fabricadas no equipamento comercial do Laboratório de Conformação Nanométrica (LCN), UFRGS, da fabricante AJA. Os sistemas são muito similares e compostos por:

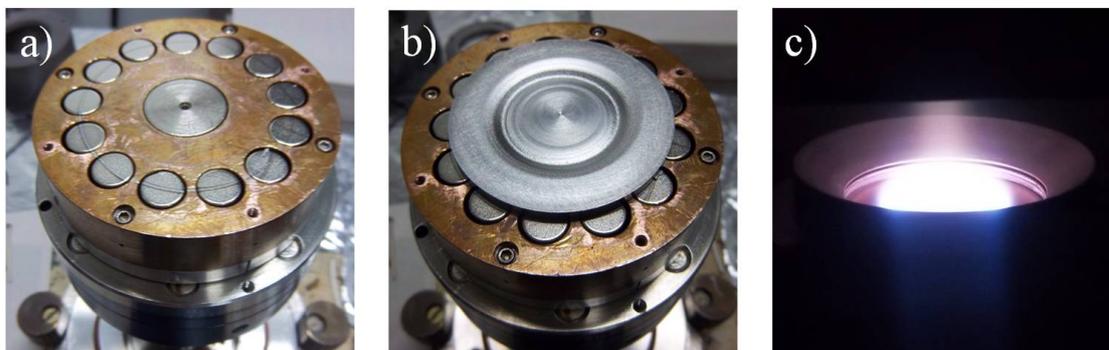
- i) uma câmara cilíndrica de inox para vácuo, com anéis de vedação de *neoprene*;
- ii) uma pré-câmara de vácuo para troca de substratos (somente no equipamento do LCN);
- iii) um sistema de vácuo, realizado por uma bomba difusora no LAM e uma bomba turbo molecular no LCN;
- iv) uma armadilha de nitrogênio líquido acoplada entre a câmara e a difusora para a retenção de óleo proveniente das bombas de vácuo. Esse artefato contribui para a melhoria do vácuo retendo principalmente vapores de água e solventes orgânicos. A bomba turbo molecular do LCN dispensa esse ítem;
- v) uma bomba de vácuo mecânica para fazer pré-vácuo na câmara e reter partículas maiores;

vi) fontes de tensão DC e RF;

vii) sistemas controladores de pressão, temperatura e fluxo de gases (argônio, oxigênio e nitrogênio).

Magnetron sputtering do LAM

Dentro da câmara é possível utilizar cinco alvos diferentes. Esses alvos são discos com diâmetros de 5,08 cm (2 inch) colocados em dispositivos blindados chamados de "canhões", onde são acoplados os ímãs para a configuração magnética. As figuras 3.1.1(a) e (b) mostram fotos de um dos canhões evidenciando os ímãs de FeNdB e um alvo de Co sobre o canhão, respectivamente.



caption(a) Foto de uma blindagem magnética (canhão) mostrando em detalhe os ímãs de FeNdB. (b) Alvo de Co sobre o magnetron. (c) Foto do plasma sobre um alvo.

Os canhões estão posicionados na base inferior da câmara, distribuídos circularmente com as superfícies dos alvos no mesmo plano (horizontais). Logo acima existem dois discos metálicos paralelos com diâmetros da ordem da parede interna da câmara de vácuo, distantes de 5 cm entre si. O primeiro disco desempenha o papel de obturador e contém uma abertura circular (8 cm de diâmetro) que permite a passagem dos átomos ejetados do alvo para o substrato desejado. No segundo disco podem ser posicionados até seis portas-amostras, nos quais são colocados os substratos. Esses dois discos possuem movimentos de rotação independentes, tal que é possível posicionar os portas-amostras em todas as combinações possíveis. Portanto, é possível fazer até seis amostras diferentes compostas de até cinco materiais diferentes. A figura 3.2 mostra um diagrama esquemático do interior da câmara de vácuo.

A foto da figura 3.3 mostra o equipamento de *magnetron sputtering* do LAM.

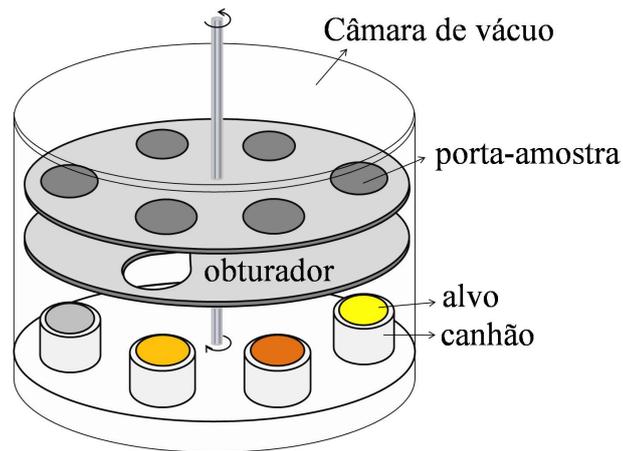


Figura 3.2: Diagrama esquemático da câmara de vácuo do sistema de sputtering do LAM.

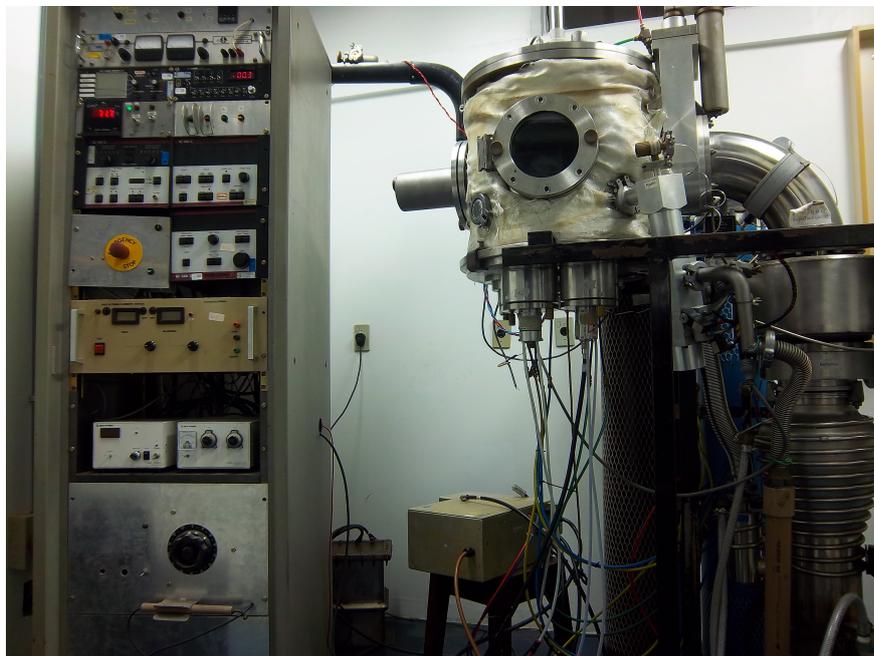


Figura 3.3: Foto do sistema de magnetron sputtering do Laboratório de Magnetismo.

Pré-sputtering

Antes de fazer a deposição das amostras, é realizada uma etapa prévia de desbaste do alvo, chamada de *pré-sputtering*, com o objetivo de fazer um desbaste inicial da superfície do alvo com o obturador fechado, evitando que as contaminações existentes nas primeiras camadas atômicas do alvo não sejam depositadas no substrato. Após a remoção destas primeiras camadas "contaminadas", o obturador é aberto e inicia-se o processo de deposição no substrato para a fabricação dos filmes.

3.2 Sistemas de Medidas: aquisição de dados

Os aparatos experimentais utilizados nesta tese têm como objetivo realizar medidas de GMR e TS. Felizmente, as modificações necessárias para passar de uma configuração para outra são bastante simples.

No experimento de GMR aplica-se uma corrente elétrica constante sobre a amostra, com campo magnético externo variável, e monitora-se as variações da resistividade do sistema em função desse campo. No experimento de TS, esse monitoramento da resistividade do sistema é realizado variando-se a corrente elétrica que atravessa a amostra, com um campo magnético externo de valor fixo.

Estas configurações de medidas, GMR e TS, possuem basicamente a mesma disposição de equipamentos:

- i*) um controlador DAC para controle dos parâmetros externos (campo magnético ou corrente elétrica);
- ii*) dois multímetros de leitura, sendo um exclusivo para tensão e o outro para leitura do parâmetro variável dependente do experimento: campo magnético (GMR) ou corrente elétrica (TS);
- iii*) uma fonte de corrente elétrica *dc*, que fornece a corrente que atravessa a amostra;
- iv*) um eletroímã responsável pelo campo magnético externo *H* aplicado na amostra;
- v*) outra fonte de corrente *dc* para alimentar o eletroímã;
- vi*) sistema computacional para a aquisição dos dados.

A figura 3.4 apresenta o diagrama de blocos do sistema de medidas, onde a amostra é colocada entre os pólos do eletroímã e está ligada diretamente à fonte de corrente elétrica e ao multímetro da leitura de tensão.

A figura 3.4 representa um diagrama esquemático do aparato de aquisição de dados, onde as linhas pontilhadas correspondem à configuração GMR, enquanto que as linhas tracejadas correspondem à configuração de TS. As linhas contínuas representam ligações comuns aos dois sistemas de medidas. O círculo contendo a letra "A" representa esquematicamente o posicionamento da amostra entre os pólos do eletroímã.

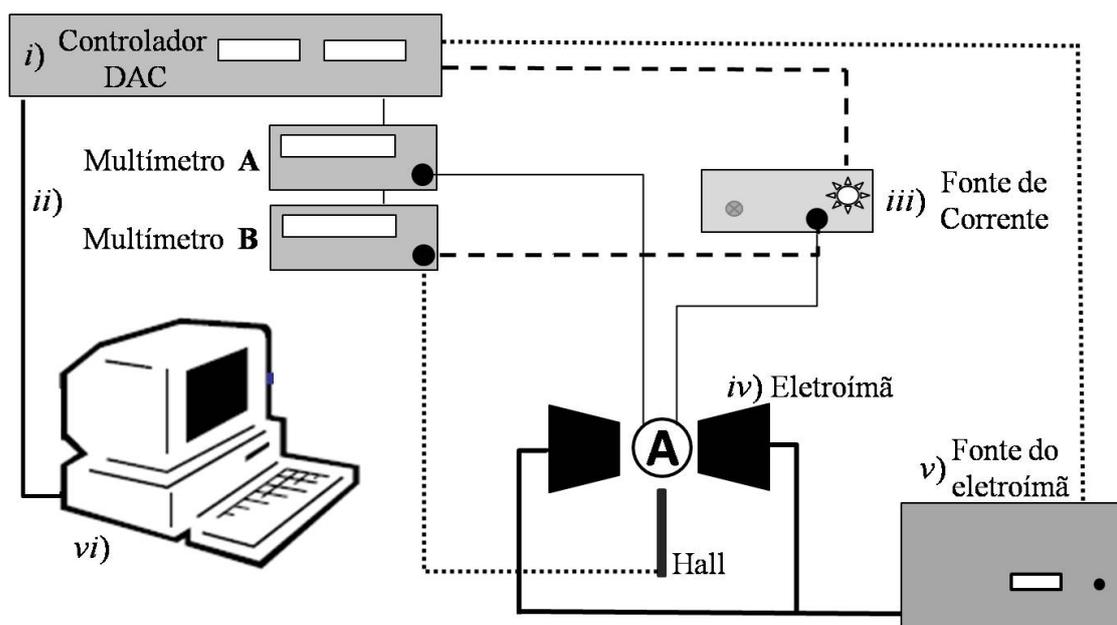


Figura 3.4: Diagrama de blocos do sistema de medidas de magnetorresistência gigante e transferência de spin (linhas tracejadas).

Para as medidas de GMR, a corrente elétrica que atravessa a amostra é mantida constante durante o experimento variando-se continuamente o campo magnético externo controlado pelo controlador DAC. O multímetro B faz a leitura da sonda Hall para determinar o valor de H aplicado. A tensão é monitorada no multímetro A e é dada, através de um programa computacional, em um gráfico em função de H .

Para as medidas de TS, a montagem do sistema é diferenciada tal que o controlador DAC controla a variação da corrente elétrica que atravessa a amostra. Essa variação também é contínua e é monitorada pelo multímetro B ligado em série à fonte de corrente. O multímetro A monitora as variações da tensão na amostra em função das diferentes resistividades ao longo da medida. Esta tensão varia dependendo das orientações das magnetizações das camadas ferromagnéticas, similar ao caso da GMR. O diferencial no efeito de TS é que a corrente elétrica que atravessa o sistema é quem altera as magnetizações das camadas ferromagnéticas [39].

Como mencionado anteriormente, para observar o efeito de TS é necessária uma alta densidade de corrente elétrica atravessando a amostra. Para isto, os sistemas de medidas foram construídos especialmente para atender esta necessidade. Algumas amostras foram fabricadas com dimensões nanométricas, em forma de nanopilares e nanocontatos, que viabilizam a passagem de

corrente elétrica com alta densidade. Contudo, uma das alternativas utilizadas para a obtenção da densidade crítica de corrente é a utilização de nanoponteiras como um dos contatos elétricos. Para as amostras que utilizam desse artifício, o sistema de medidas é mais complexo, como veremos adiante. No capítulo seguinte descrevemos em detalhes os processos de fabricação das amostras.

3.3 Sistemas de Medidas: nanoponteiras

Experimentalmente, os maiores obstáculos a serem transpostos nesta etapa é a estabilidade mecânica do sistema e a aproximação da ponteira para o estabelecimento do contato elétrico, pois ela pode ser facilmente danificada durante esse processo.

Como é necessária uma alta densidade de corrente elétrica atravessando uma região pontual da amostra, a ponteira deve ser aproximada de tal forma que a extremidade com dimensão nanométrica seja preservada. Assim, se a aproximação for excedente, essa ponteira pode amassar tornando-se um contato micrométrico, ou ainda danificar o próprio filme. Se a aproximação não for suficiente, o contato não ocorre, porém existe a possibilidade do circuito conduzir corrente por tunelamento.

O dispositivo de medidas via nanoponteiras foi gradualmente evoluindo de forma a satisfazer as necessidades de medida. Aqui serão apresentadas três fases desta evolução, as quais foram designadas por A, B e C. Para contornar o problema de aproximação, inicialmente foi adaptado um micrômetro de precisão. A aproximação é feita manualmente monitorando a corrente elétrica através da fonte de corrente que indica quando ocorre o contato. O micrômetro para a aproximação da ponteira foi utilizado nos dois primeiros sistemas construídos (A e B). No terceiro sistema de medida (C) foi implementado um sistema de aproximação com piezo-elétrico, de passo nanométrico.

A diferença destes sistemas de medidas com relação ao "sistema de quatro pontas" é que os contatos são realizados em apenas dois pontos na superfície da amostra, sendo um contato pontual, estabelecido pela nanoponteira, e um contato elétrico macroscópico, de dimensões micrométricas. Cada um desses contatos está ligado à fonte de corrente e ao multímetro que faz a leitura

da tensão.

Um eletroímã, cujo campo magnético máximo é de 1700 Oe, foi fabricado especialmente para os aparatos A e B. A figura 3.5 ilustra o eletroímã utilizado nesses sistemas de medidas. É importante ressaltar que o campo magnético atua apenas na amostra, não influenciando nos sistemas de aproximações.

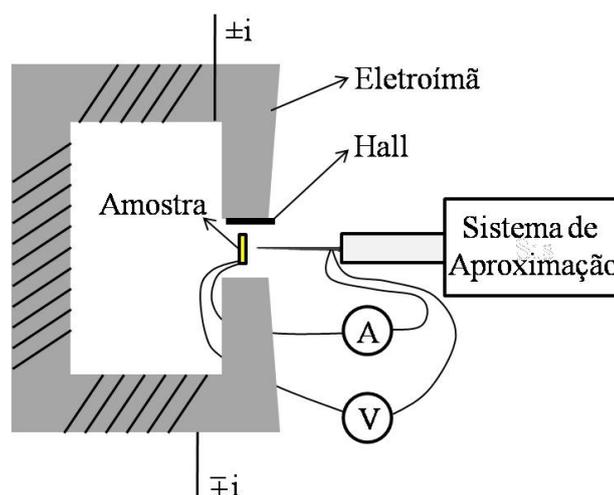


Figura 3.5: Esquema do eletroímã utilizado nos sistemas de medidas A e B.

Sistema de medidas A

O primeiro aparato de medidas, A, foi montado sobre um micrômetro simples. A amostra é colocada no batente (face de medição fixa) do micrômetro, que é fixado em uma pequena morsa presa a uma mesa. Um dos contatos elétricos é feito diretamente em um ponto na superfície da amostra com o auxílio de "tinta prata" e fios finos de cobre (diâmetro de 0,025 mm) que estão ligados ao circuito.

O outro contato elétrico é feito através da nanoponteira afixada em uma pequena chapa fina flexível de latão, que não sofre influência do campo magnético externo aplicado, tal que seu eixo longitudinal seja normal à superfície do latão. Esta chapa de latão é parafusada em uma base de madeira construída para este fim. A base de madeira é sustentada por um suporte universal e posicionada tal que a chapa de latão esteja entre a amostra e a haste móvel do micrômetro, conforme diagrama esquemático da figura 3.6.

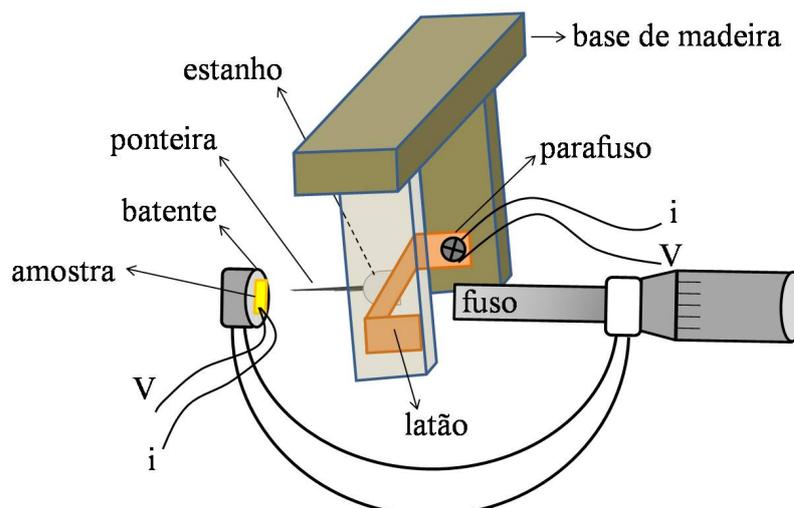


Figura 3.6: Diagrama esquemático do sistema de medidas A.

Para realizar o contato elétrico, o parafuso micrométrico "empurra" a chapa de latão através da haste móvel (fuso) do micrômetro e, conseqüentemente, a nanoponteira em direção à superfície da amostra. Na chapa de latão encontram-se os condutores ligados ao circuito externo. Portanto, a aproximação é realizada manualmente até o circuito fechar. Na figura 3.7 são mostradas fotos deste sistema de medidas.

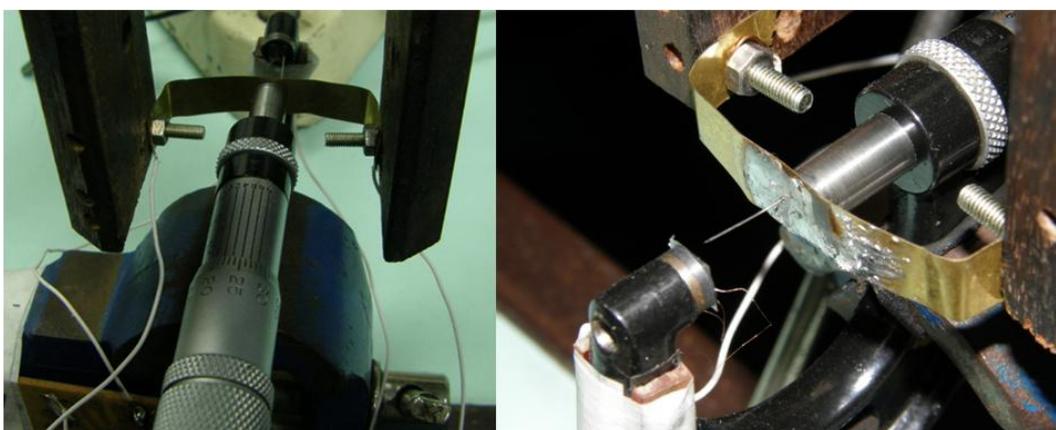


Figura 3.7: Fotos do sistema de medidas A.

Como se pode observar, este sistema apresenta algumas dificuldades técnicas, como por exemplo, a troca de ponteiras, uma vez que são afixadas no latão através de "solda fria" de estanho; e a troca de amostras, nas quais os contatos são soldados com tinta prata. Além disso, este sistema apresenta maior instabilidade devido às diversas articulações em sua estrutura. Com o intuito de melhorar a estabilidade do sistema, uma das alternativas é unificar o porta-amostra e o porta-

ponteira, bem como facilitar a troca de ponteiras e amostras de medidas.

Sistema de medidas B

O sistema de medidas B tem como objetivo transpor as dificuldades apresentadas pelo sistema A. Neste aparato (veja o diagrama esquemático da figura 3.8), a ponteira é também aproximada por um sistema micrométrico de precisão. Porém aqui a ponteira é colocada em uma base que se movimenta sobre um trilho, sendo empurrada por um parafuso micrométrico. Para facilitar a troca, a ponteira é encaixada em um receptor de circuito integrado, especialmente adaptado ao sistema. Nesse receptor são feitos os contatos elétricos do sistema.

Os outros contatos são feitos na amostra, porém sem utilizar tinta prata, diferentemente do sistema de medidas A. Neste sistema de medidas B, a amostra é colocada em um suporte que permite o encaixe de seis pinos de um dispositivo de circuito integrado. Nesse dispositivo foi adaptado um sétimo pino central que prende a amostra e faz o papel do contato elétrico macroscópico. O pino central contém uma mola interna que se ajusta à amostra prendendo-a sem gerar grande pressão a ponto de danificar o filme; além disso, é revestido de ouro para melhor condução elétrica.

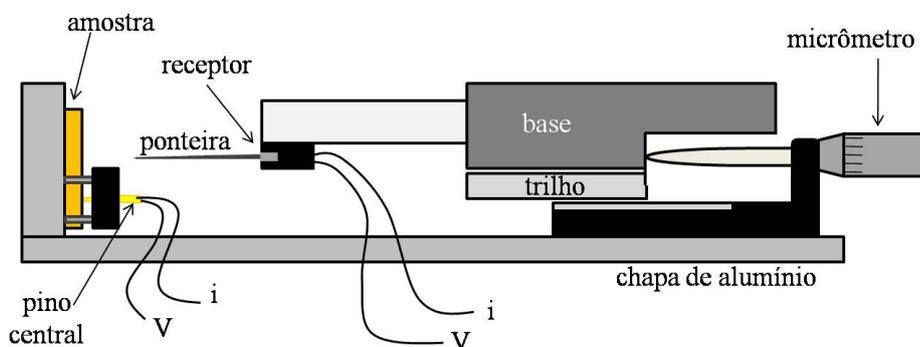


Figura 3.8: Diagrama esquemático do sistema de medidas B.

O suporte porta-amostra está preso à mesma base rígida de alumínio. Isso viabiliza maior estabilidade na medida, pois reduz consideravelmente maiores vibrações externas. As fotos deste sistema, mostradas na figura 3.9, ilustram detalhes do sistema de medidas, como o porta-amostras e o encaixe da ponteira.

A ponteira é encaixada distante da base do micrômetro, separadas por uma haste de acrílico, com o intuito de evitar interferência da base metálica nas linhas de campo magnético, garan-

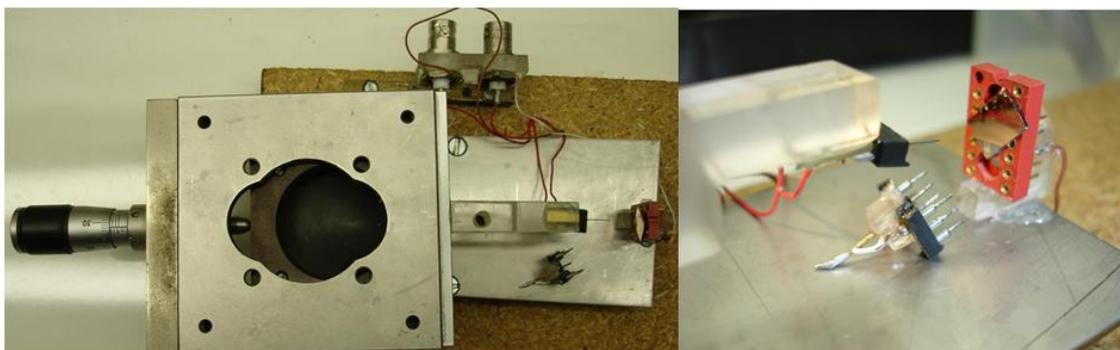


Figura 3.9: Fotos do sistema de medidas B.

tindo uma uniformidade na superfície da amostra. O eletroímã utilizado (conforme esquematizado na figura 3.5) não entra em contato com a base de alumínio, nem tampouco com o porta-amostra, evitando vibrações indesejadas. Além do aprimoramento da estrutura, realizadas otimizações no sistema em geral:

- i) programa computacional de medida;
- ii) metodologia de aproximação;
- iii) aprimoramento da estrutura de isolamento vibracional, composta de base espessa de pedra de mármore, borrachas para sustentação do eletroímã e mesa de medição;
- iv) implementação de uma caixa acústica envolvendo todo o aparato.

Sistema de medidas C

Buscando uma melhoria na estabilidade do sistema de medidas e tomando como base na experiência adquirida na fabricação dos sistemas A e B, construímos o sistema de medidas C, que conta com uma tecnologia avançada para a aproximação das ponteiras.

O sistema de aproximação utiliza um conjunto de piezo-elétricos que permitem um deslocamento em passo nanométrico. Esse aproximador é alimentado por um circuito interno ligado a um sistema computacional, o qual é possível controlar a velocidade de aproximação, bem como a sua posição relativa. Entretanto, apesar do deslocamento do aproximador ser estimulado eletronicamente, a determinação do movimento é feita manualmente via um programa computacional. Portanto, a aproximação da ponteira também é feita monitorando a corrente elétrica que atravessa o sistema: assim que o contato elétrico é estabelecido, o circuito se fecha e a aproximação é inter-

rompida através do programa computacional.

Para a utilização deste aproximador, o sistema de mediadas foi adaptado para obter o melhor desempenho, aproveitando o conhecimento adquirido com a montagem dos sistemas anteriores. O porta-amostra foi fabricado especialmente para adaptação deste aproximador e possui vários ajustes para um melhor posicionamento da amostra e da ponteira. A amostra é afixada no porta-amostra exatamente como no sistema de medidas B, também utilizando um pino como contato elétrico macroscópico, ligado à fonte de corrente e ao leitor de tensão. A ponteira se encaixa analogamente ao sistema B, que permite uma facilidade nas trocas. O dispositivo de encaixe das ponteiras está acoplado ao aproximador através de uma placa rígida de latão, que tem o papel de afastar o aproximador dos pólos do eletroímã. A figura 3.10 representa esquematicamente o conjunto porta-amostra e aproximador.

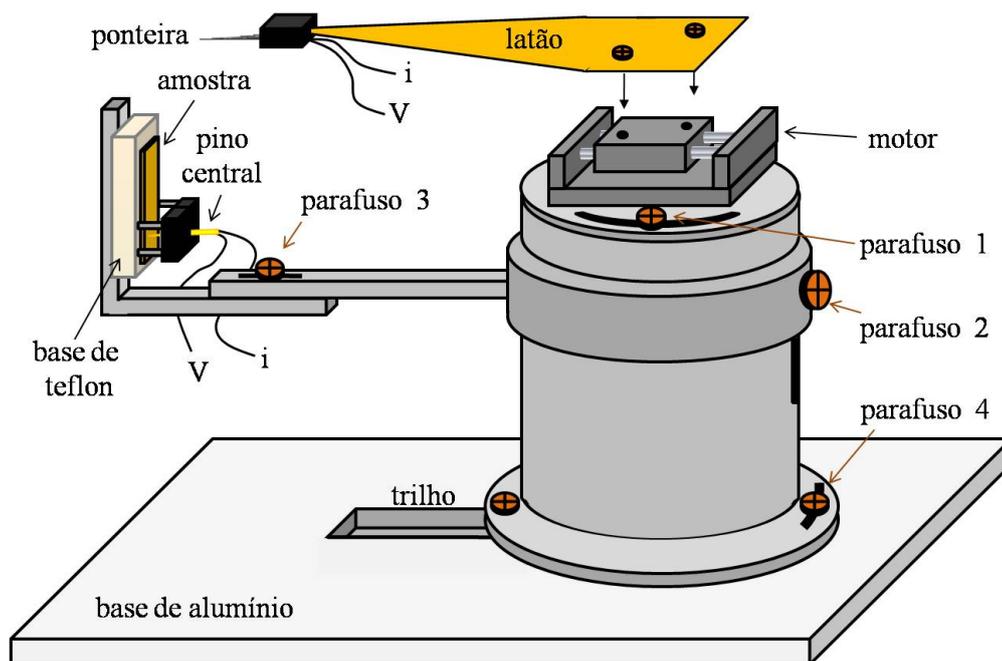


Figura 3.10: Representação esquemática do porta-amostra utilizado no sistema de medidas C.

Uma vez ajustadas a amostra e a ponteira, o conjunto é posicionado entre os pólos de um eletroímã circular, diferente daquele utilizado nos sistemas A e B. Este eletroímã atinge campo magnético máximo em torno de 4200 Oe. O eletroímã e o conjunto porta-amostra / aproximador-ponteira estão presos a uma chapa de alumínio espessa, na qual existe um trilho para o posicionamento do porta-amostra entre os pólos.

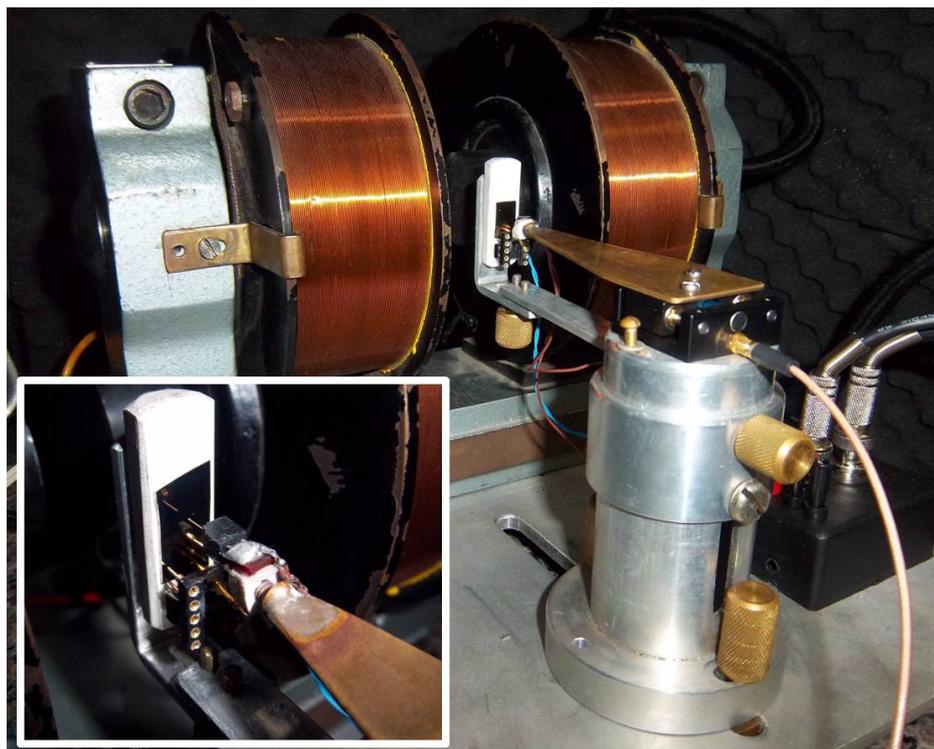


Figura 3.11: Fotos do sistema de medidas C. Em detalhe, contatos sobre a amostra.

Como pode ser visto na foto 1 da figura 3.11, todo o conjunto é colocado sobre uma pedra de mármore, suspensa por quatro cordas elásticas, dentro de uma caixa acústica, ficando livre de vibrações mecânicas. A foto 2 mostra em detalhe o dispositivo de encaixe da ponteira e o contato macroscópico com o pino de ouro.

A aproximação da ponteira é feita em duas etapas: inicialmente manual, através dos parafusos 1, 2, 3 e 4 (ver figura 3.10); seguida de uma aproximação fina, via aproximador. A primeira aproximação trata-se da angulação da ponteira com relação ao plano da amostra (parafuso 1 no disco de rotação); da altura relativa da amostra (parafuso 2) e da distância entre a amostra e a ponteira (parafuso 3). Com essa distância da ordem de 1 mm, o porta-amostra é posicionado entre os pólos do eletroímã através do trilho na chapa de alumínio. É possível, ainda, fazer um ajuste rotacional na posição da amostra (parafuso 4), para garantir o fluxo de campo magnético no plano da amostra.

Após a primeira etapa de aproximação, com uma distância segura entre a ponteira e a amostra, a câmara anti-vibração pode ser fechada. A partir de então, não há mais contato visual do sistema e o controle de aproximação é feito pela segunda etapa, através do programa computa-

cional. Nesta etapa, controla-se a velocidade de aproximação da ponteira, monitorando a corrente elétrica contínua que alimenta o sistema (no multímetro B da figura 3.4). A aproximação é sutil e suficientemente para detectar correntes de tunelamento antes de se estabelecer o contato físico entre a ponteira e a amostra. Neste instante, em geral, diminui-se consideravelmente a velocidade da aproximação para estabelecer com êxito o contato elétrico, sem danificar a dimensão nanométrica da extremidade da ponteira. Uma vez estabelecido o contato, o motor do aproximador é desativado através de um comando no programa computacional e a ponta não é mais aproximada.

Dessa forma, com um sistema livre de vibrações mecânicas e utilizando o aproximador de passo nanométrico, é possível obter contatos elétricos mais estáveis com uma boa reprodutibilidade dos resultados.

3.4 Sistemas de Medidas: nanocontatos e nanopilares

Os nanocontatos e nanopilares são estruturas fabricadas por nanolitografia (processo descrito na seção 4.2, do próximo capítulo) e são partes integrantes do filme fino, tal que as multicamadas magnéticas são depositadas parcialmente, ou em sua totalidade, dentro destas estruturas. Dessa forma, a corrente elétrica atravessa a amostra numa área nanométrica, não necessitando de um contato externo nanométrico, como as nanoponteiras, para que haja uma alta densidade de corrente.

