

Universidade Federal do Rio Grande do Sul
Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais



**CORRELAÇÃO ENTRE A MORFOLOGIA E O TRANSPORTE DE ELÉTRONS EM
FILMES FINOS DE FERRO**

Bárbara Canto dos Santos

Dissertação de Mestrado
Porto Alegre, agosto 2010.

Universidade Federal do Rio Grande do Sul
Programa de Pós-Graduação em Ciência dos Materiais

**CORRELAÇÃO ENTRE A MORFOLOGIA E O TRANSPORTE DE ELÉTRONS EM
FILMES FINOS DE FERRO¹**

Bárbara Canto dos Santos

Dissertação realizada sob a orientação do Prof. Dr. João Edgar Schmidt, apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciências dos Materiais da Universidade Federal do Rio Grande do Sul em preenchimento parcial dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Ciências dos Materiais.

Porto Alegre

2010

¹ Trabalho parcialmente financiado pela Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (Capes) e pelo Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq).

“Effort doesn’t equal worthiness.”
Adaptado de Gregory House no seriado
House M.D.(6ª temporada).

Agradecimentos

Quero demonstrar a minha gratidão a todos aqueles que ajudaram, participaram, preocuparam-se ou me fizeram crescer no decorrer deste trabalho. Para isto, peço licença e desculpas aos futuros leitores, pois quebrarei o protocolo e não serei formal nos agradecimentos.

A Assis Borges do Canto (*in memorian*): Meu Avô, padrinho, primeiro professor, grande incentivador da busca pela aprendizagem, mas acima de tudo...pai... Obrigada por ter feito de tudo para que eu tivesse a oportunidade de perseguir o que eu quis, novamente faltará alguém para comemorar comigo,...alguém a quem eu agradeço todos os dias pelo que fez pela minha vida profissional e que nem me viu pegar o diploma do Ensino Fundamental.

A Eva Costa do Canto (*in memorian*): Obrigada por ter me ensinado com exemplos que quando se tem um problema o que importa é resolvê-lo. Isto foi determinante para que eu nunca desistisse. Obrigada sempre!

Aos meus Pais: Obrigada por terem me dado a vida, obrigada pelo carinho e atenção.

A Elza Catarina Canto: Mãe, eu nunca pedirei para que você aprove, nem entenda o que me faz dormir tão pouco, sair tão cedo de casa, chegar tarde, estudar, falar pouco contigo ao telefone, não te visitar como você gostaria,...nunca pedirei, apenas acabou que te forcei a aceitar, foi difícil, eu sei,...mas entenda que estou feliz! Obrigada por me ligar de manhã tantas vezes até que eu realmente acorde isto parece pouco, mas para mim é muito e se eu não acordasse cedo....este trabalho não sairia. Obrigada!!

Vera Terezinha do Canto Fialho: Vera,...consequimos mais uma! Mas esta foi mais difícil...foi porque você acabou ficando com raiva do meu mestrado...mas entendo...Obrigada por toda a ajuda sempre, pela compreensão das minhas ausências, aprovações das minhas atitudes, carinho, incentivo e por estar ao meu lado.

Orientar,... Professores são pessoas importantíssimas na nossa vida, eles podem com suas aulas, sua postura mudar muitas coisas em nossas vidas, podem até mudar uma vida. Mas ser orientador é mais que isto! Professores aparecem, orientador a gente escolhe. E ele tem que ser professor, chefe, colega, ao mesmo tempo e ainda tem que tentar descobrir as nossas deficiências e habilidades para poder investir nas habilidades natas. Orientador é aquele que a gente chega chorando porque não sabe para que caminho ir na pesquisa, aquele que a gente discute, aquele que a gente ri junto nos churrascos, nos cafés, aquele que muitas vezes sabe que a gente brigou com o colega só de olhar para nossa cara, aquele que fala o que tem que falar, que critica quando tem que criticar e que mesmo assim a gente sempre vai admirar, aquele que se sente vitorioso com cada vitória nossa...como não ser grata a alguém assim?

Professor João Schmidt: Professor, eu não sei se aquela menina que chegou cheia de sonhos no laboratório chegou a um dia pensar em terminar o mestrado lá, os sonhos mudam, a realidade chega, coisas acontecem, e acabei voltando. Eu sei que eu incomodo, peço dinheiro, peço ajuda, sou nervosa, choro, mas enfim,...faz parte do processo, as coisas têm que acontecer...E eu lhe agradeço toda a compreensão todos estes anos, toda a ajuda, a paciência, a calma e principalmente a confiança! Confiança sempre, em tudo...Obrigada por ter lido linha por linha do meu trabalho, e ter tido o cuidado de marcar todas aquelas imensas correções. Obrigada pela oportunidade, por ter aceitado o meu pedido de me orientar, obrigada por todas as oportunidades que me deu, mesmo quando tudo parecia perdido!

Sílvio Kirst: É difícil falar,...sempre ao meu lado, nem que fosse para criticar, mas sempre ao meu lado. Fazendo o possível e o impossível para ver a minha vitória, ajudando em desenhos, correções de português, o design dos pôsters, a formatação, a ajuda no laboratório, tudo.... Obrigada por cada segundo que você gastou com meu trabalho e comigo, principalmente nos

momentos em que eu estava triste ou nervosa e que você entendeu e ajudou...obrigada por existir na minha vida!

Paulinho: Quem consegue aprender a usar o *sputtering* (de forma adequada) sem você? Obrigada por cada peça consertada, cada fio soldado, cada ensinamento passado, cada refeição, cada café, cada conversa, cada ajuda!

Paulinho, Gervaldo, Betinho e Zé (os garotos da oficina):Obrigada por cada auxílio técnico na hora do desespero ou não!

Luiz Antonio e Guilherme (os garotos da criogenia): Obrigada pelo abastecimento de nitrogênio líquido mesmo quando eu estava com pressa. E obrigada por manterem o nitrogênio gasoso ligado.

Mauro Finn e João Tessaro (os garotos da Eletrônica): Obrigada por todas as soldas nos cabos do MOKE e pela ajuda de sempre!

Marco Boff: Obrigada pelo apoio, ajuda, e principalmente pelo exemplo de luta e persistência!

Ângelo Morrone: Obrigada pelo auxílio relativo aos “mistérios” dos equipamentos, pelas risadas e companhia.

Evgeni Cruz, Cesar Wanke: Obrigada pelos exemplos de perseverança acompanhados de um enorme sorriso mesmo em meio a uma adversidade. Admiro demais vocês, pois quando as coisas iam mal, eu não conseguia rir com a mesma esperança que vocês!!

Marcelo: Talvez quem mais acreditou em mim sempre, mais até que eu...obrigada por entender o quão particular são certas situações da minha vida e sempre me ajudar a melhorar como ser humano, cada dia!

Larissa Ebeling: Lá para mim foi fácil! Fácil ser sua amiga nestes últimos dois anos. Pois seus assuntos me interessam, eu gosto de quando você me conta o que deu errado no estágio, os problemas com a bolsa, psicologia, Freud, Paulo Freire, Vygotsky,...tudo me interessa, me faz crescer...Mas e você? *Sputtering*, nitrogênio, anisotropia, Kerr, luz acesa, vácuo,...e você me ouvia. Tenho certeza que a primeira vez que te falei que iria para o Encontro de Físicos da Matéria Condensada, você pensou no leite condensado,...áreas tão diferentes e mesmo assim você continuou ao meu lado, como sempre a minha melhor amiga.

Aos meus tios José e Marli: obrigada pelo carinho, ajuda e compreensão pelas minhas ausências.

Enio e Reinoldo: Obrigada pelas caronas e ajuda quase sempre com as compras, obrigada pelo incentivo sempre, por acreditarem em mim.

Luiza Seligman: Obrigada pelas infinitas caronas, mesmo em horários esdrúxulos cedo ou tarde, com frio, com risco de gelo, com energético, bolo, pão de queijo...obrigada pela ajuda sempre em tudo que foi possível e até em algumas coisas quase impossíveis...Obrigada pelas risadas e pela companhia!

Janaína Borges: Obrigada pelos ensinamentos relativos às limpezas das amostras, pelas diversas imagens de AFM... pelas risadas, companhia, ajuda sempre!

Julian Geshev: O primeiro orientador a gente nunca esquece...obrigada pelas correções de inglês nos resumos dos Congressos, pelas leituras, dicas de artigos, pelos cafés, companhias, apoio.

Rafael Otoniel: A loucura da vida acadêmica...13 horas diárias no laboratório, acaba fazendo com que a gente conviva com os colegas mais que com amigos, família...obrigada por toda a ajuda sempre, por colocar nitrogênio na máquina quando eu não podia, pelos contatos feitos com sua mão que não tremia, pela ajuda nas medidas, e muito obrigada por durante quase dois anos ter me esperado para que eu não voltasse para casa sozinha por medo quando tinha que sair tarde do campus. Muito Obrigada, sempre!

Rafael (Cica), Rafael Otoniel, Rafael Pires, Luiza, Paulinho: Obrigada por me acompanharem e ou esperarem quando eu tinha medo de chegar ou sair sozinha do campus,...jamais esquecerei o que vocês fizeram...

A Josiane Salazar: Obrigada por ter feito algumas medidas no MOKE, obrigada mesmo!

Sílvio, Paulinho, Luiza, Sabrina: Quando eu queimei a mão e tinha que trabalhar desesperadamente com uma mão só, vocês me ajudaram, ou porque gostam de mim, ou porque sabem o quanto é difícil esta situação, ou as duas coisas,...o que importa é que sinto uma imensa gratidão por isto! E parabênizo vocês pelo gesto de bondade.

Lívia Cunha e Vera Fialho: Obrigada pelas estufas! Se não fossem elas, não imagino como agüentaria as madrugadas e noites frias que passei ou estudando Teoria Eletromagnética, ou escrevendo este trabalho.

Teka: Obrigada pela presença e acompanhamento no meu crescimento profissional, desde o primeiro dia que pisei no Instituto de Física! Agora, veja só...serei mestre e “vamos brincar de quê?”

Lívia Cunha: Tia Lívia! Obrigada pelos bolos e doces maravilhosos que animam meu dia! E pelas orações, desejos de que tudo de certo...

Antonio Azevedo e Alexandre Oliveira: Obrigada pela deposição dos filmes de ferro feitos no Departamento de Física da UFPE.

Thiago Bueno: Obrigada pelas discussões sobre deposições de filmes, pelas dúvidas tiradas sobre as deposições dos filmes de ferro que utilizei neste trabalho, sempre com paciência e atenção, estas discussões foram imprescindíveis para que o mistério RF/DC fosse descoberto e para que minha mente se abrisse para várias idéias de outras amostras a serem feitas, curiosidade por outros métodos de deposição, de análise; e que assim eu evoluísse muito como pessoa e profissional. Mesmo de tão longe você colaborou muito para este trabalho, e eu serei eternamente grata.

Pessoal da Resistividade, em especial Jorge, Fabiano e Lucas: Obrigada pelas risadas, ajuda sempre!

Seu Otelo: Obrigada pelos vários Difratogramas de Raios-x sempre esforçando ao máximo para que eu conseguisse o resultado esperado!

A Capes: Obrigada pelo pagamento da minha bolsa sempre em dia e sem atrasos.

A Propesq, PGCIMAT e Professor João Schmidt: Obrigada pelo dinheiro investido nas minhas viagens a Congressos.

Ao pessoal do LAM - Juliano, Rafael Augusto, Rafael (Cica), Gugu, Julian, Sabrina, Arthur, Artur Difini, Artur Harres, Josi, Deise, Matheus, Gustavo e Thiago: Obrigada pela companhia, pelas risadas, pelos cafês.

Rafael Augusto e Matheus: obrigada pela ajuda dada nos momentos de desespero!

Ao Seu Waldomiro: Obrigada pelo empenho e atenção sempre que necessário!

Ao pessoal da Biblioteca do Instituto de Física e da Secretaria do PGCIMAT (Thaís): Obrigada pela solução de pequenos problemas.

Professora Ruth Schneider(*in memorian*): Obrigada pelos ensinamentos que nunca saem da memória, as dicas que a senhora passou após meu TCC foram seguidos neste trabalho, sinto muito que desta vez a senhora não possa estar presente.

Professora Victória: Obrigada por sempre confiar em mim, pelos conselhos sobre a vida acadêmica, sobre as disciplinas, pelo carinho.

Lúcia Meirelles: Obrigada pela ajuda no que foi necessário, pela companhia e bom humor, sempre!

Walberto Chuvas: Obrigada por tudo que esteve ao teu alcance, porque se estava ao alcance, foi feito!

Melina Bonisson: Obrigada Mel, por me ouvir reclamar do frio, por dividir comigo a tristeza e a frustração por este trabalho parecer nunca ter fim, pelo apoio sempre, pelos seus

pensamentos super positivos sempre! Obrigada por estar na minha vida...mesmo estando tão longe e participando dela há tão pouco tempo!

Raquele Pandolfo: Obrigada por sempre torcer por mim, mesmo longe, mesmo com pouco contato, permanecemos conectadas pelo coração!

Aos que moram longe e aos que moram perto mas mantenho pouco contato: Obrigada por me fazerem acreditar que o importante é o que de bom sentimos pelo outro, que nem sempre é possível dar a atenção a todos, estar com todos em todos os momentos!

Daniel Pires: Obrigada pelas autorizações para compra de ácido sulfúrico.

Jocelito: Obrigada pela atenção e colaboração nas minhas idas no Almoxarifado.

Márcia (secretária do Pró-Reitor): Muito obrigada Márcia, por atender minhas inúmeras ligações desesperadas, sempre com atenção e alegria, nem sei como agradecer.

A todos da Propesq: Obrigada por sempre me tratarem tão bem.

A todos que foram meus professores nas disciplinas, em especial Luiz Fernando Ziebell, Miguel Gusmão, Naira Balzaretto e Altair Sória: Obrigada pelas aulas!

Fernanda Kramer e Francis Rosatto: Desculpe pelas ausências e obrigada pelo carinho e apoio!

Sílvio, Gervaldo, Fabrício e Carlão: Obrigada pelos almoços super bem-humorados, quem se estressa no laboratório de manhã e permanece de mau humor a tarde é porque nunca almoçou conosco!

Marco Boff: Obrigada pela ajuda sempre, e por ser um exemplo de luta!

A Raquel e Fernando Bonatto: Obrigada pela companhia, discussões e por entenderem o quanto certas coisas por aqui são difíceis!

Aos Colegas das disciplinas, em especial César Wancke e Patrícia: Obrigada por serem companheiros nesta jornada!

Professores Ricardo Rego (senhor do saco), Naira Balzaretto, Altair Sória, Cláudio Schneider e Seu Joaquim, Águeda, Jadna, Pablo: Obrigada pelos sorrisos quando cruzávamos pelos corredores.

Os pesquisadores da Indústria Farmacêutica: Obrigada pelo desenvolvimento de medicamentos que nestes dois anos ajudaram na dor no meu pescoço, nas dores de cabeça, nas tendinites e me mantiveram acordada.

Professora Ruth Hinrichs: Obrigada pela ajuda com o GXR, é maravilhoso poder contar com alguém nas horas de dúvida e apuros, obrigada pelo apoio psicológico durante todo o tempo do trabalho.

A Luiza Seligman: Obrigada por ler os agradecimentos e corrigir os erros de digitação.

E para encerrar: Agradeço aqueles que perguntaram se após me formar estava trabalhando na área e eu respondia que sim, estava fazendo mestrado e ouvia aquele: “Só isto? Não trabalha?” Agradeço a vocês porque com isto, tive cada vez mais certeza que o reconhecimento deve partir de nós mesmos e não vir de fora numa sociedade onde se julga que uma pessoa ocupada seja apenas aquela que cuida da família e trabalha fora.

A todos que participaram e participam deste trabalho: O meu sincero agradecimento!!!
Obrigada sempre!

LISTAS DOS TRABALHOS GERADOS A PARTIR DOS RESULTADOS DESCRITOS

Trabalhos apresentados em eventos científicos na forma de pôster:

* Canto, B., Pereira, L.G., Geshev, J.P., Borges, J.G., Salazar, J., Cunha, R.O., Schmidt, J.E.;
Magnetorresistividade em Sistemas Magnéticos Nanoestruturados, *I Workshop CNANO/*
UFRGS, Porto Alegre, Rio Grande do Sul, Brasil, agosto/2009.

* Canto, B., Pereira, L.G., Geshev, J.P., Borges, J.G., Salazar, J., Cunha, R.O., Schmidt, J.E.;
VII Escola Brasileira de Magnetismo, Magnetorresistividade em Sistemas Magnéticos
Nanoestruturados, Natal, Rio Grande do Norte, Brasil, outubro/2009.

* Canto, B., Pereira, L.G., Salazar, J., Cunha, R.O., Schmidt, J.E., Borges, J.G., Azevedo, A.,
XXXIII Brazillian Meeting on Condensed Matter Physics, Resistivity and Magnetoresistivity
in Iron Nanostructures, Águas de Lindóia, São Paulo, Brasil, maio/2010.

* Canto, B., Pereira, L.G., Salazar, J., Cunha, R.O., Schmidt, J.E., Borges, J.G., Azevedo, A.,
XII Congresso de Estudantes de Ciências e Engenharia de Materiais do MERCOSUL,
Correlação entre a Morfologia do Grão e o Transporte de Elétrons em Filmes Finos de Ferro,
Porto Alegre, Rio Grande do Sul, Brasil, julho/2010.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	XI
RESUMO	XIV
ABSTRACT	XV
1 INTRODUÇÃO	1
2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
2.1 O SUBSTRATO DE SILÍCIO (111)	4
2.1.1 Silício Vicinal (111) – Estrutura Cristalográfica	5
2.1.2 Preparação do Substrato: Remoção do Óxido Nativo	6
2.2 DEPOSIÇÃO POR DESBASTE IÔNICO MAGNÉTICO (MAGNETRON SPUTTERING)	7
2.3 MAGNETISMO EM FILMES FINOS	8
2.3.1 Anisotropias Magnética	8
2.4 RESISTIVIDADE ELÉTRICA ANISOTRÓPICA	12
2.5 MAGNETORRESISTÊNCIA	15
2.5.1 Magnetorresistência Anisotrópica	17
2.5.2 Magnetorresistência Anisotrópica em Filmes Finos de Ferro	18
2.6 EFEITO HALL PLANAR	18
3 PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS	20
3.1 APRESENTAÇÃO DAS AMOSTRAS	20
3.2 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS	21
3.2.1 Corte do Substrato	21
3.2.3 Deposição dos Filmes Finos de Ferro	25
3.3 CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA	30
3.3.1 Microscopia de Força Atômica (AFM) – Modo Contato	30
3.4 CARACTERIZAÇÃO MAGNÉTICA	31
3.5 CARACTERIZAÇÃO RESISTIVA E MAGNETORRESISTIVA	33
4 RESULTADOS E DISCUSSÕES	36
4.1 DESCRIÇÃO DAS AMOSTRAS	36
4.2 RESULTADOS DA ANÁLISE MORFOLÓGICA	36
4.2 RESULTADOS DA ANÁLISE MAGNÉTICA	38

4.3 RESULTADOS DO ESTUDO DA RESISTIVIDADE	40
4.4 RESULTADOS DO ESTUDO DA MAGNETORRESISTIVIDADE	41
5 CONCLUSÕES	46
6 PERSPECTIVAS FUTURAS	49
6.1 CONJUNTO DE AMOSTRAS I e II	49
6.2 CONJUNTO DE AMOSTRAS III e IV	50
REFERÊNCIAS	51
ANEXO A - COMPARAÇÃO ENTRE DIFERENTES CONDIÇÕES DE DEPOSIÇÃO DO FILME DE FERRO E SUA RESPOSTA MAGNÉTICA I	
A1 MÉTODO DE DEPOSIÇÃO DIFERENTE	i
A2 ESTRUTURA DE DEGRAUS DOS SUBSTRATOS	iii
A3 DIFERENTES TAXAS DE DEPOSIÇÃO	vi
ANEXO B – ANÁLISE ESTRUTURAL DA AMOSTRA S₆₀	VIII

ABREVIATURAS E SÍMBOLOS

AFM: *Atomic Force Microscopy* (Microscopia de Força Atômica)

AMR: *Anisotropic Magnetoresistance* (Magnetorresistência Anisotrópica)

PHE: *Planar Hall Effect* (Efeito Hall Planar)

Si(111): Silício com direção cristalográfica de corte na direção [111]

Si(100): Silício com direção cristalográfica de corte na direção [100]

RCA: *Radio Corporation of America*

RF: Radio Frequency (Rádio Frequência)

DC: *Direct Current* (Corrente Contínua)

Ag: prata

Au: Ouro

W: tungstênio

MOKE: Magnetômetro Ótico por Efeito Kerr

STM: Scanning Tunneling Microscopy (Microscopia de tunelamento)

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Vista de topo e lateral da estrutura de superfície, com terraços e degraus monoatômicos, de silício monocristalino orientadas nas direções: $\langle 111 \rangle$ (Si(111))³⁷.

Figura 2 – (a) Relação entre o plano atômico (111) e o ângulo de corte (α) de $0,5^\circ$ em relação à direção cristalográfica $[111]$. (b) representação do padrão de degraus na superfície do silício com padrão de degraus onde ϕ é o ângulo azimutal.

Figura 3 – Desenho representativo de um esferóide prolato.

Figura 4 – Curva característica da dependência da resistividade elétrica de um material na presença de um campo magnético externo variável.⁶⁰

Figura 5 – Máscara utilizada na deposição dos filmes finos de ferro que consistiu de uma placa retangular de cobre-berílio de 0,5 mm de espessura e recortada eletroquimicamente conforme o desenho interno da figura (medidas em milímetros).

Figura 6 – Esquema representativo da Lâmina de silício com ângulo de corte, α , com desvio de aproximadamente $\alpha = 0,5^\circ$ na direção cristalográfica $[111]$ e indicação dos planos cristalográficos importantes para a hidrogenização.

Figura 7 – Esquema representativo da limpeza e hidrogenização do substrato de silício, onde estão explicitadas a posição e a direção cristalográfica $[11\bar{2}]$ do mesmo durante a hidrogenização dentro do frasco.

Figura 8 – Esquema ilustrativo do processo de desbaste iônico magnético (*magnetron sputtering*).

Figura 9 – Porta amostra utilizado para a deposição dos filmes finos de ferro.

Figura 10 – Esquema representativo do Microscópio de Força Atômica.

Figura 11 – Representação dos três tipos de Efeito Kerr.

Figura 12 – Diagrama Esquemático do MOKE.

Figura 13 - Para as medidas magnetorresistência os contatos foram feitos entre o fio condutor e a amostra, utilizando cola prata (ver Detalhes das Conexões). A notação representa: as letras A, B, C e D foram utilizadas para designar as direções da corrente aplicada e a direção sobre a qual foi realizada a medida de tensão em relação ao centro do arranjo. Por exemplo: AA significa que os terminais de tensão e de corrente foram instalados na direção A e a corrente flui na direção A; AB corrente aplicada na direção e no sentido A e tensão medida entre os terminais da direção B. Para os resultados de magnetorresistência, a nomenclatura inclui o

ângulo entre o campo magnético aplicado e a corrente, por exemplo, para um ângulo de 45° na configuração AA, a nomenclatura será: AA45°.

Figura 14– (a) Imagem obtida por AFM do substrato de silício (111) hidrogenizado (amostra S₀).

Figura 15 – Imagens topográficas obtidas por AFM das amostras (a) S₆₀ onde se percebe que o padrão dos degraus da S₀ é mantido. (b) S₁₂₀ onde se percebe que os vales são cobertos, mas o que resta da memória do padrão ainda é visível com grãos de ferro na forma alongada e alinhada com os degraus. (c) S₂₄₅ onde o padrão é indefinido e não é possível ver os vales. Neste caso o ferro apresenta formas granulares não alongadas e estão aleatoriamente orientados.

Figura 16-(a) Gráfico polar do campo coercivo das amostras S₆₀, S₁₂₀ e S₂₄₅ como função do campo magnético aplicado. (b) Gráfico polar da magnetização remanente para as mesmas amostras.

Figura 17 – Medidas de magnetorresistência $\left(\frac{\Delta\rho_{AMR}}{\rho_{AMR}}\right)$ para S₆₀, (a) Configuração de medida

AA. Medidas experimentais realizadas nesta configuração: (b) AA 15° apresentando variação na resistividade de 22%. (c) Curva (b) em detalhe. (d) AA 45°, e variação de 30%. (e) Curva (d) em detalhe. (e) AA 90° e 17% de variação. (f) Curva (g) em detalhe.

Figura 18 – Medidas de efeito hall planar $\left(\frac{\Delta\rho_{EHP}}{\rho_{EHP}}\right)$ para S₁₂₀. (a) Configuração de medida

BD. Medidas experimentais realizadas nesta configuração: (b) BD 45° apresentando variação na resistividade de 46%. (c) Curva (b) em detalhe. (d) BD 315°, a variação cai a 26%. (e) Curva (f) em detalhe.

