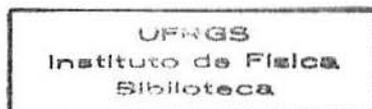


UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL
INSTITUTO DE FÍSICA
BACHARELADO EM FÍSICA

**MAGNETO-RESISTIVIDADE EM SISTEMAS MAGNÉTICOS
NANOESTRUTURADOS**

Bárbara Canto dos Santos



Monografia realizada sob orientação do Prof. Luis Gustavo Pereira, apresentada ao Instituto de Física da UFRGS em preenchimento parcial dos requisitos para obtenção do título de Bacharel em Física.

Porto Alegre, Novembro de 2007.

Trabalho parcialmente financiado por FAPERGS (Fundação de Apoio a Pesquisa do Estado do Rio Grande do Sul), CNPq (Centro Nacional de Pesquisa) e PROPesq (Pró-reitoria de Pesquisa da Universidade Federal do Rio Grande do Sul).

Ao meu avô, Assis Borges do
Canto, com amor e gratidão.

AGRADECIMENTOS

Um muito obrigada cheio de gratidão para:

Dr. Luis Gustavo Pereira (Gugu), por ser um brilhante orientador, por acreditar em mim, nas minhas futuras capacidades, por ser exigente mas, sempre respeitando meus limites, proporcionando-me a oportunidade de trabalhar com o que escolhi e onde escolhi. Também, por sua calma e bom-humor que quase sempre foram necessários. E também por ter sido um ótimo professor nos meus estudos sobre o assunto.

Dra. Janaína Galho Borges, por ajudar nas medidas de AFM, por tornar-se minha “co-orientadora” mesmo não sendo sua esta tarefa. Pela paciência, correção do trabalho e amizade.

Sr. Sílvio Kirst, pela deposição dos filmes, por me ter permitido acompanhar este processo, mostrando e ensinando cada detalhe que necessitei saber. Um muito obrigada especial pela ajuda nos desenhos e principalmente, por me apoiar e estar ao meu lado sempre.

Sr. Paulo (“Dr.” CGS), por jamais se negar passar seus conhecimentos, por agir como um contra-regra o qual o trabalho quase nunca aparece, mas é sempre indispensável, pela ajuda na confecção do porta-amostra e nos consertos que foram necessários. E principalmente por ser meu grande amigo.

Sr. Gervaldo Silva, por “quebrar vários galhos” e ser um amigo fiel, sempre pronto a rir ou chorar junto comigo.

Dr. Sérgio Ribeiro Teixeira (Durão), pelo apoio para a confecção dos filmes, e pela grande ajuda com o silício utilizado.

Dr. Luiz Fernando Ziebell, por ministrar tão bem as aulas de Teoria Eletromagnética, fazendo crescer em mim uma paixão por esta área.

Dr. Paulo Pureur por apresentar os estudos sobre as Propriedades Elétricas dos Materiais.

Os meus colegas do Laboratório de Magnetismo, Artur D., Artur H., Raquel, Maira e Allan, pelas risadas, momentos de descontração e auxílio na trajetória deste trabalho. A José Ricardo, Ramona e Anna, pela companhia na trajetória da pesquisa.

Ao Ângelo pelos ensinamentos e ajuda.

Os alunos de pós-graduação pela força dada e os ensinamentos: Gustavo, Ricardo e Sabrina. Valeu!!!

Professores Julian Geshev e João Schmidt por me acolherem de volta ao laboratório.

Sr. Otelo pelo empenho nas medidas de Raios-X.

Dr. Evgeni Cruz por me mostrar que a alegria e a força de vontade superam todas as dificuldades.

Prof. Anderson Beatrice, Profa. Alice Ana, Prof. Marcelo, Profa. Vitória, Prof. Ruth Schneider, minha tia Vera, minha mãe e meus avós, por ajudarem na minha trajetória e luta diária pela profissão que eu escolhi.