Em geral, os filmes são depositados em determinadas geometrias que permitem a utilização dos contatos macrométricos sem danificar as nanoestruturas. Os contatos elétricos nestas amostras são feitos diretamente na superfície utilizando "tinta prata" e fios finos de cobre ligados ao circuito. Os contatos são feitos em dois pontos na amostra de forma que a corrente elétrica flua necessariamente através dos nanocontatos ou nanopilares, numa configuração CPP. Os processos de fabricação dessas nanoestruturas estão detalhadas no capítulo seguinte.

Nestes dois pontos de contato são afixados os fios para a condução da corrente elétrica bem como os fios ligados ao multímetro de leitura da tensão. Como estes quatro fios de cobre são muito finos (diâmetro de 0,025 mm) e as "soldas" na amostra são bastante frágeis, eles são conec-

tados a cabos coaxiais para melhor manuseio. Para isso, a amostra é afixada com fita dupla-face em um porta-amostra (placa rígida não-condutora) no qual os fios finos de cobre são conectados aos cabos coaxiais através de "solda fria" de estanho, como mostra o esquema da figura 3.12.

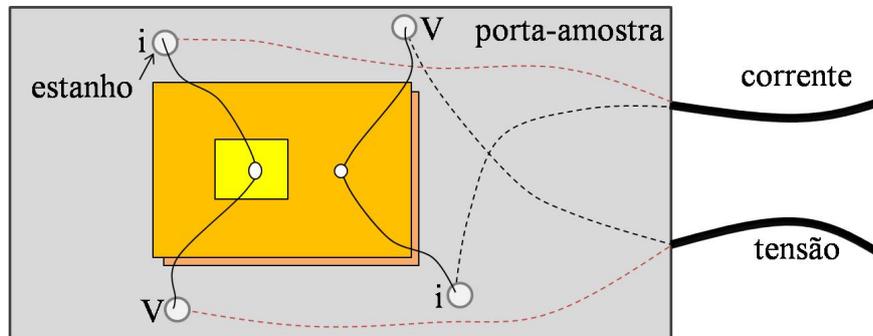


Figura 3.12: Esquema dos contatos elétricos feitos em amostras de nanocontatos ou nanopilares. As linhas tracejadas indicam os contatos por baixo do porta-amostra. A região mais clara na superfície da amostra indica a região dos nanopilares.

As medidas são feitas colocando-se o porta-amostra entre as peças polares de um eletroímã, com campo magnético máximo de 4500 Oe, como foi mostrado no diagrama de blocos da figura 3.4. A amostra é posicionada tal que o campo magnético esteja em seu plano. A sonda Hall, que faz a leitura de campo magnético, é afixada em um dos pólos do eletroímã. A foto da figura 3.13 mostra uma visão geral deste sistema de medidas.

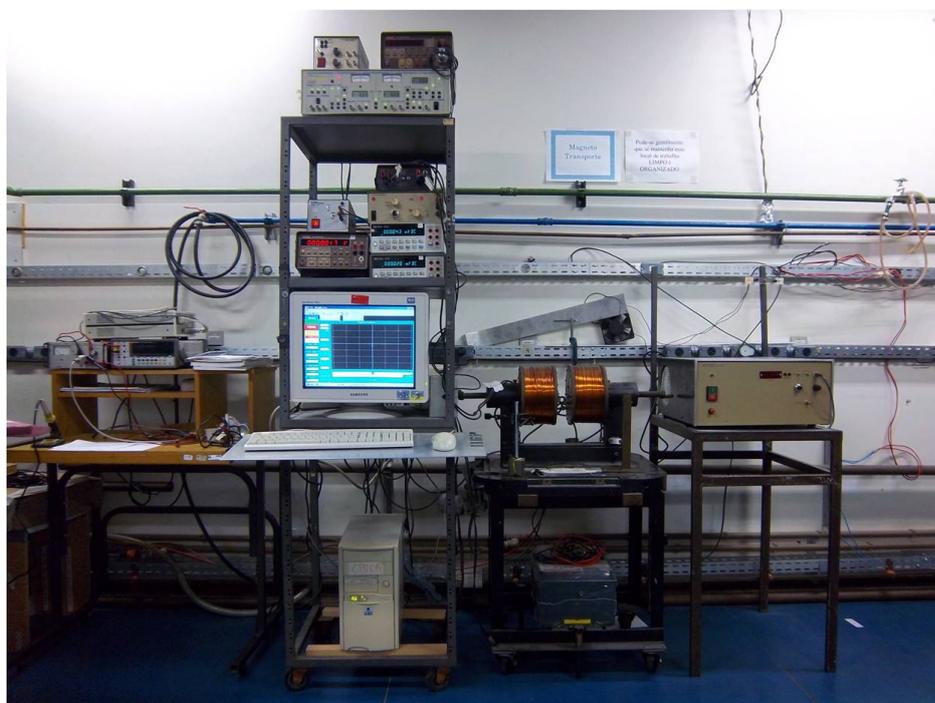


Figura 3.13: Foto do sistema de medidas utilizado para medidas de GMR e TS de nanopilares e nanocontatos.

Capítulo 4

Metodologia de Preparação das Amostras

A preparação do sistema é a parte mais delicada no processo de medidas de GMR (CPP) e TS. Este capítulo está dividido em três seções principais, nas quais descrevemos *i)* os processos utilizados na fabricação das amostras, *ii)* o processo de fabricação de ponteiros de dimensões nanométricas e *iii)* os processos de nanolitografia para a obtenção de nanoestruturas.

4.1 Preparação das Amostras

Os efeitos de magnetorresistência gigante (GMR) e transferência de spin (TS) estudados nesta tese necessitam de amostras com baixa dimensionalidade. Em especial, o efeito de TS é observado apenas em sistemas nos quais é possível injetar corrente elétrica com alta densidade de corrente. Portanto, as amostras fabricadas devem ser projetadas especialmente para atender esse quesito, confinando espacialmente as regiões ativas de interesse.

Existem diversos sistemas que possibilitam o transporte de alta densidade de corrente através de camadas magnéticas. Dentre eles, podemos destacar estruturas tais como nanopilares, nanocontatos e nanoponteiras. Os nanopilares podem ser descritos como estruturas de multicamadas cujas dimensões laterais são nanométricas, enquanto os nanocontatos são formados por condutores com dimensões laterais nanométricas em contato com multicamadas. As nanoponteiras podem também ser utilizadas como contatos elétricos pontuais e são constituídas por fios metálicos rígidos com uma de suas extremidades afinada, atingindo dimensões nanométricas. A nanoponteira é utilizada, então, para fazer contato sobre a superfície da amostra. A figura 4.1 mostra um esquema diferenciando os três sistemas.

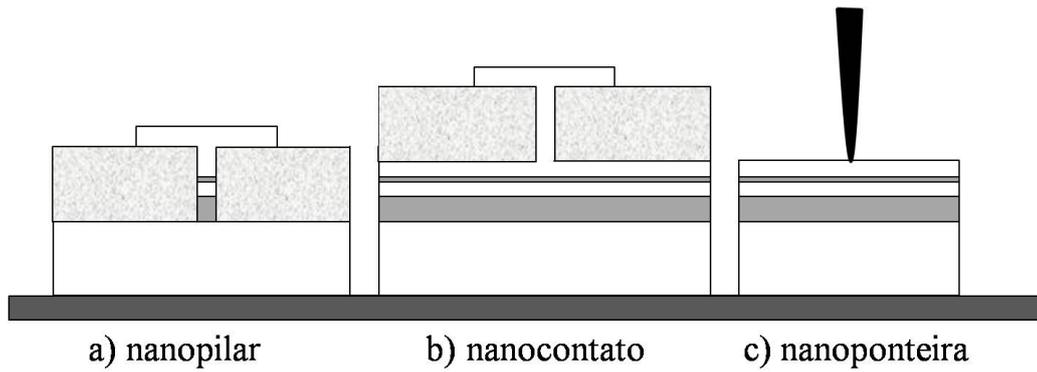


Figura 4.1: Esquema de (a) nanopilar, (b) nanocontato e (c) nanoponteira.

As amostras estudadas são filmes finos metálicos constituídos de multicamadas magnéticas. Estes filmes foram fabricados através da técnica de desbastamento iônico magnético (*magnetron sputtering*), utilizando substratos de silício (100), tipo p (detalhes do substrato no Apêndice B). As multicamadas são compostas por duas camadas ferromagnéticas (FM) de diferentes espessuras, separadas por uma camada metálica não-magnética (NM). As amostras então são confeccionadas de forma a serem utilizadas conforme os três sistemas descritos: nanopilar, nanocontato e nanoponteiras.

Foram fabricados três conjuntos de amostras de multicamadas utilizando diferentes equipamentos. A elaboração dos conjuntos de amostras, contendo a estrutura de camadas FM/NM/FM, objetiva estudar os efeitos de TS e GMR nas variadas configurações nanométricas, mencionadas.

Amostras: Conjunto I

A primeira amostra estudada nesta tese foi fabricada na França, na Unitè Mixte de Physique CNRS/Thales (UMR137). A estrutura é composta por uma multicamada do tipo Cu(30 nm)/Co(30 nm)/Cu(8 nm)/NiFe(3 nm)/Au(5 nm). A primeira camada depositada, Cu (30 nm), tem como função conduzir maior parte da corrente elétrica que atravessa as amostras. A estrutura FM/NM/FM é constituída de Co e NiFe, de diferentes espessuras, separadas por uma camada de Cu. A última camada depositada de Au serve para proteger a segunda camada ferromagnética de eventuais oxidações, chamada de *cap layer*. Os resultados obtidos com essa estrutura (capítulo 5) motivaram a fabricação de novas amostras.

Amostras: Conjunto II

A maior parte das amostras multicamadas estudadas foi fabricada no Laboratório de Magnetismo (LAM) da UFRGS em um sistema de *magnetron sputtering* utilizando fontes DC e RF. As deposições dos filmes metálicos foram realizadas sob pressão de deposição de 2,7 mTorr em atmosfera de argônio, com fluxo de 20 sccm, usando fonte DC. No caso de amostras com filmes de alumina (Al_2O_3), a deposição desta camada foi realizada com *magnetron sputtering* reativo, em atmosfera de oxigênio e argônio, com fluxos de 1,99 sccm e 20,1 sccm, respectivamente, sob pressão de 5,7 mTorr, usando fonte RF. Todas as deposições foram realizadas com pressão de base da ordem de 10^{-7} Torr.

Diversas amostras foram fabricadas no equipamento do LAM. Dentre elas, podemos destacar:

- i) Si(100)/Cu(50 nm)/NiFe(30 nm)/Cu(5 nm)/NiFe(3 nm)/Cu(3 nm);
- ii) Si(100)/Cu(50 nm)/NiFe(30 nm)/Cu(3 nm)/NiFe(10 nm)/Cu(3 nm);
- iii) Si(100)/Cu(50 nm)/NiFe(10 nm)/Cu(3 nm)/NiFe(2 nm)/Cu(3 nm);
- iv) Si(100)/Cu(50 nm)/NiFe(30 nm)/Cu(8 nm)/NiFe(3 nm)/Cu(50 nm);
- v) Si(100)/Cu(50 nm)/NiFe(15 nm)/Cu(8 nm)/NiFe(3 nm)/Cu(50 nm).
- vi) Si(100)/Cu(50 nm)/NiFe(15 nm)/Cu(8 nm)/NiFe(3 nm)/Cu(5 nm).
- vii) Si(100)/Cu(50 nm)/Co(15 nm)/Cu(8 nm)/Co(3 nm)/Cu(5 nm).
- viii) Si(100)/Cu(50 nm)/PMMA(20 nm)/NiFe(15 nm)/Cu(8 nm)/NiFe(3 nm)/Cu(5 nm).
- ix) Si(100)/Cu(50 nm)/ Al_2O_3 (50 nm)/NiFe(15 nm)/Cu(8 nm)/NiFe(3 nm)/Cu(5 nm).
- x) Si(100)/Cu(50 nm)/ Al_2O_3 (50 nm)/Co(15 nm)/Cu(8 nm)/Co(3 nm)/Cu(5 nm).
- xi) Si(100)/Cu(50 nm)/NiFe(15 nm)/Cu(8 nm)/NiFe(3 nm)/ Al_2O_3 (50 nm)/Cu(60 nm).
- xii) Si(100)/Cu(50 nm)/Co(15 nm)/Cu(8 nm)/Co(3 nm)/ Al_2O_3 (50 nm)/Cu(60 nm).

As amostras das séries *viii*, *ix*, *x*, *xi* e *xii*, que contém PMMA ou Al_2O_3 em sua composição, foram utilizadas para fabricação dos nanopilares e nanocontatos, como será descrito na seção 4.3. A deposição do polímero polimetacrilato de metila (PMMA) foi realizada em uma etapa

intermediária usando a técnica de *spin coating*, detalhada na seção 4.3.1.

Amostras: Conjunto III

Algumas amostras desta tese também foram fabricadas no equipamento institucional AJA do Laboratório de Conformação Nanométrica (LCN). Os filmes fabricados por *magnetron sputtering* foram depositados sob pressão de deposição de 2,0 mTorr, em atmosfera de argônio, com 30 sccm, com fonte DC. As camadas de alumina foram depositadas a partir de um alvo de Al, em atmosfera reativa de oxigênio e argônio, usando fonte RF. Neste equipamento foram reproduzidas as amostras das séries *x* e *xii*, também utilizadas na fabricação de nanopilares e nanocontatos.

Os parâmetros utilizados para a deposição dos filmes nos dois equipamentos (LAM e LCN) estão listados nas Tabelas 4.1 e 4.2, respectivamente.

Tabela 4.1: *Parâmetros de deposição dos elementos utilizados na fabricação das amostras, via magnetron sputtering do LAM*

Elemento	Fonte	Potência (W)	Corrente (mA)	Fluxo (SCCM)	Pressão de deposição (Torr)	Taxa (Å/s)
<i>Cu</i>	DC	27	80	20 Ar	2,7	1,73
<i>Co</i>	DC	42	150	20 Ar	2,7	1,04
<i>NiFe</i>	DC	45	150	20 Ar	2,7	1,23
<i>Fe</i>	DC	150	346	32 Ar	2,0	1,75
<i>Al₂O₃</i>	RF	150	–	20,1 Ar + 1,99 O ₂	5,7	0,092

Tabela 4.2: *Parâmetros de deposição dos elementos utilizados na fabricação das amostras, via magnetron sputtering do LCN*

Elemento	Fonte	Potência (W)	Fluxo (SCCM)	Pressão de deposição (Torr)	Taxa (Å/s)
<i>Cu</i>	DC	50	20 Ar	2	0,88
<i>Co</i>	DC	100	20 Ar	2	0,69
<i>Al (Al₂O₃)</i>	RF	95	20 Ar + 0,5 O ₂	4	1,0

Podemos separar as amostras fabricadas em duas categorias. Uma para as séries de amostras fabricadas para o uso de nanoponteiras, e a outra para as amostras fabricadas para nanolitografias (nanopilares e nanocontatos), que necessitam de duas, ou mais, etapas de deposição. As amostras utilizadas para as nanoponteiras têm o processo de fabricação bem mais simplificado comparado ao dos nanopilares e nanocontatos. Em geral, as multicamadas magnéticas depositadas

sobre o substrato de silício são suficientes para o uso das ponteiras. Um processo mais elaborado para essas amostras ocorre quando se faz a deposição da primeira camada condutora (Cu) e, numa segunda etapa, se faz a deposição da multicamada magnética em parte do filme de Cu, usando uma "máscara" para evitar a deposição na outra parte do filme de Cu. Utilizando essa metodologia, em algumas amostras, a primeira camada condutora de Cu foi depositada sobre uma máscara especial com a finalidade de confinar o filme em uma trilha de 150 μm .

A fabricação das amostras utilizadas como nanopilares e nanocontatos é feita em várias etapas de deposição e necessita de um processo sofisticado para as litografias. Na seção 4.3 serão apresentadas as etapas de fabricação dos nanocontatos e nanopilares com mais detalhes.

4.2 Fabricação das Nanoponteiras

Uma forma alternativa de estudar o efeito de transferência de spin em uma amostra multicamada é confinando a corrente elétrica através de um condutor de dimensões nanométricas em contato pontual com a superfície da amostra. Neste sentido, foram construídos sistemas simples para medidas de GMR e TS (como mostrados na seção 3.3), onde um dos contatos elétricos é realizado via uma ponteira nanométrica de tungstênio.

Estas ponteiras foram fabricadas utilizando um processo eletroquímico de corrosão. Esta metodologia consiste em mergulhar um pequeno filamento em uma solução eletrolítica, passando por um eletrodo em forma de anel. Uma diferença de potencial estabelecida entre o filamento e o anel desencadeia o processo de corrosão, gerando um desbaste no filamento, até o seu rompimento formando duas ponteiras com extremidades nanométricas.

Existem vários materiais que podem ser submetidos ao método de desbaste eletroquímico para a obtenção de nanoponteiras: diversos tipos de metais, como ouro, níquel, cobre e tungstênio; bem como filamentos dielétricos. Neste trabalho, utilizamos o tungstênio por diversas razões. Primeiramente por ser um condutor de alta rigidez mecânica e com um ponto de fusão elevado. Além disso, possui pequeno coeficiente de dilatação térmica. O processo de corrosão eletroquímico é bastante conhecido e descrito na literatura científica [40, 41, 42, 43]. A solução eletrolítica usada é

de fácil manuseio e sua reação com o tungstênio não libera gases tóxicos. O eletrodo é constituído de um anel de platina, que é bastante inerte e não contribui para a reação de corrosão.

Para o processo de corrosão do tungstênio, utilizamos solução aquosa de NaOH 2M, em temperatura ambiente. Como a reação dessa solução com o metal não produz gases tóxicos, o processo de corrosão pode ser feito em qualquer ambiente, sem a necessidade de estruturas mais sofisticadas. O equipamento utilizado é demasiadamente simples, constituído de uma haste-suporte para o filamento e de um anel de platina sustentado por outra haste metálica. Terminais elétricos são conectados a essas hastes para gerar a diferença de potencial. O filamento transpassa verticalmente o plano do anel com o auxílio de articulações ajustáveis na haste. A figura 4.2 mostra a foto do aparato experimental.



Figura 4.2: Foto do aparato utilizado para a fabricação das nanoponteiras.

Na literatura são conhecidas duas metodologias para a obtenção das nanoponteiras: *i*) método laminar e *ii*) método *drop-off*. Uma variação do método *drop-off* foi desenvolvido no nosso próprio laboratório, que denominamos de *iii*) método *drop-off* magnético. Esta seção está dividida em subseções que descrevem com detalhes cada um dos métodos. Na última subseção, 4.2.4, apresentamos uma metodologia alternativa para obtenção das nanoponteiras.

4.2.1 Método Laminar

No método laminar, a solução aquosa de NaOH 2M é sustentada por um anel de platina e o fio de tungstênio, com 0,25 mm de diâmetro, transpassa verticalmente a fina membrana da solução (lâmina). Essa membrana forma um menisco em torno do fio, responsável pelo desbaste com a aplicação de uma diferença de potencial. O rompimento do fio ocorre devido à ação da força gravitacional sobre a extremidade abaixo da lâmina. A figura 4.3 ilustra as etapas de corrosão.

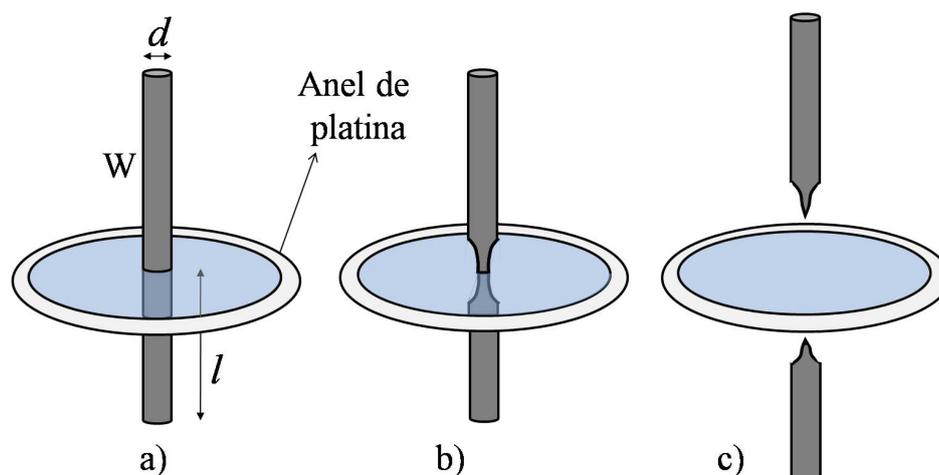


Figura 4.3: *Etapas da fabricação de nanoponteiras pelo método laminar: (a) procedimento inicial; (b) processo de corrosão; (c) rompimento da parte inferior.*

Na figura 4.3(a), d representa o diâmetro do fio e l o tamanho do fio abaixo do anel de platina. Quanto maior a massa abaixo da lâmina, mais rapidamente o fio se rompe. Nosso objetivo é obter ponteiras com a extremidade em escala nanométrica. Então é preciso evitar que o fio se rompa rapidamente. Uma das maneiras de contornar este problema é diminuindo a massa abaixo da lâmina. Isto pode ser feito transpassando uma pequena porção de fio pelo anel de platina, isto é, diminuindo o tamanho l , a alguns milímetros. Contudo, a ponteira A formada pela parte de baixo da lâmina (ver figura 4.3(c)) pode ficar com o comprimento pequeno, inviável para utilizar nas medidas. Além disso, a solução eletrolítica de 2M de NaOH possui uma alta viscosidade e as próprias forças capilares da lâmina de solução podem "segurar" a parte inferior do fio, gerando uma torção na extremidade das pontas.

A outra maneira para diminuir o peso da porção de fio de tungstênio abaixo da lâmina é diminuindo o diâmetro d do fio, fazendo corrosões sucessivas ao longo do fio. Essa metodologia

permite obter ponteiros A extremamente finas com comprimento razoável ($l \sim 12$ mm) para sua utilização nas medidas. Uma tensão inicial $V_i (\sim 15$ V) é colocada entre o fio de tungstênio e o anel de platina desencadeando o processo de corrosão, o qual é cuidadosamente acompanhado, de forma a obter estruturas extremamente finas no fio. Quando o diâmetro do fio de tungstênio está suficientemente reduzido, a posição do menisco é levemente alterada e a tensão é reduzida para diminuir a velocidade do processo químico de corrosão, $V_f (\sim 2$ V).

O processo eletroquímico de corrosão pelo método laminar fornece duas ponteiros a cada procedimento: a ponteira A, abaixo da lâmina, e a ponteira B, acima da lâmina e presa ao eletrodo. Após o rompimento da parte inferior do filamento a diferença de potencial estabelecida no sistema deve ser cessada imediatamente, pois caso não seja, a estrutura nanométrica formada na ponteira B continuará a ser corroída, resultando em uma ponta rombuda. A ponteira A, uma vez rompida, cai sobre um aparato macio (espuma de barbear) para não danificar a extremidade nanométrica com algum eventual impacto. A ponteira B é retirada cuidadosamente do eletrodo. Ambas são lavadas com água bidestilada e guardadas em recipiente adequado.

Uma das dificuldades deste método é a pequena quantidade de solução encontrada na lâmina formada no anel de platina. Com o decorrer do processo, os íons OH^- , necessários para a corrosão, são totalmente consumidos e o processo de corrosão é interrompido. É preciso renovar a solução na membrana, de modo que não seja necessária a retirada do filamento. Isto pode ser feito gotejando o eletrólito (solução de NaOH) sobre o anel ou "mergulhar" o conjunto filamento-anel na solução. Para não alterar a posição da ponteira em relação ao anel de platina, o frasco que contém a solução de NaOH é "levantado" para banhar o anel e renovar a solução na lâmina. Contudo, independente da metodologia adotada para renovar a solução, ocorre uma acomodação da lâmina de solução em outra posição, alterando o local em que o filamento de tungstênio está sendo corroído. Um meio de contornar o problema da quantidade de solução na lâmina é aumentando o diâmetro do anel de platina. Por outro lado, isso pode tornar o sistema mais instável, pois fica mais vulnerável às vibrações externas e a lâmina se rompe facilmente. Outro ponto que deve ser considerado é que a reação de corrosão tem como produto gás hidrogênio, que formam bolhas na

solução e podem ocasionar falhas na ponta. No método laminar, a pequena quantidade de solução no anel proporciona um espaço reduzido para que as bolhas possam migrar, tal que a influência das bolhas será maior na forma final da nanoponteira.

Entretanto, várias ponteiros de ótima qualidade foram obtidas pelo método laminar e se mostraram eficientes para o confinamento de corrente elétrica no uso das medidas de transferência de spin.

4.2.2 Método *Drop-Off*

O método *drop-off* é semelhante ao método laminar, com o diferencial de que o anel de platina e o filamento de tungstênio encontram-se submersos dentro da solução eletrolítica de NaOH. Dessa forma, os problemas apresentados no método laminar são facilmente contornados. A quantidade de íons OH^- torna-se muito maior em comparação ao método laminar, assim, durante todo o processo de corrosão não há a necessidade de renovação da solução. A figura 4.4 ilustra esse método.

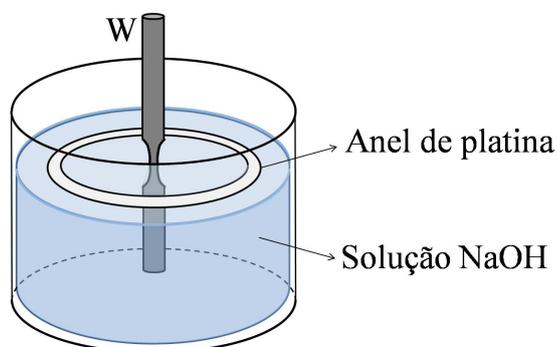


Figura 4.4: Esquema de fabricação de nanoponteiras pelo método *drop-off*.

No método *drop-off* podemos utilizar um tamanho l menor que 1 mm. Dessa forma, o peso da porção de fio abaixo do anel será menor e o processo é realizado mais lentamente, tal que ao final da corrosão é maior a probabilidade de obtermos ponteiros com dimensões nanométricas [43].

4.2.3 Método *Drop-Off* Magnético

O método *drop-off* magnético possui a mesma montagem experimental do método *drop-*

off apresentado na seção anterior, porém existe a contribuição de um campo magnético estático. Dois ímãs circulares são colocados na base do frasco de solução e induzem um campo magnético perpendicular ao plano do anel de platina, com o objetivo de colocar a solução em movimento. Uma das vantagens é a renovação de íons otimizada, devido a uma troca constante de solução no local de corrosão.

Na reação química existe a migração de íons OH^- do anel de platina para o filamento de tungstênio. Com a aplicação do campo magnético, haverá uma força perpendicular ao sentido do movimento das partículas carregadas. Esta força fará com que a solução entre o anel e o filamento passe a girar. Conseqüentemente, as bolhas formadas no processo são projetadas para fora do sistema diminuindo sua quantidade no filamento. A foto da figura 4.5 mostra essa montagem experimental.



Figura 4.5: Foto do sistema experimental do método *drop-off* magnético.

Imagens de microscopia de varredura eletrônica (MEV) mostram que as ponteiros fabricadas pelo método *drop-off* magnético apresentam melhores resultados. Foram obtidas repetidas vezes ponteiros com diâmetros da ordem de 100 nm na extremidade. A figura 4.6 mostra alguns resultados.

Estes procedimentos apresentados são comumente usados para obtenção de nanoponteiros

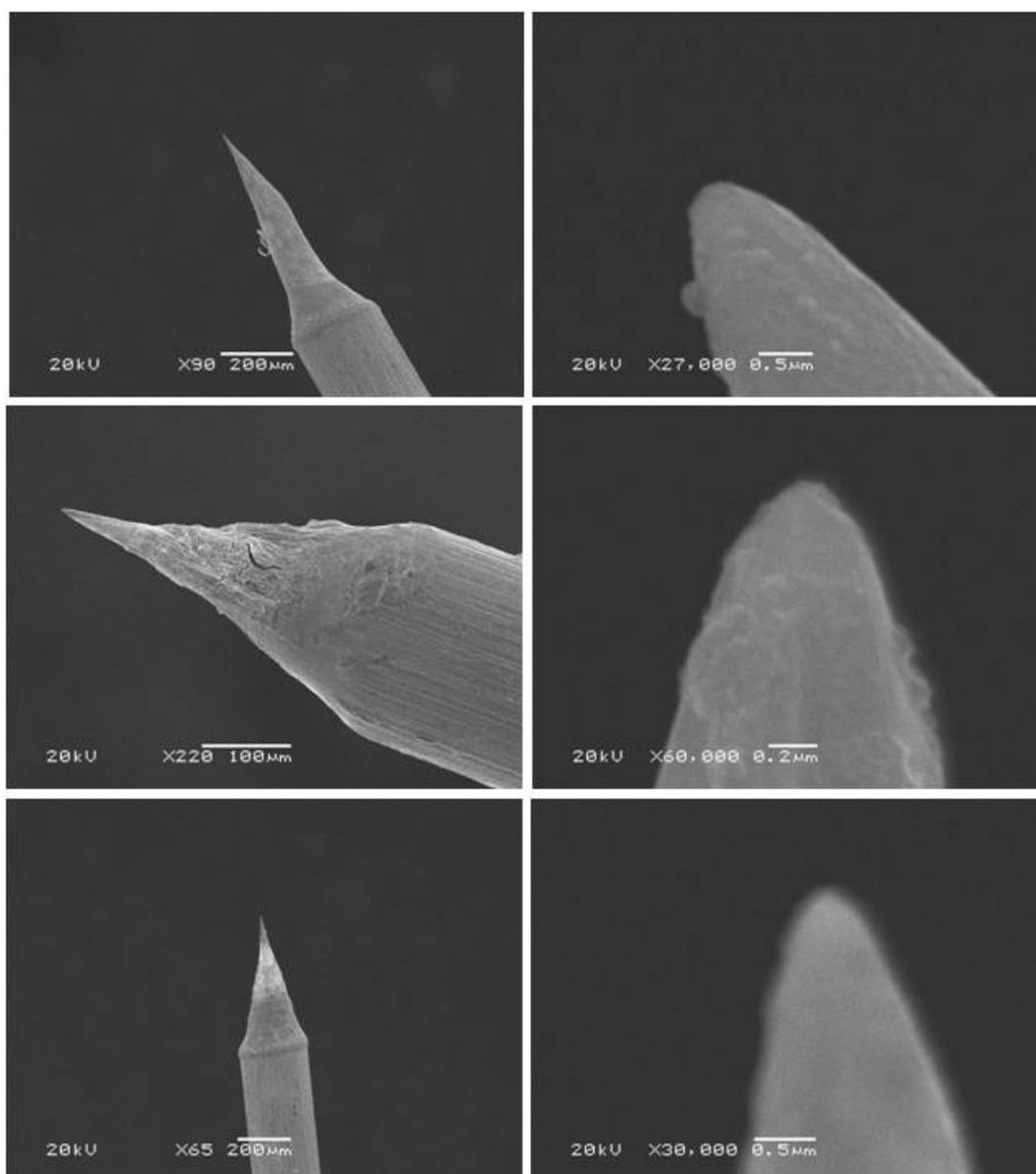


Figura 4.6: *Imagens de MEV das nanoponteiras.*

com o objetivo de utilizá-las no microscópio de força atômica para a técnica de microscopia de tunelamento (STM). Portanto a confiabilidade nas dimensões nanométricas nos permite utilizá-las como nanocontato e obter êxito no confinamento da corrente elétrica.

4.2.4 Desbaste por feixe de íons

A aplicação de feixe de íons focalizados (FIB) é uma técnica alternativa que utilizamos para "afinar" as ponteiras. Essa metodologia poderia ser empregada para a fabricação completa das nanoponteiras. Contudo, o tungstênio utilizado para fabricação das ponteiras é muito dúctil,

exigindo bastante da técnica de FIB para o processo total de fabricação. Essa técnica, portanto, foi utilizada em ponteiros previamente fabricadas pelos métodos citados nas seções anteriores, como uma maneira alternativa de afinamento das nanoponteiros.

As nanoponteiros são posicionadas de tal forma que o feixe de íons incida perpendicularmente ao seu eixo longitudinal. São realizados desbastes sucessivos na extremidade nanométrica da ponteira, a qual é rotacionada em torno do seu próprio eixo para a completa incidência do feixe de íons.

Inicialmente é feito uma triagem das nanoponteiros por microscopia de varredura de elétrons (MEV). A técnica de FIB é aplicada às pontas disformes ou àquelas mais espessas. A figura 4.7 mostra um exemplo desses casos. A imagem 4.7(a) mostra a imagem de MEV de uma ponteira com sua extremidade retorcida. Esta ponteira foi submetida ao feixe de íons em duas etapas. A primeira delas resultou em uma ponteira com aspecto de "chave de fenda", como mostra a figura 4.7(b). A ponteira foi rotacionada (90°) e submetida a outra seção de feixe de elétrons, afinando-a em "forma piramidal" como mostra a 4.7(c).

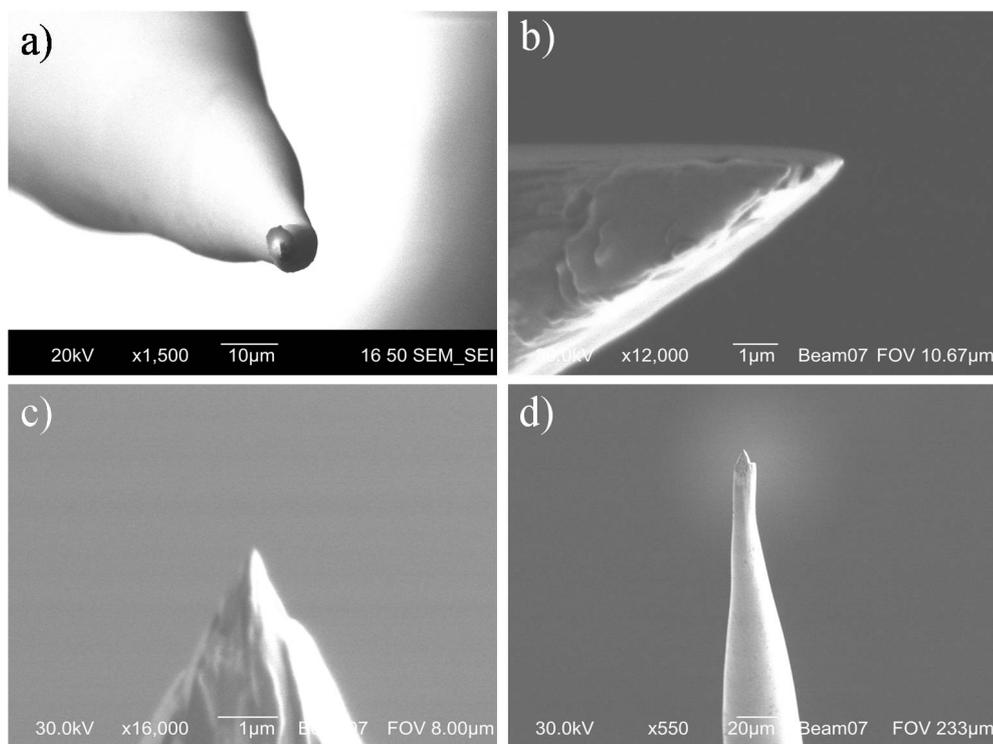


Figura 4.7: (a) Imagem de MEV da nanoponteira como feita. (b) e (c) Imagens feitas com FIB mostrando as etapas de desbaste. (d) Resultado da nanoponteira desbastada por FIB.