Figura 19 – Medidas de efeito hall planar $\left(\frac{\Delta\rho_{EHP}}{\rho_{EHP}}\right)$ para S₁₂₀. (a) Configuração de medida

AC. Medidas experimentais realizadas nesta configuração: (b) AC 45° apresentando variação na resistividade de 520%. (c) Curva (b) em detalhe. (c) AC 225°, a variação cai a 20%. (d) Curva (e) em detalhe. (f) AC 270° apresentando magnetorresistência positiva de aproximadamente 11,61%, e magnetorresistência negativa de aproximadamente 59,6%. (g) Curva (f) em detalhe.

Figura A1 – Imagens feitas por AFM. (a) amostra depositada por DC-magnetron sputtering. (b) RF-magnetron sputtering.

Figura A2 – Gráfico polar para a variação angular da (a) Coercividade e (b) Remanência das duas amostras.

Figura A3 – Imagens de AFM para os substratos de silício. (a) substrato hidrogenizado no plano $(1\bar{1}0)$. (b) substrato hidrogenizado no plano $(11\bar{2})$

Figura A4 – Imagens de AFM. (a) Filme e ferro crescido sobre o substrato com o padrão de degraus. (b) Filme de ferro crescido sobre o substrato sem o padrão de degraus.

Figura A6 – Curva de histerese peculiar obtida por MOKE para 58° com relação à direção paralela aos degraus na amostra

Figura A7 – Imagens de AFM. (a) Amostra crescida a $0,7 \text{ \AA/s}$ e (b) Amostra crescida a $0,087 \text{ \AA/s}$.

Figura A8 – Curvas de histerese para as duas amostras.

RESUMO

A proposta deste trabalho foi relacionar as características morfológicas com as respostas magnéticas, resistivas e magnetorresistivas de três amostras compostas de filmes de ferro (com espessuras de 60, 120 e 245 Å) depositados, por desbaste iônico magnético, sobre silício vicinal com direção cristalográfica de corte [111]. A caracterização morfológica foi realizada por Microscopia de Força Atômica (AFM) e mostra que até uma determinada espessura o filme fino de ferro cresce de forma a acompanhar a estrutura de degraus do substrato. Curvas de histerese foram obtidas apresentando uma clara anisotropia uniaxial planar que se apresenta maior na amostra de 60 Å. Medidas de resistividade elétrica mostraram que, resistivamente, as amostras são anisotrópicas (com exceção da mais espessa) apresentando menor resistividade nas direções paralelas aos degraus. Medidas de magnetorresistência pelo método padrão de quatro pontas, na amostra de 60 Å, apresentaram valores expressivos na direção paralela aos degraus, que podem ser explicados a partir de modelos já existentes para magnetorresistência anisotrópica (AMR) em amostras policristalinas. Valores expressivos da magnetorresistência foram encontrados para a amostra de 120 Å para configurações em perpendicular (método de van der Paw, onde a corrente flui na direção paralela aos degraus e a voltagem é medida perpendicularmente a eles), que podem ser explicados através do efeito Hall planar (PHE), hoje em dia bastante estudado devido a sua importância na indústria da micro e da nanoeletrônica.

ABSTRACT

In this work, the relationship between the morphological and the magnetic, resistive and magnetoresistive characteristics of three nanostructured samples was studied. These samples were constituted of nanotexturized iron thin films (60, 120 and 245 Å of thickness), deposited by Magnetron Sputtering on vicinal silicon (plane of cut in the [111] direction) composed of patterned plane steps. Morphological characterization was performed by Atomic Force Microscopy (AFM) which shows that up to a certain thickness the iron film grows following the structure of the substrate steps. Hysteresis curves were obtained showing a clear plane uniaxial anisotropy which is higher in the 60 Å sample. Electrical resistivity measurements showed that samples respond anisotropically (except in the thicker one), and present lower resistivity in the direction parallel to the steps. Measurements of magnetoresistance (using the four probes method) in the 60 Å sample showed significant values in the direction parallel to the steps and that can be explained based on existing models for anisotropic magnetoresistance (AMR) in polycrystalline samples. Significant magnetoresistance values were found in the 120 Å sample, in a configuration where the current flows in the direction parallel to the steps using the van der Pauw method. These results can be explained by planar Hall effect (PHE) which, nowadays, is widely studied because of its importance in micro and nanoelectronics industry.

1 INTRODUÇÃO

A Nanotecnologia, nos dias de hoje, tem sido uma área bastante estudada com objetivo de desenvolvimento de produtos em escala industrial. Materiais e objetos que apresentam ou tem componentes com dimensões da ordem de magnitude de 1 a 100 nm (nanométricos) apresentam propriedades elétricas, ópticas, mecânicas e outras, que não são observáveis em sistemas de dimensões maiores que esta e que podem ser exploradas para a construção de nanodispositivos e para uma variedade de outras aplicações.

Um dos ramos de pesquisas, em escala nanométrica, são estudos de materiais magnéticos, de grande importância para a indústria da informática. Dentro destes está o estudo das propriedades elétricas de filmes finos magnéticos metálicos.¹⁻⁵ O interesse nesta área de pesquisas advém de dois fatores: a possível aplicação para a construção de dispositivos envolvendo micro e nanoeletrônica e por ser um problema fundamental de Física da Matéria Condensada.

As pesquisas em filmes finos de ferro depositados sobre substratos de silício (111) (Si(111)) com estruturas de degraus vicinais apresentam características peculiares na morfologia do filme, pois quebram a simetria de superfície do filme. Pesquisas anteriores mostraram que, em casos particulares, a morfologia do filme é anisotrópica apresentando grãos de forma alongada em uma direção (esferóide prolato) e que são fundamentais para determinar o comportamento das propriedades magnéticas do material. Utilizando-se medidas de curvas de histerese magnética, onde se aplica um campo magnético externo e mede-se a resposta magnética da amostra, verificou-se que dependendo da maneira com que tais grãos são crescidos poderiam ser observadas anisotropias magnéticas induzidas.⁶⁻¹¹ Ademais estas, estruturas diferenciadas acima descritas podem influenciar significativamente o transporte eletrônico.

Nos filmes de ferro depositados sobre silício, a condução elétrica é duplamente afetada. Em primeiro lugar, pelos efeitos de forma: quando as dimensões dos grãos nanométricos forem menores que o livre caminho médio eletrônico, estes determinam um novo comprimento do livre caminho médio eletrônico efetivo, modificando desta forma a resistividade do material. Como os grãos não são isotrópicos, este tipo de influência também depende das direções relativas de medida. Em segundo lugar, pelos efeitos da interação spin-órbita que se refletem na magnetorresistência anisotrópica (AMR) que por sua vez pode ter

como consequência a manifestação do efeito Hall planar (PHE). Neste caso, como a magnetização varia com respeito ao campo magnético aplicado, a anisotropia magnética do sistema irá atuar diretamente na condutividade dos filmes. As espessuras dos filmes também influenciam na resistividade.¹²

A influência da estrutura e morfologia de filmes deste tipo na condutividade elétrica foi estudada por Mayadas³, onde o autor salienta a importância de se considerar a fronteira de grão e, portanto seu formato nos estudos sobre condução elétrica em amostras policristalinas. Este estudo serviu de base para a investigação do comportamento da magnetorresistência para filmes finos policristalinos. Rijks¹³ estudou a interferência da anisotropia dos grãos nos efeitos de transporte eletrônico em filmes finos e, posteriormente, Dieny¹⁴ e Rijks^{15,16} estudaram a influência das fronteiras de grãos na magnetorresistência.

Recentemente, o PHE tem recebido uma atenção especial e é de grande importância para a indústria da informática, pois, com base em suas propriedades, é possível construir sensores magnéticos de alta sensibilidade para medição de campo entre eles, sensores de rotação, sensores de rotação de biomoléculas magnéticas marcadas, ou ainda de potenciômetros de contato.¹⁷ Tais sensores seriam construídos com apenas uma camada nanométrica de filme fino ferromagnético, o que atrai a atenção da indústria na construção em escala industrial pela simplicidade da estrutura do material se comparada com outras técnicas de fabricação. Este interesse levou a um aumento significativo no estudo das propriedades de magnetotransporte de filmes finos de materiais ferromagnéticos.^{12, 17-23}

O presente estudo teve como objetivo entender com mais profundidade o comportamento da magnetização, da resistividade e da magnetorresistividade de filmes finos de ferro, depositados sobre silício por desbaste iônico com campo magnético, em função da estrutura dos mesmos. Para tanto, foram depositados filmes finos de ferro em substratos vicinais de Si (111) e feitas caracterizações morfológicas, magnéticas, resistivas e magnetorresistivas.

A seguir, será apresentada a Revisão Bibliográfica sobre a relação da morfologia de filmes finos e suas propriedades magnéticas, resistivas e magnetorresistivas. No Capítulo Três serão apresentados os procedimentos experimentais e um resumo sobre as técnicas utilizadas. No Capítulo Quatro serão mostrados os resultados obtidos e as discussões sobre os mesmos. Os Capítulos Cinco e Seis referem-se à Conclusão e às Perspectivas Futuras da continuidade da pesquisa. No Anexo A serão apresentados alguns resultados obtidos relacionando os parâmetros de preparação de algumas amostras e suas respostas magnéticas, mas para um

estudo mais completo será necessário a confecção e análise de outras amostras. No Anexo B será apresentado o difratograma de Raios-X para uma das amostras e sua interpretação.

2 REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Nestes últimos anos a pesquisa de materiais em escala nanométrica (1-100 nm) tem recebido grande atenção. Este interesse decorre principalmente de fenômenos elétricos, eletrônicos, mecânicos, magnéticos e outros que surgem de estruturas com esta ordem de grandeza e que não são observados em sistemas massivos.

De importância para aplicações na indústria micro e nanoeletrônica, estudos de anisotropias em filmes finos magnéticos depositados sobre substratos de silício tem sido alvo de atenção ultimamente. Dentre estes estudos, filmes finos de ferro com crescimento ordenado de estruturas e padrões nanométricas ganham espaço.^{6-11, 24-36} Neste capítulo será feita a revisão bibliográfica dos assuntos relativos ao estudo de filmes finos de ferro depositados por desbaste iônico magnético (*magnetron sputtering*) sobre substratos vicinais de Si(111) e as suas características morfológicas, magnéticas, resistivas e magnetorresistivas.

2.1 O SUBSTRATO DE SILÍCIO (111)

A utilização de silício puro e de baixa rugosidade em pesquisas envolvendo microeletrônica é hoje em dia, um amplo campo de estudo por meio de conhecimentos já consolidados. O uso do silício monocristalino com orientação cristalográfica [111] (Si(111)), é pouco utilizado, entre outras razões devido a sua alta rugosidade superficial, se comparada à rugosidade do Si(100).^{37,38}

Porém, se a intenção for a de fazer o material magnético crescer numa certa direção (grãos orientados), durante a deposição, o Si(111) é um substrato a ser considerado. Este é o caso da deposição de filmes finos de ferro, como mostram estudos anteriores.⁶⁻¹¹ Em alguns destes estudos, o substrato possui um desvio de aproximadamente 0,5° com o plano (111) criando padrões de degraus na superfície deste, este tipo de substrato é conhecido como silício vicinal.⁶⁻¹¹

2.1.1 Silício Vicinal (111) – Estrutura Cristalográfica

Em um monocristal de silício, cada átomo está ligado a outros quatro átomos por ligações covalentes. A disposição espacial das ligações subseqüentes sofre, sucessivamente, uma rotação de 180° . O resultado deste arranjo espacial é uma estrutura cristalina "tipo diamante". Segundo Munford³⁷ a superfície do Si (111) quase ideal apresenta anisotropias superficiais não observadas na superfície do Si (100) onde os átomos de silício apresentam apenas uma ligação pendente. Por outro lado, devido à estrutura do silício, as extremidades dos terraços monoatômicos (vértice superior dos degraus) na superfície Si (111) são ocupadas por átomos com uma ou duas ligações pendentes, conforme a direção cristalográfica que o terraço termina. Estas anisotropias presentes na superfície do Si (111) é que viabilizam a produção de degraus monoatômicos. (Ver Figura 1).

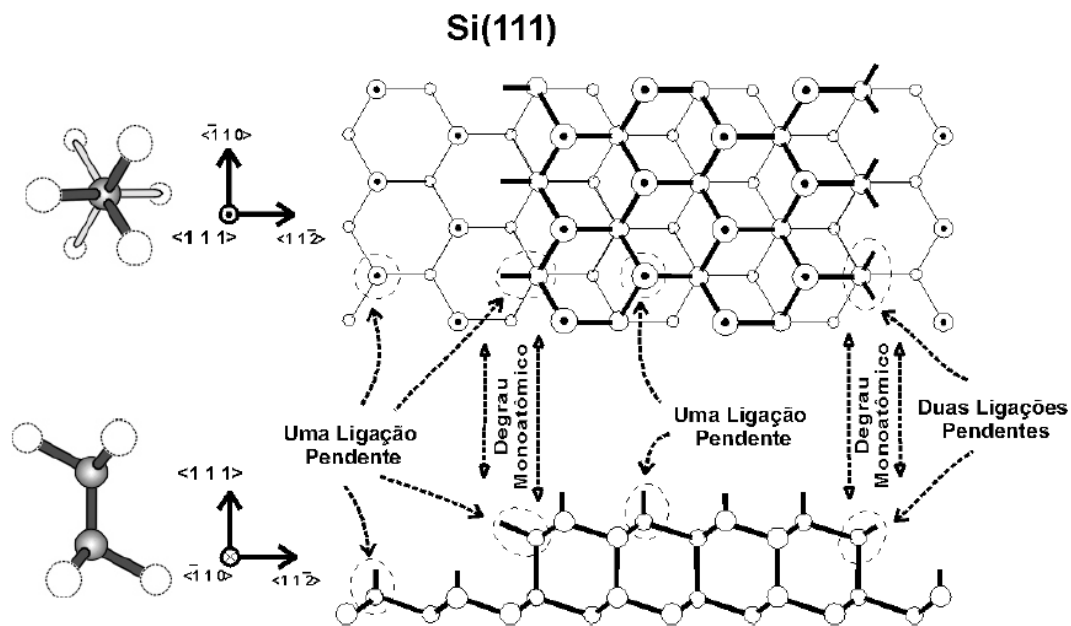


Figura 1 – Vista de topo e lateral da estrutura de superfície, com terraços e degraus monoatômicos, de silício monocristalino orientadas nas direções: $\langle 111 \rangle$ (Si(111))³⁷.

Na Figura 2 (a), é mostrada a relação entre o plano atômico(111) e o plano de corte do silício. Na Figura 2 (b) é apresentada a superfície do silício, com o padrão de degraus empilhados devido à combinação entre o desvio do ângulo de corte e o ângulo azimutal.

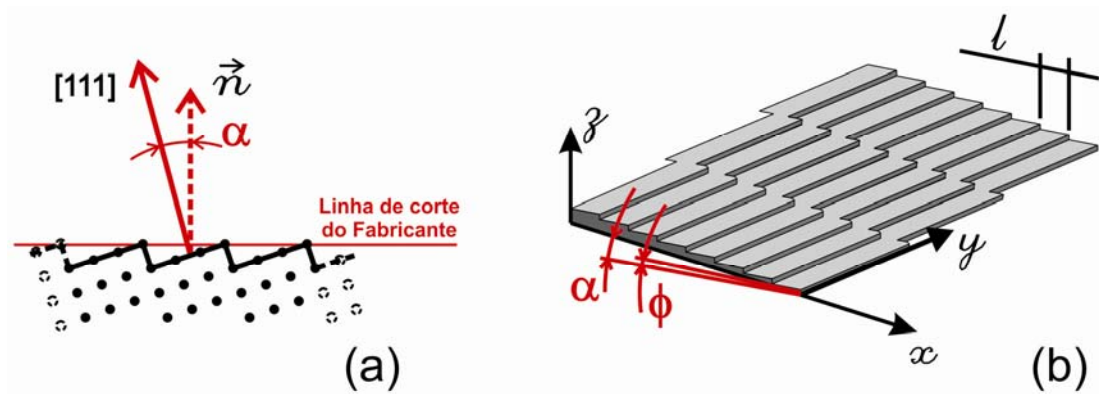


Figura 2 – (a) Relação entre o plano atômico (111) e o ângulo de corte (α) de $0,5^\circ$ em relação à direção cristalográfica $[111]$. (b) representação do padrão de degraus na superfície do silício com padrão de degraus onde ϕ é o ângulo azimutal.

2.1.2 Preparação do Substrato: Remoção do Óxido Nativo

Para que a estrutura cristalográfica acima descrita (com terraços atômicos) seja exposta, é necessário que a camada de óxido nativo (aproximadamente 200\AA de espessura) que é criado logo após o corte destas lâminas na indústria devido à exposição da superfície ao ambiente, seja removida.

Antes da retirada do óxido, é necessário que se remova as contaminações orgânicas da superfície da lâmina de silício, utilizando a primeira etapa da limpeza *RCA*³⁹, padrão utilizado pela indústria de semicondutores, e desenvolvido pela empresa *Radio Corporation of America*. Esta etapa consiste em aquecer o substrato a 80°C em uma solução de 1:4 de peróxido de hidrogênio (H_2O_2) e ácido sulfúrico (H_2SO_4). O processo de limpeza *RCA* pôde ser aplicado de forma simplificada, pois lâminas de silício produzidas em escala industrial não possuem contaminações metálicas.

A limpeza *RCA* completa é bastante utilizada para a limpeza e passivação da superfície de Si (100) .³⁹ Já para o Si (111) , existem alguns procedimentos que permitem passar a superfície com terminações de hidrogênio. Vamos entrar em detalhes em apenas um destes procedimentos.

O procedimento de limpeza e hidrogenização em que a geração de defeitos superficiais é menor para a retirada do óxido, consiste em mergulhar o substrato (já limpo de contaminações orgânicas) em uma solução de Fluoreto de Amônio, NH_4F , que é previamente

desoxigenizada durante 20 minutos por borbulhamento com argônio, onde o oxigênio diluído na solução é removido por arraste^{37, 40}. O substrato é colocado com o plano $(\bar{1}\bar{1}0)$ para baixo, tomando os cuidados descritos na Seção 3.2.2. O recipiente deve ficar aberto o mínimo tempo possível para que não ocorra a incorporação do oxigênio no líquido. O substrato fica imerso na solução até atingir o equilíbrio dinâmico, que pode ser visto macroscopicamente pelas bolhas formadas na parte amorfa do substrato de silício, isto é, no lado oposto ao lado polido da bolacha de silício.⁴⁰⁻⁴⁴ Experimentos preliminares mostram que a superfície é composta por mono-hidretos de silício ($\text{H-Si}\equiv$). Detalhamento das bolhas formadas, informações sobre os experimentos preliminares, considerações sobre a hidrogenização utilizando Ácido Fluorídrico (HF) e maiores informações podem ser encontradas na referência 37.

O modelo que explica a formação dos mono-hidretos de silício em escala molecular foi desenvolvido por Allongue e colaboradores.⁴¹

2.2 DEPOSIÇÃO POR DESBASTE IÔNICO MAGNÉTICO (MAGNETRON SPUTTERING)

Devido a sua maior facilidade de uso em produção em larga escala acompanhada de altas taxas de deposição e boa reprodutibilidade na indústria, hoje em dia a técnica de deposição de filmes finos por desbaste iônico (*sputtering*) tem sido a mais utilizada pela indústria e pelos laboratórios de pesquisa.⁴⁵

Para o estudo de propriedades térmicas e óticas, por exemplo, mostra-se necessário o estudo das propriedades estruturais e morfológicas do filme fino. Muitas pesquisas têm sido feitas para a comparação das características estruturais, tanto para comparar filmes depositados por diferentes técnicas de deposição, quanto para comparar apenas filmes depositados por desbaste iônico magnético aplicado, mas, porém utilizando dois processos diferentes: radiofrequência (RF) e corrente contínua (DC). A caracterização que é feita através de Espectroscopia de Absorção de Raios-X na maioria dos resultados mostra claramente que existe uma diferença entre tais filmes, pois os depositados por DC apresentaram estrutura não organizada formado por grãos e os depositados por RF apresentaram estrutura cristalina.^{46,47}

Nanoestruturas auto-organizadas de ferro e suas propriedades magnéticas vêm sendo estudadas desde a década de 1990.^{29-32, 34-36} Geralmente, utiliza-se condições especiais de deposição para induzir anisotropias, resultando em filmes com propriedades magnéticas

diferenciadas. A indução de uma anisotropia uniaxial, direcionando o crescimento dos grãos de filmes finos de ferro sobre substratos nanoestruturados vem sendo um ramo promissor de pesquisas atuais por serem úteis para a gravação magnética de dados uma vez que dados podem ser gravados em mídias magnéticas de altas densidades^{6-11, 24-28, 29-36, 48}. Referente ao ferro foram encontradas propriedades e comportamentos com relação aos valores de campo coercivo e de magnetização remanente, consequência da indução do crescimento do filme durante a deposição. Curvas de histerese invertidas⁶, reorientação magnética e boa qualidade do filme⁴⁹, anisotropia uniaxial induzida³², foram encontrados sobre filmes finos de ferro depositados em substratos de Si (111)⁶⁻¹¹, Ag(001)^{29, 36}, Au (001)²⁹, W(110)³⁰ e W (001)³¹⁻³⁴.

O crescimento de ferro sobre substratos vicinais usando desbaste iônico tem por objetivo a obtenção de filmes finos que apresentem anisotropia magnética uniaxial devido a uma direção preferencial de crescimento do material depositado. Tal crescimento é uma tarefa desafiadora, pois depende tanto da qualidade e condições de preparação do substrato (como corte e limpeza) quanto das condições de deposição (temperatura, pressão de base e limpeza da câmara de vácuo).³³

2.3 MAGNETISMO EM FILMES FINOS

2.3.1 Anisotropias Magnética

O termo Anisotropia Magnética significa que as propriedades magnéticas variam dependendo da direção que elas são medidas em relação às estruturas e morfologias presentes nos materiais. Quando o material apresenta o mesmo comportamento magnético em todas as direções diz-se que ele é magneticamente isotrópico. Algumas propriedades, induzidas ou não, mas relacionadas com a disposição espacial, podem ou não favorecer uma orientação preferencial para magnetização espontânea. Uma forma de observar a anisotropia magnética é através de medidas de curvas de histerese, analisando a forma destas curvas juntamente com parâmetros extraídos delas como campo coercivo, magnetização remanente e magnetização de saturação. A direção onde o campo de saturação é menor é a direção conhecida como eixo fácil magnético.^{50,51}

Existem as anisotropias intrínsecas ao material e as induzidas. A única intrínseca é a Anisotropia Magnetocristalina, que é consequência da estrutura cristalina. As Anisotropias extrínsecas são a Anisotropia de Forma e a Anisotropia Magnetoestática, sendo que a primeira

faz com que a magnetização recaia sobre o plano do filme pela grande diferença entre as dimensões no plano e perpendicular a ele, e a segunda está relacionada com distorções da rede cristalina.⁵⁰ A seguir discutiremos em mais detalhe a anisotropia cúbica magnetocristalina e a anisotropia de forma, pertinentes para filmes finos de ferro.

2.3.1.1 Origem das Anisotropias Magnéticas

Segundo Vleck⁵², as forças entre os átomos que são primariamente responsáveis pelo ferromagnetismo são as forças de intercâmbio. Contudo, elas não conduzem a nenhuma anisotropia, pois tais forças dependem apenas do ângulo entre os spins e não da forma ou da orientação espacial da rede cristalina.⁵² A origem física da anisotropia magnética pode ser dividida em duas partes:

1) **Acoplamento spin-órbita:** é o responsável pela anisotropia magnetocristalina e magnetoelástica, e é representada por (1)⁵³:

$$\hat{H}_{LS} = \lambda_{LS} (\vec{L}_i \cdot \vec{S}_i) \quad (1)$$

onde λ_{LS} é um termo que depende essencialmente da derivada do potencial central (independente do spin) em relação a r , e \vec{L}_i e \vec{S}_i são os momentos angulares e de spin respectivamente. A discussão completa e o tratamento matemático são encontrados na referência 53.

Este acoplamento possui caráter de longo alcance e depende da forma geométrica da amostra. Em suma, a interação spin-órbita acopla o momento magnético total com os orbitais cristalinos.

2) **Acoplamento Dipolar:** responsável pela anisotropia de forma e é representada por (2)⁵³:

$$\hat{H}_d = \frac{1}{4\pi\epsilon_0 R_{ij}^3} \left[\vec{S}_i \cdot \vec{S}_j - \frac{3}{R_{ij}^2} (\vec{S}_i \cdot \vec{R}_{ij}) (\vec{S}_j \cdot \vec{R}_{ij}) \right] \quad (2)$$

onde ϵ_0 é a constante de permissividade elétrica do vácuo ($8,85 \cdot 10^{12} \frac{F}{m}$), R_{ij} é a distância entre dois spins com momentos \vec{S}_i e \vec{S}_j , localizados nos sítios i e j , respectivamente da rede cristalina.