SUMÁRIO

| | |
|---|----|
| 1 INTRODUÇÃO..... | 5 |
| 2 MAGNETO-RESISTÊNCIA ANISOTRÓPICA: UMA BREVE APRESENTAÇÃO..... | 7 |
| 3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL | 9 |
| 3.1 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS | 9 |
| 3.1.2 Limpeza e Hidrogenização dos Substratos..... | 8 |
| 3.1.2. Deposição dos Filmes de Ferro..... | 9 |
| 3.2 TÉCNICA DE CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA..... | 12 |
| 3.2.1 Microscopia de Força atômica..... | 10 |
| 3.3 TÉCNICA DE CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL | 12 |
| 3.4 TÉCNICA DE CARACTERIZAÇÃO MAGNÉTICA | 13 |
| 3.4.1 Magnetômetro de Força de Gradiente Alternado (AGFM) | 13 |
| 3.5 TÉCNICA DE CARACTERIZAÇÃO MAGNETO-RESISTIVA | 14 |
| 4 RESULTADOS EXPERIMENTAIS | 16 |
| 4.1 RESULTADOS DA ANÁLISE MORFOLÓGICA E ESTRUTURAL | 16 |
| 5 RESULTADOS DA ANÁLISE MAGNÉTICA E MAGNETORESISTIVA | 20 |
| 5.1 RESULTADOS DA ANÁLISE MAGNÉTICA | 20 |
| 5.2 RESULTADOS DA ANÁLISE MAGNETORESISTIVA | 21 |
| 5 CONCLUSÕES | 30 |
| 6 PERSPECTIVAS FUTURAS | 31 |
| Referências | 33 |

1 INTRODUÇÃO

O estudo de materiais magnéticos nanoestruturados tem recebido atenção, principalmente por estes possuírem dimensões físicas comparáveis às suas distâncias interatômicas e nesta ordem de grandeza surgirem efeitos não observados em sistemas massivos. Entre as aplicações diretas de materiais magnéticos nanoestruturados está à indústria da informática, com a miniaturização progressiva da tecnologia de computadores. Atualmente a mídia nanoestruturada é usada para gravação magnética e em cabeçotes de leitura magnetoresistivos.

Em pesquisas recentes realizadas no Laboratório de Magnetismo do Instituto de Física da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, foi investigado o crescimento de filmes finos de ferro em substratos de silício. Este estudo mostrou que a estrutura do substrato é fundamental para o crescimento dos filmes. Substratos vicinais, neste caso silício $\langle 111 \rangle$, induzem um crescimento com uma direção preferencial na formação do filme. Os trabalhos mostraram que os filmes apresentaram respostas magnéticas anisotrópicas, ou seja, para cada direção relativa entre os eixos magnetocristalinos da amostra e o campo externo aplicado, a curva de histerese magnética apresentava uma nova forma [1, 2].

As estruturas diferenciadas, acima descritas, podem influenciar significativamente nos efeitos de 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 forem menores que o livre caminho médio eletrônico, os tamanhos de grãos irão determinar 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 dependerá das direções relativas de medida. Em segundo lugar pelos efeitos da interação spin-órbita que se refletem na magneto-resistência anisotrópica (AMR). Neste caso a magnetização varia com respeito ao campo magnético aplicado, refletindo assim, um comportamento diferenciado, pois a anisotropia magnética do sistema irá atuar diretamente na condutividade do sistema [3]. As espessuras dos filmes também influenciam na resistividade, entretanto, este assunto não será discutido aqui.

Este trabalho consiste em entender um pouco mais sobre a resistividade e magnetoresistividade de amostras de ferro depositadas sobre silício. Para tanto foram depositados filmes de ferro em substratos vicinais de silício <111> e feitas caracterizações morfológicas, estruturais, magnéticas e magnetoresistivas.

A seguir, serão apresentados os aspectos teóricos relativos aos efeitos magnetoresistivos, logo após serão apresentadas as técnicas de medidas. No capítulo quatro apresentaremos os resultados obtidos e, por fim, a conclusão e as perspectivas futuras do trabalho.

2 MAGNETO-RESISTÊNCIA ANISOTRÓPICA: UMA BREVE APRESENTAÇÃO

O método mais utilizado para medir resistividade elétrica consiste em aplicar uma corrente e medir a diferença de potencial. A relação entre o campo elétrico e a densidade de corrente local é, $\mathbf{E} = \rho \mathbf{j}$, e é medida quando uma corrente elétrica flui entre dois pontos. A constante ρ é a resistividade elétrica e depende do material e das direções relativas entre os terminais de medida, assim como da direção do campo elétrico aplicado, é definida como a constante de proporcionalidade entre o campo elétrico \mathbf{E} , e a densidade de corrente induzida \mathbf{j} . Para o caso geral ρ é um tensor.

Magneto-resistência é definida como a variação da resistividade de um material com a aplicação de um campo magnético externo. O efeito depende da direção da magnetização espontânea. O modelo que melhor explica a Magneto-resistência é o Modelo de Duas Correntes de Mott [4]. 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:

$$\rho_{\sigma} = n_{\sigma} e^2 / m_{\sigma} \tau_{\sigma},$$

onde n_{σ} é o número de portadores, m_{σ} é a massa efetiva e τ_{σ} é o tempo de relaxação [3, 5].