Comparando o resultado final após o processo, a figura 4.7(d) mostra as alterações onde é possível observar as regiões desbastadas.

A figura 4.8 mostra outro exemplo da aplicação do feixe de íons. Neste caso, a ponta apresentava várias nanopontas, formando uma espécie de "cluster", como mostra a figura 4.8(a). A técnica de FIB foi usada para "selecionar" apenas uma nanoponta. As figuras 4.8(b), (c) e (d) mostram o resultado obtido.

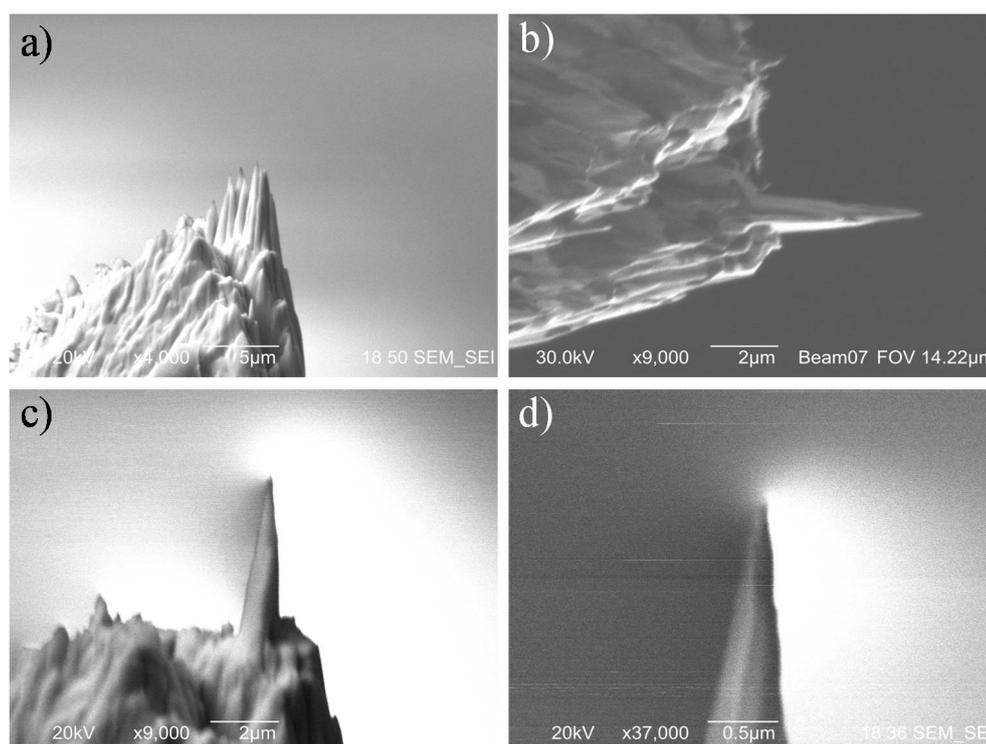


Figura 4.8: (a) Imagem de MEV da ponteira como feita apresentando várias nanoponteiras. (b), (c) e (d) Imagens do resultado da nanoponteira desbastada por FIB.

Como podemos observar, a técnica de FIB permite selecionar nanoponteiras, bem como afiná-las para a obtenção de dimensões cada vez menores na extremidade das pontas de W.

4.3 Nanolitografia

A nanolitografia é um processo que permite a construção de dispositivos com dimensões nanométricas. Existem diversos métodos e protocolos utilizados em processos de litografia. A evolução tecnológica desses métodos tem possibilitado a redução lateral dos sistemas e um escalonamento progressivo dos dispositivos na indústria de microeletrônica. As técnicas de litografia

mais utilizadas em pesquisa, desenvolvimento e também na indústria abrangem os processos de litografia óptica, por feixe de elétrons, por feixe de íons focalizados (FIB) e por raios X. Estes processos permitem a fabricação de estruturas através da utilização de máscaras poliméricas e deposições de camadas subsequentes ou, desbaste direto de superfícies via FIB. Diferentes protocolos envolvendo exposição do polímero, revelação, processos de *etching* químico e deposição de camadas podem ser utilizados, visando a fabricação de um dado dispositivo.

Neste trabalho, foram utilizadas diferentes técnicas de litografia: *i*) por microscopia de força atômica (AFM), *ii*) por feixe de íons focalizados (FIB) e *iii*) por feixe de elétrons. O objetivo destas etapas foi a fabricação de estruturas tipo nanopilares e nanocontatos. As etapas de litografia foram realizadas antes (nanocontato) ou depois (nanopilar) da deposição das multicamadas magnéticas por *magnetron sputtering*. As litografias foram realizadas em camadas de polímero polimetacrilato de metila (PMMA) ou alumina, Al_2O_3 . Estas camadas serviram como máscara e também, posteriormente, como camada isolante durante as medidas elétricas. Cabe salientar que a nanolitografia por feixe de elétrons foi utilizada para a confecção de um sistema complexo (tipo-nanopilares), envolvendo a fabricação de um dispositivo em duas etapas de litografia. Neste caso, o PMMA é utilizado apenas como máscara, sendo totalmente removido no final das etapas de litografia. A seguir, as etapas de litografia são descritas.

4.3.1 Nanolitografia por microscopia de força atômica - AFM

Nesta seção apresentamos os procedimentos experimentais para nanolitografia por AFM. Para este fim, utilizamos filmes finos de PMMA, que tem propriedades de um isolante elétrico e é um material pouco dúctil. Através do uso de ponteiros nanométricas de silício, é possível fazer nanoindentações nesses filmes via AFM. O PMMA foi depositado sobre o filme metálico usando o método de *spin coating*. Este método consiste na rotação em alta velocidade angular do substrato recoberto por uma solução contendo o polímero. Durante o processo, a solução polimérica é uniformemente espalhada sobre a superfície do substrato e um filme fino do polímero é depositado. A espessura dos filmes é controlada por três parâmetros: concentração da solução, velocidade de rotação do substrato e tempo de rotação. Após esse processo a amostra é aquecida a uma

temperatura de 90°C para a evaporação do solvente. A figura 4.9 esboça o processo. Foi utilizada uma solução de 1% PMMA (950k u.m.a.) em anisol e uma rotação de 4500 rpm durante 45 s.

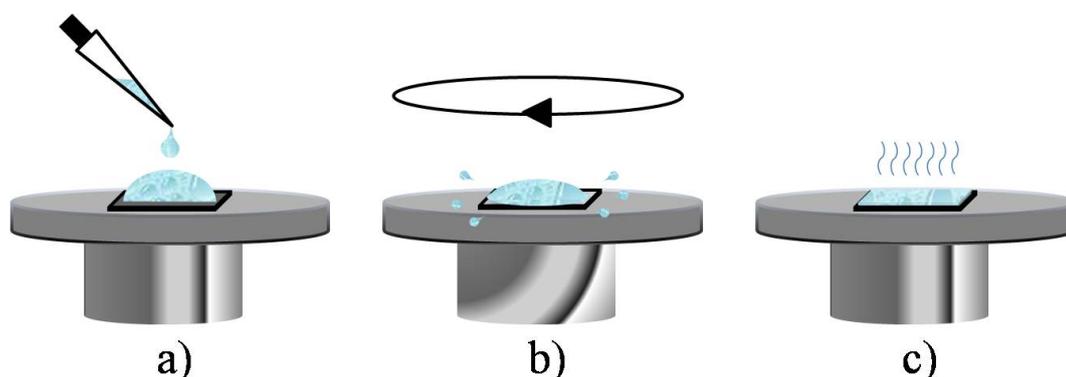


Figura 4.9: Esquema mostrando as etapas do processo de spin coating. (a) Deposição da solução. (b) Rotação do substrato. (c) Evaporação do substrato.

As nanoindentações foram realizadas no filme de PMMA usando um microscópio de força atômica (AFM) pertencente ao LAM, modelo Multimode, fabricado pela Digital Instruments (DI), com a interface controladora NanoScope IIIa. Em geral, a técnica de AFM é utilizada para estudar a superfície de materiais, proporcionando uma imagem tridimensional em escalas micro/nanométricas. Existem diferentes modos de operação do microscópio, permitindo o estudo da topografia, da magnetização e mesmo de propriedades elétricas e mecânicas de diferentes materiais. Tal como utilizado neste trabalho, a técnica de microscopia por força atômica também possibilita a manipulação de superfícies. Processos de litografia podem ser realizados através de dois métodos principais: i) oxidação local de superfícies e ii) risco de superfícies poliméricas.

O princípio fundamental do AFM é baseado na interação coulombiana da sonda de varredura com os átomos da superfície da amostra. Esta sonda é composta por uma haste (cantilever) e uma ponta com diâmetro médio de 10 nm em sua extremidade. Esta ponta interage diretamente com a superfície da amostra que, por sua vez, é alocada sobre um dispositivo de varredura espacial de alta resolução, chamado de *scanner*. O *scanner* é composto de uma cerâmica piezo-elétrica que movimenta a amostra durante a varredura. A figura 4.10 mostra um esquema básico do AFM.

Durante a interação da ponta da sonda com a superfície da amostra ocorrem flexões da haste, as quais, medidas ponto a ponto, são convertidas em um mapeamento topográfico da superfície. Para tal, um laser incidente na parte superior da haste é refletido em direção a um fotodetector

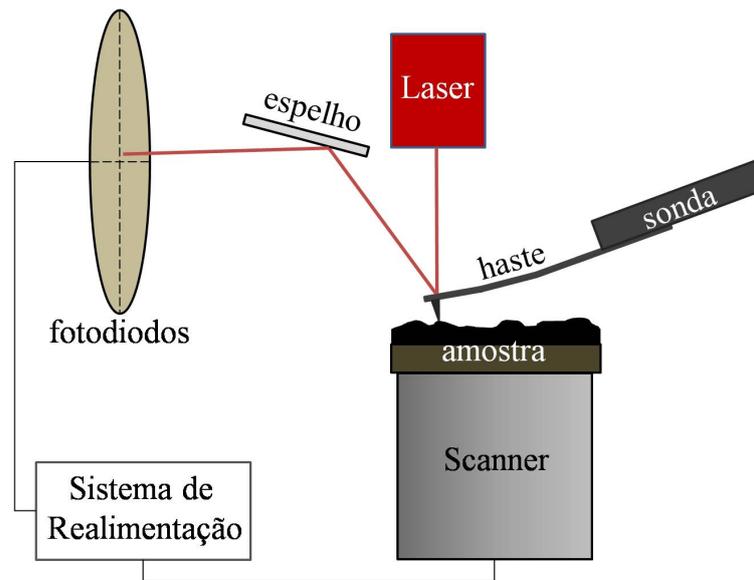


Figura 4.10: Esquema de um microscópio de força atômica.

que mede as variações de posição do feixe do laser proporcionais às torções. Esses fotodiodos enviam as informações ao computador que gera as imagens e a um sistema eletrônico de realimentação do *scanner* fazendo este se mover verticalmente para manter a interação da ponta com a superfície ou a distância entre elas constante.

No processo de nanoindentação utilizado, a sonda do microscópio interage diretamente com a superfície através de um modo intermitente (*tapping mode*), de forma que a sonda não danifique a superfície do polímero durante a varredura inicial, antes da indentação. Com o auxílio de um programa computacional, podemos manipular a posição (x,y) da sonda, bem como sua interação com a superfície. É possível manipular a sonda de forma que a interação com a camada polimérica seja maior ou menor. Dessa forma, é possível criar furos no filme de PMMA em posições pré-estabelecidas, sendo possível construir matrizes com vários furos, tal como mostra a figura 4.11. Essas nanoindentações servem como "moldes" para a fabricação de nanocontatos ou nanopilares.

A imagem da figura 4.11(a) representa a superfície de um filme de PMMA depositado sobre Si, na qual foi desenvolvido um estudo do tempo de interação da sonda com o PMMA. Este tempo é um parâmetro importante para a profundidade e largura dos furos [44]. A figura 4.11(b) mostra a profundidade dos furos. Considerando que o filme de PMMA tem espessura de 20 nm,

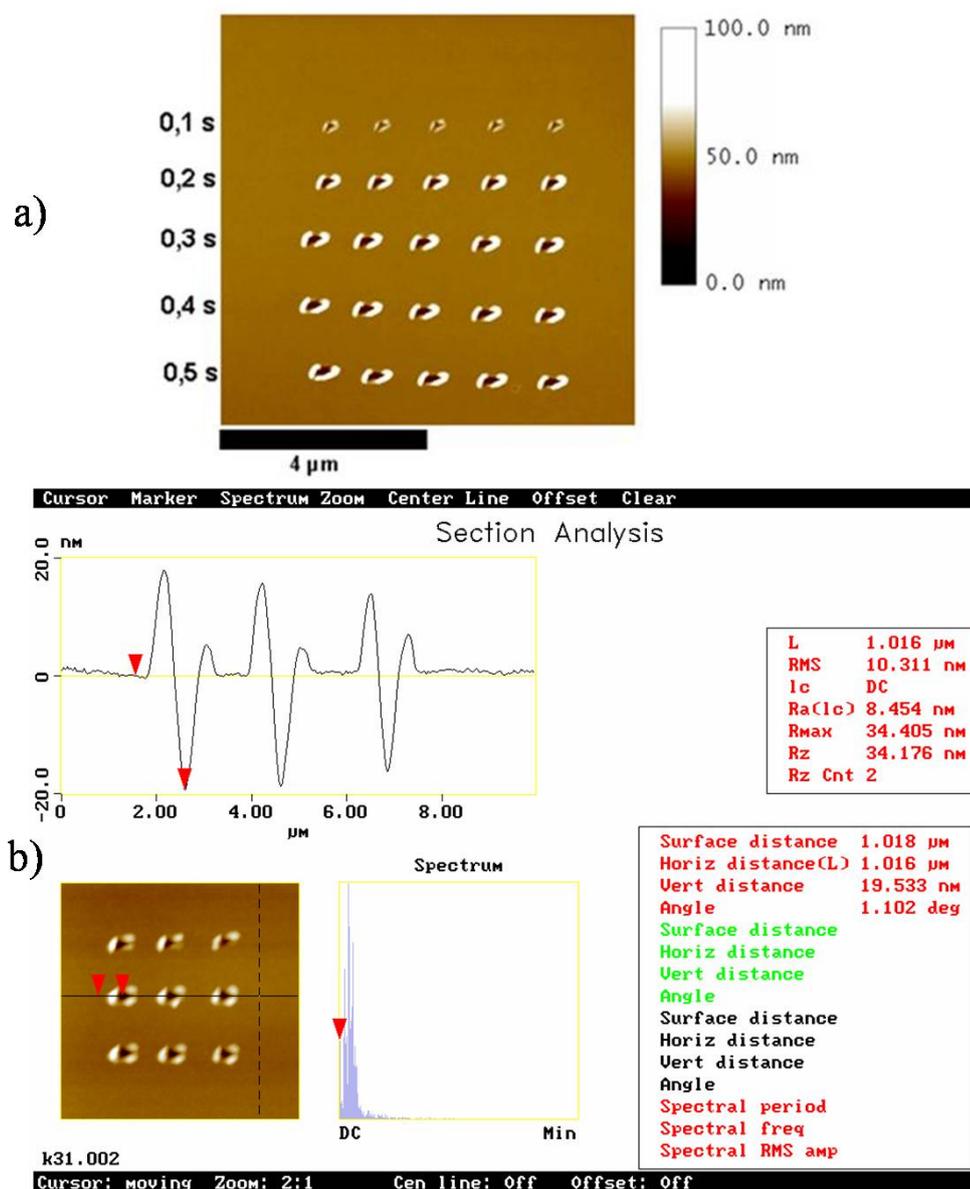


Figura 4.11: (a) Matrizes de furos na superfície do PMMA para diferentes tempo de interação da sonda com a superfície. (b) Imagem de um corte lateral mostrando a profundidade de três furos.

a imagem nos mostra que a sonda atravessa todo o PMMA, atingindo a superfície do substrato abaixo, tal como desejado. Os furos são simétricos e possuem diâmetros regulares da ordem de 120 nm. Na maioria das amostras foram feitas matrizes no padrão 3x3.

Nanocontatos

Para obter os nanocontatos fazemos uma matriz de furos em PMMA sobre a multicamada magnética, previamente depositada. Posteriormente, preenchemos os furos do PMMA com Au. Optamos pela técnica de evaporação para deposição do Au, na qual consiste em colocar o material

a ser depositado num cadinho resistivo, que por sua vez, é submetido a uma grande diferença de potencial elevando a temperatura acima do ponto de fusão do Au, até a sua evaporação. Todo esse processo é realizado em vácuo da ordem de 10^{-6} Torr.

A camada de Au depositada forma um contato elétrico nanométrico com a superfície da multicamada magnética (previamente depositada por *magnetron sputtering*, abaixo da superfície de PMMA). A figura 4.12(a) mostra o esquema de um nanocontato.

Uma "máscara" é previamente colocada sobre a amostra para selecionar a região nanoindentada e assim se efetuar a deposição de Au, como mostra o esquema da figura 4.12(c). O filme de Au formado na superfície possui uma área superficial da ordem de $2 \times 2 \text{ mm}^2$. Isto possibilita a aplicação posterior de contatos macroscópicos para a realização das medidas (fios de Cu afixados com tinta prata).

Nanopilares

Os procedimentos para fabricação dos nanopilares são similares àqueles dos nanocontatos, utilizando as nanoindentações feitas em PMMA. A diferença é que a multicamada magnética é depositada no interior dos furos do PMMA. Nesse caso, o filme de PMMA é depositado sobre a primeira camada de Cu, que servirá apenas como base condutora, ou eletrodo inferior. Em seguida, é feita a matriz com os furos no polímero, usando o AFM. Após este processo, são feitas as multicamadas por *magnetron sputtering*, no qual a última camada a ser depositada, *cap layer*, deve ser suficientemente espessa afim de preencher o restante do furo. A figura 4.12(b) mostra um esquema de um nanopilar.

Analogamente aos nanocontatos, a região de deposição por *sputtering* é restrita à área nanoindentada. Da mesma forma, um dos contatos elétricos é feito sobre essa última camada e o outro contato é feito na primeira camada de Cu.

É importante ressaltar que todas as estruturas nanoindentadas por PMMA têm um formato piramidal de base triangular invertido, pois tomam a forma da ponta da sonda que penetra no filme de PMMA. Isso pode acarretar em uma área de contato no filme, sob o polímero, muito menor que a área observada nas imagens de microscopia de força atômica. Por outro lado, isso pode dificultar

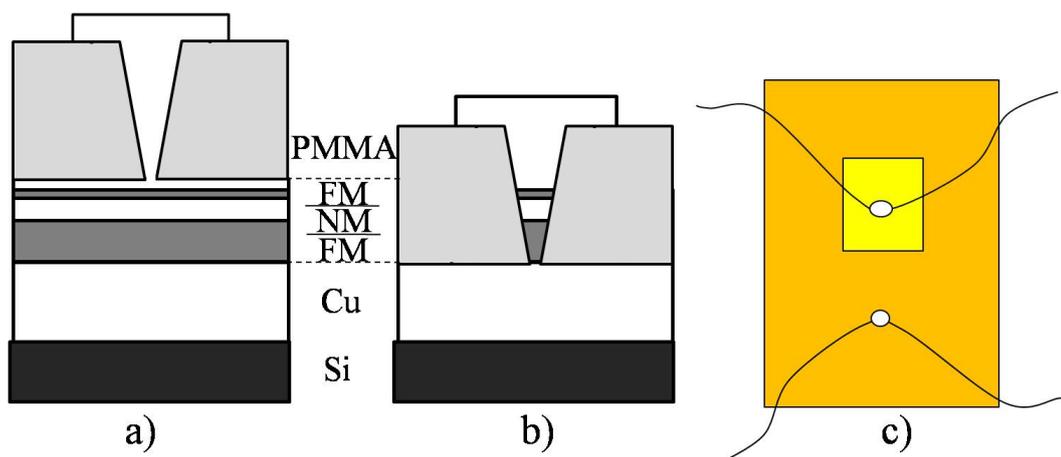


Figura 4.12: (a) Esquema de um nanocontato sobre PMMA. (b) Esquema de um nanopilar sobre PMMA. (c) Imagem esquemática da superfície de uma amostra indicando a região de deposição do Au e os contatos elétricos de Cu.

o preenchimento completo da estrutura nanométrica.

Um cuidado especial deve ser tomado ao manusear essas amostras, pois o PMMA é muito sensível a temperaturas elevadas e superfícies ásperas em contato com o filme (porta-amostras, pinças de manuseio, etc), que podem gerar fissuras micrométricas no filme de PMMA. Se isso ocorrer, a corrente elétrica tende a passar por essas fissuras, que são menos resistivas que as estruturas nanométricas. Dessa forma, os efeitos de transferência de spin e magnetorresistência desejados não serão observados.

4.3.2 Nanolitografia por feixe de íons focalizados - FIB

Técnicas de nanofabricação com FIB tem sido bastante utilizadas, muitas vezes por permitir uma "escrita" direta. Esta técnica consiste no desbaste da superfície do filme com a aplicação de um feixe de íons, usualmente de Ga. Utilizamos um equipamento pertencente ao LCN, modelo JEOL JIB4500, composto por um canhão de íons, para FIB; um canhão de elétrons, para microscopia de varredura eletrônica (MEV), e um sistema de espectroscopia por dispersão de energia de raios-X (EDS) para análises de composição química. Todos os procedimentos são realizados sob pressão da ordem de 10^{-7} Torr.

A aplicação de FIB foi realizada em superfícies de alumina (Al_2O_3) depositadas sobre Cu ou sobre a multicamada magnética para a fabricação de nanopilares ou nanocontatos, respectiva-

mente. A precisão das nanolitografias na alumina está relacionada com a maneira em que o feixe de íons de Ga interage com sua superfície, através do feixe e a dose de incidência. Portanto, foram feitos estudos em duas metodologias diferentes para se obter a relação da profundidade de desbaste em função da dose aplicada.

Análise de desbaste I – AFM

O primeiro estudo detalhado variando a dose de incidência nos permite obter uma curva de calibração que relaciona a profundidade do furo em função da dose aplicada, mantendo o mesmo feixe de incidência (abertura).

Foram feitos três padrões de furos de $500 \times 500 \text{ nm}^2$ para doses variando de 0,1 a 3,5 $\text{C}/\mu\text{m}^2$. As profundidades foram analisadas através de microscopia de força atômica (AFM). Como referência para visualização no microscópio óptico, os furos foram feitos ao lado de um furo maior de $10 \times 10 \mu\text{m}^2$, como mostra a imagem de MEV na figura 4.13(a). A imagem 4.13(b) mostra um dos padrões, observado no AFM.

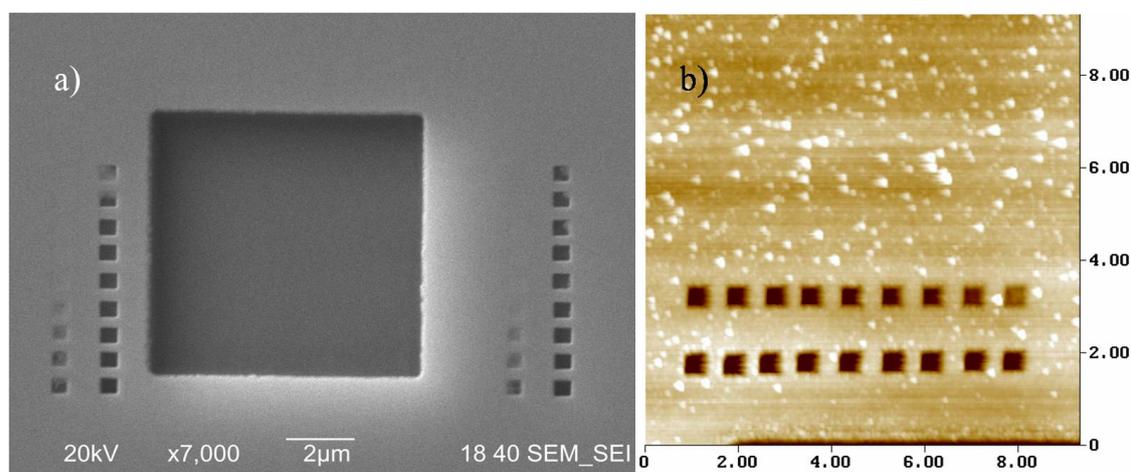


Figura 4.13: (a) Imagem do microscópio de varredura (MEV) do padrão de furos feitos pela técnica de FIB sobre um filme de alumina. (b) Imagem do microscópio de força atômica.

Para o conjunto de padrões, foi realizada uma análise estatística das profundidades. A figura 4.14(a) mostra a imagem do AFM de alguns furos, bem como as informações de suas profundidades. Pode-se observar que existe uma linearidade das profundidades em função das doses aplicadas. As profundidades obtidas por AFM, em cada um dos três padrões, foram dispostas em um gráfico mostrado na figura 4.14(b). Médias dos furos de cada um dos padrões foram feitas para

obter a curva de calibração. O ajuste linear foi realizado apenas para as primeiras doses, pois furos usando doses a partir de $0,7 \text{ C}/\mu\text{m}^2$ a sonda do AFM não penetra totalmente o furo. Assim, as imagens de AFM não apresentam uma boa precisão para a estimativa dos furos feitos com maiores doses.

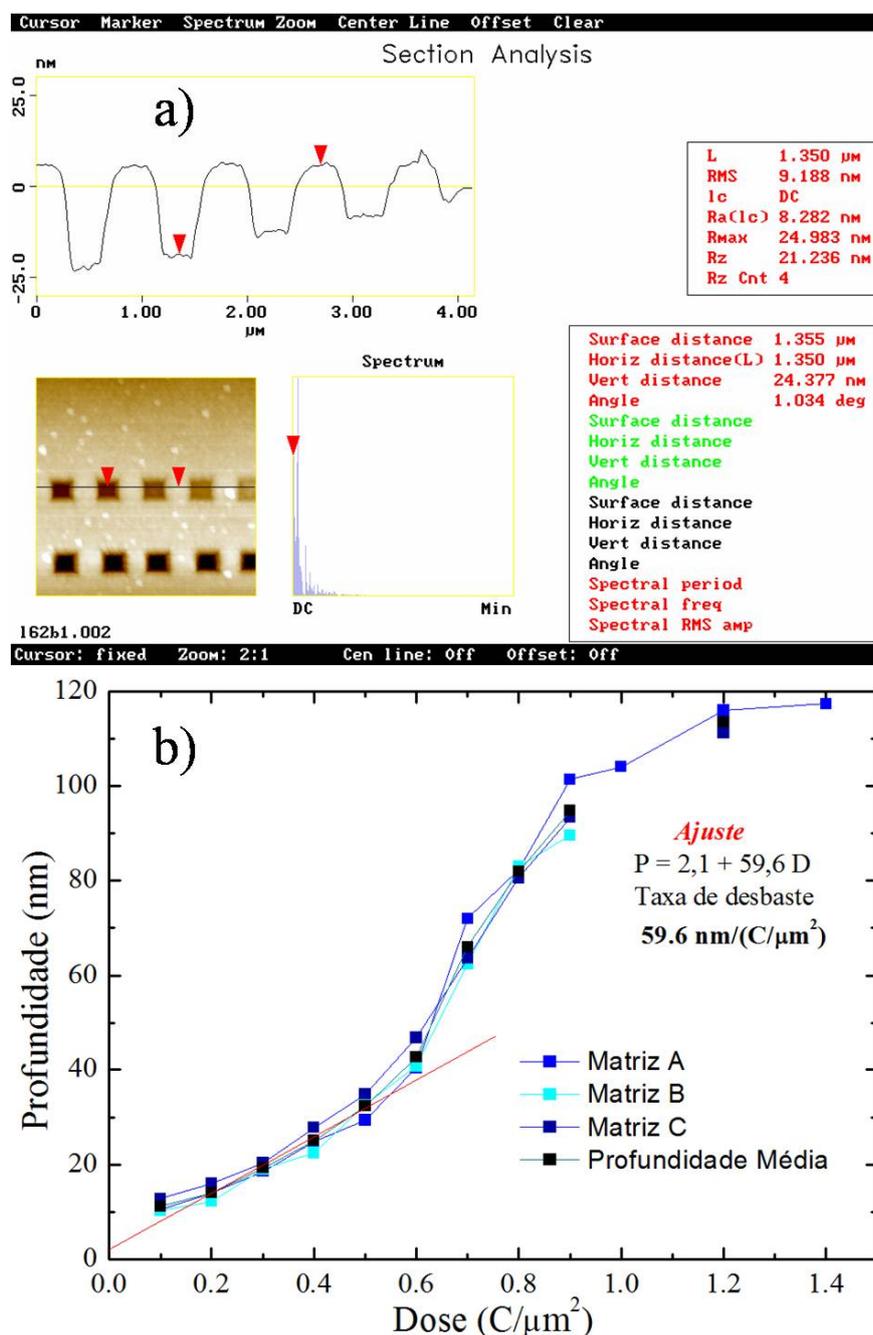


Figura 4.14: (a) Análise das profundidades dos furos. (b) Curva de calibração da profundidade dos furos na alumina em função da dose aplicada.

O procedimento apresentado para conhecer a taxa de desgaste através da curva da profundidade em função da dose aplicada é bastante confiável, pois é obtida por uma estatística mi-

nuciosa. Isto permite fazer nanofuros com a profundidade desejada, garantindo que os nanopilares ou nanocontatos sejam preenchidos adequadamente formando contatos elétricos com a camada metálica abaixo da alumina.

Análise de desbaste II – EDS

A dose aplicada para desbastar uma determinada espessura de um filme qualquer pode ser encontrada de outra maneira bem mais simplificada. Utilizando o EDS para analisar a região desbastada, podemos fazer sucessivos desbastes variando-se a dose e, a cada desbaste, é feita uma análise da composição do filme. O padrão de EDS indica os elementos químicos presentes na estrutura do filme, com picos de intensidade proporcionais à quantidade desses elementos.

No caso deste trabalho, o filme a ser desbastado é a alumina, que está depositada sobre um filme de Cu em substrato de Si. Antes do desbaste, o EDS indica a presença dos elementos Al, O, Cu e Si. À medida que os desbastes são feitos, a intensidade dos sinais de Al e O, correspondentes à alumina, diminuem. Por outro lado, um pico no sinal, correspondente ao Ga, aparece e ganha intensidade decorrente da implantação de íons do feixe de Ga no filme. As doses são testadas a cada desbaste, enquanto aparecerem sinais de Al e O nos espectros de EDS. Quando o espectro não apresentar mais sinais de alumina na composição do filme, significa que a dose escolhida é a ideal para o desbaste completo da camada de alumina.

O ajuste dos parâmetros, como dose e feixe ideal para o desbaste, é essencial para fazer as nanoestruturas com a profundidade desejada. O padrão de nanoindentações é determinado por um sistema computacional tal que o feixe de elétrons atua somente nas regiões pré-determinadas. Nas amostras submetidas à técnica de FIB foram feitos diversos padrões variando-se o número de furos na superfície de alumina: 9 (matriz 3x3); 5; 4 (matriz 2x2); 3 e 1. Todos os furos possuem as mesmas dimensões laterais de 50x50 nm².

As nanoindentações foram feitas em uma região pré-determinada na superfície da alumina para posterior deposição da multicamada. Esta região é estimada a partir de um ponto referencial na amostra, o qual pode ser observado em um microscópio óptico. Este ponto referencial é uma segunda região litografada, em forma de um quadrado de 10x10 μm², feito propositalmente para

o macrocontato diretamente na camada abaixo da alumina. A figura 4.15 mostra um esquema da sequência de fabricação de um nanopilar.

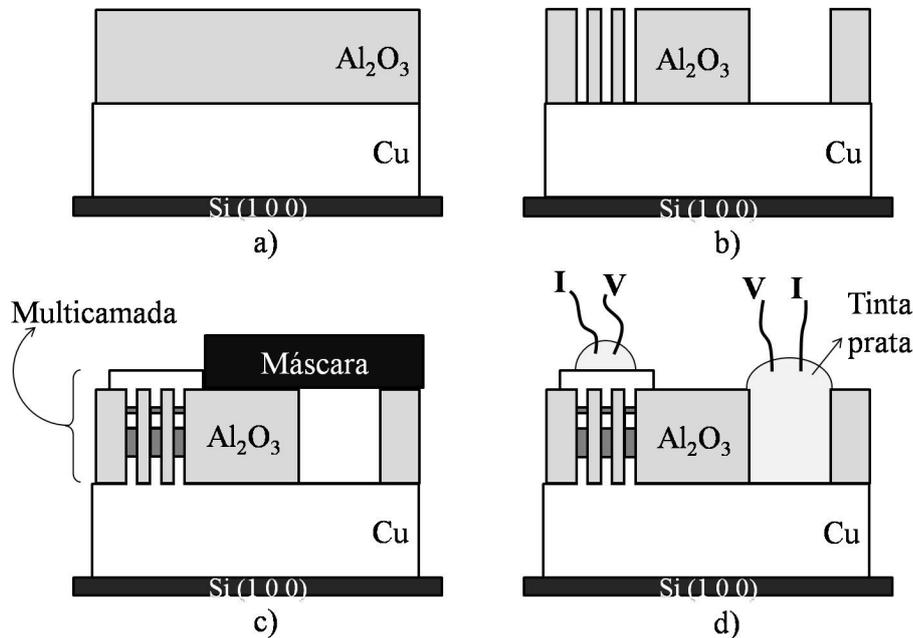


Figura 4.15: Esquema das etapas de fabricação dos nanopilares usando a técnica de FIB. (a) Alumina depositada sobre cobre. (b) Litografia por FIB: nanofuros e macrofuro. (c) Multicamada depositada somente nos nanofuros. Macrofuro protegido por uma máscara. (d) Esquema dos contatos elétricos feitos com tinta prata. (Figura fora de escala).