No caso de filmes finos, a contribuição da anisotropia de superfície, devido à quebra de simetria do sistema, é comparável à anisotropia magnetocristalina devido a parte massiva.^{50,51}

2.3.1.2 Anisotropia Cúbica Magnetocristalina

Esta anisotropia se deve principalmente ao acoplamento spin-órbita dos elétrons, pois devido a esta interação, o campo magnético externo necessário para saturar o material depende de sua orientação em relação aos eixos cristalinos. Tal acoplamento é tão forte que mantém os spins da vizinhança, paralelos ou antiparalelos (interação entre os spins do elétron e o campo elétrico gerado pelos íons do cristal), por isto que existem certas direções mais fáceis de magnetizar, os eixos fáceis.⁵⁰⁻⁵³

A energia associada é isotrópica, e depende apenas do ângulo existente entre os spins adjacentes e pode ser expressa em forma de expansão por série de potências⁵⁰:

$$E_a = K_1 \cos^2 \phi + K_2 \cos^4 \phi + \dots \quad (3)$$

Geralmente o primeiro termo já é uma boa aproximação nos casos em que K_2 é pequeno se comparado a K_1 . Em materiais cúbicos como o ferro, por exemplo, a anisotropia magnetocristalina deve ser expressa em termos dos cossenos diretores da magnetização com relação aos eixos cristalinos ($\alpha_1 + \alpha_2 + \alpha_3$) e existem muitas direções para as quais a energia tem o mesmo valor, devido à alta simetria destes eixos. Nestes casos a energia pode ser expressa como⁵⁰:

$$E = K_0 + K_1 (\alpha_1^2 \alpha_2^2 + \alpha_2^2 \alpha_3^2 + \alpha_3^2 \alpha_1^2) + K_2 \alpha_1^2 \alpha_2^2 \alpha_3^2 \dots \quad (4)$$

Onde K_0 , K_1 , K_2 , são constantes de anisotropia cúbica do material e expressas em ergs/cm³. Geralmente K_0 e K_2 são desconsiderados porque o primeiro independe do ângulo e o segundo por ser pequeno comparado com os demais termos.

2.3.1.3 Anisotropia de Superfície

Em filmes finos a proporção de átomos que constituem a superfície é muito maior do que em materiais massivos. Os átomos que compõem a superfície possuem uma energia diferente com relação aos átomos internos do material. Logo, as camadas atômicas nas vizinhanças das superfícies possuem propriedades magnéticas distintas daquelas que estão no

volume da amostra devido à quebra de simetria. Verifica-se experimentalmente que para filmes finos essa anisotropia de superfície se manifesta como anisotropia uniaxial, e depende do ângulo entre a magnetização e a normal do filme, como pode ser visto na expressão (5) 33, 50,51.

$$E = - K \cos^2 \phi \quad (5)$$

Onde E é a energia que depende da orientação da magnetização, ϕ é o ângulo entre a magnetização e a normal do filme e K é a constante de anisotropia que determina a intensidade desta.

Por definição, uma constante de anisotropia positiva descreve o caso de uma direção preferencial da magnetização perpendicular ao plano da camada. A energia de anisotropia K definida por unidade de volume inclui todas as contribuições das várias fontes e é a chamada anisotropia efetiva K_{eff} . Geralmente, levam-se em consideração as contribuições de volume e de superfície e que pode ser escrita como⁵⁰:

$$K_{eff} = K_v + \frac{2 K_s}{t} \quad (6)$$

Onde t é a espessura do filme, K_v a constante de anisotropia devido ao volume e, K_s é a anisotropia devido à superfície.

2.3.1.4 Anisotropia de Forma ou Magnetoestática

A anisotropia de forma, ou magnetoestática, origina-se de um campo antiparalelo à magnetização. Tal campo surge porque a condição de alinhamento para todos os momentos magnéticos (que procuram minimização de energia) faz com que o comportamento da amostra pareça ter cargas magnéticas nas extremidades do material gerando um campo contrário, chamado campo desmagnetizante. Este campo desmagnetizante (7) e sua intensidade estão vinculados ao inverso das dimensões da direção a que se refere, e depende apenas da geometria da amostra, por isto é uma anisotropia muito expressiva em amostras tipo filmes finos. O campo desmagnetizante é dado por:

$$H_d = N_d M \quad (7)$$

Onde N_d é o coeficiente de desmagnetização (dependente das dimensões do sistema) e M a magnetização.

A energia magnetoestática está relacionada com o campo desmagnetizante e é:

$$E_{ms} = \frac{1}{8\pi} \int H_d^2 dv \quad (\text{em ergs}) \quad (8)$$

onde a integração é feita em todo o espaço e dv é o elemento de volume.

A Figura 3 mostra o esferóide prolato, que como se pode perceber é uma esfera alongada com $a=b<c$.

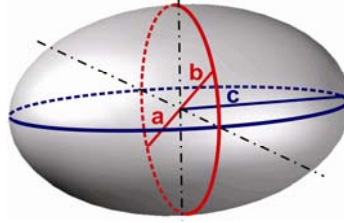


Figura 3 – Desenho representativo de um esferóide prolato.

Os fatores desmagnetizantes para uma amostra esferóide magnetizada na direção de c são dados por (Stoner⁵⁴ e Osborn⁵⁵)

$$N_c = \frac{4\pi}{r^2 - 1} \left(\sqrt{\frac{1}{r^2 - 1}} \ln \left(r + \sqrt{r^2 - 1} \right) - 1 \right) \quad (9.1)$$

$$N_a = N_b = \frac{4\pi - N_c}{2} \quad (9.2)$$

Então a energia pode ser escrita como:

$$E_{prolato} = -K_u \left(\frac{\vec{M} \cdot \vec{u}}{M} \right), \text{ onde} \quad (9.3)$$

$$K_u = -\frac{1}{2} (N_b - N_c) M^2 \quad (9.4)$$

onde K_u é a constante de anisotropia do termo da anisotropia uniaxial devido a forma do esferóide prolato.

2.4 RESISTIVIDADE ELÉTRICA ANISOTRÓPICA

A resistividade elétrica da maioria dos metais à temperatura ambiente é dominada por colisões dos elétrons de condução com fônons da rede cristalina. Uma grandeza importante para o tratamento da resistividade elétrica é o tempo de relaxação médio (10), que corresponde ao tempo entre duas colisões sucessivas.⁵⁷

O tempo de relaxação médio é dado por:

$$\frac{1}{\tau} = \frac{1}{\tau_L} + \frac{1}{\tau_d} \quad (10)$$

onde τ_L e τ_d são os tempos médios entre colisões para o espalhamento por fônons e por defeitos na rede, respectivamente. O espalhamento por defeitos na rede é independente do espalhamento por fônons e domina a resistividade apenas para temperaturas próximas ao zero absoluto.

Medir resistividade elétrica consiste em aplicar uma corrente e medir a diferença de potencial. O modelo aceito para descrever a resistividade de um material é o Modelo de Duas Correntes de Mott. Este considera a existência de dois canais de condução para os elétrons, um para cada estado de *spin*. A densidade de corrente para cada canal depende quase que absolutamente da densidade de estados dos elétrons de condução. A cada canal de condução é associada uma resistividade que pode ser representada como:

$$\frac{1}{\rho} = \frac{1}{\rho^\uparrow} + \frac{1}{\rho^\downarrow} \quad (11)$$

onde ρ^\uparrow é a resistividade devido aos *spin-up* e ρ^\downarrow é a resistividade devido aos *spin-down*.

A relação entre o campo elétrico (\vec{E}) e a densidade de corrente local (\vec{j}) é:

$$\vec{E} = \vec{\rho} \vec{j} \quad (12)$$

onde ρ é o tensor resistividade elétrica e depende do material e das dimensões do mesmo, assim como da direção do campo elétrico aplicado. Para o caso geral ρ é um tensor.^{57,58}

O Modelo de Drude é a teoria da condução elétrica e térmica nos metais descrevendo estes como um gás de elétrons, utilizando a teoria cinética dos gases. A expressão do Modelo de Drude para representar a resistividade em um metal é obtida supondo que os elétrons de condução formam um gás livre, e é dada por:⁵⁷

$$\rho = \frac{m}{ne^2\tau} \quad (13)$$

onde ne é a densidade de carga transportada, τ o tempo de relaxação, e/m entra na equação porque a aceleração para um dado campo elétrico é proporcional à carga e inversamente proporcional à massa.

Quando a medida de resistividade em uma amostra apresenta valores distintos em direções diferentes desta amostra, temos a resistividade anisotrópica.

A teoria de Fuchs¹ explica o fato de, em filmes finos de metais alcalinos, a resistividade ser maior do que no *bulk*, e aumentar rapidamente quando a espessura diminui

devido a existência de condições de contorno impostas pela superfície além do espalhamento ordinário existente nos materiais *bulks*. O resultado de Fuchs foi: ^{1,13}

$$\rho = \rho_i \left[1 - \left(\frac{3}{2\kappa} \right) (1-p) \int_1^{\infty} \left(\frac{1}{t^2} - \frac{1}{t^5} \right) \frac{1 - e^{-\kappa t}}{1 - p e^{-\kappa t}} dt \right]^{-1} \quad (13)$$

onde $\kappa \equiv \left(\frac{a}{l_i} \right)$ é a razão entre a espessura a do filme e o livre caminho médio intrínseco do elétron l_i e p é um parâmetro completamente fenomenológico que é a probabilidade que um elétron terá de refletir specularmente em consequência do espalhamento proveniente da superfície, e possui valores de 0 a 1. Segundo Mayadas³, a menor resistividade é encontrada em filmes policristalinos e o valor de $p \sim 0$, enquanto que para filmes epitaxiais o valor $p \sim 0,5$.

Mayadas³ propôs um modelo para explicar a resistividade em filmes policristalinos, fazendo algumas simplificações que permitem que o problema do espalhamento para casos de fronteiras de grãos de diferentes tamanhos, formas e orientações seja explicado. Segundo ele, os filmes depositados por evaporação ou desbaste iônico não são isotrópicos, mas tendem a crescer em colunas com o eixo maior perpendicular ao plano do filme (são as fronteiras consideradas). A proposta se baseia em dois tipos de fronteiras de planos espaçados aleatoriamente, umas paralelas ao campo elétrico e outras perpendiculares, propôs ainda que o potencial que descreve a fronteira de grão é suave e de curto alcance, então os planos de fronteiras paralelas apresentam uma reflexão especular.^{3,59} O problema permanece em encontrar a resistividade causada pelo espalhamento proveniente de uma série de reflexões parciais (provocados pela cristalinidade do filme) que ocorrem simultaneamente com o espalhamento de fundo isotrópico que é causado pelos defeitos da rede cristalina e fônons. Isto foi resolvido assumindo que uma fronteira de grão pode ser representada por um tipo simples de potencial de curto alcance e suave. Sendo assim, os estados dos elétrons podem ser escritos como estados de elétrons livres. Conclui que a contribuição do espalhamento pela fronteira de grão é de fato dominante sobre as outras duas: a contribuição isotrópica descrita pelo tempo de relaxação e a contribuição devido a superfícies externas. Mayadas escreve então, a relação entre a resistividade dependente da fronteira de grãos (ρ_g) e a resistividade dependente do parâmetro p (ρ_p) que pode ser descrita com a expressão (14):

$$\frac{\rho_g}{\rho_p} = 1 + \frac{1}{3}\alpha, \quad \alpha \ll 1$$

$$\frac{\rho_g}{\rho_p} = \frac{4}{3}\alpha, \quad \alpha \gg 1 \quad (14)$$

$$\text{Onde } \alpha = \frac{l_0 R}{d(1-R)}$$

onde l_0 é o livre caminho médio de fundo, R é o coeficiente de reflexão e d é a separação média entre os planos aleatórios supostos no modelo e p é o parâmetro fenomenológico proveniente da Teoria de Fuchs-Sondheimer.^{1,2}

Rijks¹³ combinou a teoria de Fuchs-Sondheimer^{1,2} e o Modelo de Mayadas³ para mostrar que, em amostras de Ni₈₀Fe₂₀, possuíam tamanho de grão menor e, conseqüentemente, mais fronteiras de grãos do que as amostras de Cu (todas crescidas em *buffer* de Ta), ainda postulou que a resistividade dependia, neste caso, mais da quantidade de fronteiras de grão do que da dependência do *spin* para o espalhamento. Ele então mostrou que a média do tamanho de grão das amostras de Ni₈₀Fe₂₀ era significativamente menor do que o livre caminho médio intrínseco, isto leva a considerar o fato de que as fronteiras de grão se tornam fontes importantes de espalhamentos, mas resultam em outro termo a ser considerado ao analisar o livre caminho médio. Nesta análise foi assumido um espalhamento de elétrons difusos e o livre caminho médio é tomado como:

$$\frac{1}{\lambda} = \frac{1}{\lambda_g} + \frac{1}{\lambda_i} \quad (15)$$

onde λ_g é o livre caminho médio devido as fronteiras de grão e λ_i é o livre caminho médio intrínseco.

2.5 MAGNETORRESISTÊNCIA

Quando um campo magnético é aplicado a uma amostra da qual se está medindo a resistividade, ocorrem dois fenômenos básicos: 1) a mudança na resistividade elétrica, a qual chamamos de magnetorresistência, que ocorre devido ao fato que, quando um campo magnético é imposto, os livres caminhos médios dos elétrons tornam-se curvados e, portanto, aumentados, não exatamente na direção do campo elétrico aplicado; 2) a indução de uma tensão na direção perpendicular ao campo magnético aplicado à corrente, denominada de Efeito Hall, este último é originado pela força de Lorentz, que tende a curvar as trajetórias

eletrônicas, os elétrons da sua trajetória original. Por conta deste fenômeno, com o tempo, cargas negativas acumulam-se no material na direção transversal à direção do campo elétrico aplicado e também na direção do campo magnético aplicado e, simetricamente, para cargas positivas. Os excessos de cargas positivas e negativas geram um sistema no qual o material se comporta como se fosse um capacitor de placas paralelas. Quando a força de Lorentz curva as trajetórias eletrônicas, cria-se um campo elétrico transversal à direção da corrente elétrica para compensar a deflexão destas trajetórias. Aparecerá então um campo elétrico perpendicular formado pelos campos externos que é o chamado campo Hall e que gera uma voltagem Hall. A componente desta voltagem que depende da magnetização, é o chamado efeito Hall anômalo ou extraordinário.^{60,61}

O modelo que melhor explica a magnetorresistência é o Modelo de Duas Correntes de Mott. (Ver Equação 11).

Como já foi mencionado, a resistividade espontânea é representada por um tensor que é escrito como:⁶¹

$$[\rho_{ij}] = \begin{pmatrix} \rho_{\perp} & -\rho_{EH} & 0 \\ \rho_{EH} & \rho_{\perp} & 0 \\ 0 & 0 & \rho_{\parallel} \end{pmatrix}$$

onde ρ_{\parallel} e ρ_{\perp} são as medidas de resistividades paralelas e perpendiculares à magnetização, e ρ_{EH} é a resistividade devido ao efeito hall extraordinário.

Este tensor é composto por dois dos principais tipos de magnetorresistência: o efeito Hall extraordinário que são as componentes não diagonais do tensor $[\rho_{ij}]$ e têm origem nas forças de Lorentz; e a magnetorresistência anisotrópica, que são as componentes diagonais do tensor em questão. A origem do efeito está na interação spin-órbita que provoca uma mistura anisotrópica das sub-bandas do *spin-up* e do *spin-down* fazendo com que esta mistura seja mais importante na direção paralela à magnetização local do que na direção perpendicular¹⁴. Existe então uma relação espacial entre o fluxo de corrente e o campo magnético externo.

Outros dois principais tipos de magnetorresistência são os efeitos válvula de spin, onde o campo magnético externo muda a configuração magnética de um dos canais e a resistividade depende da orientação relativa entre o elétron e a magnetização, e o efeito Hall planar que, apesar do nome, não está relacionado com as componentes não diagonais do tensor resistividade e sim, é uma consequência da magnetorresistência anisotrópica.

2.5.1 Magnetorresistência Anisotrópica

A dependência da resistividade com o ângulo ϕ entre o campo magnético aplicado e a corrente é: ⁶¹

$$\rho = \left[\frac{(\rho_{\parallel} + 2\rho_{\perp})}{3} \right] + (\rho_{\parallel} - \rho_{\perp}) \left(\cos^2 \phi - \frac{1}{3} \right) \quad (16)$$

onde ρ_{\parallel} é a medida de resistividade na direção paralela à magnetização e ρ_{\perp} é a medida de resistividade na direção perpendicular a magnetização.

Quando a mudança na resistividade depende do ângulo em que o campo magnético é aplicado e a direção em que a corrente flui, temos a Magnetorresistência Anisotrópica, que é medida por:

$$\frac{\Delta\rho}{\rho} = \frac{[R(H) - R(0)]}{R(0)} \quad (17)$$

onde $R(H)$ é a resistência com campo magnético máximo aplicado e $R(0)$ é a resistência para campo aplicado idêntico ao campo coercivo.

Uma forma de abordar a magnetorresistência é utilizar a expressão fenomenológica de campo elétrico generalizado: ⁶¹

$$\vec{E} = \rho_{\perp} \vec{j} + \frac{(\rho_{\parallel} - \rho_{\perp}) \vec{M}}{M^2} + \rho_{EH} \vec{M} \times \vec{j} \quad (18)$$

onde ρ_{\parallel} e ρ_{\perp} são as medidas de resistividades paralelas e perpendiculares a magnetização, \vec{j} é a densidade de corrente, ρ_{EH} é a resistividade devido ao efeito Hall extraordinário e \vec{M} é a magnetização.

Na Equação (18), o primeiro termo é a componente de origem ôhmica e transversal do campo elétrico, sendo o segundo termo o responsável pela magnetorresistência anisotrópica (AMR) e o terceiro termo responsável pelo efeito Hall extraordinário. ⁶⁰⁻⁶²

Fenomenologicamente, o efeito AMR pode ser interpretado como o resultado da interação entre a densidade de corrente elétrica (elétrons de condução) e a magnetização. Experimentalmente estas medidas apresentam, em geral, a forma representada na Figura 4.

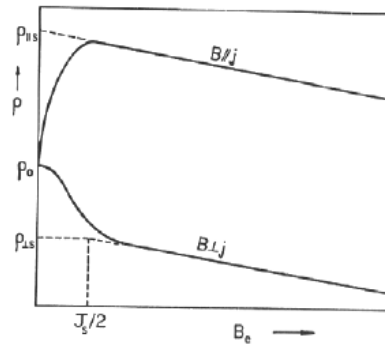


Figura 4 – Curva característica da dependência da resistividade elétrica de um material na presença de um campo magnético externo variável.⁶⁰

2.5.2 Magnetorresistência Anisotrópica em Filmes Finos de Ferro

Apesar de ser um assunto cujos estudos iniciaram-se há décadas, a magnetorresistência anisotrópica ainda é uma área pouco explorada. O estudo deste fenômeno em filmes finos de ferro está apenas no início. Considerando filmes finos de ferro depositados em substratos vicinais, em geral, pode-se dizer que estes crescem morfologicamente anisotrópicos sobre os substratos e, portanto, são induzidos a apresentarem uma anisotropia magnética uniaxial.^{6-10, 63,64} Valores encontrados para AMR nestes casos não ultrapassam os 0,2%⁶⁵, outros trabalhos afirmam haver independência do valor da magnetorresistência^{66,67} das variações da espessura dos filmes finos e outros confirmam ainda a falta de simetria do efeito atribuindo às possíveis tensões geradas entre a interface substrato/filme.¹⁸

2.6 EFEITO HALL PLANAR

O efeito Hall planar em filmes finos não tem relação com o efeito Hall e é uma mera consequência da magnetorresistência anisotrópica.⁶¹

Quando uma corrente é aplicada numa direção da amostra, por esta ser morfologicamente e magneticamente anisotrópica, uma tensão será induzida em todas as direções. Mas dependendo destas características anisotrópicas, algumas direções terão um valor maior de tensão induzida. Quando a tensão é medida perpendicularmente a direção da corrente aplicada e a magnetização estiver no plano da amostra prevê-se um campo elétrico que é escrito por:

$$E_y = \frac{1}{2}(\rho_{\parallel} - \rho_{\perp}) \sin(2\phi) j_x \quad (19)$$

onde E_y é a componente do campo elétrico perpendicular à direção da corrente aplicada (na direção x) e os demais parâmetros são os mesmos identificados anteriormente.

O efeito Hall planar é um dos melhores métodos experimentais para estudar o processo de magnetização reversa, uma vez que é uma função sensível da direção da magnetização.¹⁹

O interesse neste efeito provém do fato de que pode ser usado para construir sensores magnéticos de alta sensibilidade, para medição de campo, sensores de rotação de biomoléculas magnéticas marcadas, sensores de rotação ou potenciômetros de contato.¹⁷⁻²³

Os estudos feitos em filmes finos de ferro depositados sobre substratos vicinais são recentes e concluem que o efeito Hall planar sofre interferência da anisotropia cúbica²⁰ e da vicinalidade do substrato. A investigação de filmes finos de ferro crescidos sobre substratos vicinais de GaAs apresenta resultados promissores para a construção de dispositivos de memória quaternária, usando apenas uma camada de material ferromagnético e a temperatura ambiente.¹⁹

3 PROCEDIMENTOS EXPERIMENTAIS

Neste capítulo serão apresentados os procedimentos experimentais utilizados na preparação e caracterização das amostras e um resumo sobre as técnicas empregadas. As amostras foram caracterizadas morfológicamente por AFM, magneticamente por magnetometria ótica por efeito Kerr, resistivamente e magnetorresistivamente pelo método de quatro pontas e pelo método van der Paw.⁶⁸

O capítulo está disposto em cinco seções. Na seção 3.1 serão apresentadas as amostras e na seção 3.2 o processo de preparação destas que é dividido em: procedimento utilizado para a preparação dos substratos e, deposição dos filmes finos de ferro. Nessa mesma seção também será apresentado o processo de hidrogenização dos substratos de forma resumida e o desbastamento iônico magnético (*magnetron sputtering*), técnica utilizada para a deposição dos filmes aqui estudados. Na seção 3.3 será apresentada a técnica utilizada para caracterização morfológica dos substratos e das amostras (microscopia de força atômica) e, na seção 3.4, a técnica de magnetometria-óptica por efeito Kerr utilizada para caracterização magnética das amostras. Por fim, na seção 3.5 será apresentada a técnica de quatro pontas e van der Paw utilizada para caracterização resistiva e magnetorresistiva das amostras.

3.1 APRESENTAÇÃO DAS AMOSTRAS

Buscando abordar melhor o problema da relação entre a resposta resistiva e magnetorresistiva de filmes finos policristalinos e relacionando com as características morfológicas dos mesmos, foram fabricadas amostras de filmes finos de ferro depositados sobre Si (111), previamente hidrogenizado, com a utilização de uma máscara de sombreamento representada na Figura 5 para que a corrente fosse confinada nas medidas de magnetotransporte, cujo detalhamento será explicitado na Seção 3.5. As amostras diferem entre si devido a espessura do filme fino de ferro, assim como pelas condições e métodos de deposição, pois a intenção era a de obter filmes que crescessem seguindo a nanoestrutura do substrato de silício.

3.2 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

As amostras foram preparadas em duas etapas: a primeira envolveu a limpeza e a hidrogenização dos substratos e a segunda envolveu a deposição dos filmes de ferro por desbastamento iônico magnético, durante a deposição foi utilizada uma máscara de sombreamento de cobre-berílio representada na Figura 5.

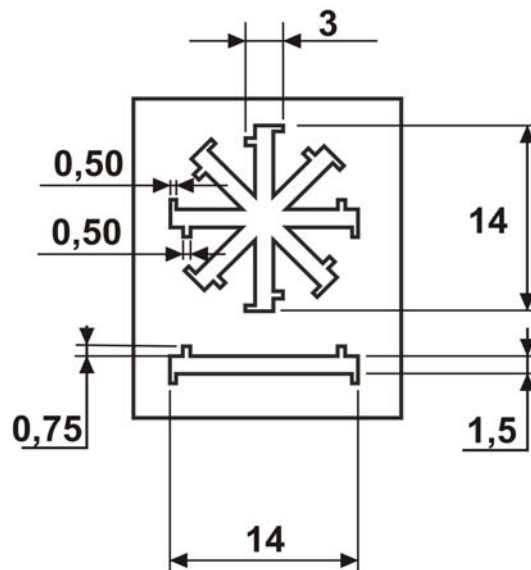


Figura 5 – Máscara utilizada na deposição dos filmes finos de ferro que consistiu de uma placa retangular de cobre-berílio de 0,5 mm de espessura e recortada eletroquimicamente conforme o desenho interno da figura (medidas em milímetros).

3.2.1 Corte do Substrato

Os substratos utilizados foram lâminas de silício policristalino, produzidas comercialmente pela empresa *AJA International, Inc.*, cujo plano cristalino de corte estava orientados na direção cristalográfica $[111]$ com um leve desvio ($0,5^\circ$) em relação ao eixo normal à superfície⁷, como pode ser visto na Figura 6. As lâminas de silício apresentam dopagem do tipo *n* resultando em uma resistividade entre 5-10 $\mu\Omega.m$.