É importante ressaltar que uma vez ajustados os feixes para a litografia, qualquer exposição da superfície de alumina ao feixe ocorre o processo de desbaste. Portanto, o feixe é ajustado na região do macrofuro ($10 \times 10 \mu\text{m}^2$) e, sem incidência do feixe, a amostra é deslocada para a região dos nanofuros. Nestas condições, inicia-se o processo de nanolitografia. Isso garante que não ocorram desbastes indesejados, comprometendo as dimensões dos nanofuros.

4.3.3 Nanolitografia por feixe de elétrons

A litografia de elétrons proporciona a fabricação de nanoestruturas através da confecção direta de máscaras poliméricas em alta resolução. Na litografia por feixe de elétrons, o substrato é recoberto com um filme de polímero sensível a elétrons, tal como o PMMA. Um feixe de elétrons focalizado é utilizado para varrer a superfície do filme polimérico, de forma a fazer o "desenho" desejado. A interação do feixe de elétrons com o polímero resulta na quebra de cadeias poliméricas e em uma consequente diminuição do peso molecular local do polímero. As regiões expostas ao

feixe, agora com menor peso molecular, são propícias à diluição em solvente específico, chamado de revelador. O revelador utilizado será seletivo ao peso molecular. Ou seja, apenas as regiões de baixo peso molecular serão dissolvidas, possibilitando a formação de um tipo de máscara polimérica sobre o substrato. Esse tipo de processo no qual a região não exposta permanece chama-se de litografia positiva, sendo o polímero um polímero de comportamento positivo, tal como o PMMA (até uma dada dose de irradiação). Processos inversos são chamados de "negativo", tal como os realizados com o polímero SU-8.

Utilizamos um sistema de litografia por feixe de elétrons RAITH e LINE, baseado em um MEV com fonte de elétrons por emissão de campo (FEG), com resolução de imagem melhor que 2 nm, pertencente ao Laboratório Multiusuário de Nanociência e Nanotecnologia (LABNANO) do Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas, CBPF.

A fabricação de nanopilares e nanocontatos utilizando a técnica de feixe de elétrons foi realizada de forma diferente da utilizada com litografia por AFM e FIB. Nesta etapa, utilizou-se a litografia por feixe de elétrons para confeccionar um dispositivo completo, contendo uma região nanométrica (ativa) em contato com regiões de *pads* micrométricos. Além disso, a região ativa, contendo nanocontatos/nanopilares é constituída pela interseção entre linhas de largura nanométrica "desenhadas" em PMMA pelo feixe de elétrons focalizados. O padrão, desenho do dispositivo, é feito em um sistema computacional contendo todas as informações de posição e dimensão da estrutura a ser litografada no PMMA. Para este trabalho, foram feitas quatro linhas paralelas com larguras de 50-100 nm cada. Cada uma das linhas está ligada a um *pad*, de ordem micrométrica, para os contatos elétricos posteriores. Esse padrão é litografado na amostra duas vezes, uma em cada etapa. Na segunda etapa, o padrão é sobreposto ao primeiro, rotacionado de 90°, tal que as quatro linhas se cruzem com as linhas da primeira etapa. Ao final do processo, temos dezesseis pontos de cruzamento, sendo cada um deles com dimensões em torno de 50x50 nm². A figura 4.16(a) mostra o esquema do padrão litografado na primeira etapa. Após a segunda etapa, os padrões ficam sobrepostos conforme o esquema da figura 4.16(b).

As figuras 4.17 e 4.18 mostram, passo a passo, cada uma das etapas, respectivamente. Na

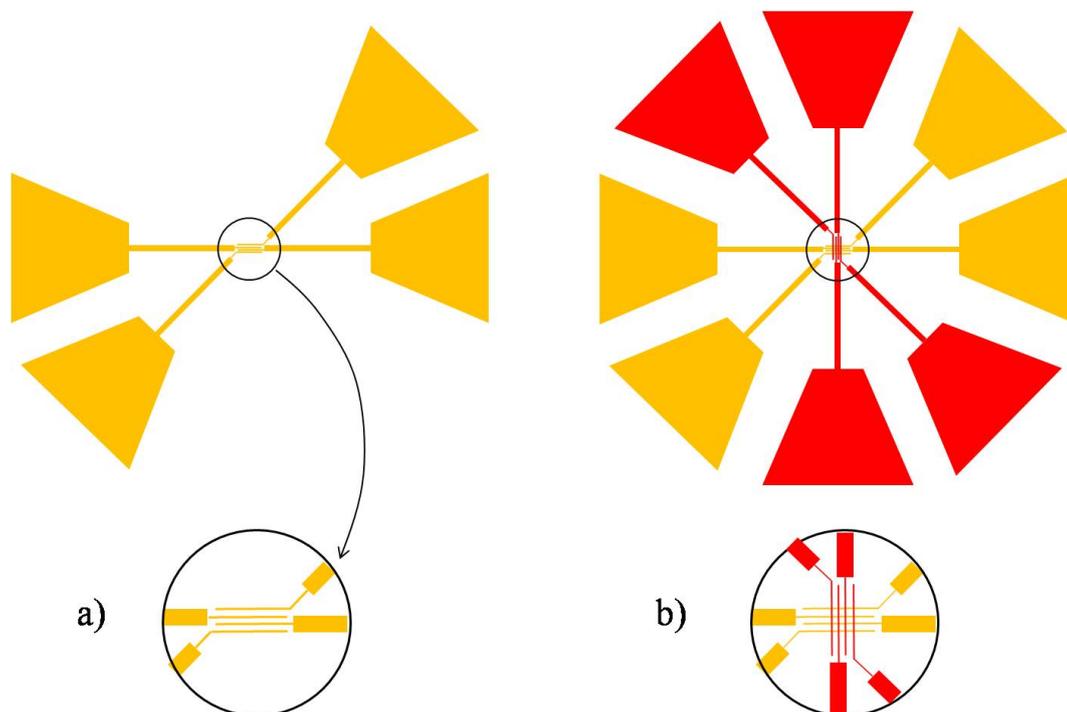


Figura 4.16: Esquema do padrão desenhado por litografia de feixe de elétrons. (a) Primeira etapa de exposição (alaranjado). (b) Segunda etapa de exposição (vermelho), sobreposta à primeira etapa.

primeira etapa é feita a deposição do PMMA via *spin coating* sobre o substrato de Si. Em seguida, a amostra é submetida à incidência do feixe de elétrons, desenhando o padrão desejado. A região sensibilizada é revelada, utilizando uma solução de água deionizada e álcool isopropílico (3:7). Após o processo de revelação, é feita a deposição de um filme de Cu por *magnetron sputtering*. O filme recobre toda a superfície do PMMA não sensibilizado e a região dos padrões nanométricos revelados. Para finalizar a primeira etapa, o último passo é o *lift off*, que consiste na remoção do PMMA em banho de acetona. Esse procedimento remove também o filme de Cu depositado sobre o PMMA, permanecendo apenas o filme de Cu sobre Si depositado na região revelada, no formato do padrão desenhado pelo feixe de elétrons. Para o processo de *lift off*, como condição necessária, a espessura do filme de Cu deve ser, no máximo, da ordem de 1/3 da espessura do PMMA.

A segunda etapa de litografia é complementar à primeira. O procedimento é similar aos passos da primeira etapa. Uma nova camada de PMMA é colocada sobre o substrato contendo o filme de Cu no formato do padrão. A amostra é reposicionada no sistema de feixe de elétrons, nas mesmas coordenadas da primeira etapa. O padrão da segunda camada é desenhado pelo feixe de forma alinhada ao padrão já depositado na primeira etapa. Após a exposição do PMMA, é

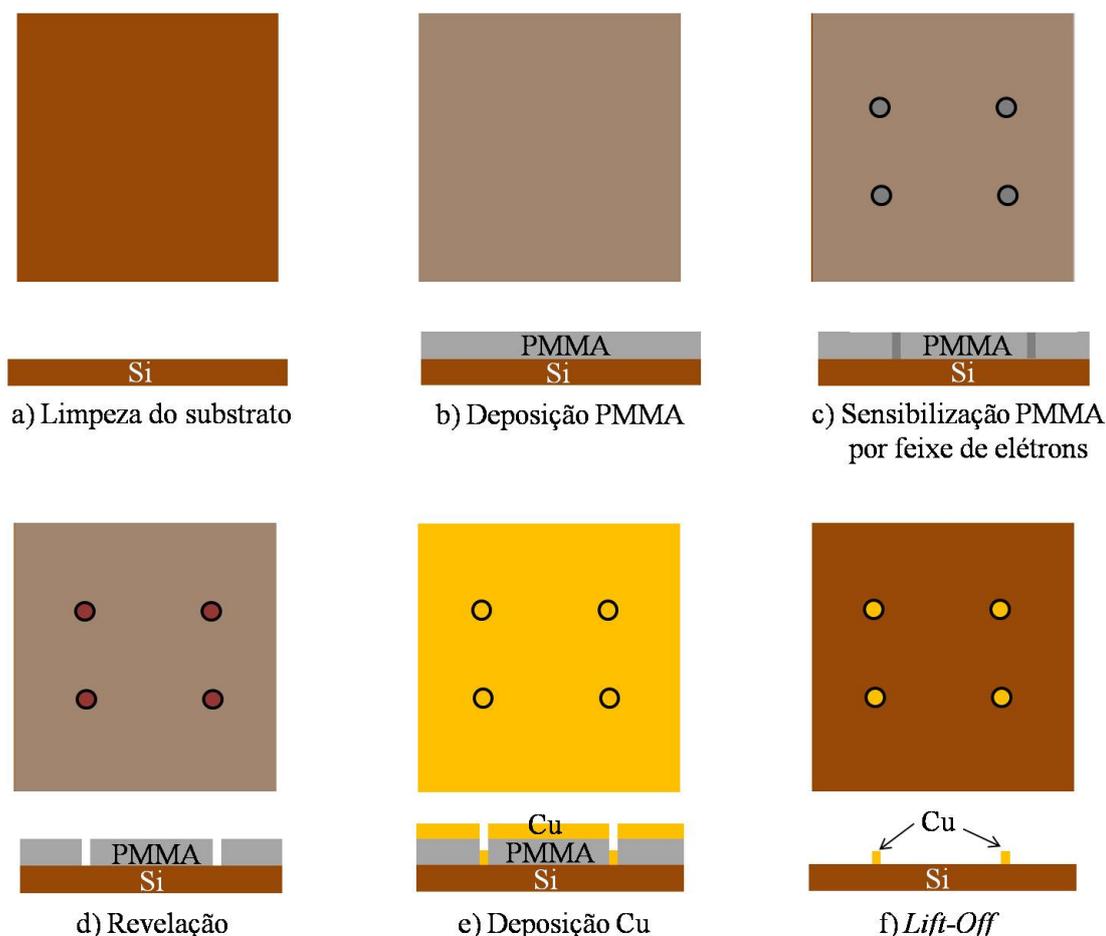


Figura 4.17: Esquema dos passos para a fabricação de nanoestruturas usando feixe de elétrons: Primeira Etapa.

efetuado o mesmo processo de revelação, já descrito. Em seguida, a amostra é colocada novamente na câmara de *magnetron sputtering*, onde são depositadas as multicamadas magnéticas. Depois da deposição, é feito um novo *lift off*, retirando o PMMA restante e a multicamada depositada sobre o polímero, restando apenas a multicamada depositada no padrão, sobre o padrão de Cu da primeira etapa.

Dessa forma, as nanoestruturas são formadas pelos cruzamentos das linhas. Cada círculo na figura 4.18 representa dois padrões sobrepostos (duas etapas de litografia), contendo dezesseis pontos de cruzamento. Cada amostra contém quatro dispositivos, ou seja, sessenta e quatro nanoestruturas.

Cabe salientar que todas as etapas de litografia foram realizadas em PMMA (950k u.m.a) de 260 nm de espessura, utilizando um feixe de elétrons focalizados de 20 keV e uma dose de 250

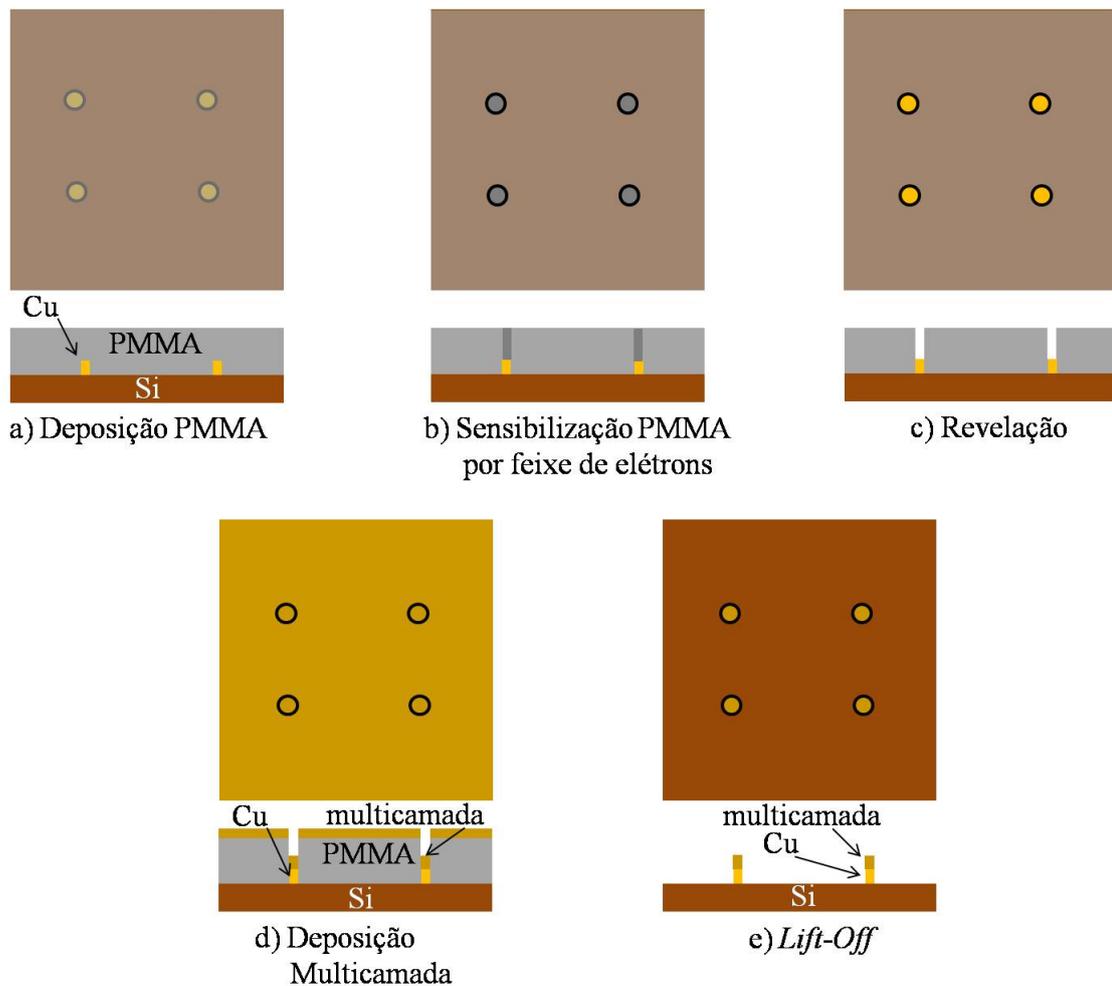


Figura 4.18: Esquema dos passos para a fabricação de nanoestruturas usando feixe de elétrons: Segunda Etapa.

C/μ^2 .

Os contatos elétricos, ligados ao sistema de medidas, são feitos na região dos *pads*, com solda de alumínio. Estes microcontatos são interligados a contatos maiores, de fácil manuseio. Os macrocontatos, por sua vez, são feitos com fios finos de cobre ligados aos conectores de tensão e corrente do sistema de medidas.

Capítulo 5

Resultados: Nanoponteiras

Neste capítulo serão apresentados os resultados das medidas de GMR e TS usando o sistema de nanoponteiras apresentado no capítulo 3. É importante ressaltar que o processo de uso das nanoponteiras sofreu uma mudança significativa ao longo do trabalho de tese. O propósito inicial era de ter um sistema de caracterização de transporte elétrico que fosse simples e de montagem rápida para uma primeira análise do comportamento magnetorresistivo de amostras recém fabricadas. Posteriormente, essas amostras seriam usadas para a fabricação de nanocontatos e nanopilares, pois estas duas últimas apresentam características de produção lentas e complexas. Entretanto, os primeiros resultados se mostraram bastante promissores, que justificaram uma nova abordagem no trabalho a ser desenvolvido. Para tanto, foi necessário aprimorar o sistema de medidas de forma a apresentar uma maior estabilidade. A evolução do sistema, conforme descrito no capítulo 3, se deu em três etapas, as quais designamos por A, B e C. Cada uma dessas apresentaram resultados importantes, levando a um aprimoramento do sistema de forma a atingir uma maior estabilidade nas medidas.

A relevância dos resultados obtidos por essa técnica de caracterização de magnetotransporte impôs um trabalho paralelo que apresentou desdobramentos com interessantes consequências científicas. A principal delas é a possibilidade de manufaturar a nanoponteira com diferentes interfaces via deposição de filmes magnéticos por *magnetron sputtering*. Finas camadas de Fe, Co e NiFe foram usadas para recobrir a região nanométrica das ponteiras. Os resultados das medidas desses experimentos mostraram que essa camada de cobertura pode interferir no comportamento de transferência de spin, como uma camada ativa, podendo inclusive assumir o papel de filtro

polarizador de spin.

Com base no que foi exposto acima, dividimos este capítulo em quatro seções, onde são apresentados os resultados de cada etapa de otimização do sistema de medidas. A primeira delas descreve os resultados iniciais que culminaram como motivação fundamental para a continuação do estudo de GMR e TS utilizando as nanoponteiras. A segunda corresponde aos resultados da primeira otimização do sistema e na terceira seção são apresentados os resultados obtidos para o sistema na sua versão mais completa, onde foram adaptados sistemas mais sofisticados de amortecimento mecânico e de aproximação, cujo passo é da ordem de alguns nanômetros. Essas duas últimas seções estão divididas em subseções que especificam os estudos realizados com ponteiras de tungstênio como feitas e com ponteiras de tungstênio recobertas com filmes magnéticos. Por fim, a última seção é reservada a uma breve discussão dos resultados.

A figura 5.1 apresenta um desenho esquemático da configuração de contatos elétricos nos experimentos de magnetotransporte. Embora essa tenha sido especificamente para um tipo de sistema de medidas (sistema A), podemos utilizá-la para uma apresentação das características principais de todos os sistemas de nanoponteiras utilizados. É possível distinguir três diferentes regiões de condução:

- i)* região do macrocontato de tinta prata: a contribuição dos efeitos magnetorresistivos nessa região são desprezíveis, pois a variação da resistência devido aos fenômenos de transporte é muito menor que a resistência de contato e a densidade de corrente é relativamente pequena;
- ii)* região de condução imediatamente entre o nanocontato e o macrocontato (distância média de 1,5 μm): existe uma forte tendência da corrente ser transportada pelas camadas mais grossas situadas na parte próxima ao substrato, ou seja Co (30 nm) e Cu (30 nm), principalmente pela de Cu, por ser menos resistiva. Essa região da amostra apresenta algumas características que podem contribuir para medidas de magnetorresistência. Os principais efeitos são os de magnetorresistência anisotrópica na camada de cobalto e efeito de Lorentz na camada de cobre. Efeitos de GMR são, em princípio, descartados devido às espessuras da camada espaçadora de Cu (8 nm) e da camada de material ferromagnético de 30 nm;

iii) região de nanocontato: nessa região o "feixe de elétrons" ainda se encontra concentrado e o cone de corrente, dentro da multicamada, apresenta aproximadamente as mesmas dimensões de área que a nanoponteira. Nesse caso, existe a possibilidade de ter uma alta densidade de corrente, o que é favorável tanto às medidas de GMR e quanto às de TS. Ou seja, essa é a região de interesse nas nossas medidas.

Outra característica desse tipo de configuração está associada ao formato do cone dentro da multicamada. Por serem distâncias pequenas entre a nanoponteira e o eletrodo inferior (camada de Cu, 30 nm), a corrente descreverá uma trajetória perpendicular ao plano da amostra, isto é, em uma geometria de corrente perpendicular ao plano – CPP.

5.1 Sistema de Nanoponteiras A

As medidas de GMR e TS utilizando o protótipo A (sistema A, seção 3.3) foram realizadas usando amostras de multicamadas compostas por

Si(100)/Cu(30 nm)/Co(30 nm)/Cu(8 nm)/NiFe(3 nm)/Au(5 nm).

Estes filmes foram fabricados via *magnetron-sputtering* pelo grupo de pesquisa da Unitè Mixte de Physique CNRS/Thales (UMR137), França.

A configuração dos contatos de corrente e tensão elétrica, como apresentado anteriormente, foram feitos diretamente na superfície do filme. A figura 5.1 representa esses contatos, sendo um deles pela nanoponteira e o outro por um fio de cobre (0,025 mm de diâmetro) afixado à amostra com tinta prata.

Para realizar as medidas, aproximamos lentamente a ponteira, utilizando o micrômetro. Antes de ocorrer o contato o sistema está "em aberto". Monitorando a resposta de corrente e tensão, durante esse processo podemos saber quando a ponteira faz contato com a amostra. As medidas de GMR foram realizadas com valor fixo de corrente no sistema (valores entre 10 a 100 μA), variando-se apenas o campo magnético externo aplicado no plano da amostra e analisando a resposta em tensão. A figura 5.2 mostra uma medida típica de GMR. Este resultado foi obtido para uma corrente elétrica de 40 μA com uma variação de campo magnético de +200 a -200 Oe. Os

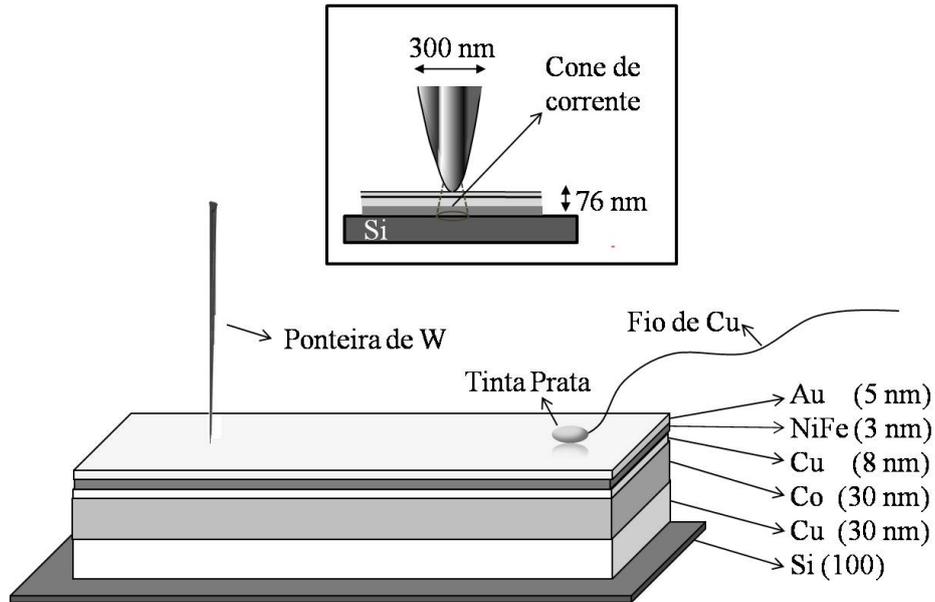


Figura 5.1: Esquema dos contatos elétricos no sistema de medidas A. A ponta de W faz o contato nanométrico e o contato macrométrico é feito por um fio de Cu "soldado" com tinta prata na superfície da multicamada.

símbolos abertos representam o comportamento magnetorresistivo para campo magnético externo decrescente, enquanto que os símbolos fechados são para campo magnético crescente.

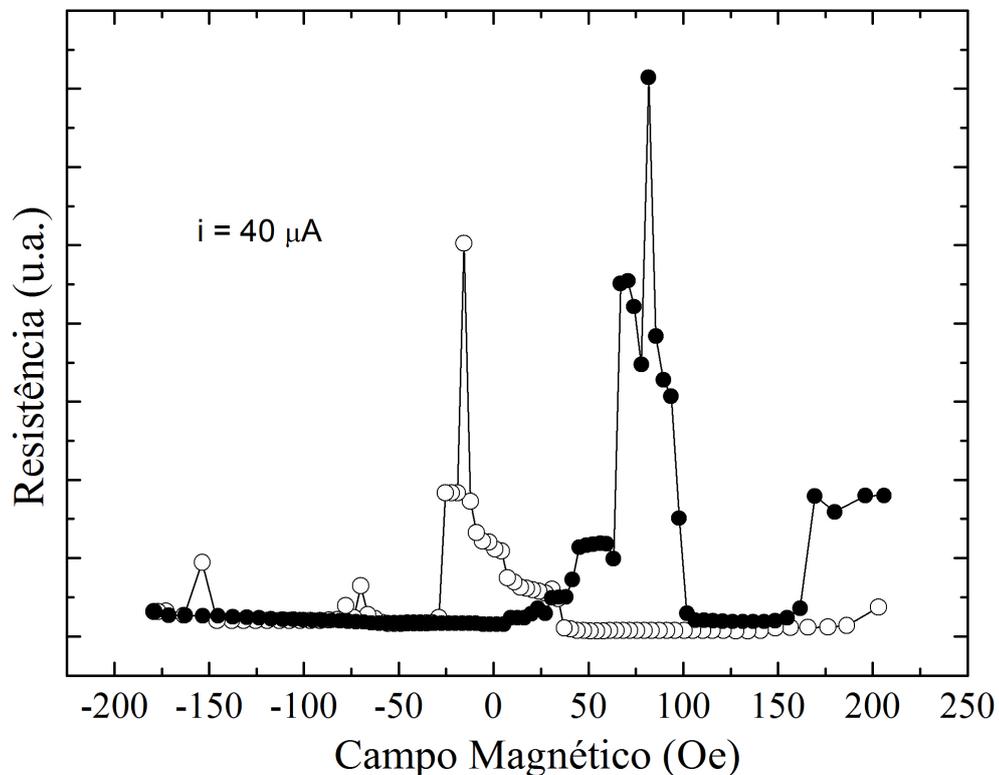


Figura 5.2: Medida de magnetorresistência gigante na tricamada composta de Co/Cu/NiFe, realizada no sistema A.

Apesar de ter sido observado GMR, não foi possível medir efeitos de transferência de spin. Existem vários fatores que podem ser considerados para explicar a ausência de TS. Entre eles, podemos destacar como principal causa a instabilidade do próprio sistema, sensível a vibrações externas e, especialmente, pela necessidade de ter um fluxo de corrente bem controlado. Qualquer vibração pode proporcionar uma pressão excessiva da ponteira sobre a superfície da amostra, fazendo com que essa perca a dimensão nanométrica de sua extremidade. Como o sistema A é articulado, estas vibrações são mais prováveis. Assim, conforme discutido anteriormente, sem tais dimensões nanométricas, não é possível injetar uma corrente elétrica com a densidade necessária para o efeito de TS.

Entretanto, estes resultados preliminares abriram novos caminhos para a pesquisa utilizando nanoponteiras como contatos elétricos. Aprimoramos a fabricação das ponteiras investigando outras técnicas e variados parâmetros do processo de produção, bem como a utilização da técnica de FIB para afinar ainda mais a extremidade nanométrica, conforme detalhado na seção 4.2.4. Além disso, investimos na construção de um novo sistema de medidas (aparato B descrito na seção 3.3). Outra contribuição importante deste estudo preliminar foi nortear a fabricação de novas amostras, com uma idéia mais clara das dimensões de cada uma das camadas que compõem o filme.

5.2 Sistema de Nanoponteiras B

O sistema de nanoponteiras A, apresentado na seção anterior, foi aprimorado aumentando a estabilidade na aproximação no procedimento de medida, conforme detalhado no capítulo 3.

Nesta nova etapa foram confeccionadas novas amostras usando o sistema *magnetron-sputtering*, no Laboratório de Magnetismo da UFRGS (LAM). O conjunto de multicamadas apresentam as seguintes características:

- i) Si(100)/Cu(50 nm)/NiFe(30 nm)/Cu(5 nm)/NiFe(3 nm)/Cu(3 nm);
- ii) Si(100)/Cu(50 nm)/NiFe(30 nm)/Cu(3 nm)/NiFe(10 nm)/Cu(3 nm);
- iii) Si(100)/Cu(50 nm)/NiFe(10 nm)/Cu(3 nm)/NiFe(2 nm)/Cu(3 nm);

iv) Si(100)/Cu(50 nm)/NiFe(30 nm)/Cu(8 nm)/NiFe(3 nm)/Cu(5 nm);

v) Si(100)/Cu(50 nm)/NiFe(15 nm)/Cu(8 nm)/NiFe(3 nm)/Cu(5 nm).

Deste conjunto, as três primeiras amostras foram caracterizadas magneticamente, via magnetômetro de campo de gradiente alternado (AGFM), para verificar a existência de duas fases magnéticas relativas à contribuição de cada uma das camadas que compõe o sistema. A figura 5.3 apresenta curvas de magnetização obtidas para as amostras (i), (ii) e (iii).

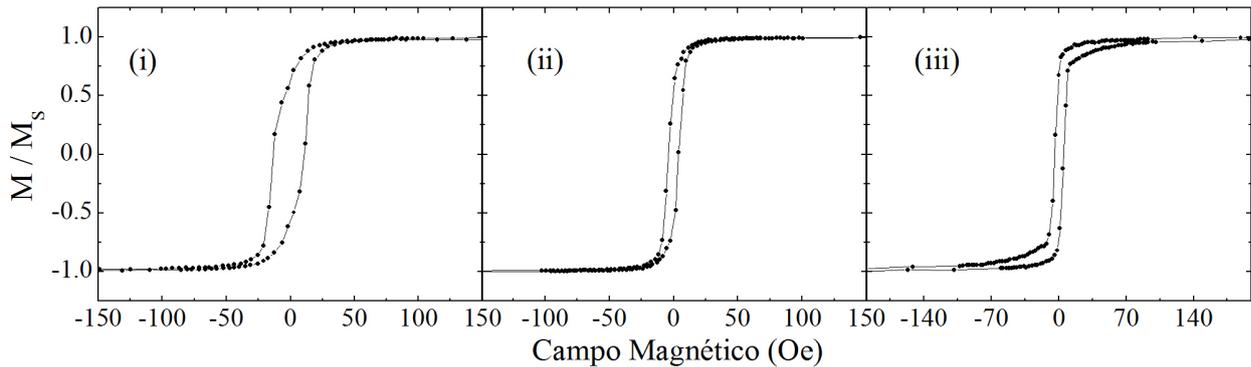


Figura 5.3: Curvas de magnetização típicas de bicamadas de NiFe, separadas por Cu. (i) Si(100)/Cu(50 nm)/NiFe(30 nm)/Cu(5 nm)/NiFe(3 nm)/Cu(3 nm). (ii) Si(100)/Cu(50 nm)/NiFe(30 nm)/Cu(3 nm)/NiFe(10 nm)/Cu(3 nm). (iii) Si(100)/Cu(50 nm)/NiFe(10 nm)/Cu(3 nm)/NiFe(2 nm)/Cu(3 nm).

Como se pode observar na figura 5.3, o comportamento magnético apresentado pelas amostras não são característicos de um sistema com duas fases magnéticas. Esse comportamento pode ser explicado por dois fatores: *i*) as camadas magnéticas estariam interagindo fortemente via camada de cobre; *ii*) ambas estão em contato, pois a camada de cobre não estaria completa.

Com o objetivo de otimizar o sistema, foi feito um estudo variando-se a espessura nominal do espaçador de Cu entre 3 a 10 nm. Somente amostras com espaçadores com espessuras à partir de 7 nm apresentaram duas fases magnéticas na curva de magnetização. A figura 5.4 apresenta uma curva de magnetização de uma bicamada de NiFe separadas por uma camada espaçadora de Cu de 8 nm. A curva da figura 5.4 apresenta as duas fases com diferentes coercividades.

Diante desses resultados, foi confeccionada uma nova série de amostras (iv) e (v), com espessura nominal de 8 nm para o Cu espaçador. Essa espessura foi estimada baseada no estudo realizado e nas amostras provenientes da CNRS/Thales da França. Outra importante modificação feita no desenho das amostras foi a introdução de uma guia de corrente no eletrodo inferior. O

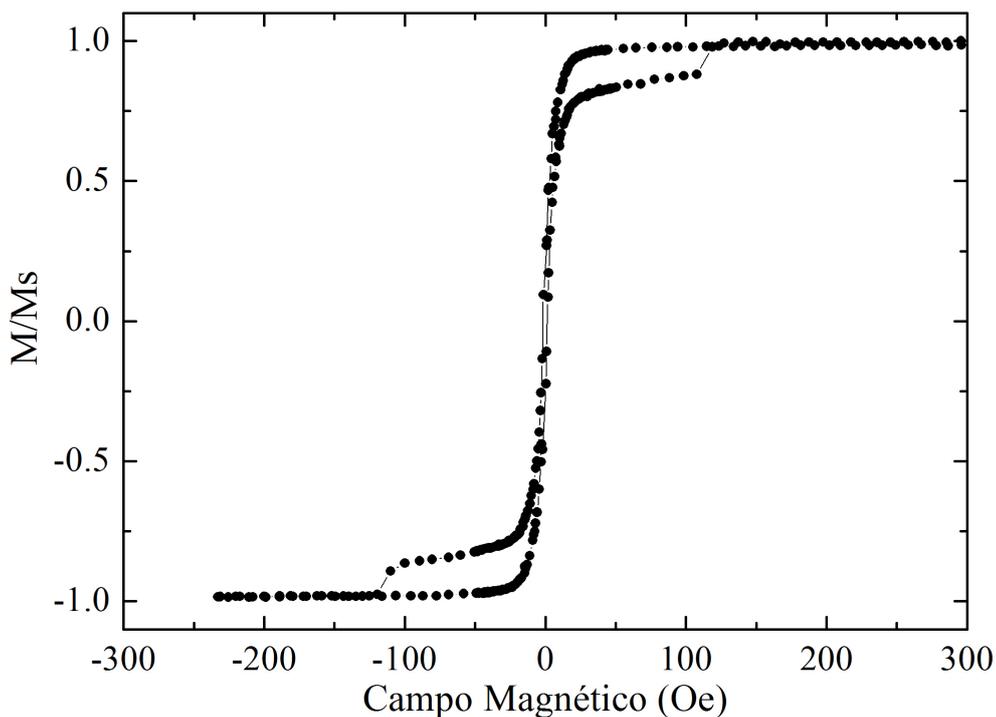


Figura 5.4: Curva de magnetização de uma bicamada de NiFe separada por 8 nm Cu. Composição do filme: Si(100)/Cu(50 nm)/NiFe(30 nm)/Cu(8 nm)/NiFe(3 nm)/Cu(5 nm).

processo de fabricação das amostras se desdobrou em duas etapas: *i*) primeiramente é depositada a camada espessa de Cu (50 nm), eletrodo inferior; *ii*) sobre o eletrodo inferior, parcialmente coberto para evitar o completo recobrimento do mesmo, é depositada a multicamada magnética. Dessa forma, o contato elétrico da nanoponteira é estabelecido sobre a multicamada, enquanto o macrocontato é estabelecido diretamente na primeira camada condutora, como mostra a figura 5.5. Para essas amostras a espessura da camada superior de Cu (*cap layer*) foi de 5 nm.