O corte é o primeiro passo para a preparação do substrato, este é cortado ao longo do plano $(\bar{1}\bar{1}0)$ (Ver Figura 6), pois como veremos mais adiante, importância fundamental no processo de hidrogenização.

3.2.2 Limpeza e Hidrogenização do Substrato

Para a limpeza e hidrogenização, foram utilizados frascos e pinças de teflon que foram tratados em solução de peróxido de hidrogênio (H_2O_2) e ácido sulfúrico (H_2SO_4) na proporção 1:2, a uma temperatura de aproximada de $80^\circ C$, durante 2 horas. Este tratamento permite que os frascos tornem-se livres de contaminações orgânicas adequando-os para serem utilizados no processo de limpeza e hidrogenização do substrato.

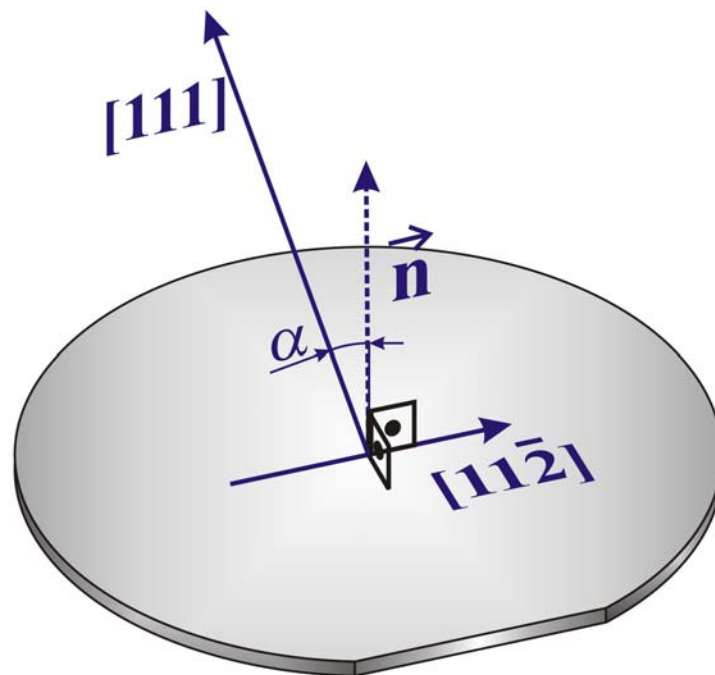


Figura 6 – Esquema representativo da Lâmina de silício com ângulo de corte, α , com desvio de aproximadamente $\alpha = 0,5^\circ$ na direção cristalográfica $[111]$ e indicação dos planos cristalográficos importantes para a hidrogenização.

Todos os produtos químicos utilizados possuem grau de pureza eletrônico (*Merck-Selectipur*).

O primeiro passo na preparação das amostras é a retirada das contaminações orgânicas dos substratos de silício. Este procedimento é realizado utilizando-se a primeira etapa do processo de limpeza química da *Radio Corporation of America* conhecido como, *RCA*.³⁹

Este passo consiste em fazer uma solução de H_2O_2 e H_2SO_4 , na proporção (1:4) e mergulhar nela o substrato durante 20 minutos a uma temperatura de $80^\circ C$. Para manter o substrato e a solução a esta temperatura, utilizamos um aquecedor elétrico com controle de temperatura e monitoramento manual.

O passo seguinte consiste na hidrogenização. O objetivo é remover a oxidação superficial resultante do processo de fabricação do substrato e expor a sua estrutura atômica o que se tornou irregular no momento em que a lâmina é cortada, com a oxidação da superfície. Este passo da limpeza permite retirar a camada de óxido nativo e, ao mesmo tempo, passivar a superfície com terminações de hidrogênio, fazendo com que a estrutura atômica do cristal possa ser novamente exposta ao ar e permanecer estável. Como o substrato utilizado é Silício (111), ao se retirar a camada de óxido e expor a estrutura atômica, teremos um padrão de degraus paralelos ao plano $(\bar{1}\bar{1}0)$ (Ver Figura 2(b)).^{37,38,40-44}

O estudo da formação dos degraus em silício foi feito detalhadamente por Munford que estudou diversos métodos para criação dos mesmos.³³ Aqui neste trabalho, foi utilizado um dos métodos estudados nesta referência: a técnica de desbastamento com solução de fluoreto de amônio, NH_4F , que faz aflorar superfícies atômicas planas e protegidas contra oxidação por algumas horas.^{37-38,40-44}

Enquanto o substrato está imerso na solução de H_2O_2 e H_2SO_4 , é preparada uma solução de 40 % NH_4F (fluoreto de amônio) borbulhada com gás Argônio para que o oxigênio diluído na solução seja removido por arraste. Uma pesquisa indica que este oxigênio é um dos responsáveis pelo surgimento de defeitos na superfície dos degraus caso permaneça na solução durante o processo de afluoramento.⁴⁴

Após ser retirado da solução de H_2O_2 e H_2SO_4 , o substrato foi lavado com água deionizada e em seguida, transferido individualmente para o recipiente contendo fluoreto de amônio, previamente desoxigenizado, tomando-se o cuidado de deixá-lo apoiado diagonalmente na lateral do frasco, com a superfície polida virada para baixo, com o plano $(\bar{1}\bar{1}0)$ próximo à parte inferior do recipiente e, em seguida, o recipiente foi fechado. Este procedimento deve ser feito o mais rápido possível para evitar ao máximo a exposição do substrato ao ar. Nesta geometria, as bolhas de hidrogênio, produzidas em maior número na

superfície rugosa da amostra durante o desbaste químico de Si(111), soltam-se mais facilmente. O substrato fica imerso durante 20 minutos para garantir que após a remoção do óxido o processo de corrosão do silício atinja um equilíbrio dinâmico. Na etapa final o substrato foi retirado da solução de desbaste e lavado com água deionizada para a retirada total do NH_4F remanescente, o que evita a criação de defeitos e pontos de oxidação na superfície. Os substratos foram então secos com jato de nitrogênio gasoso e cortados com a utilização de uma ponta de diamante. Uma parte foi colocada na câmara de vácuo para deposição dos filmes finos de ferro e outra parte foi levada ao Microscópio de Força Atômica para a análise da superfície. A Figura 7 mostra um esquema do processo de limpeza e hidrogenização do substrato, inclusive chamando a atenção para a geometria deste durante o processo de hidrogenização.

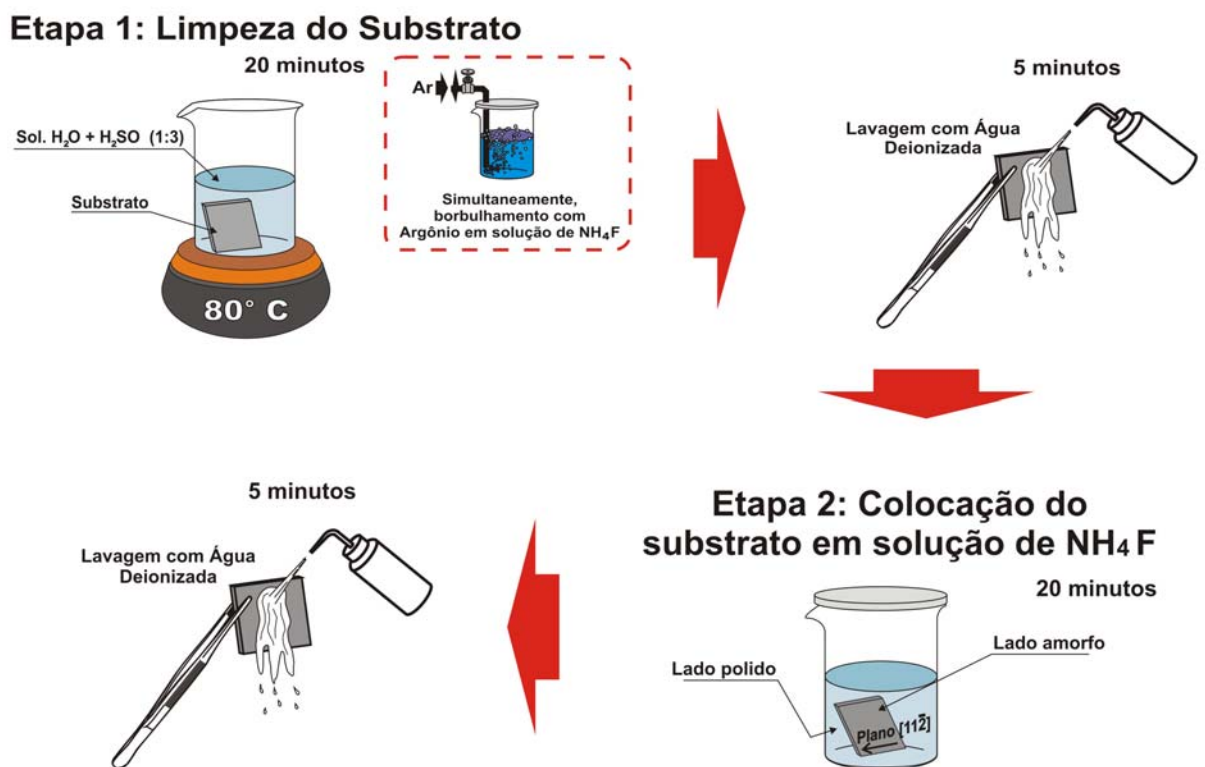


Figura 7 – Esquema representativo da limpeza e hidrogenização do substrato de silício, onde estão explicitados a posição e a direção cristalográfica $[11\bar{2}]$ do mesmo durante a hidrogenização dentro do frasco.

3.2.3 Deposição dos Filmes Finos de Ferro

A técnica utilizada para a deposição dos filmes finos de ferro foi o desbaste iônico magnético.

O desbaste iônico é um dos fenômenos que ocorre quando partículas colidem com um sólido com energias entre 5 eV e 10 KeV. Estas colisões transferem energia aos átomos da rede cristalina, fazendo com que estes sejam empurrados para novas direções e gerando colisões em cascata. Neste processo, existe possibilidade de ocorrer ejeção de átomos da superfície o que é denominado de desbaste iônico. Os átomos ejetados possuem energias de 10 a 100 eV.⁶⁹

Uma vez colocado o substrato na câmara de deposição, foi feito vácuo com o objetivo de remover resíduos indesejáveis de componentes da atmosfera e das paredes da câmara. Ao chegar a uma pressão de trabalho na ordem de 10^{-7} Torr, injetou-se argônio de alta pureza (99,999%) na câmara e ajustou-se a pressão no interior desta para a pressão de trabalho quando então foi possível gerar e manter o plasma necessário para iniciar o processo de desbaste iônico. O objetivo é ionizar estes átomos de argônio e acelerá-los para que colidam no alvo, gerando então, o processo de desbaste iônico.

Na câmara temos gás argônio e dois eletrodos, um negativo (ou cátodo) que é o alvo com o material a ser desbastado e o positivo (ou ânodo) onde se situa o substrato sobre o qual se depositará o material desbastado e que resultará na amostra de interesse deste estudo.

O processo de desbaste iônico se inicia quando os eletrodos são ligados numa fonte de tensão *DC*, ou *RF* ou pulsada, mas como inicialmente não existem portadores de carga entre os dois eletrodos, não existirá fluxo de corrente e a tensão será aplicada uniformemente entre os dois eletrodos.^{69,70} Para que o processo inicie (isto é, que ocorra a ionização dos átomos de argônio e que estes sejam acelerados até o alvo), é necessária uma descarga luminosa que tem origem quando elétrons livres aparecem, no campo elétrico existente entre o cátodo e o ânodo, por conta da incidência de radiação cósmica. O primeiro elétron livre é, então, acelerado em direção ao ânodo. Este elétron pode colidir com um átomo de Argônio e, pela conservação de energia pode levar à ionização deste átomo ou à emissão de um ou mais fótons de luz. Se ocorrer a ionização, teremos um íon livre e um elétron livre, e assim o processo se repete, gerando a cascata de colisões num processo que é instável. A ionização dos átomos do argônio é uma estratégia utilizada para que estes íons sejam acelerados e provoquem o desbaste do alvo quando com ele colidirem.

Quando a pressão na câmara é de aproximadamente 7,5 mTorr, o efeito de desbaste iônico passa a ser detectado. Com a descarga auto-sustentável, passa-se a ter um plasma que consiste em um espaço de cargas com um número significativo e igual de elétrons e íons positivos.^{69,70}

Para que o plasma seja formado e sustentado, existem alguns processos de desbaste iônico: DC, RF, magnético e reativo.^{33, 69, 70}

- Desbaste iônico por DC: desbaste iônico por aplicação de um potencial contínuo DC.
- Desbaste iônico por RF: desbaste iônico por aplicação de um potencial alternado RF.
- Desbaste iônico magnético por DC: desbaste iônico por aplicação de um potencial contínuo DC na presença de um campo magnético.
- Desbaste iônico magnético por RF: desbaste iônico por aplicação de um potencial alternado RF na presença de um campo magnético.
- Desbaste iônico Reativo por RF: desbaste iônico por aplicação de um potencial alternado RF na presença de um campo magnético numa atmosfera gasosa reativa (Argônio e Oxigênio), geralmente utilizada na deposição de óxidos.

No caso do desbaste iônico por DC, a fonte produz um campo elétrico acelerando os elétrons em direção ao alvo e, no caminho, poderão causar a ionização do gás quando colidirem com os átomos que o compõem. Estes íons, por sua vez, serão então acelerados pelo campo elétrico e poderão causar desbaste iônico no alvo. O plasma é mantido pela produção de elétrons secundários, que podem causar ionização subsequente, aumentando a eficiência do processo. Este processo é utilizado quando os eletrodos são condutores elétricos.

Para alvos isolantes, utiliza-se o processo de desbaste iônico por RF no qual a fonte RF opera por meio de um potencial alternando AC aplicado aos terminais provocando uma descarga luminosa que por sua vez gerará o plasma. A tensão AC opera em frequências de 13,56, 27,12, ou 40,68 MHz (*especificados pela Federal Communications Commission – FCC dos EUA*), sendo indicada por esta comissão, a frequência de 13,56 MHz para processos de geração de plasma. Neste processo, não há geração de elétrons secundários. Apenas os elétrons acompanham a flutuação do campo, atingindo, assim, valores suficientes para provocar a ionização através das colisões, pois os elétrons na frequência de RF oscilam entre os dois eletrodos. Os íons, por serem pesados, pouco interagem com o campo RF.³³

O desbaste iônico magnético proporciona um processo de desbaste muito mais controlado e eficiente e consiste na aplicação de um campo magnético através da instalação de ímãs na parte inferior do alvo (cátodo) com o objetivo de aumentar a eficiência de desbaste

através do confinamento do plasma próximo à superfície do alvo. Os elétrons produzidos no alvo são acelerados contra o ânodo em um movimento helicoidal em torno das linhas do campo magnético devido à presença do campo elétrico, conseqüentemente o tempo em que o elétron fica no plasma aumenta e, portanto, a probabilidade de colisões é maior evitando assim a recombinação dos íons com os elétrons (que é uma causa das limitações da eficiência desta técnica).^{69,70}.

Num processo denominado de pré-desbaste (*pre-sputtering*) e que se executa na fase anterior à deposição da amostra e logo após o plasma ter sido criado, deixa-se o obturador que separa o substrato do alvo fechado temporariamente para que as contaminações que estão sendo desbastadas da superfície do alvo não se depositem no substrato. Após a remoção das primeiras camadas atômicas do alvo, o obturador é aberto, permitindo que o material desbastado seja depositado no substrato. A taxa de deposição da amostra é uma medida relativa da taxa de erosão do alvo e depende do material, distância do canhão ao porta-amostra e potência utilizada. Um esquema ilustrativo do processo de desbaste pode ser visto na Figura 8.

Foram utilizados dois processos para a confecção dos filmes em questão neste trabalho: desbaste iônico magnético por RF (*RF magnetron sputtering*) e desbaste iônico magnético por DC (*DC magnetron sputtering*).

A amostra S₂₄₅ foi depositada no Laboratório de Magnetismo do Instituto de Física da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (LAM-UFRGS), utilizando Desbaste Iônico Magnético por Rádio Freqüência (*RF Magnetron Sputtering*).

As amostras S₆₀ e S₁₂₀ foram depositadas no Departamento de Física da Universidade Federal de Pernambuco Utilizando Desbaste Iônico Magnético por Corrente Contínua (*DC-Magnetron Sputtering*).

3.2.3.1 Sistema de Deposição do Laboratório de Magnetismo da UFRGS

O sistema de deposição tipo desbaste iônico magnético (RF ou DC), (*magnetron sputtering*) do LAM, foi integralmente desenvolvido no laboratório e consiste em uma câmara de vácuo de aço inox V304, com anéis de vedação de *neoprene*, e com vácuo produzido por uma bomba difusora (sob pré-vácuo mecânico) que utiliza óleo polifenil *Santovac 5* (óleo produzido pela *Santovac Fluids, Inc*) acoplada a uma armadilha de nitrogênio líquido. Esta armadilha fica estrategicamente posicionada entre a câmara e a bomba difusora, tendo o objetivo de evitar a contaminação da câmara com os óleos provenientes das bombas e

funcionando também como uma eficiente bomba criogênica, pois melhora o vácuo "capturando" principalmente vapores de água e solventes orgânicos.

Dentro da câmara de deposição, é possível fazer seis amostras por vez, devido ao conjunto de portas-amostra existentes e utilizando-se cinco materiais diferentes, pois existem 5 canhões acoplados ao sistema. Entre os portas-amostra e os canhões existe um obturador para evitar o acúmulo de material durante a deposição de um filme em outra amostra. O equipamento possui duas fontes DC e duas fontes RF.

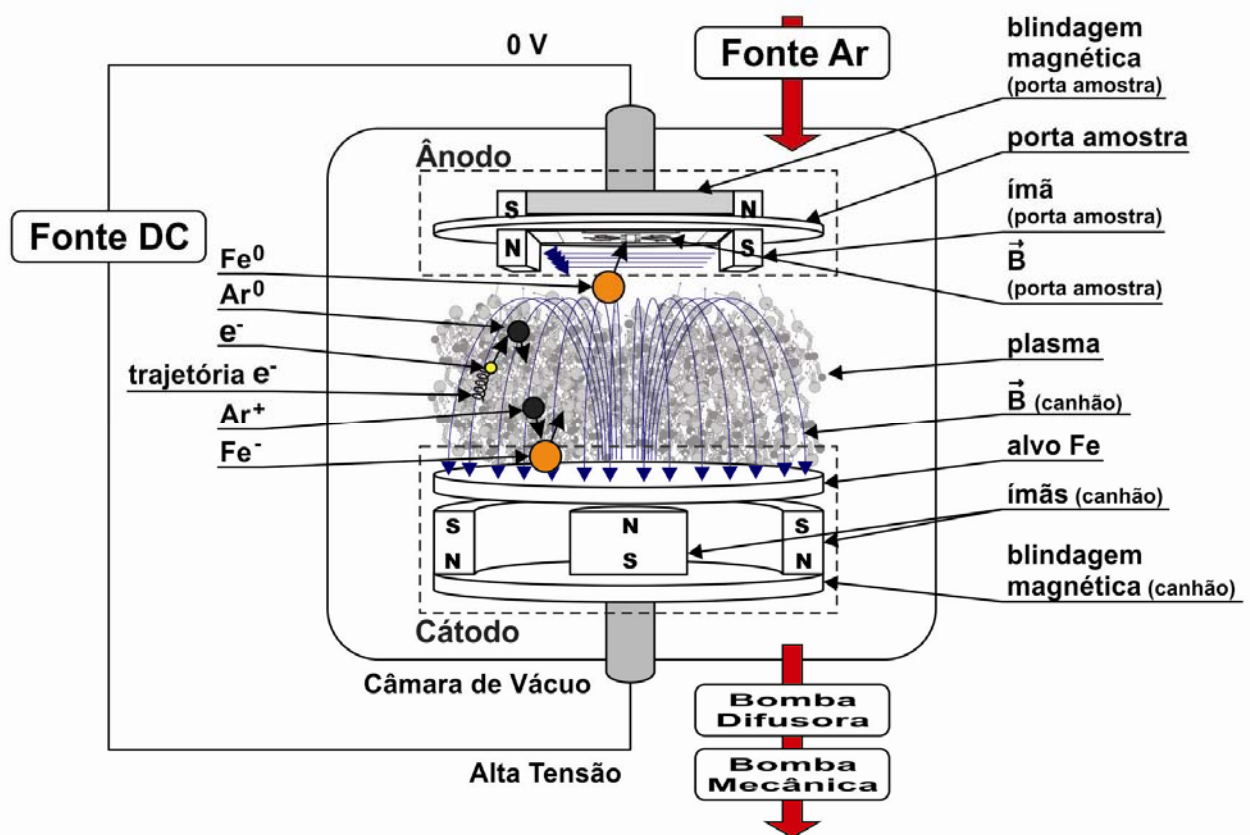


Figura 8 – Esquema ilustrativo do processo de desbaste iônico magnético (*magnetron sputtering*).

Para a deposição do filme de ferro, a configuração do sistema ficou um pouco diferente da convencional, o canhão utilizado e adequado para o alvo de ferro (38,1 mm de diâmetro) é disposto numa posição mais baixa em relação aos outros dentro da câmara, sendo assim, só foi possível fazer uma deposição por vez, com um porta-amostra adaptado (Ver

Figura 9) e o obturador foi acoplado no próprio canhão. Foram utilizados ímãs ao lado do substrato durante a deposição, para induzir a direção de crescimento do filme. Os filmes de ferro foram crescidos sobre os substratos de Si(111) hidrogenizados (descritos na seção anterior), utilizando pressão de base na ordem de 10^{-7} Torr, 10 minutos de pré-*sputtering*, taxa de deposição de 0,6 Å/s (no modo RF) e pressão de deposição de 7,5 mTorr em atmosfera de argônio.

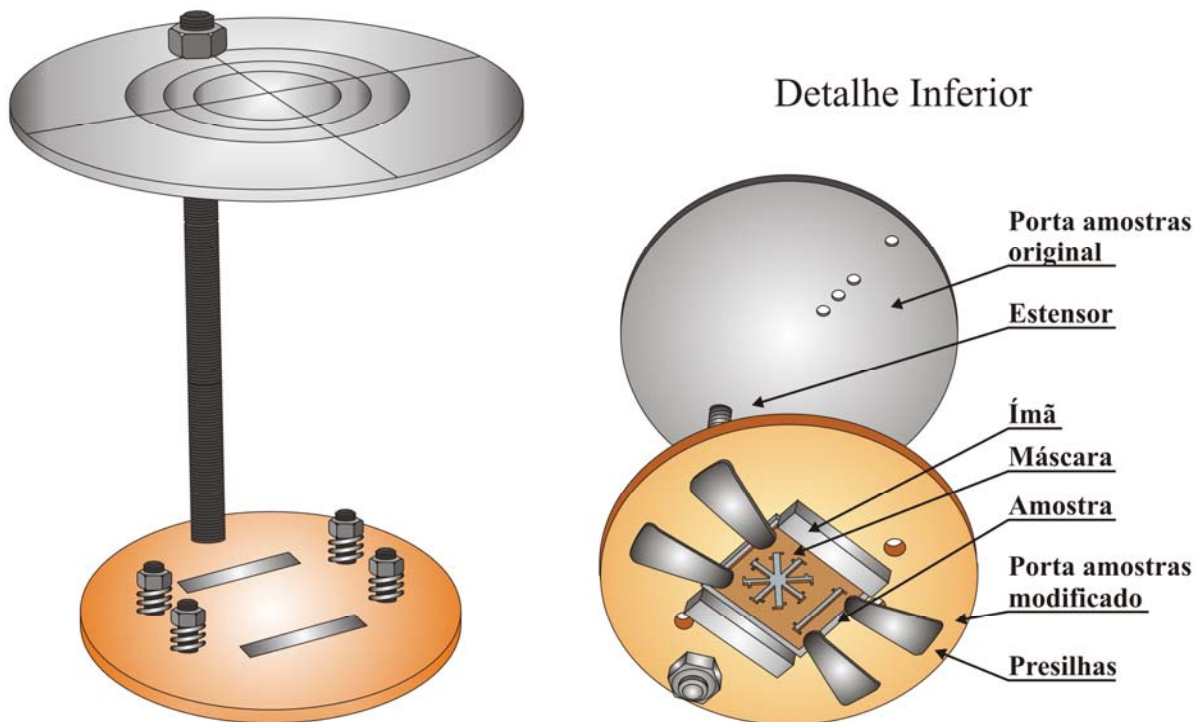


Figura 9– Porta amostra utilizado para a deposição dos filmes finos de ferro.