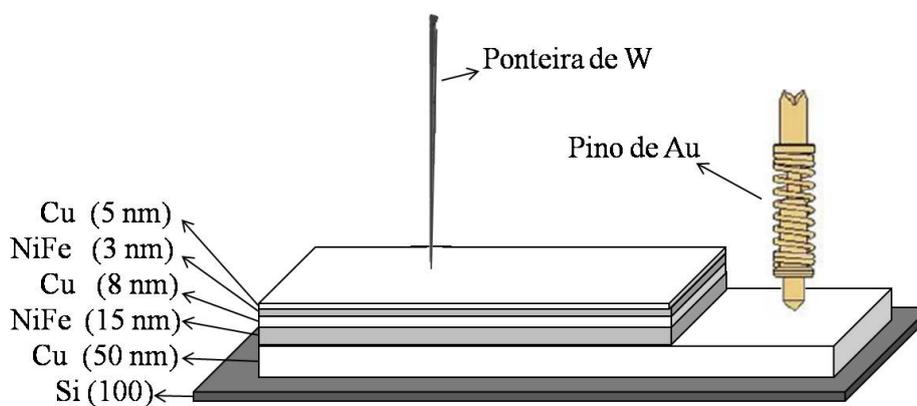


Figura 5.5: Esquema dos contatos elétricos no sistema de medidas B. A ponteira de W faz o contato nanométrico e o pino de Au faz o contato macrométrico diretamente na primeira camada do filme.

Após um conjunto significativo de medidas uma nova e importante modificação na estrutura das amostras foi processada: redução das dimensões laterais da camada condutora de Cu, em ordem micrométrica. Utilizamos máscaras para deposição em uma trilha, com variações entre 400 e 150 μm . A segunda etapa de deposição é feita em parte dessa trilha, como mostra a figura 5.6.

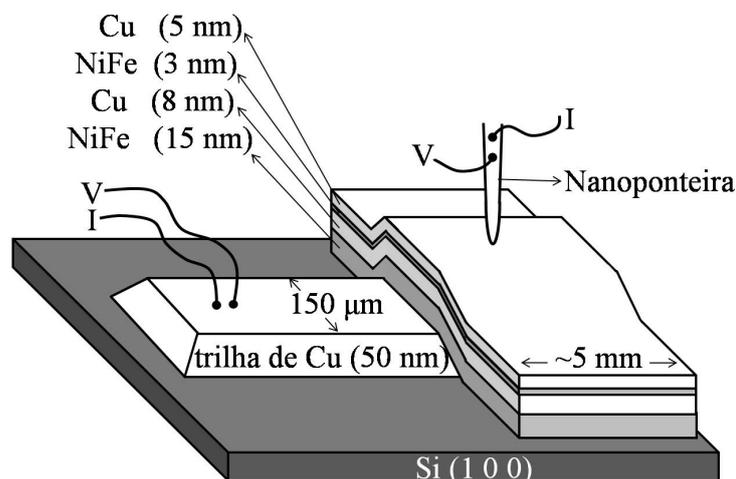


Figura 5.6: Esquema dos contatos elétricos utilizando uma trilha de cobre. A ponteira faz contato na multicamada sobre a trilha de Cu.

As espessuras das camadas que compõem o filme, representadas nesta figura, são as mesmas da série de fabricação dos filmes (v), exceto o *cap layer* de 5 nm de Cu. A escolha dessas espessuras decorre da não observação de duas fases magnéticas dos filmes amostras (i), (ii) e (iii). Com relação à amostra (iv), essa escolha prevaleceu por também apresentar resultados de TS, porém com a espessura da camada polarizadora (NiFe 15 nm) reduzida pela metade, se comparada à outra (NiFe 30 nm). Portanto, as espessuras apresentadas na figura 5.6 foram adotadas em grande parte de investigação desta tese. No próximo capítulo voltaremos a falar com mais detalhes dessa escolha.

5.2.1 Ponteiras como feitas

Nesta seção apresentamos os resultados com o sistema de medidas B usando ponteira sem recobrimento (como feitas). Os contatos elétricos nos primeiros filmes foram realizados de forma similar àqueles utilizados no sistema de medidas A, com o diferencial do contato macroscópico. No sistema de medidas B esse contato é feito por pressão, através de um pino com uma mola

interna e revestido de ouro (ver figura 3.9, pino central).

Uma curva do efeito de transferência de spin está apresentada na figura 5.7. É importante ressaltar que o contato estabelecido pela nanoponteira é feito na superfície do filme que está sobre a trilha de Cu.

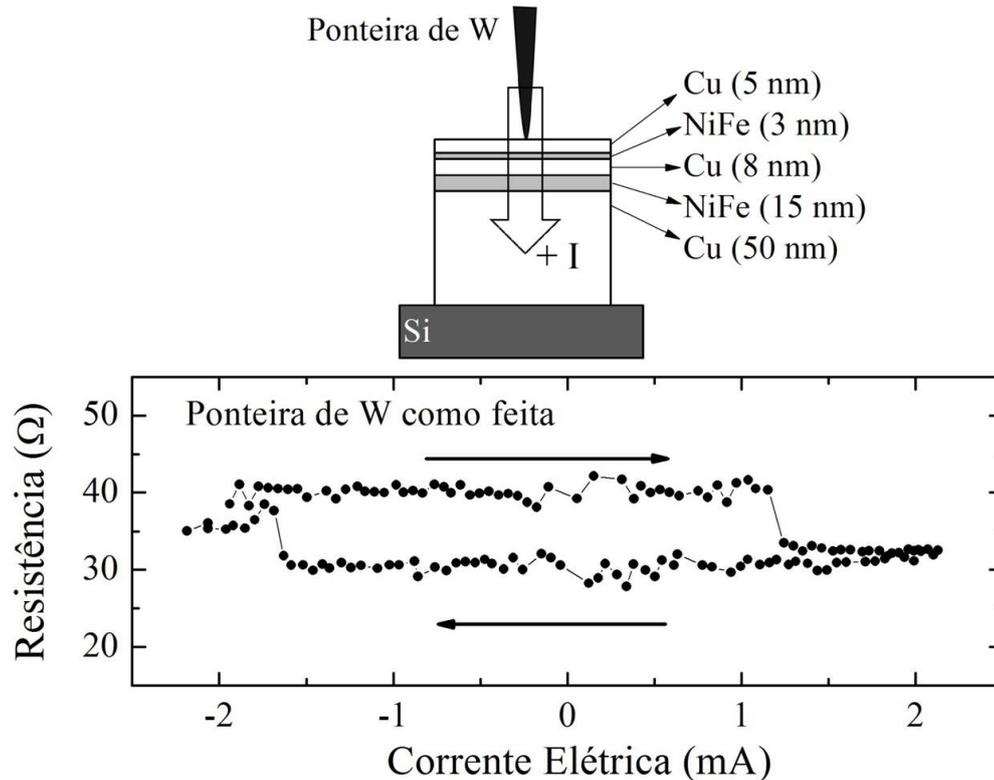


Figura 5.7: Efeito de transferência de spin. Os pontos correspondem aos valores de resistência em função da corrente elétrica em um contato pontual na tricamada NiFe/Cu/NiFe. As setas horizontais representam as orientações das aquisições de dados da medida. O esquema incluso representa o sentido da corrente elétrica através da amostra.

O gráfico da figura 5.7 mostra a variação da resistência em função da corrente elétrica, variável entre $i_{max} = \pm 2$ mA, com campo magnético aplicado no plano da amostra. Antes de realizar as medidas, um campo magnético de alta intensidade é aplicado no plano da amostra para saturar o sistema. Durante as medidas, é fixado um novo valor de campo magnético de baixa intensidade e direção oposta ao campo de saturação, da ordem de poucas dezenas de Oe. As setas horizontais indicam as orientações das aquisições de dados.

Podemos observar dois comportamentos distintos: *i*) quando a corrente flui da nanoponteira para a amostra, ou seja, a corrente flui através da camada fina (chamada livre) para a camada grossa (chamada de camada de referência) de NiFe, é favorecida a configuração paralela entre os

momentos magnéticos das camadas de NiFe. Vamos chamar de *corrente positiva* para este caso: da nanoponteira para a amostra. É importante notar que se trata da corrente elétrica convencional, com os elétrons se movimentando no sentido oposto. Dessa forma, para o sentido da corrente elétrica adotado como positivo, os elétrons se movimentam da camada de referência, na qual têm seus momentos de spin polarizados, para a camada livre. Por essa razão, esses elétrons spin-polarizados transferem momento para a camada livre, cujo efeito é o favorecimento da configuração paralela, de menor resistência elétrica. *ii)* Quando a corrente é *negativa*, ou seja, quando flui da amostra para a nanoponteira, uma configuração antiparalela é estabelecida. O esquema dentro do gráfico da figura 5.7 representa o sentido da corrente, aqui adotado como positivo.

5.2.2 Ponteiras com cobertura magnética

Uma consequência natural da evolução do dispositivo está em considerar o material, ou melhor, o tipo de metal que compõe a nanoponteira. Em princípio, se espera que as características das medidas sofram variações basicamente na resistência de contato. Entretanto, quando se recobre a nanoponteira com um filme magnético, os resultados diferem de forma significativa daqueles das ponteiras puras. Os primeiros resultados desta fase do trabalho foram obtidos para sistemas recobertos por uma fina camada de Fe (6 nm), via *magnetron-sputtering*. Essas ponteiras foram usadas para medidas de TS em uma amostra com composição típica da série (v). O principal objetivo é observar a influência da camada magnética da ponteira sob a amostra.

As medidas com as ponteiras recobertas com ferro estão na figura 5.8. Nessa figura são apresentados dois gráficos que correspondem a diferentes valores fixos de campo magnético externo durante a obtenção dos dados: (a) 65 Oe e (b) 300 Oe. Ambas medidas foram feitas sob as mesmas condições e com a mesma ponteira, em uma única aproximação, utilizando o sistema de medidas B. Podemos observar nos gráficos da figura 5.8 um comportamento inverso comparado ao efeito de TS mostrado na figura 5.7 para ponteiras de tungstênio como feitas. É possível observar que, para corrente fluindo da ponteira para a amostra (parte positiva do eixo das abscissas), ocorre um favorecimento da configuração antiparalela entre os momentos magnéticos das camadas polarizadora e livre, gerando em um aumento efetivo da resistência elétrica. Por outro lado, quando a

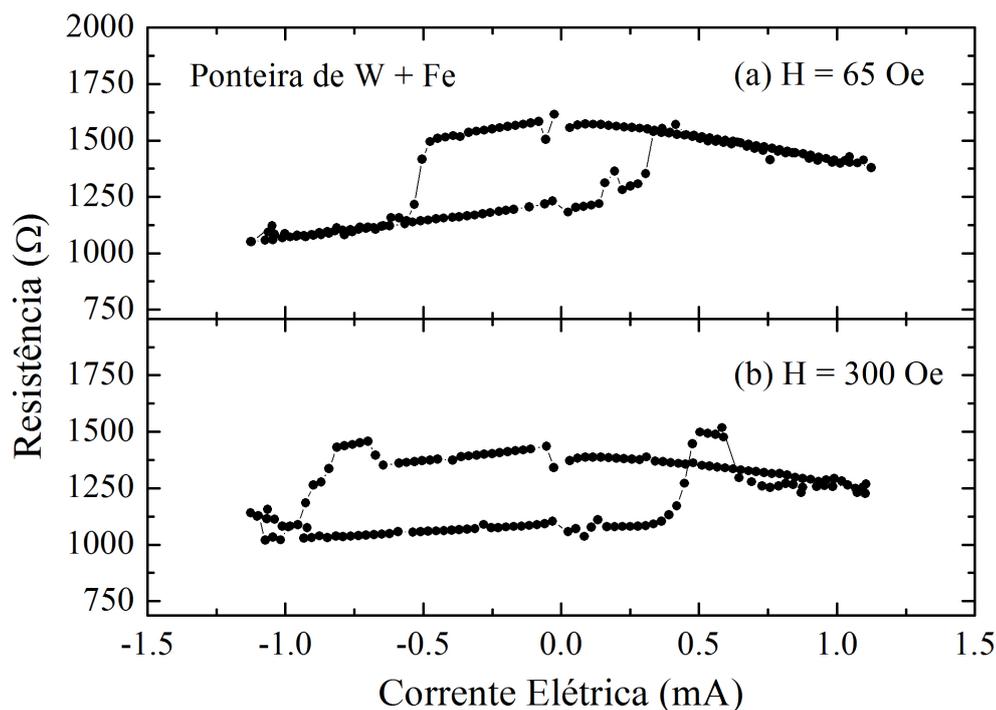


Figura 5.8: Efeito de transferência de spin na tricamada NiFe/Cu/NiFe para diferentes valores de campo magnético: (a) 65 Oe e (b) 300 Oe. As setas horizontais representam as orientações das aquisições de dados da medida.

corrente flui da amostra para a ponteira (parte negativa do eixo), a resistência do sistema diminui. Esse comportamento pode ser explicado por um rearranjo espacial relativo entre as camadas livre e de referência. Esses resultados serão discutidos no final deste capítulo.

5.3 Resultados Gerais: sistema de medidas C

O sistema de medidas C é constituído de um aproximador alimentado por um circuito interno e utiliza um conjunto de piezo-elétricos com passo nanométrico de deslocamento. O controle externo através de um sistema computacional permite o afastamento ou aproximação da ponteira com relação à superfície da amostra durante a medida, sem gerar vibrações no sistema. Alguns testes foram feitos para verificar o comportamento da resistência elétrica com relação à proximidade da ponteira, como se observa na figura 5.9. Uma tensão alternada é aplicada entre a ponteira e a amostra durante o processo de aproximação.

Podemos observar que a aproximação da ponteira faz com que a tensão tenha uma variação, em consequência de correntes de tunelamento eletrônico entre a extremidade nanométrica da

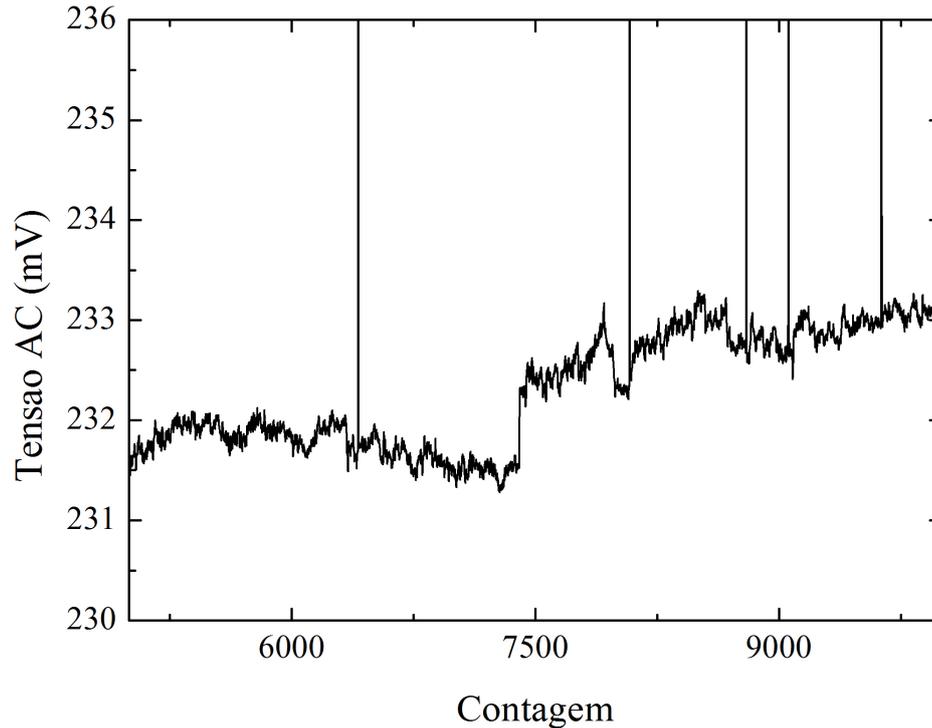


Figura 5.9: *Variação da tensão AC em função da posição da nanoponteira com relação à superfície da amostra.*

ponteira com a amostra. Essa informação é de fundamental importância para a aproximação, pois indica qualitativamente quão próximo a ponteira está da amostra. É importante notar que essas medidas são feitas com um valor fixo de corrente elétrica aplicada, garantindo que as variações em tensão sejam oriundas apenas da distância entre a amostra e a ponteira.

Com um sistema de medidas mais estável e com uma maior precisão no sistema de aproximação da ponteira, vários resultados foram obtidos tanto para ponteiros como feitos, como para ponteiros recobertos com filme magnético. As próximas seções apresentam resultados utilizando amostras compostas de Si(100)/Cu(50 nm)/NiFe(15 nm)/Cu(8 nm)/NiFe(3 nm)/Cu(5 nm), sendo a primeira camada de Cu (50 nm) feita sobre uma trilha de 150 μm , como mostrada na figura 5.6.

5.3.1 Ponteiros como feitos

As primeiras medidas de TS utilizando o sistema de medidas C foram realizadas com ponteiros de tungstênio como feitos. Um estudo sistemático do efeito de TS foi desenvolvido em função de diferentes valores de campo magnético aplicado. O campo magnético aplicado externamente contribui na reorientação dos momentos magnéticos das camadas de NiFe. Essa

contribuição altera os valores de corrente crítica para o efeito de TS. Dependendo da orientação do campo e das posições relativas dos momentos magnéticos, o efeito de TS pode ocorrer mais "facilmente", com menor valor de corrente crítica, ou com mais "dificuldade", necessitando de maior número de portadores de carga spin-polarizada para que o efeito ocorra. A figura 5.10 mostra a influência do campo magnético no comportamento magnetorresistivo do efeito de TS.

Os gráficos da figura 5.10 mostram uma sequência de medidas variando-se o campo magnético externo. Todas as medidas se iniciam com corrente $I = 0$ e esta aumenta gradativamente da ponteira para a amostra (parte positiva do eixo das abscissas) atingindo valor máximo de 10 mA antes de diminuir e inverter o sentido, onde passa a fluir da amostra para a ponteira (parte negativa do eixo). Antes de fazer as medidas, aplicamos um forte campo magnético para saturar as magnetizações das camadas de NiFe, adotando essa direção de saturação como sendo "-". Após a saturação, invertemos a direção do campo magnético "+" para dar início às medidas.

Inicialmente, aplicamos um campo de +63 Oe (5.10(a)) e observamos as transições de resistência bem simétricas com relação aos valores da corrente elétrica. Em seguida, aumentamos o valor de campo magnético para +391 e +463 Oe (5.10(b) e 5.10(c)). onde observamos uma mudança significativa da corrente crítica em 5.10(c), em torno de -9 mA. Isto significa que um alto valor de campo magnético aplicado nesta direção, no plano da amostra, favorece a configuração paralela entre os momentos das camadas de NiFe, necessitando de maior corrente spin-polarizada para que ocorra o efeito de TS levando o sistema a uma configuração antiparalela. Reduzindo o campo para +242 Oe (5.10(d)) verificamos que o valor da corrente crítica também diminui sugerindo uma dependência com o valor do campo magnético aplicado.

Invertendo o sentido do campo magnético, como podemos observar no gráfico 5.10(e), para campo -74 Oe, que a corrente crítica que leva a uma configuração paralela dos momentos magnéticos das camadas de NiFe (parte positiva do eixo das abscissas) diminui sutilmente, de 6 mA para 5 mA. É importante ressaltar que não saturamos as magnetizações antes desta inversão de sentido do campo magnético, com o intuito de manter a memória magnética da medida anterior. Portanto, a medida 5.10(e) se inicia em uma configuração antiparalela dos momentos, levando à

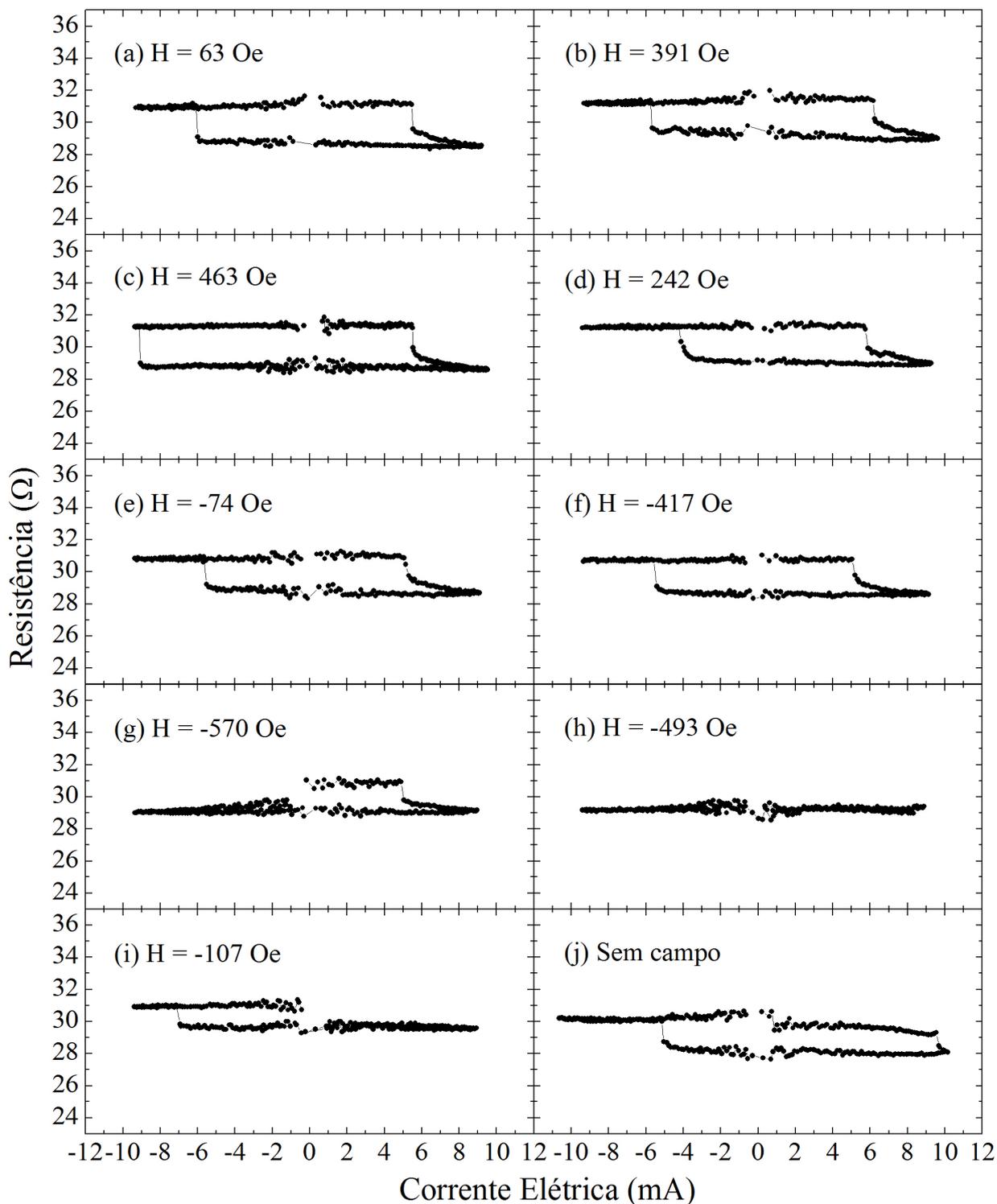


Figura 5.10: *Influência do campo magnético externo no efeito de transferência de spin. Todos os gráficos estão na mesma escala.*

configuração paralela e, após inverter o sentido da corrente, retorna à configuração antiparalela. A medida seguinte, com campo magnético de -417 Oe (5.10(f)), possui a mesma característica da medida anterior. Entretanto, aumentando ainda mais o campo magnético, -570 Oe (5.10(g)),

observa-se novamente um favorecimento da configuração paralela dos momentos magnéticos de NiFe, porém com alinhamento relativo oposto àquele da medida 5.10(c). Para este valor de campo magnético, na direção "–", a corrente crítica é superior ao limite máximo da corrente aplicada, ou seja, o máximo de corrente aplicada não tem densidade de portadores spin-polarizados suficiente para transferir momento para a camada livre de NiFe, mantendo o sistema numa configuração paralela até o fim da medida. Ao iniciar a próxima medida, portanto, é de se esperar que a resistência elétrica seja baixa devido à configuração paralela dos momentos de NiFe. Isto pode ser observado no gráfico 5.10(h), para campo aplicado de -493 Oe. Valores positivos de corrente elétrica fazem os elétrons passarem pela camada polarizadora antes da camada livre de NiFe, onde seus spins são polarizados na primeira camada e transferem momento para a segunda. Mas neste caso, as duas camadas já estão em configuração paralela, tal que não há como o efeito de TS ocorrer para correntes positivas. Mesmo diminuindo o campo de -570 Oe para -493 Oe, também não foi observado transferência de spin para corrente negativa, que levaria a uma configuração antiparalela. Diminuindo consideravelmente o campo aplicado para -107 Oe, fizemos outra medida iniciando em configuração de baixa resistência (5.10(i)). Como era de se esperar para corrente positiva não houve mudança na resistência elétrica, mas para corrente negativa a resistência aumentou com a transferência de spin levando a uma configuração antiparalela dos momentos de NiFe. Por fim, a última medida (5.10(j)) se inicia em uma configuração de alta resistência em decorrência da medida anterior. Essa medida foi realizada sem campo magnético aplicado na qual podemos observar o efeito de TS claramente.

Esta sequência de medidas mostra a influência do campo magnético externo aplicado, bem como deixa evidente que o efeito de TS pode ser verificado sem a aplicação de um campo magnético, como foi mostrado na última medida 5.10(j).

5.3.2 Ponteiras com cobertura magnética

Na seção 5.2.2 observamos que o efeito de transferência de spin favorece a configuração antiparalela dos momentos magnéticos das camadas ferromagnéticas para valores positivos de corrente elétrica, ou seja, para os elétrons fluindo da amostra para a ponteira. Esta parte do trabalho

tem como objetivo verificar o efeito inverso, onde as novas medidas foram realizadas utilizando o terceiro sistema de medidas, implementado ao longo do desenvolvimento destas investigações.

Novas ponteiras foram recobertas com material magnético, desta vez Co com 30 nm de espessura, depositado por *magnetron-sputtering*. Essas ponteiras foram, inicialmente, usadas em amostras compostas de Si(100)/Cu(50 nm)/NiFe(15 nm)/Cu(8 nm)/NiFe(3 nm)/Cu(5 nm), idênticas àquelas dos experimentos anteriores. A figura 5.11 mostra um resultado similar à medida mostrada na figura 5.8(a): a configuração de maior resistência elétrica é estabelecida para corrente fluindo da ponteira para a amostra (parte positiva do eixo das abscissas), e a resistência do sistema diminui quando a corrente flui da amostra para a ponteira (parte negativa do eixo). As setas representam as direções das aquisições de dados da medida.

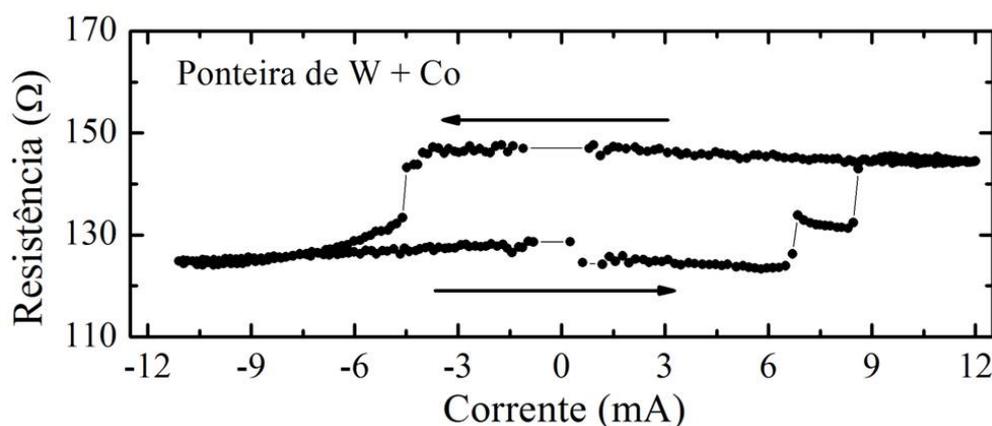


Figura 5.11: *Efeito de transferência de spin na tricamada NiFe/Cu/NiFe utilizando uma ponteira de tungstênio recoberta com NiFe (15 nm).*

O resultado apresentado na figura 5.11 indica que os elétrons da corrente são polarizados na ponteira recoberta com Co, de acordo com os resultados encontrados para a ponteira com cobertura de Fe (figura 5.8). Esse resultado reafirma que a camada magnética da ponteira, Co, desempenha o papel de polarizadora dos momentos magnéticos dos elétrons e a camada espessa de NiFe da amostra não contribui efetivamente para o efeito de TS.

Com o intuito de verificar essa troca de papéis entre a camada de referência NiFe da amostra e a camada de Fe (ou Co) de cobertura na ponteira, foi realizado outro experimento que consiste em utilizar apenas uma camada magnética na amostra. Portanto, fabricamos uma nova amostra composta de Si(100)/Cu(50 nm)/NiFe(6 nm)/Cu(8 nm) e utilizamos uma ponteira recoberta com

15 nm de NiFe para o contato elétrico. A figura 5.12 mostra o efeito de TS com características semelhantes aos resultados encontrados nas figuras 5.8 e 5.11. Esse resultado confirma que os momentos magnéticos dos elétrons da corrente são realmente polarizados nas ponteiros recobertas com filmes magnéticos, como os resultados anteriores propunham. Nesse caso, como a amostra possui apenas uma camada de NiFe, sendo essa a camada livre (6 nm), podemos afirmar que a camada magnética de NiFe da ponteira de fato assume o papel de camada polarizadora (ou camada de referência). O esquema inserido na figura 5.12 representa o sentido da corrente elétrica adotado para o efeito de transferência de spin inverso.

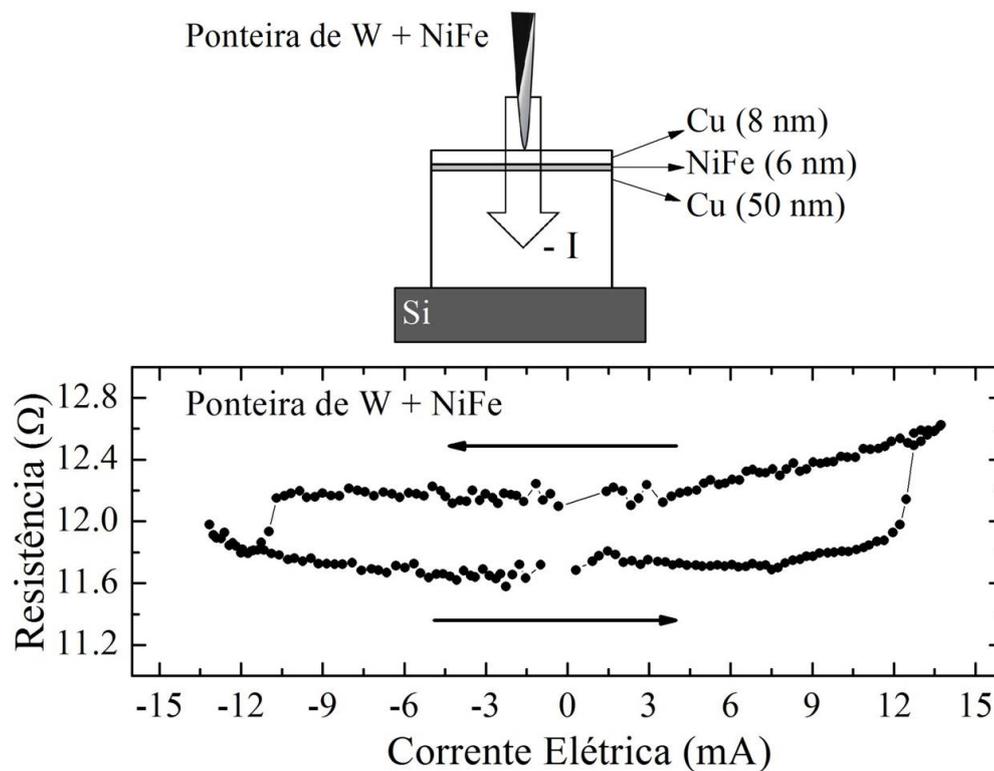


Figura 5.12: Efeito de transferência de spin para uma monocamada de NiFe (6 nm) utilizando uma ponteira de tungstênio recoberta com NiFe (15 nm). O esquema incluso representa o sentido da corrente elétrica através da amostra.

5.3.3 Densidade de corrente

Os valores das densidades de corrente foram calculados por duas metodologias diferentes. Na primeira delas, utilizamos a metodologia adotada por Jansen *et al.* [34] e Tsoi *et al.* [35] para calcular o valor do raio da ponteira. A tabela 5.1 apresenta os valores encontrados utilizando essa metodologia. Os cálculos foram realizados somente para os espectros apresentados nas figuras

5.10(a), 5.10(d), 5.11 e 5.12.

Tabela 5.1: Valores das densidades críticas calculadas segundo a metodologia de Jansen et al. e Tsoi et al.

Experimento	Raio a (m)	$j_>$ (A/cm ²)	$j_<$ (A/cm ²)
W <i>figura5.10(a)</i>	$13,55 \times 10^{-9}$	$-9,77 \times 10^8$	$9,06 \times 10^8$
W <i>figura5.10(d)</i>	$13,55 \times 10^{-9}$	$-6,35 \times 10^8$	$9,53 \times 10^8$
W+Co <i>figura5.11</i>	$3,33 \times 10^{-9}$	$18,7 \times 10^9$	$-11,6 \times 10^9$
W+NiFe <i>figura5.12</i>	$22,25 \times 10^{-9}$	$7,87 \times 10^7$	$-6,88 \times 10^7$

$j_>$ e $j_<$ correspondem às densidades de corrente nas quais ocorrem mudanças na resistência do sistema, aumentando ou diminuindo, respectivamente. Para fazer esses cálculos, fizemos medidas das resistências R_T utilizando o método de quatro pontas. Esta metodologia leva em consideração também os valores experimentais das resistências na configuração de maior resistência, o que justifica as divergências nos valores dos raios calculados. Entretanto, todos os valores apresentados na tabela estão condizentes com as previsões teóricas. Contudo, esta metodologia não considera as resistências dos óxidos existentes nas superfícies dos filmes e das ponteiros. Além disso, as ponteiros possuem resistividades diferentes devido às diferentes coberturas magnéticas.

Portanto, optamos por estimar a dimensão média das ponteiros através das imagens de SEM obtidas de diferentes ponteiros. Para todos os experimentos estimamos a área dos contatos pontuais considerando a extremidade da ponta como uma superfície circular de raio $a = 50$ nm. A partir desse valor, calculamos as densidades críticas de corrente necessárias para modificar as orientações magnéticas das camadas magnéticas, utilizando a equação 2.11. Os cálculos foram feitos para os mesmo espectros selecionados para a metodologia anterior. Os valores encontrados para os cálculos estimando $a = 50$ nm para todas as nanoponteiros estão listados na tabela 5.2.

Tabela 5.2: Valores das densidades críticas calculadas a partir da área de contato. O raio da ponteira (~ 50 nm) foi estimado através das imagens de MEV.

Experimento	$j_>$ (A/cm ²)	$j_<$ (A/cm ²)
W <i>figura5.10(a)</i>	$-7,50 \times 10^7$	$6,96 \times 10^7$
W <i>figura5.10(d)</i>	$-4,31 \times 10^7$	$7,32 \times 10^7$
W+Co <i>figura5.11</i>	$8,28 \times 10^7$	$-5,12 \times 10^7$
W+NiFe <i>figura5.12</i>	$15,58 \times 10^7$	$-13,62 \times 10^7$

Os valores apresentados nas tabelas 5.1 e 5.1 estão condizentes com outros experimentos encontrados na literatura [11, 45].

5.4 Considerações

Existe um conjunto de questões a serem discutidas com base no que foi apresentado neste capítulo. Uma primeira preocupação está na origem do fenômeno observado. Entre as possíveis explicações está a possibilidade de o efeito ser de origem térmica, ou seja, de dilatação da nanoponteira, devido à grande densidade de corrente que a transpassa. Efeitos térmicos e de retificação poderiam resultar em comportamentos similares. Com o objetivo de confrontar esta possibilidade foram realizados testes de medidas, onde os efeitos citados seriam facilmente identificados. O procedimento de verificação foi de realizar a medida em duas etapas, com a interrupção em $I = 0$ (para eliminar o problema de retificação), num intervalo de tempo de 150 s, o qual é relativamente longo para a relaxação térmica ocorrer, mas curto para a relaxação magnética. O resultado dessa medida é mostrado na figura 5.13.

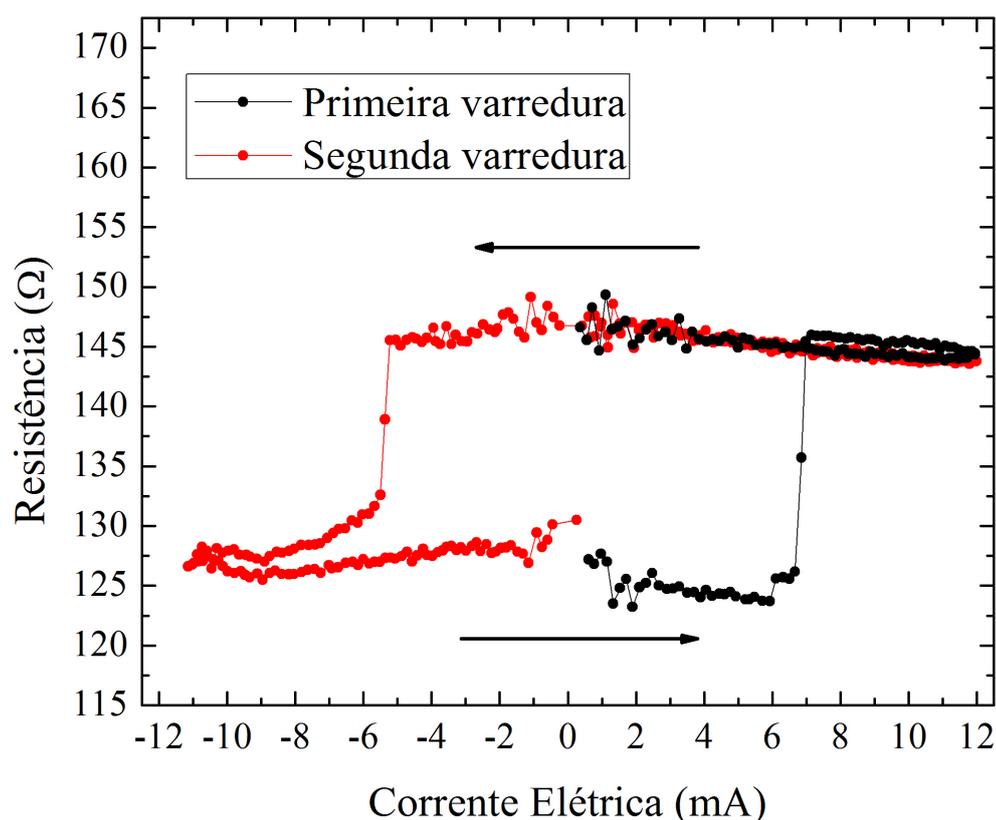


Figura 5.13: Medidas do efeito de transferência de spin em duas etapas, com intervalo de 150 s. A primeira medida está representada pelos símbolos pretos e a segunda em vermelho.

Os símbolos pretos representam a primeira etapa de medida, onde a corrente inicia de zero aumenta ao máximo positivo e retornou a zero, finalizando com valor diferente de resistência.

Em vermelho está a segunda etapa: para valores positivos de corrente, o sistema mantém-se com resistência "constante" correspondente ao valor final da primeira etapa. Para valores negativos de corrente, a corrente aumenta até o máximo negativo e retorna a zero com valores de resistência típicos do início da primeira etapa. Ou seja, o efeito observado decorre das diferentes configurações magnéticas, oriundas da transferência de spin, e não da combinação de fatores térmicos e de retificação.

Outro ponto de discussão está em analisar o comportamento magnético das ponteiras recobertas com filmes magnéticos. A figura 5.14 apresenta duas curvas de magnetização para o filme magnético depositado na ponteira com campo magnético aplicado paralela e perpendicularmente ao eixo da ponteira, na qual podemos observar que o Fe tem sua magnetização preferencial ao longo da ponteira (menor campo coercivo). Esse resultado mostra que, em baixos valores de campo magnético, é possível que o campo desmagnetizante sobre a amostra seja um dado fundamental e que pode determinar valores de correntes críticas.

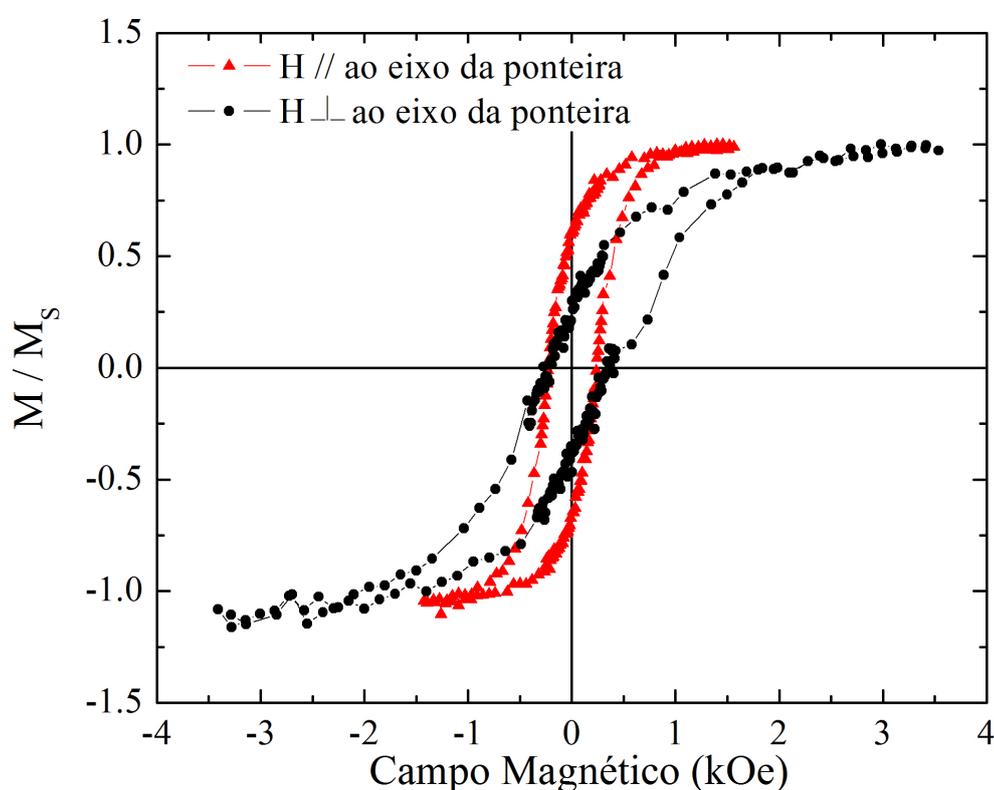


Figura 5.14: Curvas de magnetização do filme magnético depositado sobre a ponteira em diferentes orientações de campo magnético.

Relacionado a esse comportamento magnético das ponteiras recobertas existe a questão

da direção do campo magnético externo aplicado. Experimentos mostram que diferentes valores de campo a corrente crítica necessária para o efeito de TS é variável. Isso também pode ser observado variando a direção do campo com relação ao plano da amostra. Contudo, nas medidas com o campo magnético externo no plano da multicamada, consequentemente perpendicular ao eixo da ponteira, mostram pontos relevantes que podem dar uma indicativa sobre o comportamento das camadas magnéticas do filme. Os resultados apresentados na figura 5.8 indicam que a camada polarizadora é a camada de Fe da ponteira, porém, as orientações relativas das camadas de NiFe da amostra se comportam de maneira diferente entre os gráficos (a) e (b). A corrente spin-polarizada pode interagir com as camadas de NiFe de duas maneiras: *i*) transferindo momento para as magnetizações das duas camadas de NiFe, provocando o torque em seus momentos coerentemente, mudando suas orientações ao mesmo tempo; ou *ii*) transferir momento para uma camada de NiFe apenas, formando uma configuração antiparalela entre os momentos magnéticos dessa camada com relação às orientações magnéticas das outras camadas: de NiFe da amostra e de Fe da ponteira, simultaneamente. Para o valor baixo de campo magnético, $H = 65$ Oe, não é possível concluir com clareza qual das duas possibilidades citadas é a que de fato ocorre. Entretanto, para um valor alto de campo magnético aplicado, $H = 300$ Oe, é possível distinguir a contribuição de cada uma das camadas de NiFe para os valores de resistências. A corrente spin-polarizada interage com as duas camadas de NiFe transferindo momento para ambas com diferentes valores de corrente crítica, gerando torques nos momentos magnéticos com um determinado valor de corrente crítica em uma das camadas de NiFe e com outro valor de corrente crítica na outra camada de NiFe, tal que ocorre uma sobreposição de dois efeitos de transferência de spin consecutivos. Isso indica que maiores valores de campo magnético (perpendicular ao eixo da ponteira) favorecem maior polarização de momentos magnéticos da camada depositada.

Após estas considerações sobre o processo de medição necessárias para o entendimento dos resultados, podemos apresentar um breve resumo do que foi aqui realizado. Nesta etapa foram apresentados os resultados relativos às medidas de transferência de spin, usando nanoponteiras como "geradores" de grandes densidade de corrente elétrica polarizada em spin. Com a evolução

do sistema de medidas foi possível fazer um estudo sistemático sobre o efeito de transferência de spin. Ao mesmo tempo se propôs uma variação na configuração de medidas: uma fina camada de material magnético depositado nas nanoponteiras. Nesse caso, o efeito observado, quando comparado àquele medido com uma ponteira sem recobrimento, mostra que temos uma inversão na variação da resistência da amostra com relação à corrente aplicada. Esse comportamento sugere que houve uma troca de papel de camada polarizadora entre o filme sobre a ponteira e a camada magnética espessa do filme, a qual servia como polarizadora para o caso das ponteiras puras. Essa suposição foi testada e confirmada no experimento onde a amostra apresentava apenas uma camada magnética.

Esta última foi a principal contribuição desta parte do trabalho. O fato de ter observado que se pode obter o efeito de transferência de spin usando apenas uma camada magnética no filme, apresenta-se como uma linha de pesquisa que pode levar a uma melhor compreensão dos mecanismos envolvidos neste processo.

Capítulo 6

Resultados: Nanocontatos e Nanopilares

Como vimos anteriormente, para estudar o efeito de transferência de momento de spin (TS) entre a corrente elétrica e uma camada magnética de um filme fino, essencialmente a corrente elétrica que atravessa a estrutura deve possuir alta densidade [24, 25]. Sendo assim, o grande desafio neste estudo está em transpor a condição de alta densidade de corrente. A forma mais viável de superar tal dificuldade é construir dispositivos de baixa dimensionalidade. Entre as possíveis estruturas que apresentam potencial para funcionar como dispositivo de transferência de spin estão os nanopilares e os nanocontatos. No capítulo 4, especialmente nas seções 4.1 e 4.3, foram apresentadas as técnicas utilizadas para a obtenção das nanoestruturas. Neste capítulo, apresentamos os principais resultados do processo de fabricação dos nanopilares, nanocontatos e estruturas mistas e das medidas de TS. O capítulo está dividido em três seções, com resultados referentes a cada uma das técnicas utilizadas na fabricação.

A construção das nanoestruturas é feita em várias etapas. Inicialmente depositamos uma espessa camada condutora (Cu 50 nm) sobre o substrato. Em seguida, é depositada a camada isolante (Al_2O_3 ou PMMA), para o caso dos nanopilares; ou pode ser depositada uma (multi)camada magnética entre a camada condutora de Cu e a camada isolante, para o caso dos nanocontatos (e estruturas mistas), como mostra a figura 6.1(a). A segunda etapa da fabricação consiste nos processos litográficos, apresentados na seção 4.3. A litografia, em geral, é realizada em duas regiões distintas na superfície da camada isolante, sendo uma delas as nanolitografias, com dimensões nanométricas, e a outra com dimensões micrométricas, distantes entre 1 e 1,5 cm, conforme a figura 6.1(b). Por fim, a terceira etapa de fabricação consiste no preenchimento das nanoestruturas,

6.1(c), utilizando uma máscara especial para restringir a deposição da(s) camada(s) à região nanolitografada. Para realizar medidas de transporte elétrico, são estabelecidos contatos elétricos nas regiões litografadas, como mostra o esquema da figura 6.1(d).

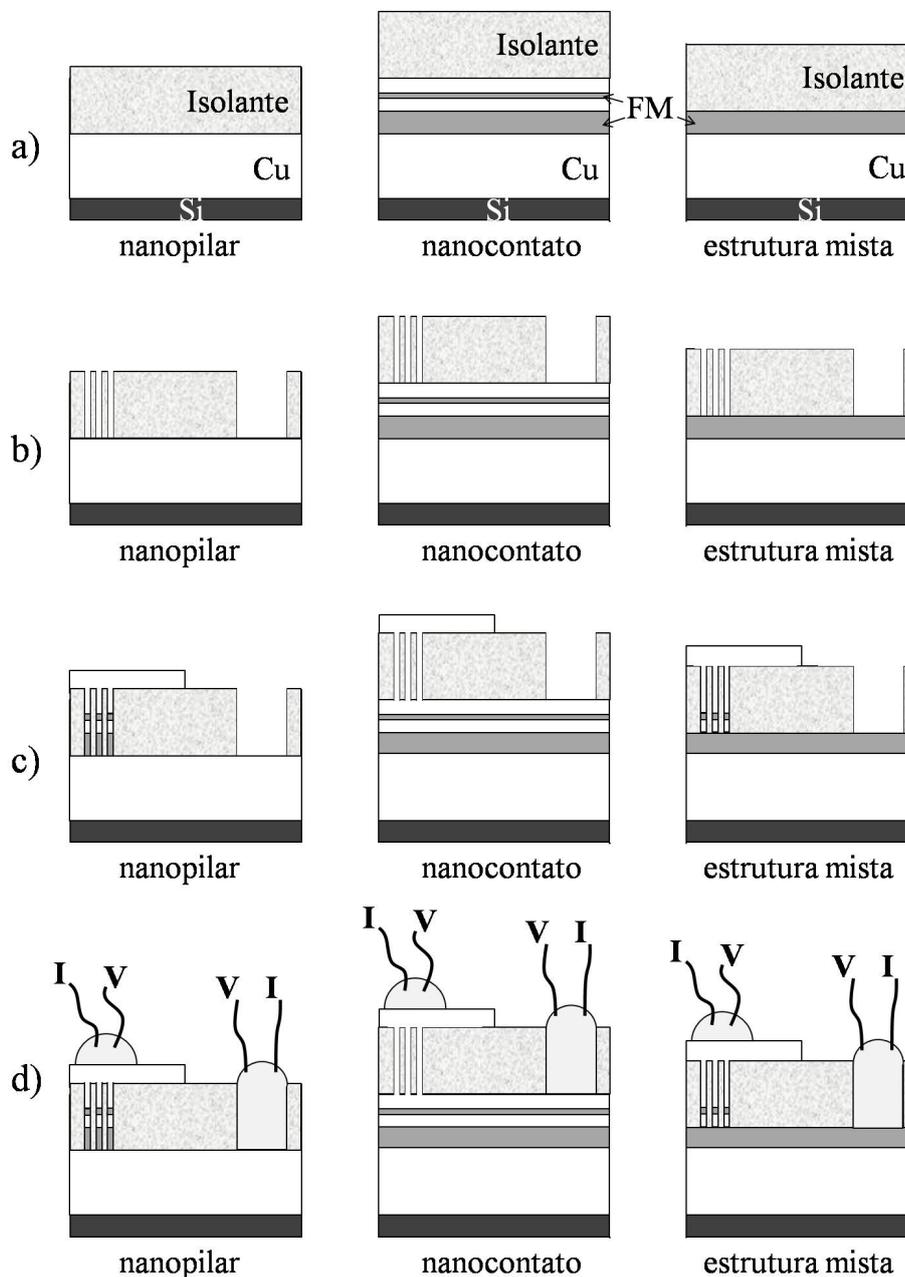


Figura 6.1: Etapas das etapas de fabricação dos nanopilares, nanocontatos e estruturas mistas. (a) Camada isolante depositada sobre metal condutor. (b) Litografias em diferentes regiões. (c) (Multi)camada depositada somente nos nanofuros. (d) Contatos elétricos de Cu.

Analogamente aos contatos elétricos estabelecidos pelas nanoponteiras, existem três regiões de condução elétrica:

i) região do macrocontato. Os fios de Cu estão em contato diretamente com a camada metálica

abaixo do isolante, através de tinta prata. A resistência elétrica desse contato é relativamente grande e a contribuição para os efeitos magnetorresistivos é desprezível;

ii) região de condução entre os contatos. No caso dos nanopilares, a condução elétrica nessa região é feita exclusivamente pela camada de Cu. No caso dos nanocontatos e estruturas mistas, a condução ocorre pelas camadas depositadas abaixo do isolante, contudo, a corrente elétrica tende a fluir pela primeira camada de Cu depositada, pois é a camada mais espessa e menos resistiva;

iii) região da nanolitografia. Nessa região a corrente elétrica atravessa necessariamente a região nanométrica, tal que a densidade de corrente se torne alta suficiente favorável aos efeitos de TS.

Apesar das diferentes metodologias adotadas para a fabricação das nanoestruturas, uma das principais necessidades em comum nesses casos é evitar que a corrente flua por uma área muito grande, ou mesmo evitar que existam outros caminhos que não sejam os nanopilares ou os nanocontatos.

6.1 Litografia por AFM - PMMA

Os primeiros ensaios para a fabricação dos nanopilares e nanocontatos foram realizados utilizando a litografia por microscopia de força atômica. As nanoindentações foram feitas no filme de PMMA, que tem uma superfície pouco dúctil e também constitui um bom isolante elétrico.

A primeira etapa do trabalho consiste em calibrar a interação da sonda de varredura do AFM com a superfície do polímero. Utilizamos o modo intermitente de varredura (*tapping mode*) para não danificar a superfície. Utilizando o modo contato (*contact mode*) a superfície é danificada facilmente, pois o PMMA é "macio" comparado à ponta de Si da sonda.

Para fazer as nanoindentações a ponta da haste exerce uma pressão mecânica sobre a superfície do PMMA. Utilizando um programa computacional, podemos controlar a interação da sonda com a superfície, como o tempo e a "força" definida pela diferença de potencial. Nesse programa computacional também se define a quantidade de furos, bem como a distância entre eles.

Vários testes foram realizados alterando esses parâmetros. Entretanto, os melhores resul-

tados foram obtidos com tempos de indentação entre 1,0 e 1,5 s, com distância entre furos de 2 μm . Utilizando tempos maiores, verificamos que a interação da ponta com a superfície se torna excessiva e o furo tende a aumentar para centenas de nanômetros. Como consequência maior, a ponta da sonda se danifica mais rapidamente, uma vez que é pressionada por mais tempo contra o metal abaixo do PMMA. Outro fator que deve ser considerado nestes experimentos de indentação, diz respeito ao material polimérico ejetado dos furos pela incisão da ponteira, o qual se acumula em suas bordas. Para os furos muito próximos, com distâncias menores que 2 μm , o material polimérico "retirado" de cada furo pode se interpolar formando uma superfície polimérica rugosa, desordenada e, conseqüentemente, recobrir alguns furos.

A profundidade dos furos também está relacionada ao tempo de interação entre a ponta e a sonda com o PMMA. Quanto maior for a espessura do PMMA, maior deve ser o tempo de indentação, de forma a garantir que a ponta atravesse toda a espessura. Contudo, existem limitações técnicas que não possibilitam realizar nanolitografia em filmes muito espessos ($> 50 \text{ nm}$), como a flexibilidade da haste da sonda e o próprio comprimento da ponta de varredura. Neste trabalho utilizamos PMMA com espessura de 20 nm.

É importante ressaltar que o processo de litografia por AFM gera desgastes nas pontas das sondas. Esses desgastes refletem na qualidade das imagens feitas com essas sondas logo após as litografias, o que se torna um grande problema para um estudo mais detalhado dos nanofuros.

Uma vez bem estabelecidos os parâmetros de nanoindentação e a relação de interação da sonda com a superfície do PMMA, projetamos as estruturas a serem fabricadas. As primeiras amostras foram os nanocontatos, evaporando Au sobre a região nanoindentada, com o auxílio de uma "máscara". Nessas amostras, a multicamada foi depositada sobre o Si, via *magnetron sputtering*, e posteriormente recoberta por PMMA via *spin coating*. A fabricação dos nanopilares segue o mesmo procedimento, mas com a deposição da multicamada sobre o PMMA. Neste caso, o PMMA foi crescido sobre uma camada condutora de Cu previamente depositada.

Dois cuidados especiais devem ser tomados para realizar as nanoindentações. O primeiro deles é a determinação da região a ser nanolitografada. As litografias não são observadas com mi-

croscópio óptico, mas devem estar bem localizadas para a etapa posterior de deposição. Para isso, produzimos três "sinais" nas bordas do substrato. Estas marcas podem ser facilmente visualizadas a olho nu. A figura 6.2(a) representa a superfície de uma amostra com os três sinais. Fazendo uma projeção dos sinais, determinamos uma região de interpolação na qual a sonda é posicionada para realizar as nanolitografias (figura 6.2(b)).

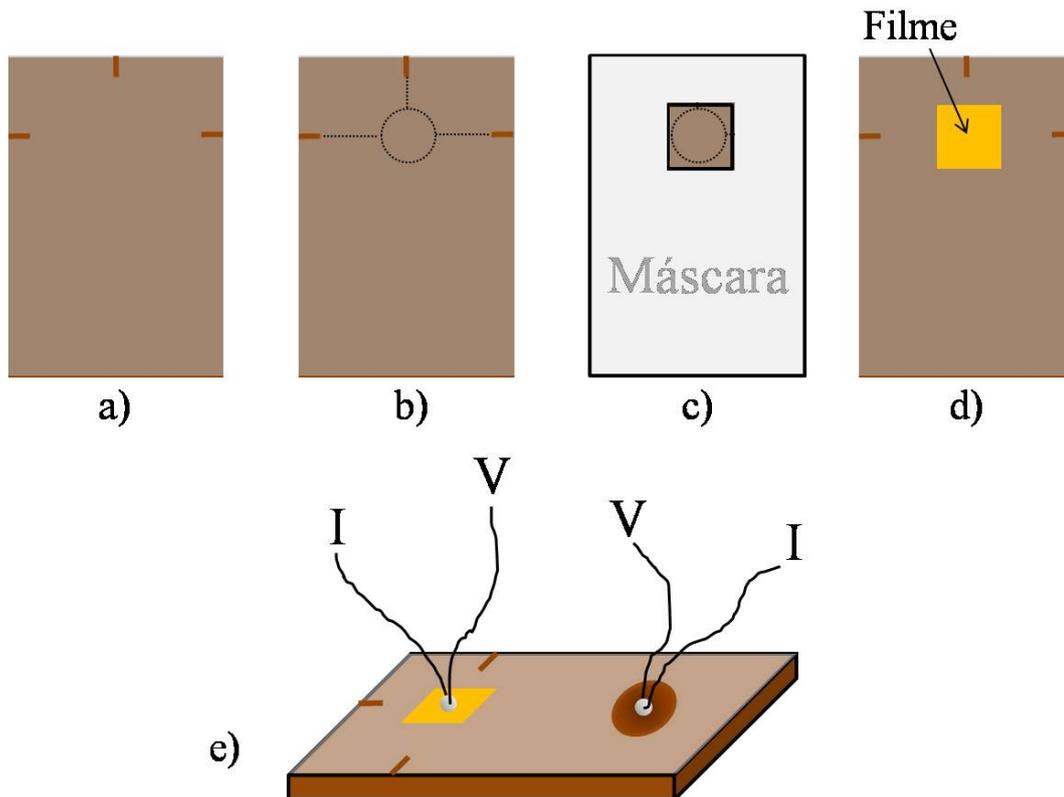


Figura 6.2: (a) e (b) Demarcação das regiões nanoindentadas. (c) Máscara para deposição do filme metálico na região nanolitografada. (d) Filme depositado. (e) Contatos elétricos.

O segundo cuidado a ser tomado é na deposição da(s) camada(s) metálica(s). Após o procedimento da nanolitografia, uma máscara é colocada sobre a superfície para a deposição dessa(s) camada(s), como mostra a figura 6.2(c). Essa máscara contém um quadrado de $2 \times 2 \text{ mm}^2$ que deve ser posicionado na região de interpolação, onde está a matriz nanométrica de furos. Após a deposição, a máscara é retirada e a superfície da amostra fica como representada na figura 6.2(d).

Para as medidas de GMR e TS é preciso fazer os contatos elétricos nas amostras, conforme apresentados na seção 4.3.1. Mencionamos no início desse capítulo que a litografia é realizada em duas regiões distintas, porém, a litografia por AFM é realizada somente na região dos nanofuros.

Entretanto, o PMMA é solúvel em acetona. Dessa forma, uma simples "limpeza" com o auxílio de algodão embebido em acetona é suficiente para expor a camada metálica abaixo do PMMA. Essa remoção de PMMA é realizada em uma área circular com diâmetro da ordem de 3 mm, distante de 6 a 7 mm da região depositada. Por fim, os contatos elétricos são estabelecidos através de fios de Cu afixados com tinta prata, representados na figura 6.2(e). (Essa figura foi rapidamente explorada no capítulo 4 - figura 4.12(c)).

Os nanopilares e nanocontatos fabricados através da metodologia apresentada nessa seção correspondem às primeiras amostras, com esse tipo de estrutura, estudadas nesta tese. Vários detalhes, em diferentes técnicas, foram aprimorados para a obtenção dessas amostras. Contudo, as medidas de transporte elétrico não se mostram eficientes. Nas medidas de GMR não foram observadas variações significativas da resistência em função da variação de campo magnético. Além disso, os valores de resistência não superaram 10 Ohms, com valores médios de $R = 4$ Ohms. Os resultados de GMR indicaram que a corrente elétrica fluía por canais de condução com áreas maiores que das nanoestruturas.

Diversos fatores podem estar associados a esses resultados. O filme de PMMA pode sofrer fissuras durante a manipulação do substrato em qualquer uma das várias etapas de fabricação. A segunda deposição, após a nanolitografia, é realizada em uma área bastante restrita, entretanto, é demasiadamente grande quando comparada à área nanoindentada ($6 \times 6 \mu\text{m}^2$). É possível reduzir essa área de deposição, mas corre-se o risco da deposição não ocorrer sobre as nanolitografias, uma vez que não é possível visualizá-las em microscópio óptico para a colocação da máscara. Outro fator importante que deve ser levado em consideração é o uso de tinta prata para afixar os contatos de Cu. A tinta prata é composta por um solvente à base de acetona, que ataca quimicamente o PMMA. Uma quantidade excessiva de tinta prata pode gerar um curto-circuito dos contatos de Cu com a(s) camada(s) condutora(s) sob o PMMA.

6.2 Litografia por FIB - Alumina

As amostras fabricadas utilizando litografia por FIB em alumina seguem a mesma me-

metodologia proposta anteriormente: construção de nanoestruturas fabricadas dentro de nanofuros previamente desbastados. Existem diversas metodologias possíveis para a obtenção de nanopilares utilizando a alumina, como anodização do Al [46] e ataque químico a partir de uma máscara inerte à reação química [47], bem como o desbaste da multicamada por feixe de íons [48], utilizado neste trabalho.

A interação do feixe de íons de Ga com a superfície da alumina deve estar bem estabelecida para que os desbastes ocorram da maneira desejada. Queremos fazer furos com dimensões nanométricas sem danificar as camadas abaixo da alumina. Para isso foram feitos diversos testes variando-se dose aplicada, com diferentes aberturas focais, conforme descrito detalhadamente no capítulo 4 na seção 4.3.2. Nesta seção apresentamos os principais resultados obtidos a partir das nanoestruturas usando alumina, subdivididos de acordo com a evolução da pesquisa para melhor apresentação.

6.2.1 Metalização da superfície

Os primeiros desbastes por FIB foram realizados diretamente sobre um filme de 50 nm de alumina depositada sobre uma camada de 50 nm de Cu, em substrato de Si, com o objetivo de calibrar a taxa de desbaste em função das doses aplicadas.

Contudo, observamos um efeito não esperado com a aplicação dos íons de Ga. Como a alumina é um material isolante, possíveis trilhas de ionização, durante a interação do íon energético com a camada de alumina, proporcionam um acúmulo de cargas positivas nas regiões de incidência do feixe. Tal interação resulta na formação de "bolhas" na superfície da alumina, como mostram as imagens de MEV na figura 6.3. Nas superfícies com maior tempo de exposição observa-se a abertura de buracos, sugerindo a ocorrência de explosões coulombianas.

Como pode ser observado na figura 6.3, essas estruturas apresentam furos distribuídos aleatoriamente, com diâmetros médios de 300 nm. Cada superfície analisada possui uma área superficial de $20 \times 30 \mu\text{m}^2$. Levantou-se a hipótese de usar essa metodologia para a fabricação dos nanopilares. Entretanto, o número de furos é demasiadamente grande, o que poderia ser reduzido diminuindo a área incidida pelo feixe. Por outro lado, os diâmetros dos furos são da ordem de

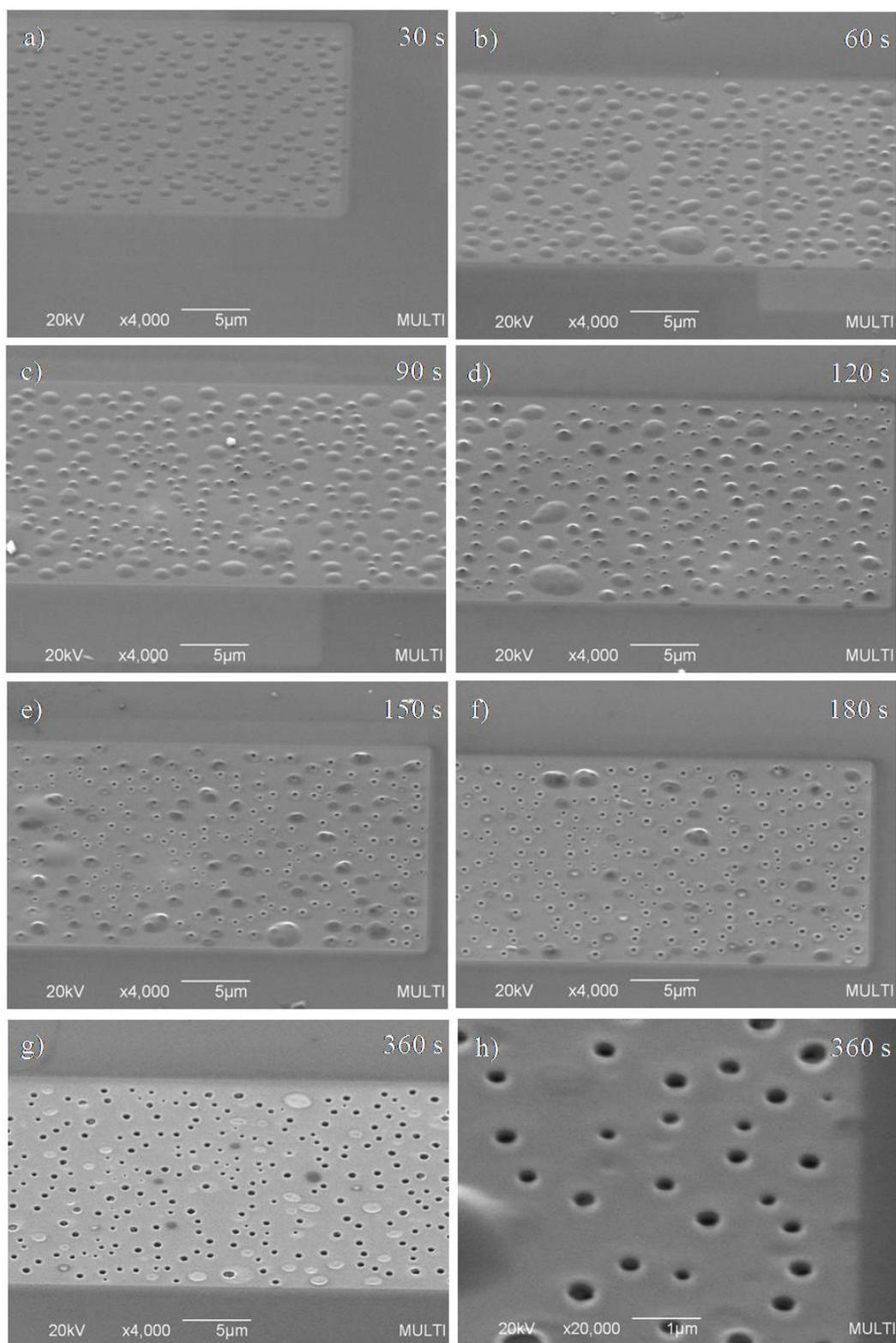


Figura 6.3: *Imagens de MEV da superfície da alumina para diferentes tempos de exposição ao feixe de íons de Ga.*

centenas de nanômetros e tal metodologia não assegura uma uniformidade desses diâmetros.