3.2.3.2 Sistema de deposição da UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNANBUCO

O sistema de deposição é do tipo desbaste iônico de fabricação comercial da marca *Balzers* modelo BSL 500. O vácuo na câmara de deposição é realizado por uma bomba turbomolecular. Na câmara, é possível fazer nove amostras por vez, devido ao conjunto de portas-amostra existente sendo possível depositar quatro materiais diferentes. O equipamento possui uma fonte DC e uma fonte RF. Entre o portas-amostra e os canhões existe um obturador para evitar o acúmulo de material durante a deposição sobre substratos vizinhos.

Foram utilizados ímãs ao lado do substrato durante a deposição para induzir a direção de crescimento do filme. Os filmes de ferro foram crescidos sobre os substratos descritos na seção anterior, utilizando pressão de base na ordem de 10^{-6} Torr, 5 minutos de pré-*sputtering*, taxa de 4,7 Å/s (DC) e pressão de deposição de 3,5 mTorr de atmosfera de argônio.

3.3 CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA

A caracterização morfológica dos substratos de silício hidrogenizados e dos filmes finos de ferro foi feita utilizando a técnica de Microscopia de Força Atômica (AFM) fora do ambiente de produção das amostras (*ex-situ*), no modo contato.

3.3.1 Microscopia de Força Atômica (AFM) – Modo Contato

Esta técnica consiste na interação entre os átomos da superfície de uma amostra e os átomos de uma sonda. Na ponta da sonda existe uma quantidade de aproximadamente três átomos, que interagem através de potencial coulombiano com os átomos da amostra. A ponta é aproximada gradativa e verticalmente da superfície da amostra que se move transversalmente através de um transdutor piezoelétrico (*scanner*). A ponta entra em contato com a superfície e o sistema de realimentação do aparelho a mantém apoiada sobre ela com uma força constante de maneira que o conjunto permita que se faça uma varredura da superfície obtendo-se a sua topografia. O braço que sustenta a ponta sensora deflete dependendo da diferença de altura dos diversos pontos da amostra, enquanto ocorre a varredura para manter a força constante. O sistema de detecção deste movimento é composto por um espelho localizado na parte superior da haste (atrás da ponta) que deflete um feixe de luz que passa então por um fotodetector e provoca o aparecimento de uma diferença de potencial, que é convertida posteriormente na imagem topográfica da superfície.⁷¹

O microscópio utilizado foi um DI SPM IIIa fabricado pela Digital Instruments. As pontas utilizadas foram fabricadas pela mesma empresa e são constituídas de silício com constantes de força variadas (entre 0,1-1 N/m -da ordem de nN) e cujo esquema pode ser observado na Figura 10.

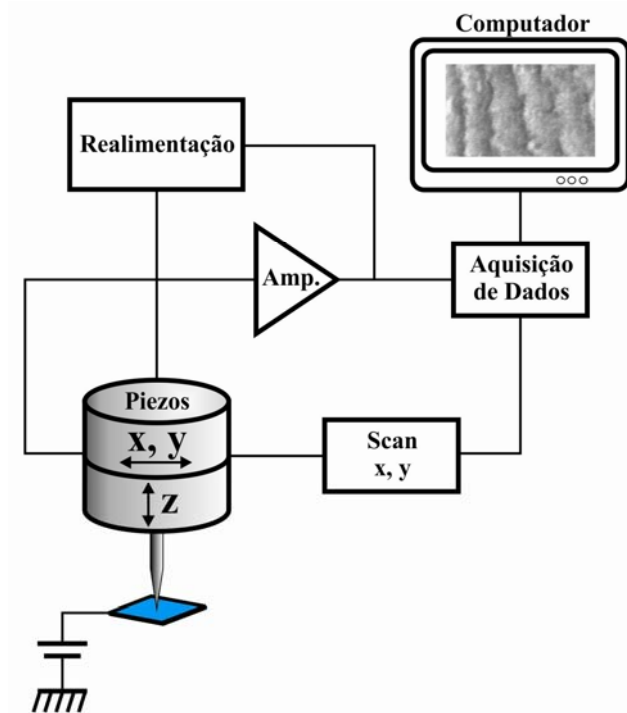


Figura 10 – Esquema representativo do Microscópio de Força Atômica.

3.4 CARACTERIZAÇÃO MAGNÉTICA

A caracterização magnética das amostras foi feita utilizando um Magnetômetro-óptico por Efeito Kerr (MOKE), montado e aprimorado no Laboratório de Magnetismo da UFRGS.

Existem dois fenômenos magneto-ópticos: Efeito Faraday e Efeito Kerr. Este último foi descoberto em 1875 por John Kerr e é o efeito de rotação de um plano de polarização de um feixe de luz durante a reflexão em uma amostra magnética. Este efeito consiste em uma luz monocromática e polarizada que ao refletir sobre uma superfície magnética, interage com o material modificando sua polarização. A origem do efeito provém de uma birrefringência circular, ou seja, a onda incidente linearmente polarizada é resolvida em uma onda circularmente polarizada à esquerda e em outra onda circularmente polarizada a direita com distintos índices de polarização.^{33, 72-73}

A técnica de caracterização magnética por MOKE é muito utilizada em filmes finos metálicos por apresentar maior sensibilidade se comparada às técnicas mais usadas, como por exemplo, magnetometria de amostra vibrante (VSM). Além disto, por ser um fenômeno que ocorre na superfície do material, com o efeito Kerr eliminamos interferências indesejáveis do substrato e do suporte da amostra.

Considerando-se então a disposição espacial, o Efeito Kerr pode ser separado em três tipos: transversal, longitudinal e polar. A Figura 11 representa os três tipos:

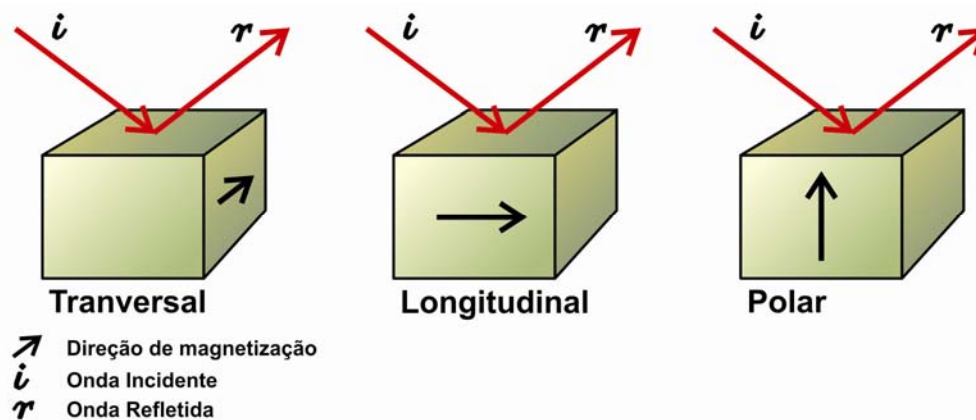


Figura 11 – Representação dos três tipos de Efeito Kerr.

O efeito Kerr polar é devido à componente da magnetização perpendicular ao plano da amostra. Já o efeito Kerr longitudinal é devido à componente da magnetização no plano da amostra e paralela ao plano de incidência da luz. Por último, o efeito Kerr transversal é sensível à componente da magnetização paralela à superfície do material e perpendicular ao plano de incidência da luz.

Como já foi comentado, para uma direção arbitrária de magnetização em relação ao plano de incidência, que não seja normal, o sinal de MOKE detectado vai ser proporcional à magnetização paralela ao campo magnético. Esta característica faz com que esta técnica seja utilizada para obtenção de curvas de histerese, estudo de domínios magnéticos e aplicações na tecnologia para armazenamento de dados.^{33, 71-72}

Neste trabalho, foi utilizada a geometria transversal. A vantagem de tal configuração é que neste caso, a componente magnética da reflexão depende apenas da quantidade de momentos magnéticos na direção do campo magnético aplicado.

O equipamento utilizado é composto de um sistema de amortecimento com molas, para a redução dos ruídos mecânicos transmitidos pelo ambiente. Na Figura 12 é apresentado um diagrama esquemático da montagem do equipamento que foi utilizada nos experimentos.

Um feixe produzido por um laser monocromático polarizado ($\lambda = 650\text{nm}$) é modulado com uma frequência de 484 Hz que é determinada por um gerador de funções. A escolha foi feita de forma a excluir as interferências de ruídos presentes no laboratório. Em seguida, a luz passa por um divisor, onde parte do feixe é enviada para o fotodiodo de referência (para que se crie um sinal de referência), e a outra parte é enviada para a amostra. O feixe refletido na

amostra passa pelo polarizador-analisador e, é capturado pelo fotodiodo onde o sinal luminoso é convertido num sinal elétrico, pré-amplificado, e enviado a um amplificador síncrono e sensível à fase (*Lock-in Amplifier*), que detecta a diferença de sinal entre os fotodiodos (da amostra e da referência) e, então, envia esta informação para o programa HPVEE que faz a conversão dos sinais, organiza os dados em um arquivo e apresenta os resultados na forma X-Y, onde no X tem-se o campo magnético aplicado (variável) e no Y o sinal proporcional à magnetização na amostra gerando curvas de histereses magnéticas.

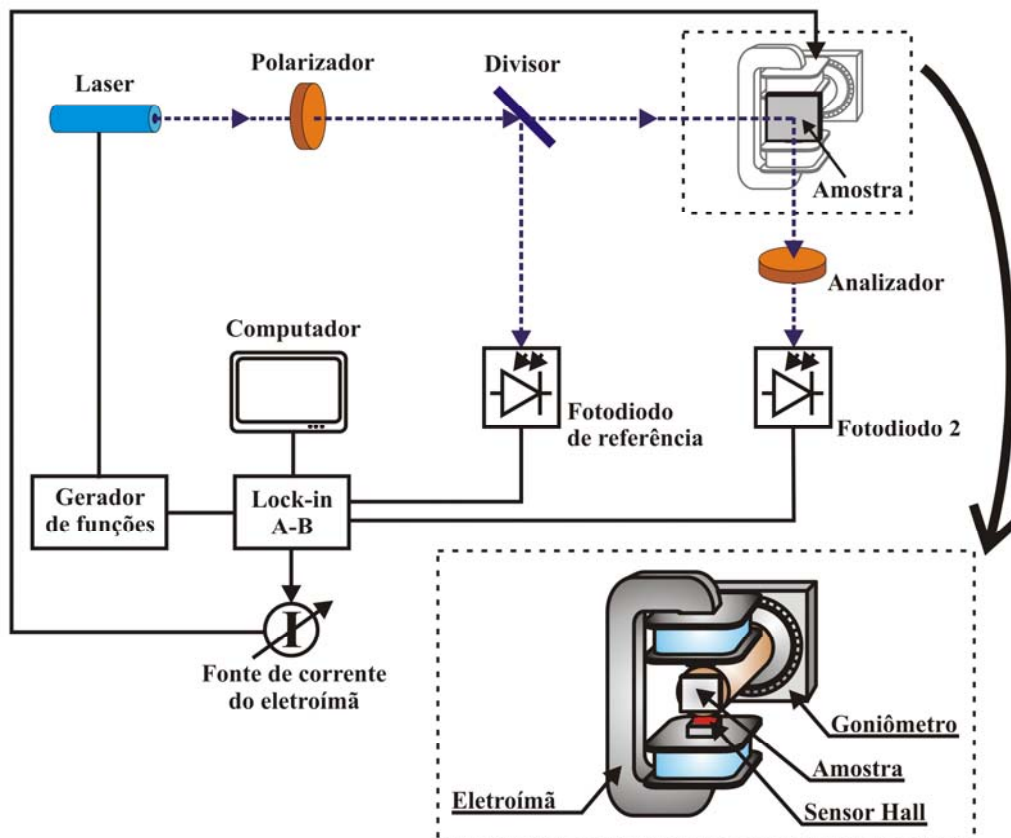


Figura 12 – Diagrama Esquemático do MOKE.

Curvas de histerese foram obtidas para as amostras girando as mesmas no plano de 10° em 10° e onde necessário maior detalhamento de 5° em 5° entre 0° a 360° .

3.5 CARACTERIZAÇÃO RESISTIVA E MAGNETORRESISTIVA

A técnica aqui utilizada consiste em monitorar a variação da resistividade elétrica de uma amostra em função do campo magnético aplicado. As medidas foram feitas utilizando dois métodos: o método convencional de quatro pontas e o método de van der Paw⁶⁸, onde os

contatos foram feitos com fios de cobre aderidos a amostra com uma cola à base de prata. Para tanto, foi desenvolvido um porta-amostra que possibilitasse tal configuração.

A técnica convencional de quatro pontas se baseia em quatro eletrodos igualmente espaçados e colineares, em que as pontas externas aplicam corrente (I) e as pontas internas medem a diferença de potencial (V), ou seja, podemos medir a resistência elétrica diretamente pela definição de resistência. A necessidade de alinhamento das quatro pontas consiste em garantir que ao longo desta linha o campo elétrico seja uniforme.⁷⁴

As amostras foram depositadas com a utilização da máscara descrita na Seção 3.1. A máscara foi projetada e confeccionada de modo a confinar a corrente elétrica em direções específicas tais que se evitasse a contribuição das correntes de direções não desejadas. Se isto não fosse feito haveria a necessidade de trabalhar com a resistividade na forma de tensor. Esta configuração é discutida por Van der Paw.⁶⁸

As medidas resistivas e magnetorresistivas foram realizadas com aplicação de uma corrente em diferentes direções da amostra. A Figura 13 apresenta um diagrama esquemático do sistema adotado. A nomenclatura utilizada no texto, de agora em diante, segue as definições representadas no diagrama, isto é, a primeira letra é a direção onde a corrente foi aplicada e a segunda letra é a direção onde a diferença de potencial foi medida.

As medidas de quatro pontas convencionais foram realizadas nas quatro configurações possíveis (Ver Figura 13), com a corrente sendo aplicada na direção A e a tensão medida na direção A, com a corrente sendo aplicada na direção B e a tensão medida na direção B, com a corrente sendo aplicada na direção C e a tensão medida na direção C e com a corrente sendo aplicada na direção D e a tensão medida na direção D. Para cada uma destas configurações, primeiramente, foi medida a tensão, sem campo externo aplicado e posteriormente calculada a resistividade. Depois cada configuração foi medida com a aplicação de um campo magnético externo que foi aplicado em diferentes direções com relação à aplicação da corrente elétrica (45° em 45°), com a intenção de encontrar manifestações do efeito de magnetorresistência anisotrópica, já que este pode ser interpretado como a dependência que a resistência elétrica possui com relação ao ângulo entre a direção que é aplicada a corrente elétrica e a magnetização.

As medidas que foram feitas utilizando o Método de van der Van der Paw⁷³, foram realizadas em quatro configurações em perpendicular, AC, CA, BD e DB, tais configurações de medida foram utilizadas para detectar o efeito Hall planar.

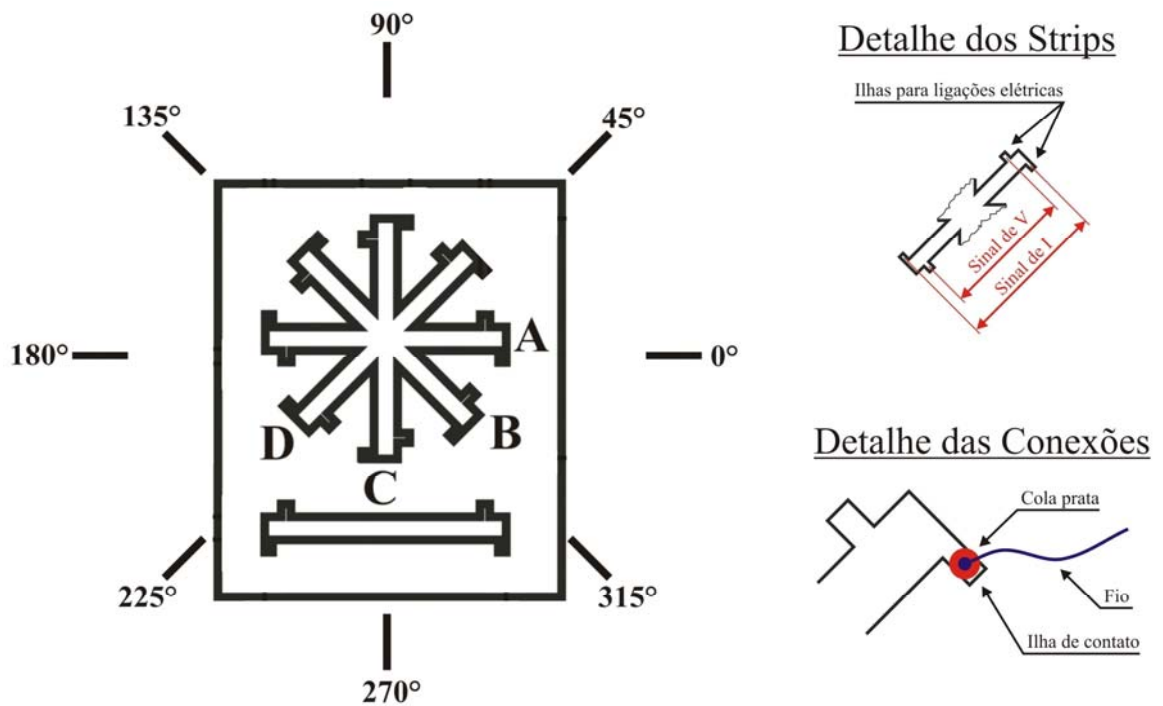


Figura 13 - Para as medidas magnetorresistência os contatos foram feitos entre o fio condutor e a amostra, utilizando cola prata (ver Detalhes das Conexões). A notação representa: as letras A, B, C e D foram utilizadas para designar as direções da corrente aplicada e a direção sobre a qual foi realizada a medida de tensão em relação ao centro do arranjo. Por exemplo: AA significa que os terminais de tensão e de corrente foram instalados na direção A e a corrente flui na direção A; AB corrente aplicada na direção e no sentido A e tensão medida entre os terminais da direção B. Para os resultados de magnetorresistência, a nomenclatura inclui o ângulo entre o campo magnético aplicado e a corrente, por exemplo, para um ângulo de 45° na configuração AA, a nomenclatura será: AA45°.

4 RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 DESCRIÇÃO DAS AMOSTRAS

Como já mencionado anteriormente, o objetivo deste trabalho foi estudar o comportamento magnético, resistivo e magnetorresistivo de filmes finos de ferro com a influência de suas características morfológicas e para isto foram preparados substratos de Si (111) e fabricadas amostras de ferro na forma de filmes finos com as seguintes características:

- **Amostra S₀** - Substrato vicinal de Si(111) – hidrogenizado
- **Amostra S₆₀** - Substrato vicinal de Si(111) - hidrogenizado /Fe(60Å)
- **Amostra S₁₂₀** - Substrato vicinal de Si(111) - hidrogenizado /Fe(120Å)
- **Amostra S₂₄₅** - Substrato vicinal de Si(111) - hidrogenizado /Fe(245Å)

A amostra S₂₄₅ foi depositada no Laboratório de Magnetismo do Instituto de Física da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (LAM-UFRGS), utilizando Desbaste Iônico Magnético por RF (*RF Magnetron Sputtering*).

As amostras S₆₀ e S₁₂₀ foram depositadas no Departamento de Física da Universidade Federal de Pernambuco Utilizando Desbaste Iônico Magnético por Corrente Contínua (*DC-magnetron sputtering*).

Neste capítulo serão apresentados os resultados das propriedades morfológicas, magnéticas e de condução elétrica, as características das amostras estudadas neste trabalho e as discussões referentes a estes resultados. Serão apresentadas: na seção 4.1 as imagens obtidas por AFM; na seção 4.2 os resultados da caracterização magnética por MOKE; na seção 4.3 os resultados da resistividade; e, por fim, na seção 4.4 serão apresentados os resultados da magnetorresistividade.

4.2 RESULTADOS DA ANÁLISE MORFOLÓGICA

Nas imagens feitas no substrato hidrogenizado S₀ por AFM no modo contato, mostraram a presença de um padrão de degraus provenientes da estrutura cristalográfica do silício (Figura 14). O padrão possui em média 10Å de altura e 40Å de largura.

As imagens topográficas realizadas nos filmes finos depositados com ferro - S₆₀, S₁₂₀ e S₂₄₅, - revelaram que para uma espessura pequena o padrão foi mimetizado pelo ferro depositado. Por outro lado, conforme a espessura do filme foi aumentada, o padrão foi desaparecendo. Na Figura 15(a) é mostrada a imagem da S₆₀ onde o padrão é reproduzido, informações sobre a estrutura desta amostra estão no Anexo B. Na imagem topográfica da Figura 15(b), percebe-se que o padrão não é reproduzido pela amostra S₁₂₀ e os vales são cobertos pelo ferro, mas a estrutura de grãos é alongada e orientada ao longo da direção paralela aos degraus. Na Figura 15(c) a imagem mostra que na S₂₄₅ os vales são cobertos e o padrão não pode mais ser visto e o ferro é formado de grãos com distribuição aleatória.

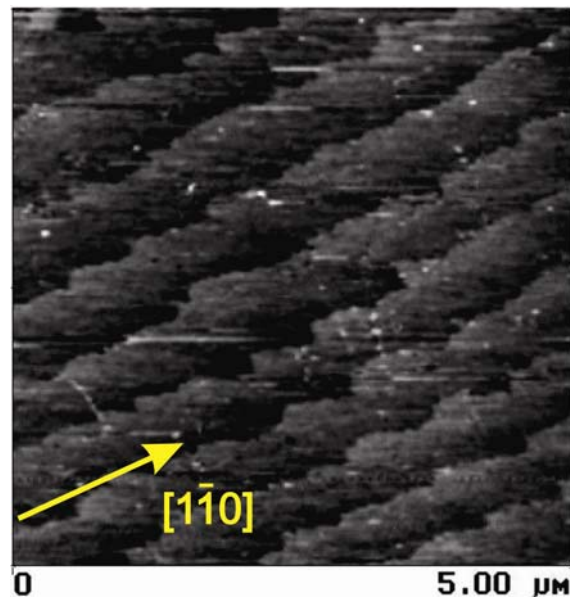


Figura 14– Imagem obtida por AFM do substrato de silício (111) hidrogenizado (amostra S₀).

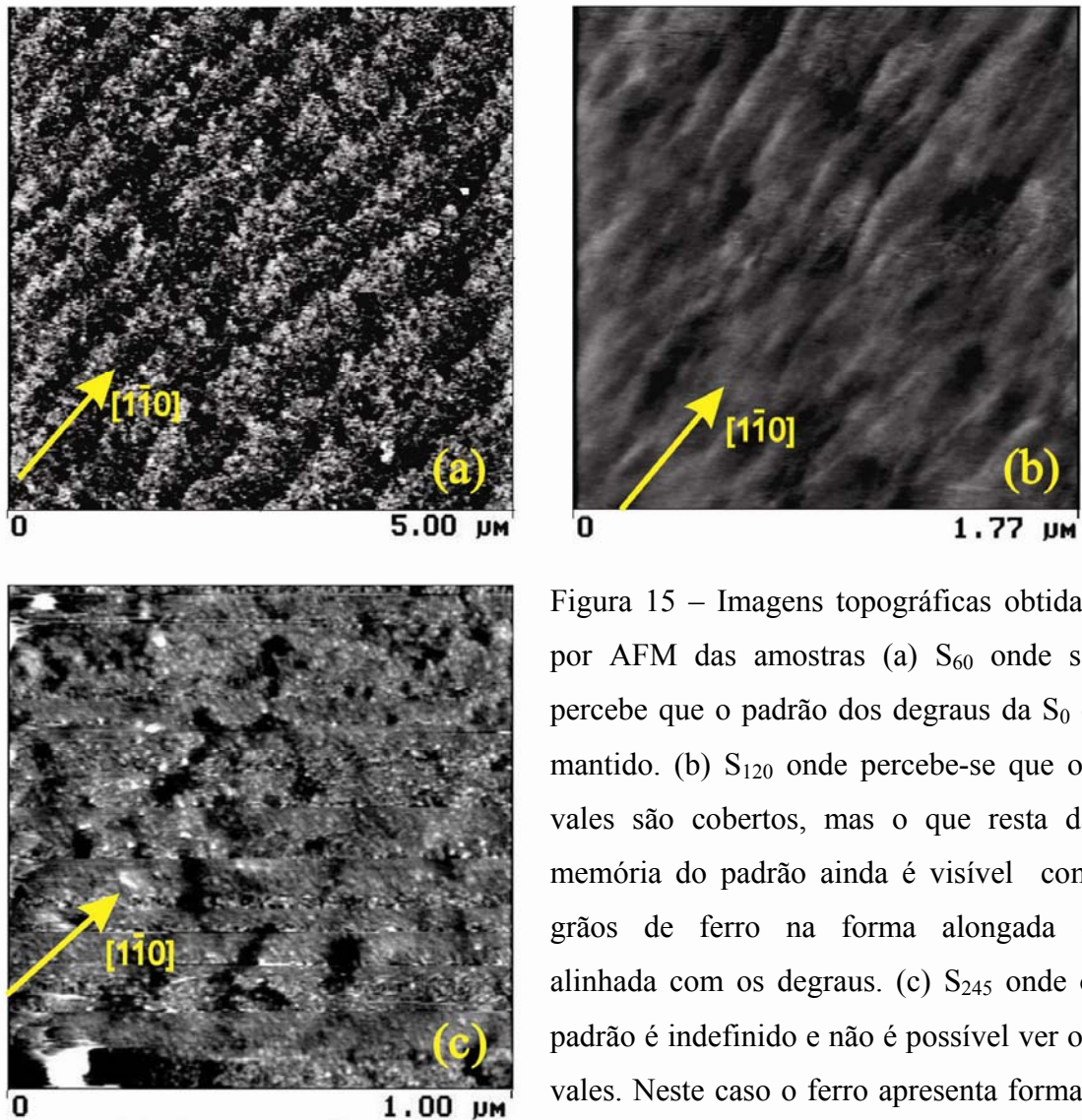


Figura 15 – Imagens topográficas obtidas por AFM das amostras (a) S_{60} onde se percebe que o padrão dos degraus da S_0 é mantido. (b) S_{120} onde percebe-se que os vales são cobertos, mas o que resta da memória do padrão ainda é visível com grãos de ferro na forma alongada e alinhada com os degraus. (c) S_{245} onde o padrão é indefinido e não é possível ver os vales. Neste caso o ferro apresenta formas granulares não alongadas e estão aleatoriamente orientados.

4.2 RESULTADOS DA ANÁLISE MAGNÉTICA

As medidas de histerese magnética foram feitas em intervalos de 10° em 10° conforme mencionado anteriormente. Com base nestas curvas foram obtidos os valores correspondentes à coercividade e à remanência das amostras e apresentadas na forma gráficos polares na figura 16 que tornam mais fácil evidenciar o comportamento da anisotropia ferro sobre o substrato vicinal que apresenta degraus e que provoca um crescimento diferenciado do filme.

As amostras S_{60} e S_{120} apresentam contribuições de anisotropia uniaxial sendo que na amostra S_{60} a contribuição é maior, resultado da auto-organização dos grãos que foi induzida pela presença de degraus no substrato durante a deposição do filme.

Já a amostra S_{245} apresentou um comportamento magnético típico de um sistema isotrópico (geralmente associado a grãos aleatoriamente distribuídos e orientados) e a contribuição da anisotropia uniaxial é menor do que a que apresentou a S_{120} . Percebe-se que o eixo magnético fácil está na direção próxima à dos degraus.

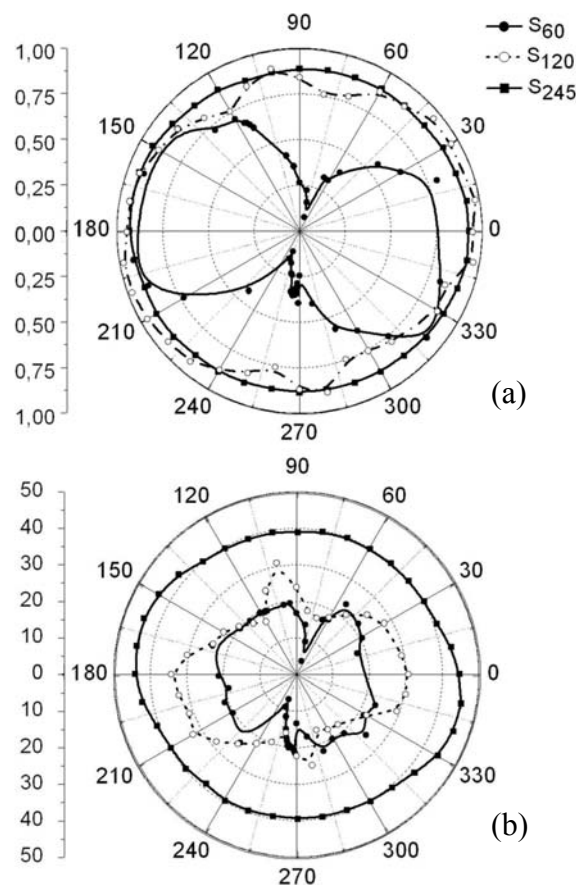


Figura 16-(a) Gráfico polar da magnetização remanente para as mesmas amostras. (b) Gráfico polar do campo coercivo das amostras S_{60} , S_{120} e S_{245} como função do campo magnético aplicado. (os valores de coercividade da amostra S_{245} estão divididos por dois para facilitar a visualização).

Alguns resultados complementares sobre a relação entre o processo de confecção da amostra e a análise magnética são apresentados no Anexo A.

4.3 RESULTADOS DO ESTUDO DA RESISTIVIDADE

Para determinar a influência da morfologia e da estrutura dos grãos na resistividade das amostras, foram executadas medições pelo método padrão de quatro pontas, em diferentes direções no plano das amostras e relativas ao eixo de anisotropia do filme, isto é foram medidas as configurações AA, BB, CC e DD (Ver Figura 13), com a aplicação de uma corrente de 1 mA, medida a tensão induzida por esta corrente. A resistência é obtida através da definição de resistência, e com o valor da resistência calculamos o valor da resistividade.

Por se tratar de filmes finos, a resistência em questão é a resistência de folha e sua relação com a resistividade é a seguinte: ⁷⁰

$$R = \frac{\rho l}{wd} \quad (15)$$

onde ρ é a resistividade, l é o comprimento do filme, w é a largura e d a espessura. (Valores de l e w estão na Figura 1).

Os resultados são apresentados na Tabela 1, a precisão é determinada pelos equipamentos de medida (multímetros) e consiste em três casas decimais. Vale observar as variações da resistividade ($\rho_D - \rho_A/\rho_A$) em relação ao eixo de anisotropia. Para a amostra S₆₀, a mudança foi de 2,3 e para a amostra S₁₂₀ de 0,965. Este efeito não está relacionado a efeitos magnetorresistivos, mas com a estrutura anisotrópica do filme devido à estrutura morfológica dos grãos que são mais alongados na direção paralela aos degraus, isto é, direção A. Nesta direção, inclusive, é onde se observa os menores valores de resistividade para as amostras que apresentam anisotropia, pois nesta direção o caminho percorrido pelos elétrons é composto por menos obstáculos. Na direção perpendicular ao alongamento dos grãos (direção C), a resistividade é maior se comparada com a medida para a direção paralela aos degraus, devido a maior quantidade de fronteiras de grãos no caminho que a corrente percorre. Nas configurações BB e DD, os valores de resistividade são intermediários, pois a quantidade de fronteiras de grãos é maior que na direção A e menor que na direção D.

Na amostra S₂₄₅ o resultado remete a um entendimento de que a resistividade tem resposta isotrópica para medidas no plano.

Estes resultados são interpretados pelas hipóteses de Mayadas³ e Rijks¹³, de que existe uma contribuição eletrônica das reflexões nas fronteiras de grão. Quando os grãos são anisotrópicos, a contribuição deve ser diferente dependendo da direção de medida. Por isto na

direção onde os grãos são mais alongados (menos fronteiras de grãos) a resistividade é menor e este fator acaba sendo determinante para o valor da resistividade.

Tabela 1. Resistividade ($\mu\Omega.cm$) para as três amostras.AB

Configuração	S ₆₀	S ₁₂₀	S ₂₄₅
AA	0,465	0,585	1,85
BB	0,825	0,779	1,79
CC	1,5	1,11	1,81
DD	0,48	0,795	1,79

4.4 RESULTADOS DO ESTUDO DA MAGNETORRESISTIVIDADE

O objetivo do estudo da magnetorresistividade nestas amostras foi observar se os efeitos de magnetotransporte somados a característica dos grãos alongados, que interfere na resistividade, maximizam o efeito de mudança da resistividade ao aplicar-se um campo magnético externo a um certo ângulo da corrente elétrica aplicada.

A investigação dos efeitos de magnetotransporte envolveu medidas elétricas por dois processos diferentes: no primeiro, medidas de magnetorresistência em linha e no segundo, medidas de efeito Hall planar, cujos contatos de corrente e tensão foram arranjados em configurações não colineares, conforme será apresentado mais tarde. As três amostras foram medidas em todas as variações de configurações, tanto quatro pontas, quanto efeito hall planar e para variações angulares de 45° em 45°. Serão apresentados aqui os resultados com variações maiores do que valores encontrados para ferro *bulk*. O cálculo foi feito utilizando as dimensões da amostra como pode ser visto na Figura 5.

Quando se aplicou um campo magnético externo e mediu-se a resistividade na configuração padrão de quatro pontas, valores expressivos (maiores do que 2%) foram obtidos apenas para a amostra S₆₀, para algumas direções entre o campo magnético e a corrente aplicada e para o caso da configuração de medição AA (Figura 17(a)) onde a corrente é aplicada e a tensão medida na direção paralela aos degraus. A Figura 17 (b), (d) e (f)

mostram as curvas de magnetorresistência obtidas experimentalmente $\left(\frac{\Delta\rho_{AMR}}{\rho_{AMR}}\right)$, as curvas (c), (e) e (g) são as curvas (b), (d), e (f) mostradas a uma escala de campo magnético menor. No caso (b) o campo magnético foi aplicado em um ângulo de 15° e a magnetorresistência obtida $\left(\frac{\Delta\rho_{AMR}}{\rho_{AMR}}\right)$ foi de 22 %; no caso (c) o ângulo foi 45° e a variação detectada foi 30%; e no caso (e) 90° foi o ângulo e 17 % a variação medida.

Estes valores demonstram que o ângulo entre o campo magnético aplicado e a direção em que a corrente flui influencia na mudança da resistência da amostra, confirmando a manifestação do efeito de AMR mediado pela presença de grãos anisotrópicos no filme.

Para as medidas de efeito hall planar (EHP) os contatos de corrente e tensão foram dispostos perpendicularmente entre si. A Figura 18 (a) é um exemplo, onde a corrente fluiu na direção B e a tensão foi medida entre terminais colocados na direção D (medida BD). Nesta configuração, para a amostra S_{120} , foram obtidas variações de resistividade $\left(\frac{\Delta\rho_{EHP}}{\rho_{EHP}}\right)$ de 46% e 26% para ângulos entre o campo magnético aplicado e a corrente de 45° e 315° , respectivamente. (Ver Figuras 18 (b) e (d), novamente as curvas (c) e (e) são as curvas (b), e (d) mostradas a uma escala de campo magnético menor).

Outro exemplo das medidas de Efeito Hall Planar está representado na Figura 19(a) (medida AC), nesta configuração a corrente fluiu na direção A e a tensão foi medida na direção C. As Figuras 19 (b), (d) e (f) representam três das curvas de magnetorresistência EHP obtidas. No caso (b) o campo magnético foi aplicado em um ângulo de 45° em relação à direção A da corrente elétrica - AC 45° - e a variação EHP obtida foi 520%. No caso (d) configuração AC 225° a variação EHP foi 20%, e no caso (f) o campo foi aplicado a 270° - AC 270° - e resultou em magnetorresistência positiva de aproximadamente 11,61% (refere-se às medidas onde a resistência decai próximo ao campo externo zero), e negativa de aproximadamente 59,6% (refere-se às medidas onde a resistência aumenta próximo ao campo externo zero). As curvas (c), (e) e (g) são as curvas (b), (d), e (f) mostradas a uma escala de campo magnético menor.

O efeito Hall planar nas amostras medidas apresentam valores maiores do que os encontrados na literatura porque aqui a corrente é confinada em direções específicas devido à máscara que é utilizada durante a deposição.

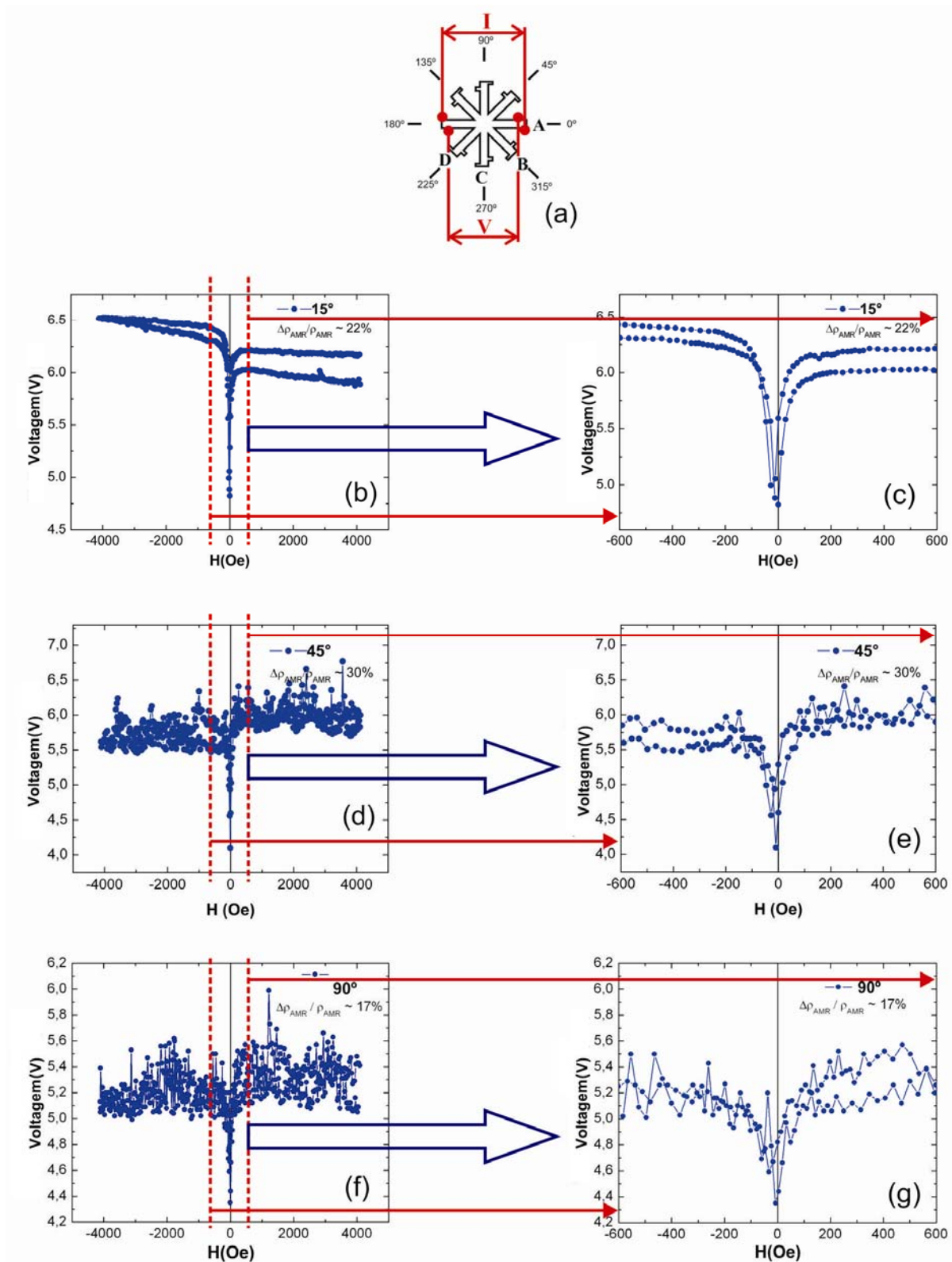


Figura 17 – Medidas de magnetorresistência $\left(\frac{\Delta\rho_{AMR}}{\rho_{AMR}}\right)$ para S_{60} , (a) Configuração de medida AA. Medidas experimentais realizadas nesta configuração: (b) AA 15° apresentando variação na resistividade de 22%. (c) Curva (b) em detalhe. (d) AA 45° , e variação de 30%. (e) Curva (d) em detalhe. (f) AA 90° e 17% de variação. (g) Curva (f) em detalhe.

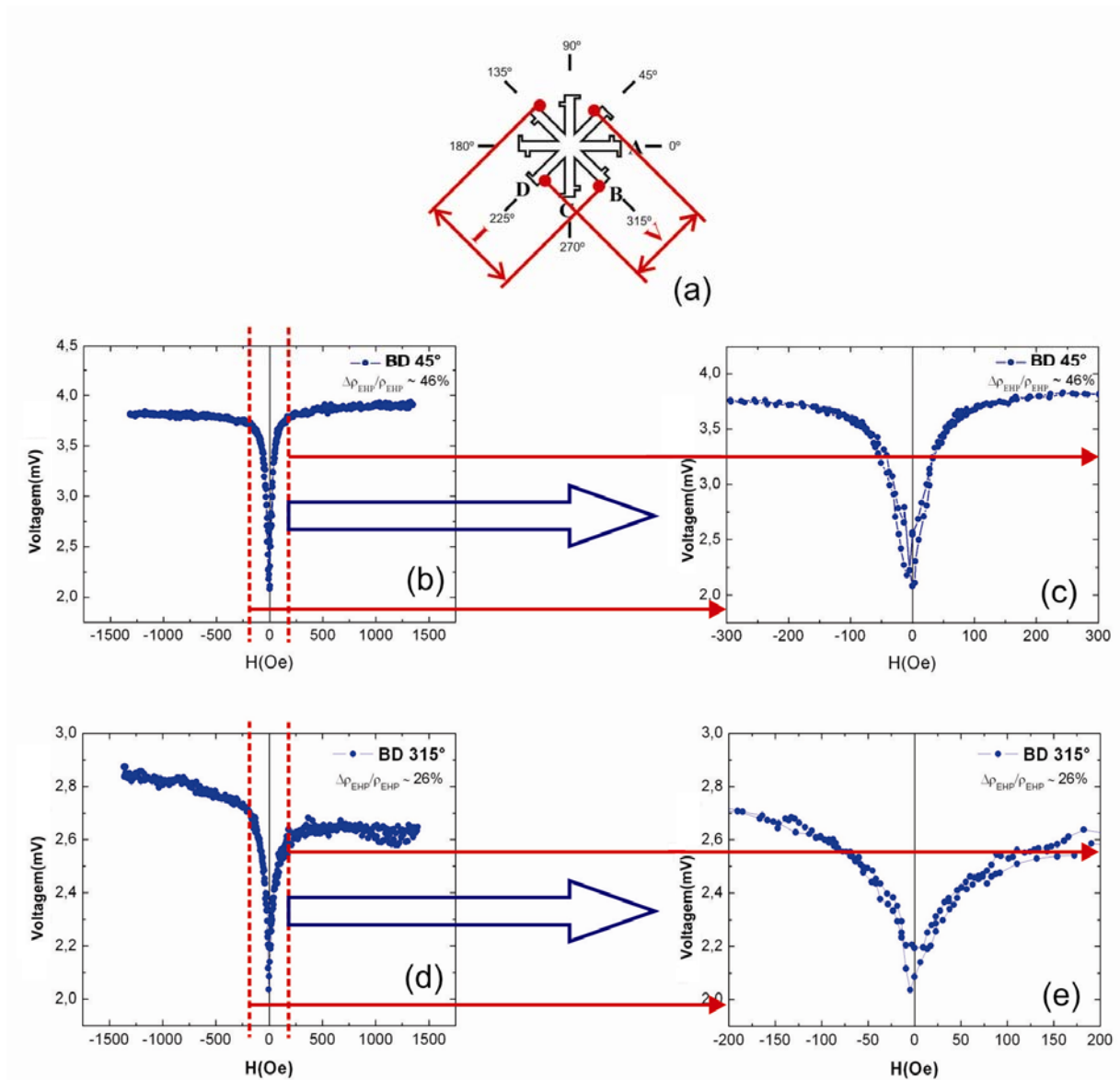


Figura 18 – Medidas de efeito hall planar $\left(\frac{\Delta\rho_{EHP}}{\rho_{EHP}}\right)$ para S_{120} . (a) Configuração de medida

BD. Medidas experimentais realizadas nesta configuração: (b) BD 45° apresentando variação na resistividade de 46%. (c) Curva (b) em detalhe. (d) BD 315°, a variação cai a 26%. (e) Curva (f) em detalhe.

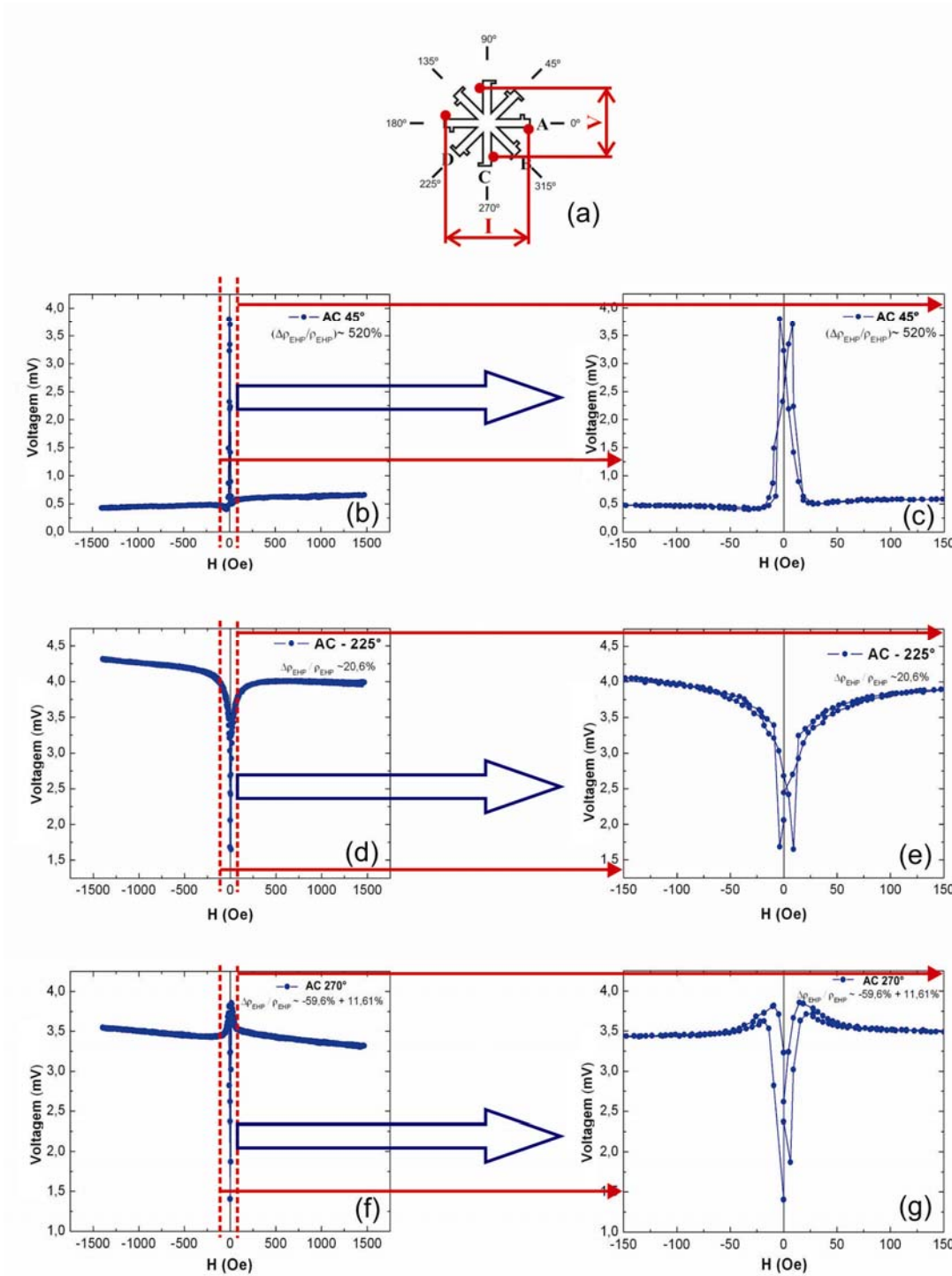


Figura 19 – Medidas de efeito hall planar $\left(\frac{\Delta\rho_{EHP}}{\rho_{EHP}}\right)$ para S_{120} . (a) Configuração de medida

AC. Medidas experimentais realizadas nesta configuração: (b) AC 45° apresentando variação na resistividade de 520%. (c) Curva (b) em detalhe. (d) AC 225° , a variação cai a 20%. (e) Curva (e) em detalhe. (f) AC 270° apresentando magnetorresistência positiva de aproximadamente 11,61%, e magnetorresistência negativa de aproximadamente 59,6%. (g) Curva (f) em detalhe.

5 CONCLUSÕES

O objetivo do presente estudo foi entender com mais profundidade o comportamento da magnetização, da resistividade e da magnetorresistividade de filmes finos de ferro, depositados sobre silício vicinal por desbaste iônico na presença de um campo magnético orientado, em função da estrutura morfológica dos mesmos. Para tanto, foi necessária a obtenção de substratos vicinais de silício que foram fabricados hidrogenizando Si (111), onde foram depositados três filmes finos de ferro com espessuras de 60 Å (amostra S₆₀), 120 Å (amostra S₁₂₀) e 245 Å (amostra S₂₄₅).