Para contornar esse efeito de carregamento da superfície, as novas amostras utilizadas

para litografia usando a técnica de FIB foram fabricadas com uma fina camada (1 nm) de Cu sobre a alumina. Esse procedimento é chamado de *metalização da superfície* e tem a finalidade de dissipar a carga elétrica na camada.

Portanto, as nanoestruturas fabricadas utilizando esta técnica passaram pelo processo de metalização. Dessa forma, é possível controlar o número de furos e projetar estruturas de diversas formas. Percebemos que as formas mais convenientes para o desbaste são de arestas paralelas (retângulos ou quadrados), pois apresentam um melhor acabamento nas bordas das estruturas.

6.2.2 Interação do FIB com a alumina

A interação do feixe de íons de Ga na camada de alumina tem como consequência o desbaste da superfície em regiões e em geometrias pré-determinadas. Contudo, conhecer os limites de desbaste é fundamental para se obter as estruturas desejadas. A multicamada a ser depositada deve preencher completamente os nanofuros e, sobretudo, estar contida na camada isolante de alumina. Portanto, é preciso estabelecer precisamente a taxa de desbaste para que o feixe de íons não atravesse a alumina e passe a desbastar a camada de Cu abaixo, acarretando em deposições indesejadas da multicamada na camada de Cu ao invés da alumina.

Em todas as amostras, a espessura da alumina é de 50 nm. O desbaste na região desejada deve ser realizado tal que toda a camada de alumina seja desbastada por completo, expondo a camada condutora de Cu. Diversos testes foram realizados variando-se doses e aberturas do feixe de íons (corrente). Estudos detalhados foram realizados para se obter com precisão a taxa de desbaste (descritos na seção 4.3.2).

A interação dos íons do feixe com a alumina provoca o desbaste continuamente. A obtenção das imagens da evolução do procedimento pode ser feita utilizando o próprio FIB, mas desbastes indesejados são inevitáveis. Portanto, as imagens devem ser feitas no microscópio de varredura eletrônica (MEV), anexado ao FIB.

Apesar desse cuidado, o feixe de íons deve ser ajustado antes do desbaste, o que consiste no alinhamento dos feixes de diferentes aberturas e, principalmente, de seus focos na superfície do filme. Esse é um procedimento padrão para a utilização da técnica de FIB. Uma vez ajustados

os focos, o desbaste se inicia nas amostras de alumina. Tratando-se de desbastes com precisões nanométricas, qualquer desbaste excessivo é prejudicial à fabricação das nanoestruturas. Para evitar esse inconveniente, os feixes e focos são ajustados em regiões sem interesse na superfície da amostra e de tal forma que não vão comprometer nas medidas, gerando curtos-circuitos, por exemplo. Em geral, esse procedimento inicial é realizado nas laterais, próximo às bordas.

Com os feixes alinhados e seus focos ajustados, a amostra é deslocada para que o feixe incida nas regiões de interesse das litografias. Esse procedimento é realizado sem a aplicação do feixe e, portanto, sem visualização da superfície, evitando desbastes indesejáveis. É importante notar que os deslocamentos da amostra devem ser realizados ao longo de uma linha, na qual os feixes foram ajustados. Com o auxílio de um sistema de posicionamento e controladores eletrônicos através de um sistema computacional, é possível determinar a região a ser desbastada.

Como o filme de alumina cobre toda a área superficial do substrato, é necessário fazer, além dos nanofuros, um desbaste destinado ao macrocontato. Para este fim, utilizamos um feixe com maior abertura focal para desbastar uma área de $10 \times 10 \mu\text{m}^2$. As nanolitografias foram feitas em outra região da superfície, distantes de 0,8 a 1,0 cm do "microfuro" destinado ao macrocontato (figura 4.15(b)).

Primeiras amostras

As primeiras amostras fabricadas pela técnica de FIB seguiram um roteiro semelhante às amostras fabricadas pela técnica de AFM, no que diz respeito aos contatos elétricos. A diferença é que os macrocontatos também foram litografados.

Também foi utilizada uma máscara para a segunda deposição da(s) camada(s) metálica(s). Porém, como a alumina é uma superfície mais rígida, a probabilidade de fissuras no filme é bastante reduzida. Por essa razão, não tivemos a mesma preocupação com o posicionamento dos nanofuros (respeitando a linha de ajuste dos feixes). Assim, a máscara para a deposição é bem mais simples: basta proteger a região do microfuro, podendo ser feita com a própria fita adesiva especial para vácuo que fixa a amostra no porta-amostra do *sputtering* ou uma tira de folha de alumínio. A figura 6.4 mostra um esquema da máscara. Em geral, a máscara recobre uma das metades da

superfície do substrato.

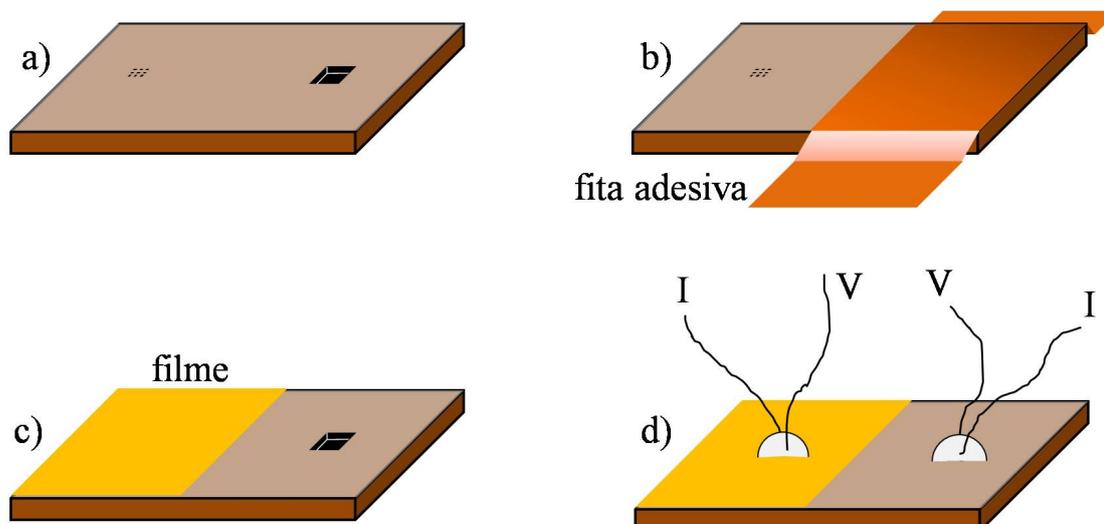


Figura 6.4: Ilustração da máscara de proteção utilizada para a deposição do filme magnético sobre a superfície nanolitografada.

Após a deposição, a máscara é retirada e os contatos elétricos são estabelecidos com fios de Cu sobre as partes litografadas, conforme a figura 6.4(d), usando tinta prata. Uma das vantagens em se utilizar a alumina é que não há reação química com a tinta prata, de forma que esta não seria responsável por fissuras na superfície do isolante. Além disso, os contatos elétricos podem ser estabelecidos em qualquer região sobre a(s) camada(s) depositada(s).

Amostras em "cruz"

Ao longo do desenvolvimento do trabalho, percebemos que a redução da área de filme poderia evitar o problema das fissuras no isolante, que originam curtos-circuitos e mascaram os efeitos magnetorresistivos. Com esse intuito, confinamos a(s) camada(s) condutora(s) da primeira deposição em uma trilha de $150 \mu\text{m}$ de largura. Para isso, utilizamos uma máscara em forma de "cruz", mostrada na foto da figura 6.5.

Esta máscara foi colocada antes da primeira deposição, sobre o substrato de Si (figuras 6.5(a) e (b)). A deposição da alumina foi realizada após a retirada dessa máscara, cobrindo todo o substrato (figura 6.5(c)). Nessa configuração, fizemos as litografias. Os feixes foram ajustados exatamente no centro da cruz, garantindo uniformidade de foco ao longo de um dos eixos (coincidente com a linha de ajuste). Ainda no centro da cruz, desbastamos o microfuro ($10 \times 10 \mu\text{m}^2$) para

o macrocontato, que também serviu de referencial para o posicionamento das nanolitografias.

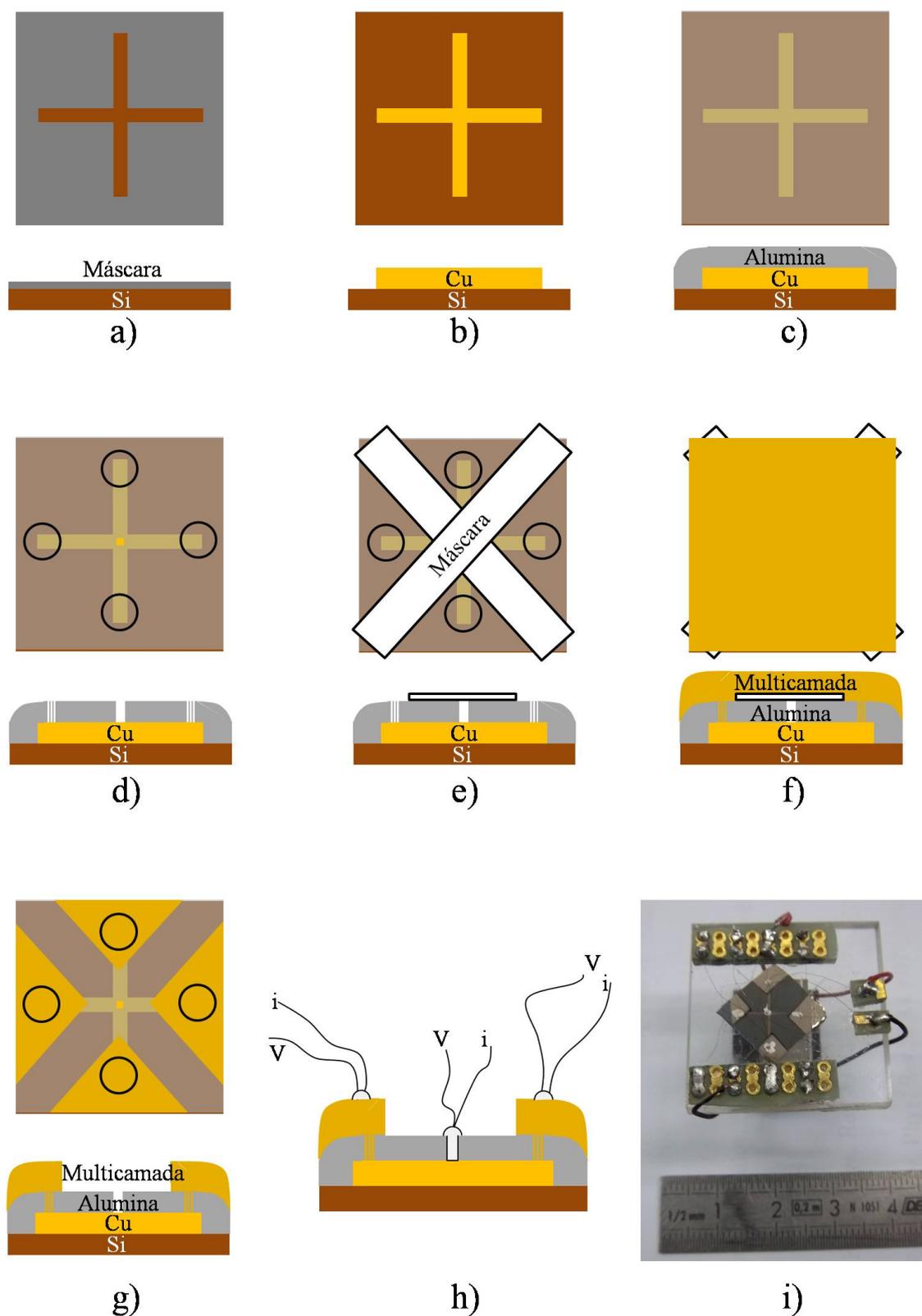


Figura 6.5: Ilustração das máscaras de proteção utilizadas para a deposição do filme magnético sobre a superfície nanolitografada.

Cada eixo da cruz mede 10 mm. Os nanofuros foram feitos a 4 mm do centro da cruz,

em cada extremidade dos eixos, representados pelos círculos na figura 6.5(d). Por fim, a segunda deposição foi realizada sobre as nanolitografias, ou seja, nas extremidades da cruz, com o centro da cruz protegido pela fita de vácuo ou folha de alumínio (figura 6.5(e)). A figura 6.5(f) e (g) mostra o esquema da amostra depois de pronta. Os círculos representam as regiões nanolitografadas, onde são estabelecidos os contatos elétricos, como mostra a figura 6.5(h).

Utilizando essa máscara em cruz, reduzimos a área superficial do filme sobre a trilha, direcionando claramente a localização das nanolitografias para fazer os contatos elétricos e, em um único substrato, temos quatro amostras. Cada amostra possui o macrocontato em comum (centro da cruz). Os contatos elétricos de Cu das quatro amostras são afixados com tinta prata nas regiões de interesse. Um porta-amostra especial foi construído para essas amostras, que facilita a "troca" de contatos para as medidas, sem a necessidade de manusear os pequenos contatos de Cu diretamente ligados à superfície das amostras, como mostra a foto da figura 6.5(i).

6.2.3 Resultados de transferência de spin

Os resultados apresentados nesta seção são referentes a duas amostras com composições diferentes, formando nanopilares. Abaixo da camada de alumina foi depositado apenas Cu (50 nm) e a multicamada magnética foi depositada sobre a alumina, após as litografias. As composições nominais desses filmes são:

- i) Si(100)/Cu(50 nm)/Al₂O₃(50 nm)/Cu(15 nm)/NiFe(15 nm)/Cu(8 nm)/NiFe(3 nm)/Cu(30 nm);
- ii) Si(100)/Cu(50 nm)/Al₂O₃(50 nm)/Cu(15 nm)/Co(3 nm)/Cu(8 nm)/Co(15 nm)/Cu(15 nm).

A alumina tem espessura de 50 nm e a composição da tricamada FM/NM/FM tem espessura de 26 nm. Para garantir que essa estrutura seja alojada dentro da camada isolante, depositamos inicialmente uma camada de 15 nm de Cu sobre as nanolitografias. Isso descarta a hipótese da estrutura FM/NM/FM ser depositada abaixo da camada de alumina, caso a corrosão tenha sido excessiva e desbastado parte da camada de Cu, e ainda "uniformiza" a camada condutora de Cu. Inevitavelmente, ocorrem oxidações na superfície do Cu exposta à atmosfera, logo após o processo de litografia, durante transição de um equipamento para outro (FIB para *sputtering*). Essa camada adicional de Cu (15 nm) evita o contato direto da estrutura FM/NM/FM com os óxidos formados

na primeira camada de Cu. Assim, dentro dos nanopilares temos uma multicamada com 41 nm de espessura. Por fim, os nanofuros ficam completamente preenchidos com outra camada de Cu, que servem de *cap layer* e de contato elétrico superior. A figura 6.6 representa um nanopilar de cada uma das amostras.

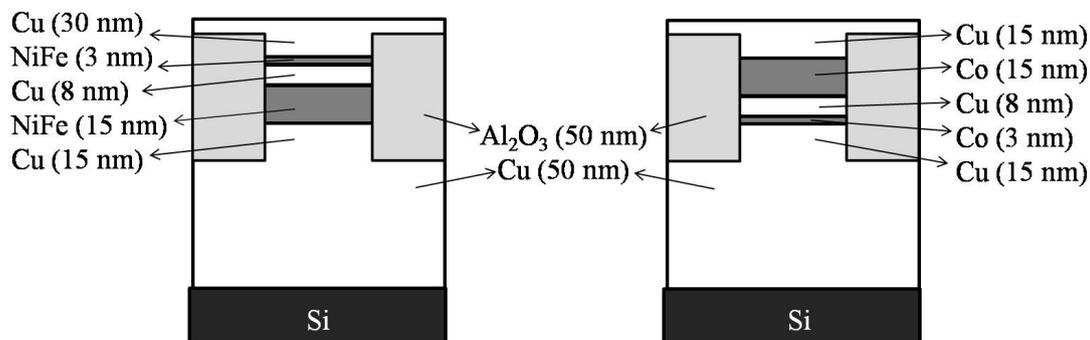


Figura 6.6: Representação de nanopilares.

Os nanopilares têm base quadrada de arestas 300 nm e 50 nm em cada amostra, respectivamente. Na amostra (i), foram feitos *cinco* nanofuros enquanto que na amostra (ii) foram feitos *nove* nanofuros, compondo uma matriz 3x3. Estas variações refletem diretamente nos resultados das medidas.

Antes de cada medida de transferência de spin, aplicamos campo magnético de alta intensidade no plano das amostras para alinhar as magnetizações das duas camadas ferromagnéticas na mesma direção. Durante as medidas, aplicamos campo magnético de baixa intensidade no sentido oposto da saturação. Devido às diferentes coercividades das camadas magnéticas, esperamos que o campo magnético baixo provoque o desalinhamento da magnetizações mudando a direção de magnetização de uma das camadas, a menos coerciva (camada de referência). Entretanto, as medidas de TS podem ser realizadas sem a aplicação de um campo magnético externo.

Os resultados mostram comportamentos distintos para cada amostra. A amostra (i), que tem a camada de referência de NiFe (15 nm) abaixo da camada livre de NiFe (3 nm), favorece a configuração paralela entre seus momentos magnéticos quando a corrente elétrica atravessa a estrutura do *cap layer* de Cu para a camada condutora de Cu abaixo da alumina. Os elétrons são polarizados na camada de referência e exercem um torque sobre a camada livre de NiFe. Quando o sentido da corrente é invertido, ou seja, da camada condutora de Cu para a *cap layer*, os elétrons

fluem da camada livre para a camada de referência e é favorecida uma configuração antiparalela entre os momentos magnéticos das camadas de NiFe.

A figura 6.7 mostra um gráfico da resistência em função da corrente elétrica aplicada. Valores positivos de corrente no eixo das abscissas significam que os elétrons estão fluindo da camada de referência para a camada livre. Os valores negativos representam uma inversão no sentido da corrente durante a medida. As setas horizontais indicam as orientações das aquisições de dados. O esquema do nanopilar mostrado no gráfico representa o sentido da corrente elétrica, adotado como "positivo" para essa configuração.

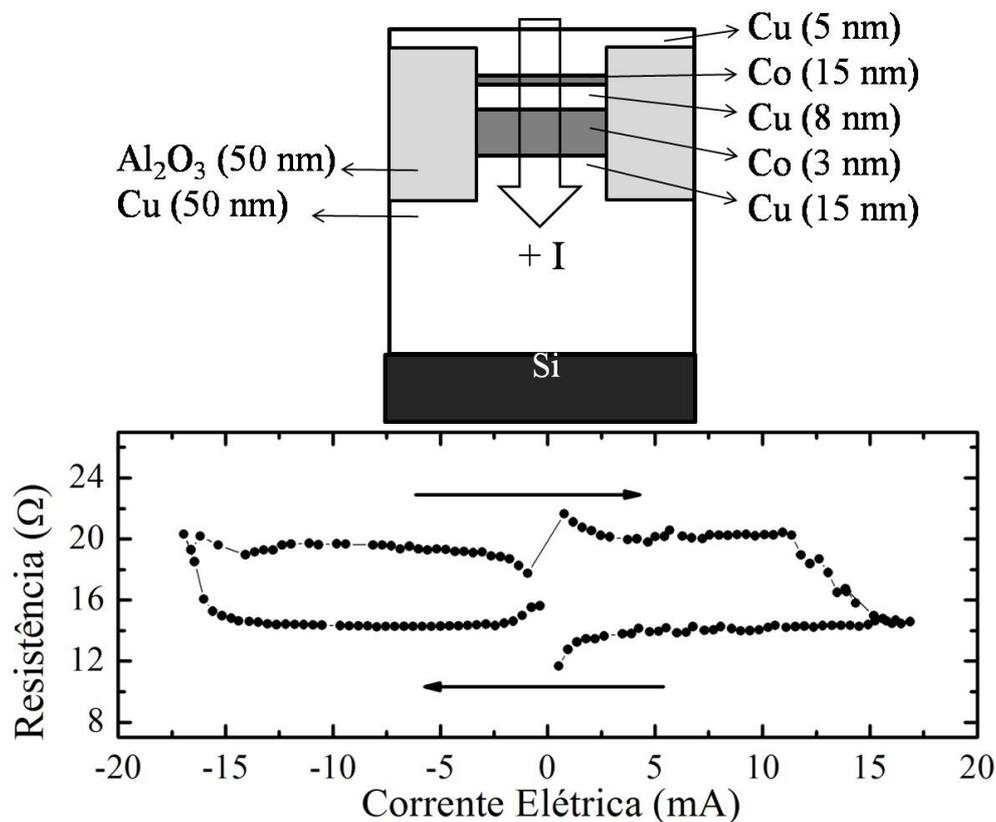


Figura 6.7: Efeito de transferência de spin. Os pontos representam os dados experimentais da tricamada NiFe/Cu/NiFe. As setas horizontais indicam as orientações das aquisições de dados da medida.

O resultado da amostra (ii) apresenta um comportamento inverso comparado ao efeito mostrado na figura 6.7. Podemos observar que a variação da configuração de baixa resistência para alta resistência ocorre para valores positivos de corrente elétrica no eixo das abscissas, enquanto que no eixo negativo é favorecida a configuração de baixa resistência. Esse comportamento pode ser explicado devido ao novo rearranjo entre a camada de referência e a camada livre.

Propositalmente, a sequência das deposições foi invertida para a formação da estrutura FM/NM/FM. Nesse caso, utilizamos Co para compor as camadas ferromagnéticas e a primeira depositada é a camada fina, ou camada livre de Co. Portanto, quando a corrente elétrica é estabelecida tal que os elétrons fluam da camada condutora de Cu para o *cap layer* (eixo positivo das abscissas), é favorecida a configuração antiparalela entre os momentos magnéticos das camadas de Co. Ao inverter o sentido da corrente, os elétrons com momentos polarizados na camada de referência geram um torque na camada livre favorecendo a configuração paralela, de menor resistência. A figura 6.8 mostra o gráfico da resistência em função da corrente elétrica aplicada para essa configuração. O esquema do pilar no gráfico representa o sentido de polarização dos elétrons.

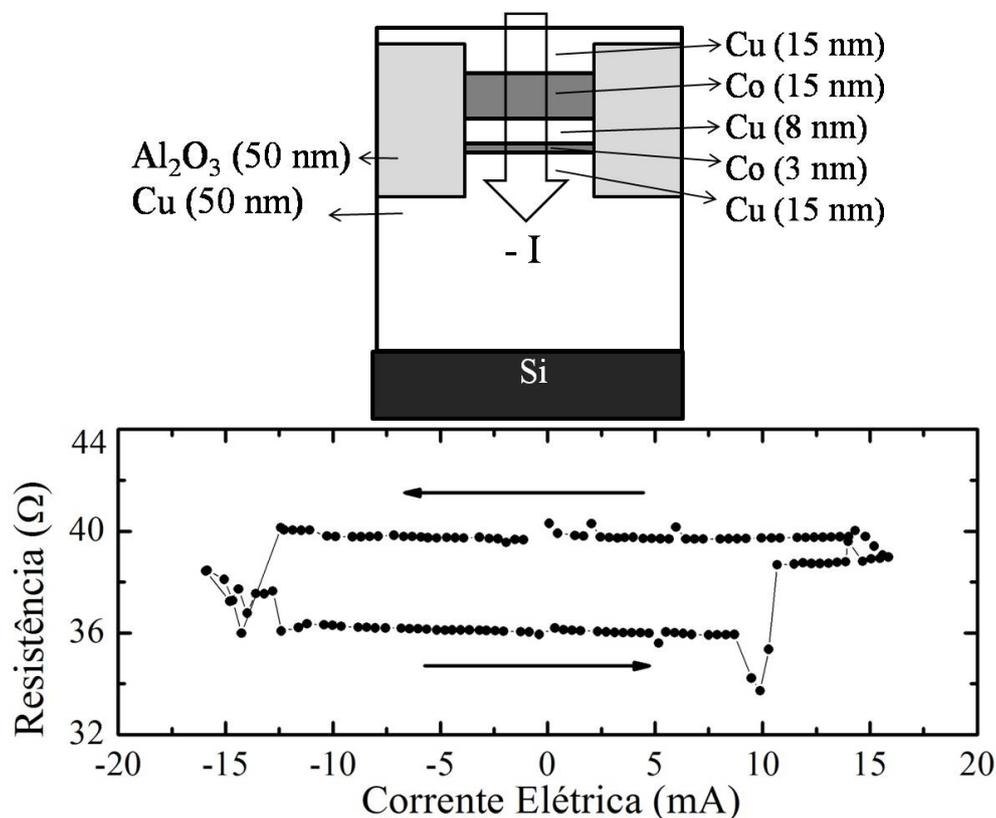


Figura 6.8: Efeito de transferência de spin. Os pontos representam os dados experimentais da tricamada Co/Cu/Co. As setas horizontais indicam as orientações das aquisições de dados da medida.

Podemos observar que os valores das resistências encontradas na figura 6.8 são mais elevados que aqueles encontradas na figura 6.7. Isso se justifica por dois motivos: em primeiro lugar, as dimensões dos pilares são diferentes, tal que a amostra com furos de $300 \times 300 \text{ nm}^2$ são menos resistivas (figura 6.7). Por outro lado, a corrente crítica necessária para que o efeito de TS ocorra é

consideravelmente maior comparada às correntes críticas do nanopilar de $50 \times 50 \text{ nm}^2$. A segunda justificativa se dá nas diferentes composições dos filmes, sendo o primeiro composto por camadas magnéticas de NiFe e o segundo de Co.

Estes resultados estão de acordo com aqueles encontrados para estruturas similares usando nanoponteiras recobertas com filmes magnéticos, como nanocontatos, apresentados no capítulo anterior.

6.3 Litografia por feixe de elétrons - PMMA

As amostras fabricadas utilizando a técnica de feixe de elétrons seguiram uma metodologia diferente das nanoestruturas fabricadas pelas técnicas anteriores. Usando o AFM e o FIB, o objetivo era litografar o material isolante (PMMA e alumina, respectivamente), fazendo nanofuros para serem preenchidos por multicamadas ou metal condutor, formando, assim, os nanopilares ou nanocontatos, respectivamente. Na nova abordagem, a litografia é utilizada com o intuito de criar dispositivos de medida, contendo regiões espacialmente confinadas. Essas regiões de confinamento espacial serão justamente as regiões ativas do dispositivo, nas quais os efeitos de transferência de spin serão observados. Para tanto, moldes fabricados em duas etapas de litografia em PMMA são confeccionados. Neste tipo de arquitetura, não necessitamos mais do PMMA como camada isolante, somente como camada litografada.

Nesta seção, apresentamos os resultados preliminares obtidos na fabricação dessas nanoestruturas. A complexidade do processo é aumentada principalmente devido à necessidade de uma segunda etapa de litografia alinhada à primeira, tal como descrito na seção 4.3.3. Duas séries de amostras foram confeccionadas, apenas alterando detalhes do padrão litografado.

Primeira série de amostras

A primeira etapa é aplicação do feixe de elétrons sobre o PMMA depositado no substrato de SiO_2 . Foram feitos quatro padrões iguais espaçados, tal como mostrado na figura 6.9(a), após serem revelados. Um detalhe do padrão revelado é apresentado na 6.9(b).

As micrografias (a) e (b) da figura 6.9 foram feitas por um microscópio óptico e mostram

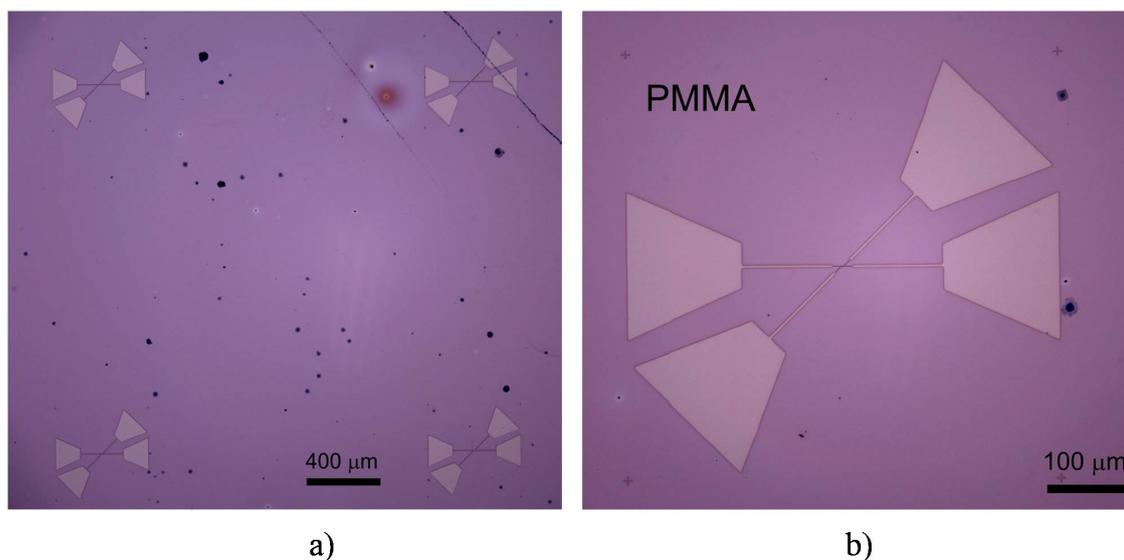


Figura 6.9: Estruturas "desenhadas" no PMMA por feixe de elétrons. Imagens obtidas em microscópio óptico da superfície "revelada".

os padrões após o processo de revelação em solução aquosa de álcool isopropílico, H_2O : IPA, na proporção de 3 : 7, durante 50 s. Após a revelação, a porção de PMMA sensibilizada pelos elétrons foi totalmente retirada, expondo o substrato de SiO_2 nessas regiões.

Depositou-se, então, uma camada de 40 nm de Cu, correspondendo a 1/6 da espessura do PMMA. Após a retirada do polímero em acetona (*lift off*), o padrão da primeira camada em Cu é apresentado. A imagem da figura 6.10, feita por MEV, mostra o padrão da estrutura proposta com filme de Cu sobre SiO_2 .

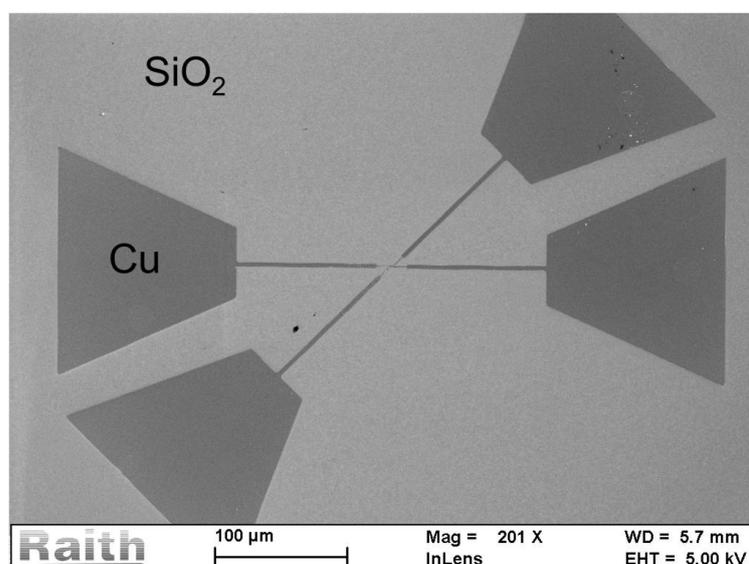


Figura 6.10: Imagem de MEV da primeira etapa de fabricação. Cu depositado sobre Si no desenho padrão das amostras, após *lift off* do PMMA.

Aparentemente, o padrão em Cu foi obtido com sucesso. Entretanto, analisando as regiões correspondentes às linhas mais estreitas do dispositivo (região ativa), observam-se falhas, tal como apresentado nas 6.11(a) e (b). É possível observar que parte da estrutura de Cu foi removida durante o processo de *lift off*, comprometendo a sequência da fabricação. Esse fato pode ocorrer por diferentes erros nas etapas de litografia, tais como: *i*) espessura do filme de Cu depositado da ordem da espessura do PMMA; *ii*) pouca aderência do Cu no substrato ou *iii*) uso excessivo de assistência de ultra-som durante *lift off*. Mesmo assim, alguns padrões obtiveram resultados satisfatórios, tal como mostrado na figuras reffigura613(c) e (d).