Para análise, foram medidas: imagens topográficas, utilizando um Microscópio de Força Atômica; Curvas de Histerese, com um Magnetômetro-Óptico por efeito Kerr (MOKE) e medições de resistividade e magneto-resistividade, através do método padrão de quatro pontas e o método de Van der Paw.⁷³

A análise morfológica revelou que os filmes crescidos nestes substratos exibem grãos orientados em um padrão que mimetiza os degraus do substrato, quando a espessura do filme é menor que 245 Å e que possuem eixo maior nas direções paralelas aos degraus. A amostra S₆₀ apresenta grãos distribuídos ao longo dos degraus do substrato mantendo sua morfologia visível, enquanto a amostra S₁₂₀ mostra os degraus encobertos, sendo ainda possível ver os grãos de ferro na forma alongada e alinhada com os degraus. Já na amostra S₂₄₅ o padrão se torna indefinido e a visualização dos degraus é impossível. Neste caso o ferro apresenta formas granulares não alongadas e estão aleatoriamente orientadas.

As curvas de magnetização obtidas por MOKE mostraram diferentes comportamentos magnéticos para cada direção do campo aplicado. E deixaram claro que a proposta de indução do crescimento do filme provocou uma anisotropia uniaxial nas amostras com menor espessura, pois o eixo fácil de magnetização está ao longo da direção das estruturas mais alongadas. Já as amostras mais espessas não apresentam este comportamento e sim um comportamento isotrópico.

A resistividade elétrica do sistema é visivelmente influenciada pela morfologia do filme. Tal conclusão pode ser obtida através das medidas feitas pelo método padrão de quatro pontas. Para a amostra mais anisotrópica resistivamente, a S₆₀, a diferença percentual entre a resistividade das direções A e B se aproxima dos 50% e a variação geral é de 230%. Para a amostra S₁₂₀ a variação geral é de 96%. Para estas duas amostras a resistividade menor foi obtida para a direção paralela aos degraus e quando a medida é feita na direção perpendicular

aos degraus (configuração CC), a resistividade é maior se comparada às mesmas medidas feitas para outras as configurações (AA, BB, DD), pois o eixo dos grãos nesta direção é menor que na direção paralela a estes, provocando maior espalhamento dos elétrons ao percorrerem este caminho, isto é, como aumentou o número de obstáculos, consequentemente aumentou a resistividade como propôs Mayadas³ para filmes policristalinos. Já para a amostra S₂₄₅ este comportamento não foi observado, pois esta amostra não possui a mesma organização que as demais devido a sua espessura elevada. Sendo assim, uma conclusão importante é que a resistividade do material depende da estrutura e da orientação relativa entre os degraus (eixo maior dos grãos) e a corrente.

A magnetorresistividade também evidencia comportamentos anisotrópicos associados com a estrutura morfológica. Para a amostra S₆₀, medidas feitas pelo método padrão quatro pontas com aplicação de campo magnético externo apresentaram resultados da ordem de 30% para ângulo de 45° entre este e a corrente, e 17% para 90°, por exemplo. Neste último caso, os valores elevados, se comparados aos valores usuais para o ferro (2%), se devem à magnetorresistência anisotrópica mediada pela morfologia dos grãos que nesta direção são mais alongados, portanto o número de fronteiras é menor diminuindo a resistência e consequentemente a resistividade nesta direção.

As medidas de efeito Hall planar para a amostra S₁₂₀, apresentaram resultados da ordem de 20% e 50%, para o caso em que a corrente é aplicada na direção paralela aos degraus (A) e a tensão medida na direção perpendicular aos degraus (C). Para esta mesma configuração, com um ângulo entre a corrente e o campo magnético aplicado de 45°, temos um resultado de 520% por volta dos 20 Oe (características importantes para serem usadas para aplicações em sensores) e que é um valor expressivo se comparado a resultados existentes na literatura¹⁵⁻². Estes valores significativos provavelmente provém da manifestação do efeito Hall planar que é maximizado pela peculiaridade da amostra ter sido depositada com uma máscara de sombreamento, assim a corrente foi confinada, reduzindo as possibilidades de novos obstáculos e também da menor resistividade existente na direção onde a corrente flui devido às características morfológicas da amostra.

Em resumo, obteve-se amostras policristalinas que apresentaram, anisotropia resistiva devido à indução do crescimento dos grãos no momento da deposição, através da técnica utilizada e do substrato vicinal. Conclui-se que amostras que crescem mantendo o padrão de degraus apresentam um comportamento que foi interpretado como sendo magnetorresistência anisotrópica mediada pela morfologia dos grãos. Se o filme de ferro cresce sem manter o padrão de degraus, mas mantendo a direção de crescimento dos grãos (mais alongados ao

longo dos degraus) observou-se associada à variação resistiva a manifestação do efeito hall planar, o que ultimamente tem recebido atenção devido à importância na facilitação da construção de sensores. Já a amostra espessa onde o crescimento dos grãos é aleatório, não se observa nenhum efeito expressivo.

6 PERSPECTIVAS FUTURAS

Para completar o trabalho, é importante a construção de conjuntos de amostras com variação sistemática dos parâmetros de deposição e com o objetivo de encontrar materiais que apresentem grandes variações de suas propriedades de magnetotransporte e possam servir como sensores de campo e outros dispositivos. Com um número maior de amostras e com morfologias controláveis será possível complementar o estudo aqui realizado avaliando e comparando de forma compreensiva as características estruturais, morfológicas e suas propriedades resistivas e magnetorresistivas dos filmes e, ainda, propor modelos de comportamento das mesmas em função dos parâmetros de deposição. Alguns ensaios preliminares podem ser encontrados no Anexo A. A seguir, serão descritos alguns exemplos de amostras onde o impacto da variação das condições de deposição nas propriedades dos materiais podem ser avaliados.

6.1 CONJUNTO DE AMOSTRAS I e II

O que diferenciará os dois conjuntos de amostras aqui propostas será o processo de desbaste iônico utilizado para a deposição dos filmes finos de ferro, de modo a avaliar a influência do processo de geração de plasma no crescimento do filme. O primeiro conjunto será depositado por desbaste iônico por aplicação de um potencial contínuo DC na presença de um campo magnético. Já, o segundo conjunto, por desbaste iônico por aplicação de um potencial RF na presença de um campo magnético. Apesar dos processos diferentes, as taxas de deposição usadas serão as mesmas o que, a priori, não modifica a energia com a qual os átomos chegam ao substrato no momento da deposição, reduzindo assim a variável apenas ao método como o plasma é gerado.

Cada conjunto consistirá em três amostras de espessuras 60, 120 e 245Å.

Para os dois conjuntos, a limpeza e hidrogenização dos substratos será realizada como descrito na subseção 3.2.2. A caracterização morfológica deverá ser feita por microscopia de tunelamento (STM) e a caracterização estrutural e físico-química será feita por espectroscopia de absorção de raios-x. As caracterizações magnéticas, resistivas e magnetorresistivas serão realizadas da mesma forma que neste trabalho, portanto, e estão descritas no capítulo 3. Pode-se fazer medidas de transporte em outras configurações a fim de determinar se existe a manifestação do efeito Hall anômalo.

Os resultados obtidos serão comparados e discutidos.

6.2 CONJUNTO DE AMOSTRAS III e IV

Nestes dois conjuntos o processo de deposição será o mesmo, desbaste iônico por aplicação de um potencial contínuo DC. O que diferenciará os dois conjuntos será a taxa de deposição onde haverá a diferença de aproximadamente dez vezes de uma em relação à outra.

Cada conjunto também consistirá em três amostras de espessuras 60, 120 e 245 Å. Com isto será possível avaliar o efeito da energia com que o átomo chega ao substrato.⁷⁵

A limpeza, hidrogenização, caracterizações estruturais, físico-químicas, magnéticas, resistivas e magnetorresistivas serão realizadas utilizando as mesmas técnicas dos conjuntos de amostras da seção 6.1.

REFERÊNCIAS

1. Fuchs, K.; *Proc. Camb. Phil. Soc.*, The conductivity of thin metallic films according to the electron theory of metals, **1938**, *34*, 100.
2. Sondheimer, E. H.; *Adv. Phys.*, The mean free path of electrons in metals, **1952**, *1*, 1.
3. Mayadas, A.F.; Shatzkes, M.; *Phys.Rev. B*, Electrical-Resistivity Model for Polycrystalline Films: the Case of Arbitrary Reflection at External Surfaces, **1970**, *11*, 1382.
4. Namba, Y.; *Jpn. J. Appl. Phys*, Resistivity and Temperature Coefficient of Thin Metal Films with Rough Surface, **1970**, *9*, 1326.
5. Soffer, S. B.; *J. Appl. Phys.*, Statistical Model for the Size Effect in Electrical Conduction, **1967**, *38*, 1710.
6. dos Santos, M.C., Geshev, J., Schmidt, J.E.; Teixeira, S. R., Pereira, L.G.; *Phys. Rev. B*, Origin of the magnetization reversal of an Fe thin film on Si(111), **2000**, *61*, 1311.
7. dos Santos, M. C.; *Universidade Federal do Rio Grande do Sul – Tese de Doutorado em Física*, Nanoestruturas de ferro crescidas em superfícies vicinais de silício: morfologia, estrutura e magnetismo, **2004**.
8. dos Santos, M.C.; *Universidade Federal do Rio Grande do Sul – Dissertação de Mestrado em Física*, Estudo da Anisotropia Magnética em Filmes Finos de Ferro crescidos sobre Si(111), **1999**.
9. dos Santos, M.C.; Geshev J.; Silva, D. K; Schmidt, J.E.; Pereira, L.G.; *J. Appl. Phys.*, Strong dependence of the Fe thin-film magnetic anisotropy on the Si(111), **2003**, *94*, 1490.
10. dos Santos, M.C.; Geshev, J.; Pereira, L.G.; Schmidt, J. E., Allongue, P., *Phys. Rev. B*, Intralayer coupling in self-organized Fe nanoclusters grown on vicinal Si(111), **2004**, *90*, 4420.
11. dos Santos, M.C.; Geshev, J.; Pereira, L.G.; Schmidt, J. E.; *J. Appl. Phys.*, Magnetic-field-dependent morphology on self-organized Fe on stepped Si(111) surfaces, **2009**, *106*, 023904.
12. Nakagawa, S.; Sasaki, I.; Naoe, M.; *J. App. Phys.*, Magnetization processes of storage and back layers in double-layered perpendicular magnetic recording media observed using anomalous and planar Hall effects, **2002**, *91*, 8354.
13. Rijks, Th.G.S.M.; Sour, R.L.H.; Neerincx, D.G.; De Veirman, A.E.M.; Coehoorn, R; Kools, J.C.S.; Gillies, M.F.; de Jonge, W.J.M.; *IEEE Trans. Magn.*, Influence of Grain Size on the Transport Properties of Ni₈₀Fe₂₀ and Cu Thin Films, **1995**, *31*, 3865.

14. Dieny, B.; Li, M.; Liao, S. H.; Horng, C.; Ju, K.; *J. Appl.Phys.*, Effect of interfacial specular electron reflection on the anisotropic magnetoresistance of magnetic thin films, **2000**, *88*, 4140.
15. Rijks, Th.G.S.M.; Coehoorn, R.; de Jong, M. J. M.; de Jonge W. J. M.; *Phys. Rev. B*, Semiclassical calculations of the anisotropic magnetoresistance of NiFe-based thin films, wires, and multilayers, **1995**, *51*, 283.
16. Rijks, Th.G.S.M.; Lenczowski, S. K. J.; Coehoorn, R.; de Jonge W. J. M.; *Phys. Rev. B*, In-plane and out-of-plane anisotropic magnetoresistance in Ni₈₀Fe₂₀ thin films, **1997**, *56*, 362.
17. Yoo, T.; Khym, S.; Lee, H.; Chung, S.; Lee, S.; Liu, X.; Furdyna, J.K.; *J. Appl. Phys.*, Asymetry in the planar Hall resistance of Fe films grown on vicinal GaAs substrates, **2010**, *107*, 09C505.
18. Lee, H.; Chung, S.; Yoo, T.; Lee, S.; Liu, X.; Furdyna, J.K.; *J. Appl. Phys.*, Reduction in the planar Hall resistance amplitude in the reversal process of Fe film with biaxial easy axes, **2010**, *107*, 09C508.
19. Volmer, M.; Neamtu, J.; *J. Magn. Mgn. Mater.*, Electrical and micromagnetic characterization of rotation sensors made from permalloy multilayered thin films, **2010**, *322*, 1631.
20. Chung, S.; Lee, S.; Liu, X; Furdyna, J.K.; *Phys. Rev. B*, Magnetization reorientation in Ga_xMn_{1-x}As films: planar Hall effect measurements, **2010**, *81*, 155209.
21. Jen, S. U.; Wang, P. J.; Tseng, Y. C.; Chiang, H. P.; *Phys.*, Planar Hall effect of Permalloy films on Si(111), Si(100), and glass substrates, **2009**, *105*, 07E903.
22. Yoo, T.; Khym, S.; Yea, S.; Chung, S.; Lee, S.; Liu, X.; Furdyna, J.K.; *Appl. Phys. Lett.*, Four discrete Hall resistance states in single-layer Fe film for quaternary memory devices, **2009**, *95*, 202505.23. Wong, S.K.; Srinivasan, K.; Sbiaa, R.; Law, R.; Tan, E.; Piramanayagam, S. N.; *IEEE Trans.Magn.*, Characterization of Coupled Novel Magnetic Multilayers With Anomalous Hall Effect, **2010**, *46*, 2409
24. Yao, Y.; Mireles, H.C.; Liu, J., Niu, Q., Erskine, J. L.; *Phys. Rev. B*, Negative differential magnetization in ultrathin Fe on vicinal W(100), **2003**, *67*, 174409.
25. Tustison, R. W.; Varitimos, T.; Van Hook, J.; Schloemann, E. F.; *Appl. Phys. Lett.*, Epitaxial Fe films on (100) GaAs substrates by ion beam sputtering, **1987**, *51*, 285.
26. Biao L.; Fermin J. R.; Azevedo, A.; de Aguiar, F. M.; Rezende, S. M.; *Appl. Phys. Lett.*, Magnetic properties of Fe films epitaxially grown on Cr/GaAs(100) by dc magnetron sputtering, **1998**, *72*, 2760.
27. Salvador, C.; Freire, T.; Bezerra, C.G.; Chesman, C.; Soares, E.A.; Paniago, R.; Silva-

- Pinto, E.; Neves, B.R.A.; *J. Phys. D: Appl. Phys.*, Properties of Fe/MgO (1 0 0) nanometric films grown by dc sputtering, **2008**, *41*, 205005.
28. Yaegashi, S.; Kurihara, T.; Segawa, H.; *J. Appl. Phys.*, Epitaxial growth and magnetic properties of Fe(211), **1993**, *74*, 4506.
29. Leeb, T.; Brockmann, M.; Bensch, F.; Miethaner, S.; Mayreuther, G.; *J. Appl. Phys.*, In-plane magnetic anisotropies in Fe films on vicinal Ag(001) and Au (001) surfaces, **1999**, *85*, 4964.
30. Elmers, H.J.; Hauschild J.; Gradmann, U.; *Phys. Rev. B*, Onset of perpendicular magnetization in nanostripe arrays of Fe on stepped W(110) surfaces, **1998**, *59*, 3688.
31. Choi, H.J.; Qiu, Z.Q.; Pearson, J.; Jiang, J.S.; Dongqi, L.; Bader, S.D.; *Phys. Rev. B*, Magnetic Anisotropy of Epitaxial Fe films grown on curved W(001) with a graded step density, **1998**, *57*, 12713.
32. Huang, D.J.; Jaeyong, L.; Mulhollan, G.A.; Erskine, J.L.; *J. Appl. Phys.*, Influence of surface atomic steps on in-plane magnetic anisotropy of ultrathin Fe films on W(001), **1993**, *73*, 6751.
33. Mendes, J.B.S.; *Universidade Federal de Pernambuco – Dissertação de Mestrado em Física*, Investigação de Relaxação e Anisotropias em Filmes Obliquamente Depositados, **2009**.
34. Park, Y.; Fullerton, E. E.; Bader, S.D.; *J. Appl. Phys.*, Growth-induced uniaxial in-plane magnetic anisotropy for ultrathin Fe deposited on MgO (001) by oblique-incidence molecular beam epitaxy, **1995**, *66*, 2140.
35. Gester, M.; Daboo, C.; Hicken, R.J.; Gray, S.J.; Ercole, A.; Bland, J.A.C.; *J. Appl. Phys.*, Continuous Evolution of the in-plane magnetic anisotropies with thickness in epitaxial Fe films, **1996**, *80*, 347.
36. Kawakami, R.K.; Escorcia-Aparicio, E.J.; Qiu, Z.Q.; *Phys. Rev. Lett.*, Symmetry-induced magnetic anisotropy in Fe films grown on stepped Ag(001), **1996**, *77*, 2570.
37. Munford, M.L.; *Universidade Federal de Santa Catarina – Tese de Doutorado em Física*, Eletrodeposição de Nanoestruturas Metálicas em Silício Monocristalino, **2002**.
38. Higashi G. S. and Chabal Y. J., *Handbook of Semiconductor Wafer Cleaning Technology: Science Technology and Applications*, Ed. W. Kern, Noyes Publishers: Nova Jersey, 1993, p 433.
39. Kern, W.; Puotinen, D.A.; *RCA Review*, Cleaning Solutions Based on Hydrogen Peroxide for Use in Silicon Semiconductor Technology, **1970**, *31*, 187.

40. Allongue, P.; Villeneuve, C.H.; Morin, S.; Boukherroub, R.; Wayner, D.D.M.; *Electrochim. Acta*, The preparation of Flat H-Si(111) Surfaces in 40% NH₄F Revisited, **1999**, *45*, 4591.
41. Allongue, P.; Kieling, V.; Gerscher, H.; *Electrochim. Acta*, Etching mechanism and atomic structure of H-Si(111) surfaces prepared in NH₄F, **1995**, *40*, 1353.
42. Munford, M.L.; Cortès, R.; Allongue, P.; *Sens. Mater.*, The Preparation of Ideally Ordered Flat H-Si(111) Surfaces, **2001**, *13*, 259.
43. Itaya, K.; Sugawara, R.; Morita, Y.; Tukumoto, H.; *Appl. Phys. Lett.*, Atomic resolution images of H-terminated Si(111) surfaces in aqueous solutions, **1992**, *60*, 2534.
44. Christopher, P.W.; Chistopher, E.D.; *Appl. Phys. Lett.*, Etch-pit initiation by dissolved oxygen on terraces of H-Si (111), **1997**, *71*, 1679.
45. Kurdesau, F.; Khripunov, G.; da Cunha, A.F.; Kaelin, M.; Tiwari, A.N.; *J.Non-Crist. Sol.*, Comparative study of ITO layers deposited by DC and RF magnetron sputtering at room temperature, **2006**, *352*, 1466.
46. Lee, S.-M.; Cahill, D.G.; Allen, T.H.; *Phys. Rev. B*, Thermal conductivity of sputtered oxide films, **1995**, *52*, 253.
47. Dumitru, V.; Morosanu, C.; Sandu, V.; Stoica, A.; *Thin Sol. Films* Optical and structural differences between RF and DC Al_xN_y magnetron sputtered films, **2000**, *359*, 17.
48. Hart, R.; Midgley, P. A.; Wilkinson, A.; Schwarzacher, W.; *Appl. Phys. Lett.*, Single crystal magnetic metal films on GaAs grown by electrodeposition, **1995**, *67*, 1316.
49. Dézsi, I.; Fetzer, C.; Szűcs, I.; Degroote, B.; Vantomme, A.; Kobayashi, T.; Nakanishi, A.; *Surf. Sci.*, Ultrathin Fe layers on Ag (1 0 0) surface, **2007**, *601*, 2525.
50. Cullity, B.D., *Introduction to Magnetic Materials*, Addison-Wesley Publishing Company: Indiana, 1972, p 207-244.
51. Gündel, A.; *Universidade Federal do Rio Grande do Sul – Tese de Doutorado em Física*, Estudo das Propriedades Magnéticas e Estruturais de Filmes Ultrafinos de Fe, Co, e Ni/Au(111) produzidos por eletrodeposição, **2004**.
52. Vleck, J. H. van; *Phys. Rev.*, On the anisotropy of cubic ferromagnetic crystals, **1937**, *52*, 1178.
53. Sakurai, J.J.; *Modern Quantum Mechanics*, Addison-Wesley Publishing Company: Los Angeles, 1932, p 304-307.

54. Stoner, E.C.; *Philos. Magaz.*, The demagnetizing factors of the general ellipsoid, **1945**, *36*, 803.
55. Osborn, J.A.; *Phys. Rev.*, Desmagnetizing factors of the general ellipsoid, **1945**, *67*, 351.
56. de Jonge, W. J. M., Bloemen, P. J. H., den Broeder, F. J. A., *Ultrathin Magnetic Structures I*, Springer: Berlim, 1994, p 65-86.
57. Kittel, C., *Introdução à Física do Estado Sólido*, LTC: Rio de Janeiro, 2006, p 127-131.
58. Ashcroft, N.W., Mermin, N.D., *Solid State Physics*, Holt, Rinehart and Winston: Estados Unidos, 1976, p 6-13.
59. Ballentine, L. E., *Phys.*, Critical behaviour of a two-dimensional non-planar Ising lattice, **1964**, *30*, 1231.
60. Oliveira, A.B., *Universidade Federal de Pernambuco - Dissertação de Mestrado*, Magneto-resistência em Filmes e Multicamadas Magnéticas, **2005**.
61. Fert, A.; Lottis, D. K.; In *Concise Encyclopedia of Magnetic and Superconducting Materials*, J. Evetts Pergamon: Oxford, 1992, p 287.
62. Checkelsky, J. (2004). *Anisotropic Magnetoresistance in $Fe_xCo_{1-x}S_2$* . Harvey Mudd College.
63. Du, H-F.; He, W.; Liu, H-L.; Fang, Y-P.; Wu, Q.; Zou, T.; Zhang, X-Q., Sun, Y., Cheng, Z-H.; *Appl. Phys. Lett.*, Determination of magnetic anisotropies in ultrathin iron films on vicinal Si(111) substrate by the ferromagnetic resonance, **2010**, *96*, 142511.
64. Rubenstein, M.; Rachford, F. J.; Fuller, W. W.; Prinz, Cr. A.; *Phys. Rev. B*, Electrical transport properties of thin epitaxially grown iron films, **1988**, *37*, 8689.
65. Gondo, Y.; Funatogawa, Z.; *J. Phys. Soc. Jpn.*, On the Temperature Dependency of Magneto-resistance Effect of Iron Single Crystal, **1952**, *7*, 41.
66. Röttger, B.; Hanbücken, M.; Neddermeyer, H.; *Appl. Surf. Sci.*, Nanostructures Obtained by Self-organization of Silicon Surfaces, **2000**, *162-163*, 595.
67. Tondra, M.; Lottis, D.K.; Riggs, K. T.; Chen, Y.; Dahlberg, E.; Dan Prinz, G.A.; *J. Appl. Phys.*, Thickness dependence of the anisotropic magnetoresistance in epitaxial iron films, **1993**, *73*, 6393.
68. Pauw, J.V.; *Philips Research Reports*, A Method of Measuring Specific Resistivity and Hall Effect of Discs of Arbitrary Shape, **1958**, *13*, 1.
69. Tentardini, E.K.; *Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul – Dissertação de Mestrado em Engenharia*, Construção de um Equipamento de Deposição tipo Magnetron Sputtering e sua Caracterização através da Deposição de Filmes Finos de Metais e Compósitos, **2000**.

70. Ohring, M., *The Materials Science of Thin Films*, Academic Press: San Diego, 1992.
71. Borges, J.G.; *Universidade Federal do Rio Grande do Sul – Tese de Doutorado em Física*, Estudos do Comportamento Magnético de Filmes Finos Eletrodepositados que Apresentam Magnetização Perpendicular, **2007**.
72. Sokolov, A.V.; *Optical Properties of Metals*, Elsevier: Nova Iorque, 1961.
73. Yang, Z.J.; Scheinfein, M.R.; *J. App. Phys.*, Combined three-axis surface magneto-optical Kerr Effects in the study of surface and ultrathin-film magnetism, **1993**, 84, 6810.
74. Bueno, T.; *Universidade Federal de Pernambuco – Dissertação de Mestrado em Física*, Acoplamentos Magnéticos em Bicamadas e Válvulas de Spin: Dependência com a Temperatura, **2009**.
75. Thornton, J.A.; *J. Vac. Sci. Technol.*, Influence of substrate temperature and deposition rate on structure of thick sputtered Cu coatings, **1975**, 12, 830.

ANEXO A - COMPARAÇÃO ENTRE DIFERENTES CONDIÇÕES DE DEPOSIÇÃO DO FILME DE FERRO E SUA RESPOSTA MAGNÉTICA

Com o objetivo de entender mais detalhadamente a relação entre os parâmetros de deposição do filme fino de ferro e sua resposta magnética, foram feitos vários estudos complementares que serão apresentados neste anexo. Tais estudos consistem em variar os parâmetros nos processos de preparação das amostras e depois comparar os resultados através da caracterização magnética realizada por MOKE, seguindo o procedimento experimental descrito na seção 3.4. As imagens apresentadas aqui foram feitas por Microscopia de Força atômica, cuja metodologia foi apresentada na seção 3.3.