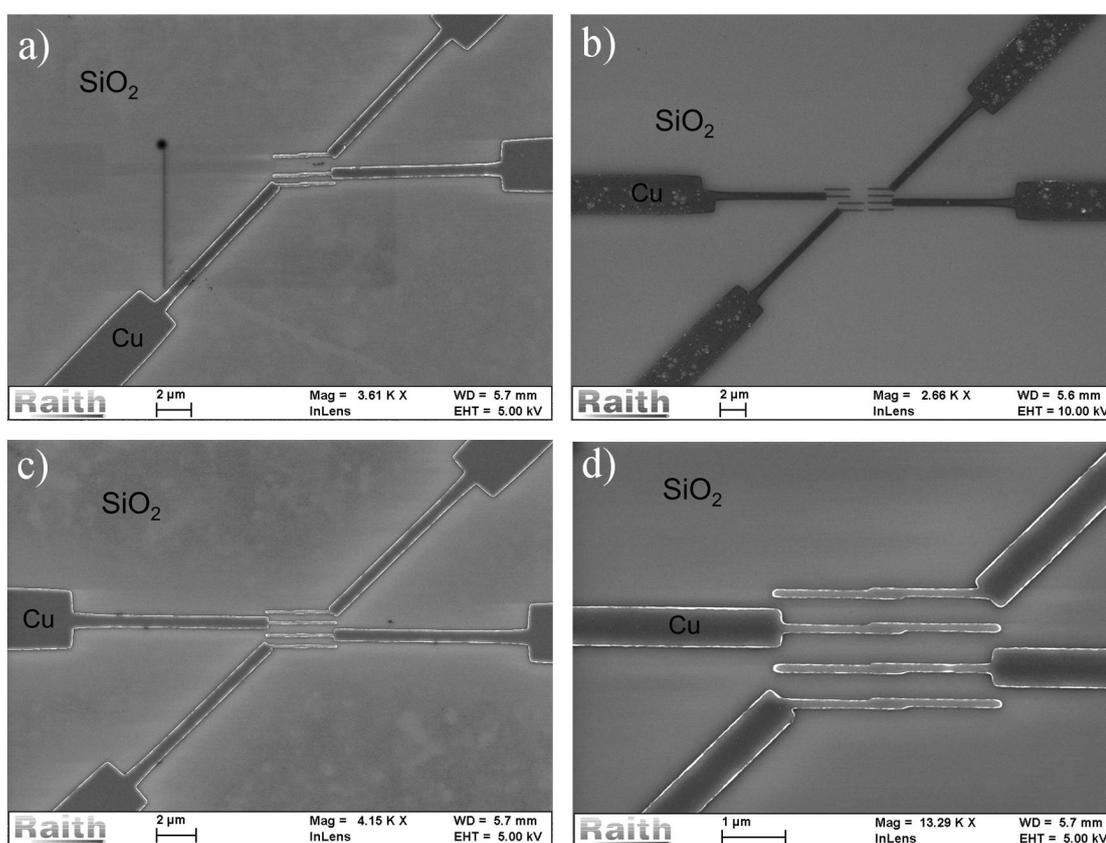


Figura 6.11: Imagens de MEV das nanoestruturas de Cu depositadas sobre SiO₂.

Segunda série de amostras

A segunda série de amostras foi obtida através do mesmo processo descrito para a primeira série. Alguns ajustes no desenho do padrão foram efetuados, tal como a suavização das linhas do padrão. Esta suavização, tornando o aumento das dimensões menos abrupto, evitando ângulos retos, pode favorecer as medidas elétricas posteriores. O novo padrão pode ser facilmente

visualizado pela imagem de microscopia óptica após revelação do PMMA exposto, tal como apresentado na figura 6.12.

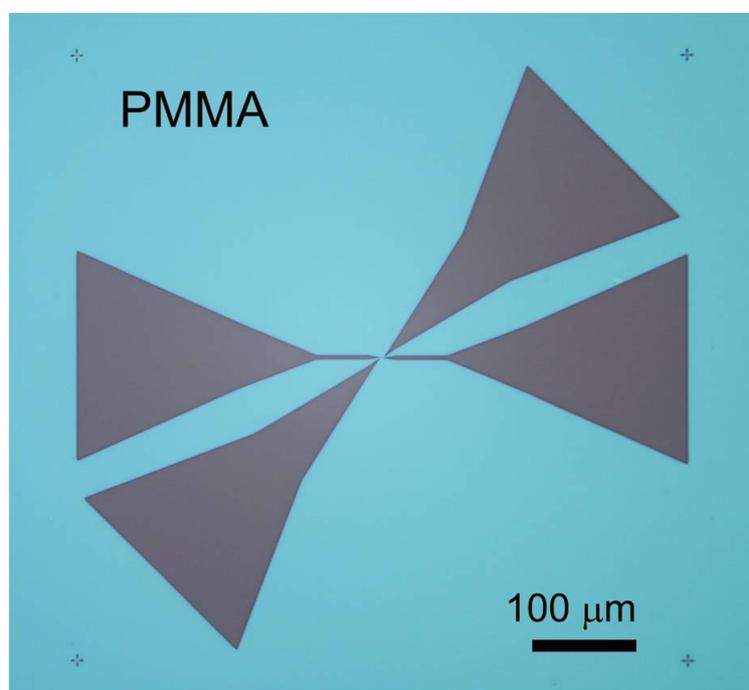


Figura 6.12: Imagem de microscópio óptico do padrão "redesenhado" após revelação do PMMA.

Analogamente ao processo anterior, foi depositada uma camada de Cu na proporção de 1/6 entre as espessuras. Após o *lift off*, as imagens de MEV mostraram resultados satisfatórios, apresentando um maior controle da área mais sensível do padrão. A figura 6.13 mostra as quatro trilhas de Cu após o *lift off*.

Em uma segunda etapa, a amostra já com o primeiro padrão em Cu foi submetida a uma nova litografia. Uma nova camada de PMMA foi depositada sobre a amostra e exposta ao feixe de elétrons. Um padrão complementar, similar ao da primeira etapa, porém rotacionado a 90° , foi efetuado. A estrutura final pretendida pode ser observada na imagem correspondente na figura 6.14. Essa sobreposição entre camadas deve ser precisa, necessitando de um pré-alinhamento, antes do início da segunda etapa de litografia. Tal alinhamento é obtido através do auxílio de cruzes de alinhamento, existentes nos padrões litografados.

O objetivo final é obtermos estruturas tipo nanopilares para a análise de efeitos magnetorresistivos, sendo que a deposição da multicamada magnética deve ocorrer sobre a segunda etapa de PMMA após revelação. A figura 6.14 mostra o resultado obtido da sobreposição de padrões

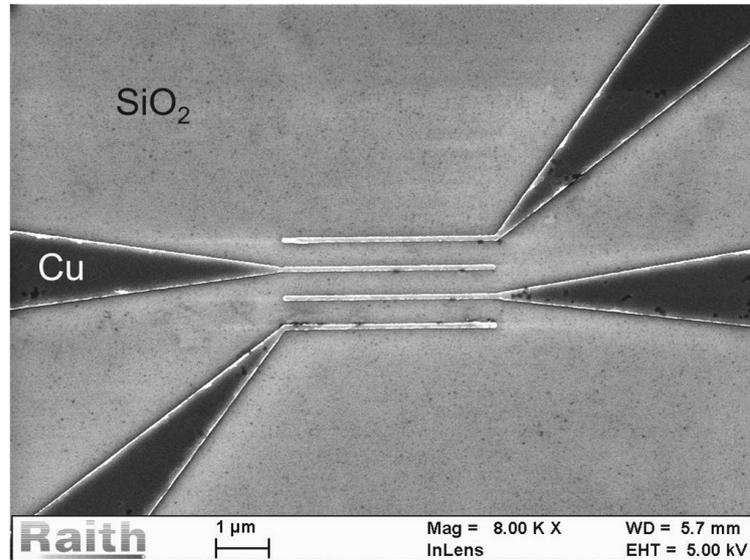


Figura 6.13: Imagem de MEV da primeira etapa de fabricação. Cu depositado sobre SiO_2 no desenho padrão das amostras, após lift off do PMMA.

da primeira e segunda etapa, após a revelação do PMMA. O próximo passo é refazer essas etapas com as deposições das multicamadas.

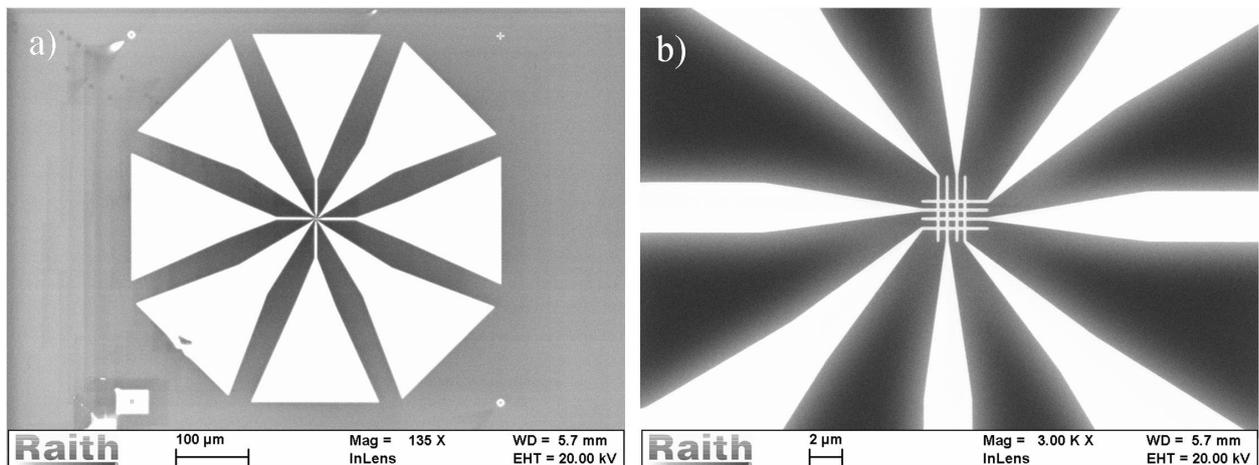


Figura 6.14: Primeira e segunda etapa de litografia mostrando (a) as cruzes de alinhamento alinhadas e (b) a estrutura desejada.

Capítulo 7

Conclusões e Perspectivas Futuras

Neste trabalho foi desenvolvido um estudo sistemático tendo como base os efeitos de magnetorresistência e transferência de spin. Dentro desse mesmo contexto, esta tese também apresenta um forte caráter instrumental: construção e desenvolvimento de amostras nanolitografadas e de sistemas de medidas de caracterização.

O plano de pesquisa, inicialmente proposto, focou-se no estudo do efeito de transferência de spin em estruturas nanométricas constituídas de nanopilares e nanocontatos. Para a fabricação dessas estruturas foram abordadas três diferentes técnicas de litografia: *i*) microscopia por força atômica; *ii*) feixe de íons e *iii*) feixe de elétrons. As duas primeiras foram desenvolvidas simultaneamente nos Laboratórios de Magnetismo (LAM) e de Conformação Nanométrica (LCN) da UFRGS e, a terceira técnica no Laboratório Multiusuário de Nanociência e Nanotecnologia (LABNANO/CBPF). O trabalho envolveu desde o aprendizado de diversas técnicas e etapas de fabricação das amostras, até a montagem final para as medidas: contatos elétricos, instrumentação, ajustes nos programas de medições, medidas elétricas e análise de resultados.

Uma segunda abordagem experimental, ou seja, desenvolvimento de aparato de medidas, foi proposta ao longo do trabalho: o uso de nanoponteiras para o confinamento de corrente elétrica em filmes finos. Essa linha de pesquisa foi introduzida com o objetivo de fazer uma primeira análise do comportamento magnetorresistivo das amostras recém fabricadas através de um sistema de montagem rápida e se consolidou para medidas de transferência de spin.

Estas duas abordagens formam o cerne deste trabalho de tese: *i*) estruturas nanolitografadas e *ii*) nanoponteiras. Tanto dos processos de fabricação das amostras, nanoestruturas e das

nanoponteiras, bem como dos resultados de transporte elétrico mostraram que as abordagens foram eficazes. Entretanto, é necessário enfatizar que os processos de construção e de medição são, por suas características, lentos e trabalhosos. Tanto a preparação das amostras como o desenvolvimento de equipamentos tiveram que ser executados inúmeras vezes, sofrendo em cada uma das etapas pequenas otimizações para que se obtivesse um resultado satisfatório.

A construção de pilares e contatos de dimensões nanométricas por litografia pode ser vista em duas abordagens no que diz respeito ao material usado como elemento de "desenho": *i)* uso de PMMA e *ii)* alumina. No primeiro caso, embora o PMMA seja uma resina bastante usada para esse tipo de conformação, observou-se que as amostras com PMMA necessitam de cuidados muito especiais na manipulação. Assim, é fundamental que se tenha uma estrutura de trabalho especialmente construída para medidas de transferência de spin. Por outro lado, as superfícies de alumina são bastante resistentes para o manuseio, mas em contrapartida são mais difíceis de serem conformadas. As etapas de fabricação dessas amostras são relativamente complexas e, devido ao grande número de processos envolvidos, a possibilidade do sistema não responder da forma esperada, no momento da medida, é relativamente grande. Entretanto, após um estudo criterioso e um longo processo de tentativas e acertos foi possível fabricar nanocontatos e nanopilares com respostas satisfatórias.

O estudo dos efeitos de transferência de spin e magnetorresistência, via nanoponteiras, foi desenvolvido com base na evolução do sistema. Pode-se dividir o trabalho em duas etapas: *i)* fabricação das nanoponteiras e *ii)* construção do aparato de medidas. Em ambas as partes foram feitos trabalhos de desenvolvimento. As ponteiras inicialmente foram obtidas por eletrocorrosão usando os métodos laminar e *drop off*. Na sequência foram aplicadas três outras mudanças na fabricação: *a)* afinamento das nanoponteiras via FIB, *b)* uso de um campo magnético estático durante a eletrocorrosão, e *c)* deposição de uma camada de material magnético sobre as ponteiras. O segundo item, metodologia inédita na literatura, tem como justificativa o fato de que durante o processo de corrosão existe a possibilidade de adesão de pequenos grupos de impurezas, o que compromete a qualidade da nanoponteira. Com o campo magnético aplicado surge um movimento de rotação

dos íons em torno da ponteira, que atua como um fluxo de líquido. Isso reduz significativamente a quantidade de impurezas que se depositam na nanoponteira. O terceiro ítem mostrou-se como uma importante contribuição para o estudo dos efeitos de transferência de spin, pois permitiu a supressão de uma das camadas magnéticas da amostra em medição. A construção do sistema de aproximação das nanoponteiras foi desenvolvida em três etapas, as quais foram denominadas por Sistemas A, B e C. Os dois primeiros apresentaram um caráter efêmero, pois se constituíram em modelos de partida. O Sistema C, que apresentou o maior número de otimização, foi uma consequência natural dos dois primeiros, onde os problemas revelados pelos seus antecessores foram amenizados. Basicamente, os pontos de preocupação nesses aparatos se relacionam à estabilidade durante a medida, e ao processo de aproximação das ponteiras. A estabilidade foi obtida através de um sistema de isolamento mecânico-acústico, enquanto a aproximação exigiu a aquisição de um sistema nanoaproximador controlado por um sistema computacional.

As medidas usando nanocontatos e nanopilares resultaram na observação tanto do efeito de magnetorresistência como os de transferência de spin, de forma que podemos a partir desta tese desenvolver novos sistemas para o estudo das propriedades de magnetotransporte. No caso das nanoponteiras, podemos destacar a facilidade de realizar a medida e, principalmente, o fato de uma fina camada de material magnético sobre a ponteira se tornar a camada polarizadora.

Em resumo, neste trabalho de tese foram desenvolvidos dois tipos de sistemas de estudo em magnetorresistência e da transferência de spin, onde foram realizadas tanto a parte de instrumentação como também de medidas. Entre os principais resultados, no que diz respeito ao efeito medido, destacaram o uso de alumina como camada de litografia para os nanocontatos e nanopilares e o efeito do recobrimento magnético das ponteiras sobre o comportamento de transferência de spin.

Perspectivas Futuras

Este trabalho pode ser caracterizado como um primeiro passo no estudo de magnetorresistência gigante na configuração corrente perpendicular ao plano e de transferência de spin. Os avanços obtidos mostram que as abordagens escolhidas conduzem a bons resultados, ao mesmo

tempo em que geram novas questões e novas linhas de pesquisa. Entre os principais pontos de discussão que surgiram ao longo deste trabalho, sobre as perspectivas de sequência desta tese, podemos destacar os seguintes:

a) *Versatilidade das medidas via nanoponteiras.* Seria interessante fazer varreduras laterais nas medidas, ou seja, implementar um sistema de aproximação do tipo XYZ. Eventualmente, é necessário que esse contato seja estabelecido em outro ponto, entre uma medida e outra. Isto possibilitaria fazer um mapeamento magnetorresistivo para diferentes composições do filme;

b) *Tunelamento via nanoponteiras.* Quando as ponteiras estão suficientemente próximas à superfície, mas ainda não apresentam o regime ôhmico, foram observadas curvas com características de efeito de tunelamento de transferência de spin [31]. O efeito de tunelamento foi um dos efeitos observados, e que não foi relatado de forma sucinta nesta tese, sendo uma possível continuidade deste trabalho;

c) *Análise dos efeitos térmicos.* Para se ter um bom controle das medidas, é necessário que os efeitos da corrente na dilatação da ponteira sejam estudados. Esse tipo de preocupação deve ser levado em conta principalmente quando se estuda o efeito de tunelamento, pois a distância entre a ponteira e a amostra pode variar com a dilatação devido ao efeito Joule;

d) *Retificação.* O efeito de retificação pode estar presente nas medidas e não ser observado, devido a sua contribuição relativamente pequena. Essa possibilidade deve ser explorada em trabalhos futuros;

e) *Recobrimento das ponteiras.* Nesta tese exploramos o uso de uma fina camada de material magnético depositada sobre as nanoponteiras no estudo do efeito de transferência de spin. Entretanto, pode-se buscar a observação do efeito usando uma multicamada nas ponteiras para contato pontual

em uma superfície composta apenas de um metal condutor;

f) Medidas de transferência de spin com ponteiros recobertas. Utilizando ponteiros recobertas com uma camada de material magnético, observamos e verificamos o comportamento de inversão na variação da resistência da amostra com relação à corrente aplicada. Concluimos que o material magnético da ponta atua como camada polarizadora da corrente elétrica e, como consequência, prevalece o efeito de transferência de spin inverso neste caso. Entretanto, é preciso fazer um estudo mais elaborado para entender os processos envolvidos no efeito no que diz respeito à camada espessa da amostra, outrora camada polarizadora. Algumas medidas mostraram resultados peculiares que apresentam indícios da influência, tanto da camada espessa do filme quanto da camada depositada na nanoponteira, para a polarização dos elétrons. Esses resultados foram observados para uma multicamada composta de NiFe/Cu/NiFe usando uma ponteira recoberta com Fe. Nesses casos, concluimos que a corrente spin-polarizada na camada de Fe da ponteira interage com as duas camadas de NiFe da amostra, transferindo momento para ambas com diferentes valores de corrente crítica, tal que ocorre uma sobreposição de dois efeitos de transferência de spin consecutivos. Dessa forma, é possível observar quatro arranjos entre as magnetizações das três camadas magnéticas envolvidas no sistema. A verificação desse comportamento está sendo realizada e o entendimento desse processo pode expandir amplamente a pesquisa de dispositivos que utilizam TS, como por exemplo, a possibilidade de uma memória não-volátil diferenciada.

g) Fabricação das nanoestruturas por microscopia de força atômica (AFM). O estudo inicial de nanoidentificação usando AFM em superfície de PMMA pode ser melhor explorado utilizando a metodologia de confinamento do filme metálico. Isso reduz a possibilidade de fissuras indesejadas que geram curtos-circuitos. O confinamento do filme pode ser realizado utilizando máscaras para deposição, especialmente projetadas para esse fim;

h) Fabricação das nanoestruturas por litografia de feixe de elétrons. A fabricação das nanoestru-

turas proposta neste trabalho apresenta uma configuração inovadora utilizando a técnica de feixe de elétrons. Apesar das estruturas serem fabricadas em várias etapas, a construção final dispõe de um nanocircuito interligado, contendo diversas nanoestruturas, com configurações magnéticas entre os momentos das camadas que compõem os nanopilares individuais e independentes. Em outras palavras, existe uma possibilidade de aplicar o efeito de TS em cada um dos pilares, tal que a estrutura total, com configurações diferentes, pode ser utilizada como uma memória magnética de dimensões nanométricas. Portanto, a continuidade deste estudo é fundamental para novas perspectivas do uso da TS e de desenvolvimento de novos dispositivos.

Apêndice A

Reflectometria de Raios-X em Baixo Ângulo

A precisão das espessuras das camadas é garantida conhecendo-se a taxa de deposição de cada um dos elementos a serem depositados. Essa taxa é determinada utilizando reflectometria de raios-X em baixo ângulo. Essa técnica permite determinar a espessura de filmes depositados sobre substratos fazendo uso da reflexão total de raios-X. Para isso, os ângulos típicos de incidência dos raios-X variam entre 0° e 3° .

Os dados experimentais fornecem os picos das interferências construtivas, a partir dos quais é possível determinar a espessura do filme depositado através da inclinação da reta que ajusta os valores das posições dos picos em relação ao ângulo de incidência. Essa reta é obtida pela lei de Snell.

Para filmes depositados sob as mesmas condições de pressão e de desbaste iônico do alvo, porém com diversos tempos de deposição, é possível determinar a espessura de cada filme conforme descrito e ainda construir uma curva de calibração contendo várias espessuras em função do tempo de deposição. Esse procedimento permite ter um taxa de deposição mais confiável. A figura A.1 mostra refletividade do Cu e a reta que fornece sua taxa de deposição.

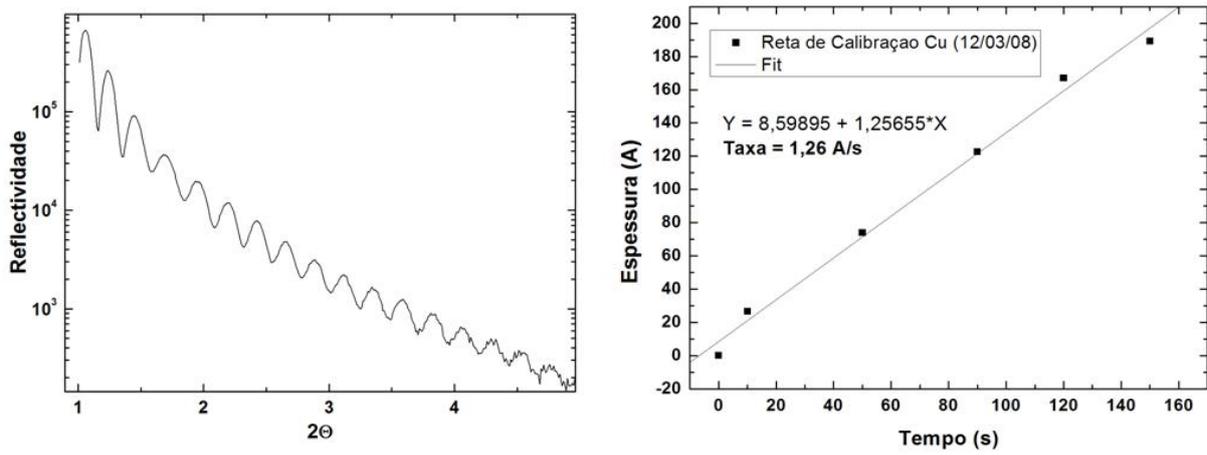


Figura A.1: (a) Refratividade de uma camada de Cu depositada sobre Si [100]. (b) Curva que fornece a taxa de deposição em função do tempo de deposição.

Apêndice B

Limpeza de Substrato - Si

Um dos fatores determinísticos para a qualidade dos filmes depositados por *sputtering* é a limpeza dos substratos. Em geral, para limpar os substratos de Si é utilizada a limpeza RCA [49]. Essa limpeza inclui a retirada de contaminações orgânicas, metálicas, do óxido nativo e passivação da superfície do substrato de Si. Como as lâminas de Si utilizadas neste trabalho são produzidas em escala industrial (*AJA International, Inc.*), são isentas de contaminações metálicas; e como a primeira camada de Cu depositada é relativamente espessa, não necessitando retirar o óxido nativo e passivação da superfície, então a limpeza se resume apenas na retirada das contaminações orgânicas.

Para isso, é realizada apenas a primeira etapa do procedimento RCA: o substrato é aquecido a 80°C em solução de 1:4 de peróxido de hidrogênio (H_2O_2) e ácido sulfúrico (H_2SO_4). Após esse processo, o substrato limpo é lavado com água bidestilada e, após uma secagem com jato de nitrogênio gasoso, é colocado na câmara de vácuo.

Referências Bibliográficas

- [1] P. Grünberg, R. Schreiber, Y. Pang, M. B. Brodsky, e H. Sowers. *Layered Magnetic Structures: Evidence for Antiferromagnetic Coupling of Fe Layers across Cr Interlayers*. Phys. Rev. Lett., **57** (19), 2442, 1986.
- [2] M. N. Baibich, J. M. Broto, A. Fert, F. Nguyen Van Dau, F. Petroff, P. Etienne, G. Creuzeta, A. Friederich, e J. Chazelas. *Giant Magnetoresistance of (001)Fe / (001)Cr Magnetic Superlattices*. Phys. Rev. Lett., **61**, 2472, 1988.
- [3] G. Binasch, P. Grünberg, F. Saurenbach, e W. Zinn. *Enhanced magnetoresistance in layered magnetic structures with antiferromagnetic interlayer exchange*. Phys. Rev. B, **39**, 4828, 1989.
- [4] Jagadeesh S. Moodera, Janusz Nowak, e Rene J. M. van de Veerdonk. *Interface Magnetism and Spin Wave Scattering in Ferromagnet-Insulator-Ferromagnet Tunnel Junctions*. Phys. Rev. Lett., **80**, 2941, 1998.
- [5] J. C. Slonczewski. *Conductance and exchange coupling of two ferromagnets separated by a tunneling barrier*. Phys. Rev. B, **39**, 6995, 1989.
- [6] J.C. Slonczewski. *Current-driven excitation of magnetic multilayers*. J. Magn. Magn. Mater., **159**, L1–L7, 1996.
- [7] L. Berger. *Emission of spin waves by a magnetic multilayer traversed by a current*. Phys. Re., **54**, 9353, 1996.
- [8] M. Tsoi, A. G. M. Jansen, J. Bass, W.C. Chiang, M. Seck, V. Tsoi, e P. Wyder. *Excitation of a Magnetic Multilayer by an Electric Current*. Phys. Rev. Lett., **80**, 4281, 1998.
- [9] J. A. Katine, F. J. Albert, , R. A. Buhrman, E. B. Myers, e D. C. Ralph. *Current-Driven Magnetization Reversal and Spin-Wave Excitations in Co /Cu /Co Pillars*. Phys. Rev. Lett., **84**, 3149, 2000.

- [10] F. J. Albert, J. A. Katine, R. A. Buhrman, e D. C. Ralph. *Spin-polarized current switching of a Co thin film nanomagnet*. Appl. Phys. Lett., **77**, 3809, 2000.
- [11] J. Grollier, V. Cros, A. Hamzic, J. M. George, H. Jaffrès, A. Fert, G. Faini, J. Ben Youssef, e H. Legall. *Spin-polarized current induced switching in Co/Cu/Co pillars*. Appl. Phys. Lett., **78**, 3663, 2001.
- [12] J. Z. Sun, D. J. Monsma, D. W. Abraham, M. J. Rooks, e R. H. Koch. *Batch fabricated spin-injection magnetic switching*. Appl. Phys. Lett., **81**, 2202, 2002.
- [13] J. E. Wegrove, D. Kelly, P. Guitienne, Y. Jaccard, e J. P. Ansermet. *Current-induced magnetization reversal in magnetic nanowires*. Europhys. Lett., **45**, 626, 1999.
- [14] J.Z. Sunand. *Current-driven magnetic switching in manganite trilayer junctions*. J. Magn. Magn. Mater., **202**, 157, 1999.
- [15] S. I. Kiselev, J. C. Sankey, I. N. Krivorotov, N. C. Emley, A. G. F. Garcia, R. A. Buhrman, e D. C. Ralph. *Spin-transfer excitations of permalloy nanopillars for large applied currents*. Phys. Rev. B, **72**, 064430, 2005.
- [16] W. H. Rippard, M. R. Pufall, e T. J. Silva. *Quantitative studies of spin-momentum-transfer-induced excitations in Co/Cu multilayer films using point-contact spectroscopy*. Appl. Phys. Lett., **82**, 1260, 2003.
- [17] N.W. Ashcroft e N.D. Mermin. *Solid State Physics*. W.B. Saunders Co., 1976.
- [18] P. Pureur. *Estado Sólido*. Instituto de Física-UFRGS, 2001.
- [19] C. Kittel. *Introdução à Física do Estado Sólido and 8ª Ed*. LTCand Rio de Janeiro, 2006.
- [20] N. F. Mott. *The Electrical Conductivity of Transition Metals*. Proc. R. Soc. Lond. A, **153**, 699–717, 1936.
- [21] A. Barthélémy, A. Fert, J-P. Contour, M. Bowen, V. Cros, J.M. De Teresa, A. Hamzic, J.C. Faini, J.M. George, J. Grollier, F. Montaigne, F. Pailloux, F. Petroff, e C. Vouille. *Magneto-resistance and spin electronics*. J. Magn. Magn. Mater., **68**, 242, 2002.
- [22] A. Fert e I. A. Campbell. *Two-Current Conduction in Nickel*. Phys. Rev. Lett., **21**, 1190, 1968.
- [23] Luis Gustavo Pereira. *Estudo do Comportamento Magnético e Magnetorresistivo em Multicamadas de Filmes Finos*. Tese de Doutorado, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 1994.

- [24] J.C. Slonczewski. *Currents and torques in metallic magnetic multilayers*. J. Magn. Magn. Mater., **247**, 324–338, 2002.
- [25] X. J. Wang, H. Zou, e Y. Jia. *Spin transfer torque switching of cobalt nanoparticles*. Appl. Phys. Lett., **93**, 162501, 2008.
- [26] Olivier Boule. *Précession de l'aimantation par transfert de spin dans des nanopiliers magnétiques*. Tese de Doutorado, Unité Mixte de Physique CNRS-Thales, 2007.
- [27] F. J. Jedema, A. T. Filip, e B. J. van Wees. *Electrical spin injection and accumulation at room temperature in an all-metal mesoscopic spin valve*. Nature, **410**, 345, 2001.
- [28] Artur Difini Accioly. *Estudo do efeito de transferência de spin*. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2011.
- [29] M. D. Stiles e A. Zangwill. *Noncollinear spin transfer in Co/Cu/Co multilayers (invited)*. J. Appl. Phys., **91**, 6812, 2002.
- [30] Z. Li e S. Zhang. *Magnetization dynamics with a spin-transfer torque*. Phys. Rev. B, **68**, 024404, 2003.
- [31] D.C. Ralph e M.D. Stiles. *Spin Transfer Torques*. J. Magn. Magn. Mater., **320**, 1190–1216, 2008.
- [32] Sérgio M. Rezende. *Materiais e Dispositivos Eletrônicos and 2ª Ed.* Editora Livraria da Física and São Paulo, 2004.
- [33] J. L. Duvail, S. Dubois, L. Piraux, A. Vaure's, A. Fert, D. Adam, M. Champagne, F. Rousseaux, e D. Decanini. *Electrodeposition of patterned magnetic nanostructures*. J. Appl. Phys., **84**, 11, 1998.
- [34] A G M Jansen, A P van Gelder, e P Wyder. *Point-contact spectroscopy in metals*. J. Phys. C: Solid St. Phys., 13 (1980) 6073-118., **13**, 6073, 1980.
- [35] M. V. Tsoi, A. G. M. Jansen, e J. Bass. *Search for point-contact giant magnetoresistance in Co/Cu multilayers*. J. Appl. Phys., **81**, 5530, 1997.
- [36] Tentardini and E.K. *Construção de um equipamento de deposição tipo magnetron sputtering e sua caracterização através da deposição de filmes finos de metais e compósitos*. Dissertação de Mestrado, Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, 2000.

- [37] Bárbara Canto dos Santos. *Correlação entre a morfologia e o transporte de elétrons em filmes finos de ferro*. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, 2010.
- [38] Joaquim B. S. Mendes. *Investigação de Relaxação e Anisotropias em Filmes Obliquamente Depositados*. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Pernambuco, 2009.
- [39] Y. Ji, C. L. Chien, e M. D. Stiles. *Current-Induced Spin-Wave Excitations in a Single Ferromagnetic Layer*. Phys. Rev. Lett., **90**, 106601, 2003.
- [40] E Abelev, N. Sezin, e Y. Ein-Eli. *An alternative isolation of tungsten tips for a scanning tunneling microscope*. Rev. Sci. Instrum., **76**, 106105, 2005.
- [41] A.D Muller, F. Mullera, M. Hiedtschold, F. Demming, J. Jersch, e K. Dickmann. *Characterization of electrochemically etched tungsten tips for scanning tunneling microscopy*. Rev. Sci. Instrum., **70**, 3970, 1999.
- [42] Anne-Sophie Lucier. *Preparation and Characterization of Tungsten Tips Suitable for Molecular Electronics Studies*. Tese de Doutorado, Center for the Physics of Materials, Department of Physics, McGill University, 2004.
- [43] Bing-Feng Ju, Yuan-Liu Chen, e Yaizheng Ge. *The art of electrochemical etching for preparing tungsten probes with controllable tip profile and characteristic parameters*. Rev. Sci. Instrum., **82**, 013707, 2011.
- [44] L.G.M.S. Barbosa. *Processamento de Moldes Micro- e Nanoestruturados para o Crescimento de Nanofios por Meio de Litografia de Varredura por Sonda*. Dissertação de Mestrado, Pontífica Universidade Católica do Rio Grande do Sul, 2009.
- [45] J.A. Katine e Eric E. Fullerton. *Device implications of spin-transfer torques*. J. Magn. Mater., **320**, 1217, 2008.
- [46] S Fusil, L Piraux, S Mátéfi-Tempfli, M Mátéfi-Tempfli, S Michotte, C K Saul, L G Pereira, K Bouzehouane, V Cros, C Deranlot, e J-M George. *Nanolithography based contacting method for electrical measurements on single template synthesized nanowires*. Nanotechnology, **16**, 2936, 2005.
- [47] Zhu Ji-Hong, Zhang Shu-Ming, Sun Xian, Zhao De-Gang, Zhu Jian-Jun, Liu Zong-Shun, Jiang De-Sheng, Duan Li-Hong, Wang Hai, Shi Yong-Sheng, Liu Su-Ying, e YANG Hui. *Fabrication and Optical Characterization of GaN-Based Nanopillar Light Emitting Diodes*. Chin. Phys. Lett., **25**, 3485, 2008.

- [48] M. C. Wu, A. Aziz, D. Morecroft, M. G. Blamire, M. C. Hickey, M. Ali, G. Burnell, e B. J. Hickey. *Spin transfer switching and low-field precession in exchange-biased spin valve nanopillars*. Appl. Phys. Lett., **92**, 142501, 2008.
- [49] W. Kern e D.A. Puotinen. *Cleaning Solutions Based on Hydrogen Peroxide for Use in Silicon Semiconductor Technology*. RCA Review, **31**, 187, 1970.