A seguir, serão apresentadas duas seções, em cada uma expondo os parâmetros utilizados para a confecção das amostras e os resultados da análise magnética. A seção A1 tratará de uma amostra que foi depositada por *RF-magnetron sputtering* e outra que foi depositada por *DC-magnetron sputtering*. A seção A2 mostrará duas amostras em que uma o substrato de silício não possuía as estruturas de degraus. A seção A3 apresentará duas amostras depositadas a taxas diferentes devido à mudança da corrente fornecida pela fonte DC.

A1 MÉTODO DE DEPOSIÇÃO DIFERENTE

Nesta seção serão apresentadas duas amostras com espessura de 245 Å. A primeira é a amostra S_{245} apresentada no Capítulo 4. Esta amostra foi depositada por *RF-magnetron sputtering* no equipamento apresentado na subseção 3.2.3.1 com taxa de 0,7 Å/s e a outra amostra foi depositada por *DC-magnetron sputtering* no equipamento apresentado na subseção 3.2.3.2 com taxa de 4,7 Å/s. Ambas as amostras foram depositadas sobre o substrato de silício vicinal (Si(111)) hidrogenizado (procedimento descrito na subseção 3.2.2).

A Figura A1 mostra as imagens de AFM das duas amostras, em nenhuma é possível reconhecer algum padrão. Percebe-se, no entanto que na amostra depositada por DC, existe uma estrutura de grãos esferoidais não existente na amostra S_{245} .

Não há registros de um estudo comparativo entre estas duas técnicas para o ferro. Porém, para alguns materiais, os filmes por DC resultam amorfo formado por grãos e os depositados RF, filmes cristalinos.⁴⁶⁻⁴⁷

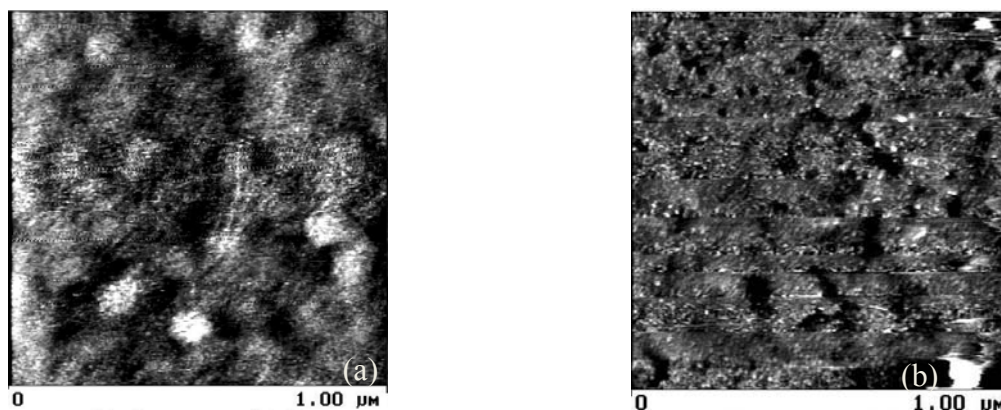


Figura A1 – Imagens feitas por AFM. (a) amostra depositada por DC-*magnetron sputtering*. (b) RF-*magnetron sputtering*.

Tecnicamente falando, embora seja mais fácil o processo de deposição com RF, devido ao processo não necessitar da geração de elétrons secundários para que o plasma seja mantido como acontece na DC, a taxa torna-se até dez vezes menor, isto mantendo os outros parâmetros fixos. Se a taxa for muito baixa, o tempo de deposição aumenta o que pode ser bom, pois os átomos de ferro que chegam ao substrato se acomodam, mas também pode ser um empecilho já que aumenta a possibilidade de outros elementos presentes na câmara serem depositados junto ao filme, já que a câmara não é de ultra-alto vácuo. Portanto os dois processos são adequados para deposição de ferro, a escolha depende das características pretendidas do filme. Magneticamente, pode-se ilustrar estas afirmativas com os resultados obtidos das duas amostras analisadas nesta seção, a Figura A2 apresenta o gráfico polar para campo coercivo e remanência das duas amostras, a amostra S_{245} apresenta um comportamento isotrópico, como já foi discutido, já a amostra depositada por DC apresenta anisotropia uniaxial, provavelmente induzida durante a deposição, a forma de agrupamento dos átomos no filme, em grãos esferoidais, provoca o crescimento do filme em forma de tiras, provocando uma direção preferencial magnética, a anisotropia uniaxial apenas não é mais acentuada devido a espessura elevada do filme. Já a amostra depositada por RF, é mais cristalina, além de ser espessa, espessura esta que é quatro vezes maior que a espessura dos degraus, o que explica a falta de rugosidade e anisotropia morfológica, o padrão se perdeu devido ao aumento da espessura.

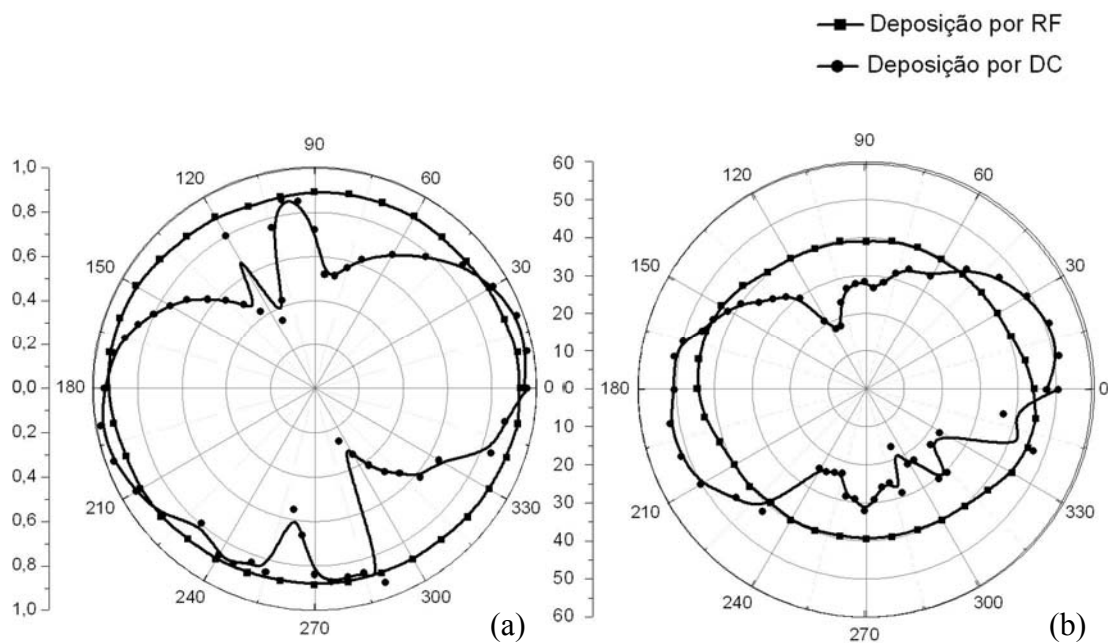


Figura A2 – Gráfico polar para a variação angular da (a) Coercividade e (b) Remanência das duas amostras.

A2 ESTRUTURA DE DEGRAUS DOS SUBSTRATOS

Nesta seção serão apresentadas duas amostras com espessura de 60 Å. As duas amostras foram depositadas no equipamento apresentado na subseção 3.2.3.1 utilizando *DC-magnetron sputtering* e com a distância de 8 cm do alvo ao porta-amostra e com taxa de deposição de 1 Å/s. Utilizando um substrato de silício vicinal ($\text{Si}(111)$). A primeira passou pelo processo de hidrogenização exatamente como está descrito na subseção 3.2.2. A segunda também foi hidrogenizada, porém ao ser colocada no recipiente com NH_4F (como descrito na subseção 3.2.2) a direção do plano cristalográfico que foi posto na horizontal não foi o $(1\bar{1}0)$ e sim foi o $(11\bar{2})$.

A Figura A3 mostra as imagens de AFM para os dois substratos, o que foi hidrogenizado no plano $(1\bar{1}0)$ ficou com a estrutura de degraus, o substrato que foi hidrogenizado no plano $(11\bar{2})$ não.

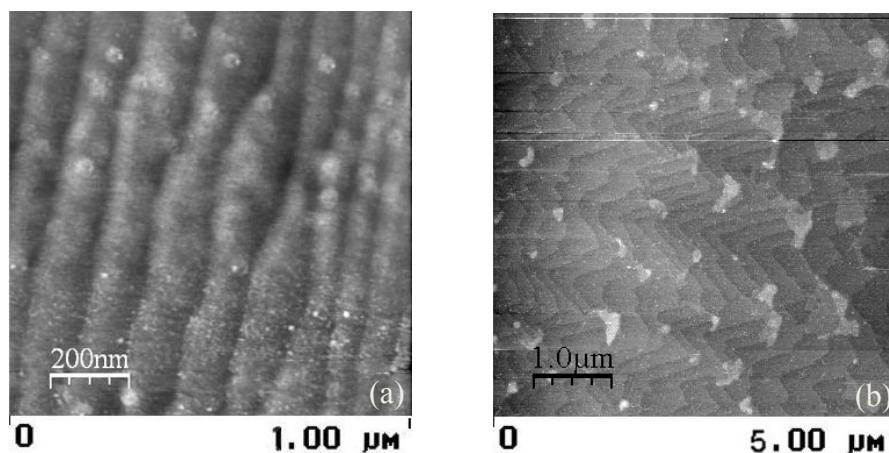


Figura A3 – Imagens de AFM para os substratos de silício. (a) substrato hidrogenizado no plano $(1\bar{1}0)$. (b) substrato hidrogenizado no plano $(11\bar{2})$.

A Figura A4 mostra as imagens feitas por AFM dos dois filmes onde se percebe que a amostra que cresceu sobre os degraus acompanhou a morfologia do substrato, seguindo o padrão de degraus, já a outra não cresceu em nenhum padrão.

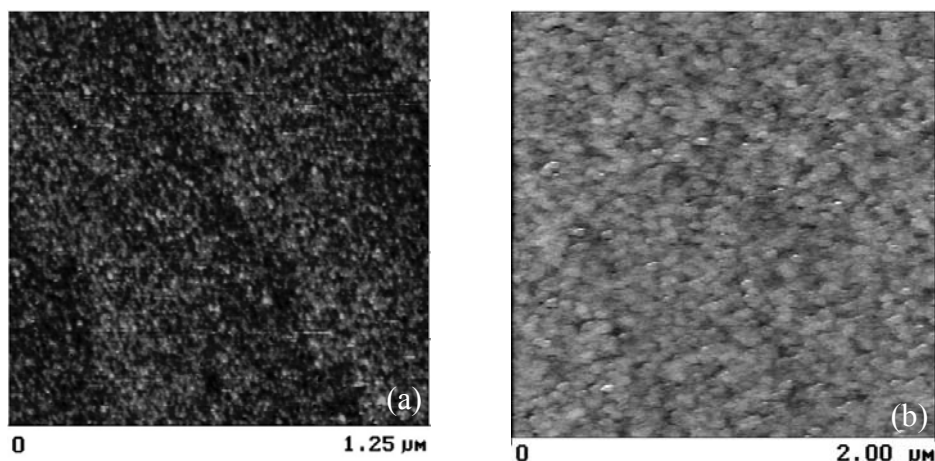


Figura A4 – Imagens de AFM. (a) Filme e ferro crescido sobre o substrato com o padrão de degraus. (b) Filme de ferro crescido sobre o substrato sem o padrão de degraus.

A Figura A5 mostra a variação angular da coercividade e remanência de 0° a 180° para as duas amostras, fica evidente que a amostra crescida sobre o substrato com degraus é mais anisotrópica magneticamente, a anisotropia uniaxial é tão evidente chegando que a

coercividade chega quase ao valor nulo e foram obtidas curvas de histerese peculiares como a da Figura A6.

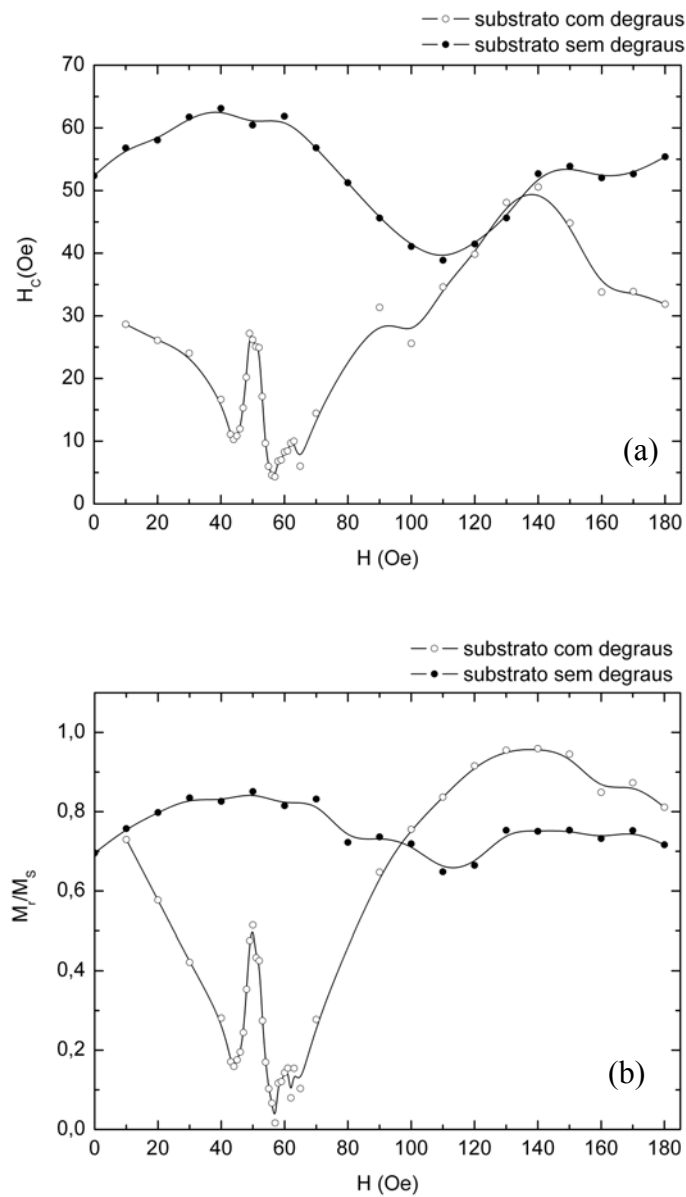


Figura A5 – (a) Variação angular do campo coercivo para as duas amostras. (b) Variação angular da remanência para as mesmas amostras.

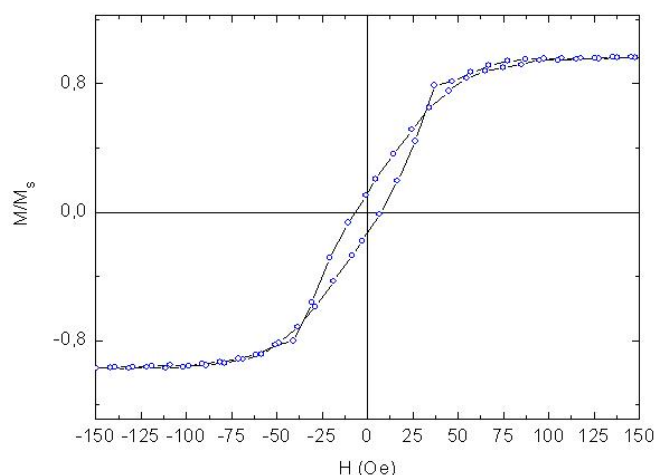


Figura A6 – Curva de histerese peculiar obtida por MOKE para 58° com relação à direção paralela aos degraus na amostra.

A indução do crescimento do filme fino de ferro através dos degraus da superfície do silício, combinada com o processo de deposição por *DC-magnetron sputtering* e o uso de ímãs ao lado do substrato, são essenciais na indução de anisotropia uniaxial neste tipo de amostra.

A3 DIFERENTES TAXAS DE DEPOSIÇÃO

Nesta seção serão apresentadas duas amostras com espessura de 60 \AA . As duas amostras foram depositadas no equipamento apresentado na subseção 3.2.3.1 utilizando *DC-magnetron sputtering* e com a distância de 8 cm do alvo ao porta-amostra. Utilizando um substrato de silício vicinal ($\text{Si}(111)$) que passou pelo processo de hidrogenização exatamente como está descrito na subseção 3.2.2.

A fonte DC foi programada no modo corrente, porém com taxas diferentes. A amostra que se chamará de A foi depositada com 0,5 A de corrente e taxa de $0,7 \text{ \AA/s}$ e a amostra que chamarei de B foi depositada com corrente 0,05 A e taxa de $0,087 \text{ \AA/s}$.

A Figura A7 mostra as imagens de AFM das duas amostras, onde a amostra A apresenta uma morfologia de tiras e a amostra B uma composição mais arredondada que provém, provavelmente do maior tempo que os átomos dispõem para se rearranjarem ao chegar ao substrato.

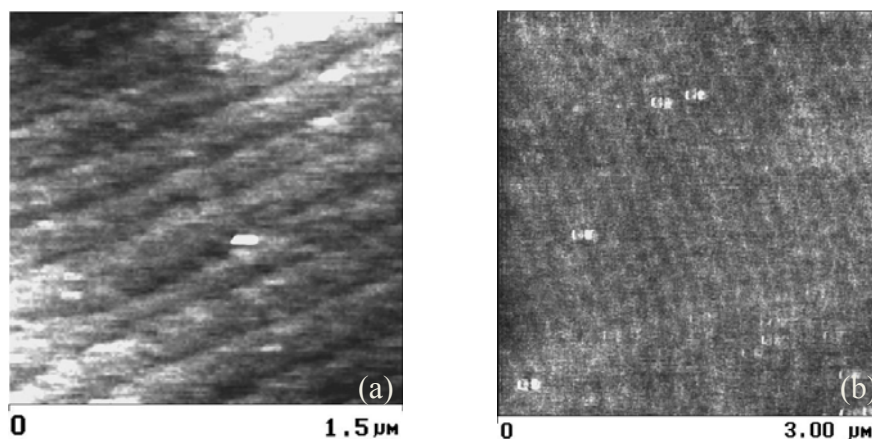


Figura A7 – Imagens de AFM. (a) Amostra crescida a $0,7 \text{ \AA/s}$ e (b) Amostra crescida a $0,087 \text{ \AA/s}$.

Os eixos difíceis magnéticos para as duas amostras são mostrados na Figura A8. Percebe-se que a diferença chega a quase 8 vezes no valor da coercividade. Apesar das duas amostras possuírem carácter anisotrópico, e anisotropia uniaxial, com a taxa mais alta foi possível chegar a valores de coercividade próximos a zero e até negativas, onde a curva de histerese apresentada é invertida devido ao pequeno desvio no plano (111), devido a competição das anostropias o vetor magnetização fica fora do plano como é discutido e interpretado na referência.⁸

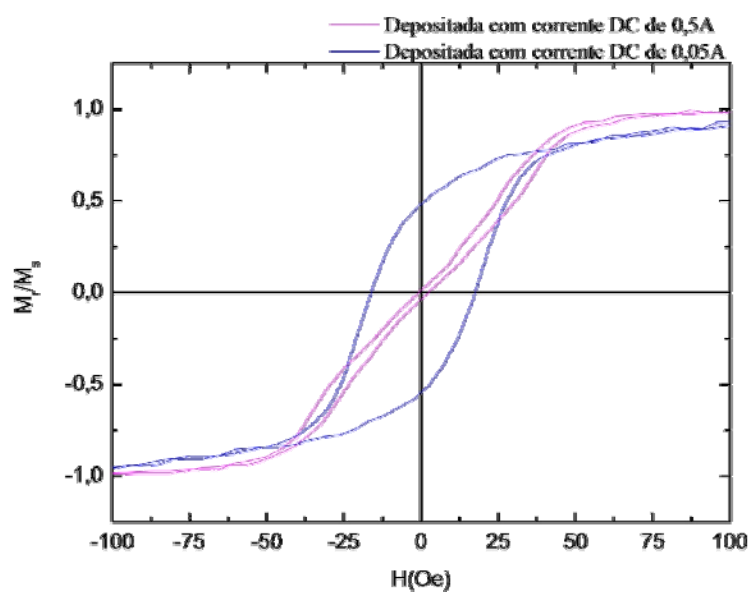


Figura A8 – Curvas de histerese para as duas amostras.

ANEXO B – ANÁLISE ESTRUTURAL DA AMOSTRA S₆₀

Com o objetivo de analisar a estrutura da amostra S₆₀, bem como a existência de óxido de ferro na superfície foi utilizada a técnica *Grazing Incidence X-ray Diffraction*, no Laboratório de Conformação Nanométrica (IF-UFRGS).

Esta técnica consiste em combinar a Difração de raios-x de Bragg com a reflexão externa das superfícies do cristal, sendo assim, a técnica mais adequada para análise de estrutura em filmes finos.

Os parâmetros utilizados na medida foram 0,5° de ângulo de incidência, num Difratograma *Shimadzu XRD6000*. O Difratograma (Figura B1) apresenta os picos dos elementos apresentados na Tabela B1, que foram interpretados pelo software *X'pert highscore* marca *Philips* onde percebe-se que não existe uma camada de óxido na superfície da amostra e esta forma um siliceto de ferro na interface entre o substrato de silício e o filme de ferro. Não foi detectada a presença de oxigênio.

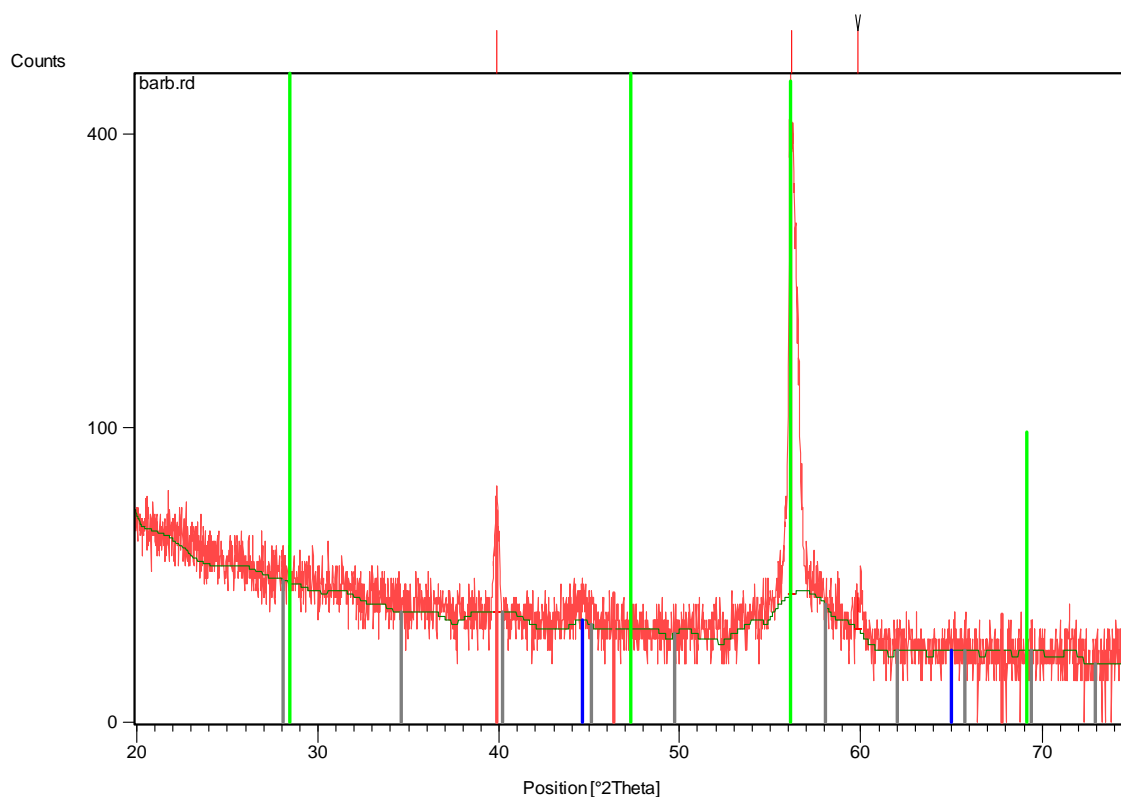


Figura B1 – Digratograma obtido pela técnica GXRD com ângulo de incidência de 0,5°.

Tabela B1 – Dados fornecidos pelo programa *** ao analisar o Difratoograma da Figura A1.

<i>Cor</i>	<i>Cód. De Referência</i>	<i>Nome do composto</i>	<i>Fator de escala</i>	<i>Fórmula Química</i>
*	38-1397	Fersilicite, syn [NR]	0,000	Fe Si
*	06-0696	ferrite	0,000	Fe
*	27-1402	Silicon, syn	3,119	Si
*	35-1158	Silicon (alta pressão)	0,077	Si