A dependência da resistividade com o ângulo θ entre o campo magnético aplicado e a corrente [6] é:

$$\rho = [(\rho_{//} + 2 \rho_{\perp}) / 3] + (\rho_{//} - \rho_{\perp})(\cos^2 \theta - 1/3)$$

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 Magneto-resistência Anisotrópica, que é medida por:

$$\Delta\rho/\rho = (R(\mathbf{H}) - R(0)) / R(0),$$

onde $R(H)$ é a resistência com campo magnético máximo aplicado e $R(0)$ é a resistência para o ponto de campo coercivo.

Neste trabalho, os parâmetros que variamos foram o ângulo entre a corrente elétrica e o campo magnético, por uma rotação da amostra, e as configurações relativas dos contatos de tensão e de corrente.

Uma forma de abordar a magneto-resistência é utilizar a expressão fenomenológica de campo elétrico generalizado:

$$\mathbf{E} = \rho_{\perp} \mathbf{j} + (\rho_{\parallel} - \rho_{\perp}) (\mathbf{M} \cdot \mathbf{j}) \mathbf{M} / \mathbf{M}^2 + \rho_{EH} \mathbf{M} \times \mathbf{j}$$

As resistividades são medidas tanto paralelamente à magnetização (ρ_{\parallel}), quanto perpendicularmente à magnetização (ρ_{\perp}). O primeiro termo é a componente transversal do campo elétrico ôhmico, sendo o segundo termo o responsável pela Magneto-resistência Anisotrópica (AMR) e o terceiro termo responsável pelo efeito Hall Extraordinário [5, 6, 7].

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 2.1.

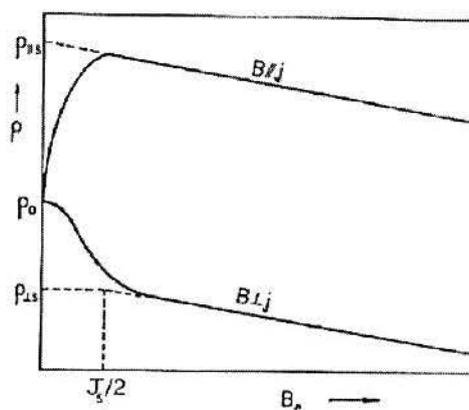


Figura 2.1 – Curva característica da dependência da resistência em um campo magnético externo [7].

3 PROCEDIMENTO EXPERIMENTAL

Neste capítulo serão apresentados os procedimentos de preparação das amostras, limpeza, hidrogenização e, também, um resumo sobre as técnicas empregadas nas investigações morfológicas, estruturais, magnéticas e magnetoresistivas.

3.1 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS

As amostras foram preparadas em duas etapas: a primeira de limpeza e hidrogenização dos substratos que foi realizada seguindo as receitas descritas por Santos, M.C. [1] e por Borges, J.G. [2]. A segunda etapa consistiu na deposição dos filmes de ferro por evaporação via canhão de elétrons.

3.2.1 Limpeza e hidrogenização do substrato

Lâminas de silício ao serem produzidas comercialmente adquirem uma camada de óxido em sua superfície, tornando-a irregular, o que provoca um ocultamento nas direções cristalográficas. Para que a estrutura atômica do cristal seja novamente exposta é utilizada uma técnica de desbastamento com solução de fluoreto de amônia, NH_4F . Este processo é capaz de produzir superfícies atômica e planas em silício e de passivar a superfície com terminações de hidrogênio, protegendo-a temporariamente contra oxidação.

Os frascos e pinças utilizados foram tratados em solução de peróxido de hidrogênio (H_2O_2) e ácido sulfúrico (H_2SO_4) na proporção 1:2, durante 2 horas para remover todas as impurezas orgânicas. O substrato de silício também é tratado na mesma solução antes de ser hidrogenizado, para que sejam removidas as contaminações.

Simultaneamente à limpeza, é preparada uma solução de 40% NH_4F e sílica (usada para remover o oxigênio da solução) para o desbaste do silício. Algumas pesquisas indicam que este oxigênio é um dos responsáveis pelo surgimento de defeitos na superfície dos terraços monoatômicos.

Ao término da limpeza as superfícies tornam-se hidrofílicas devido a uma camada de óxido de silício. Em seguida, o substrato é transferido individualmente para o recipiente

contendo fluoreto de amônia, tomando-se o cuidado de deixá-lo apoiado diagonalmente na lateral do frasco com a superfície polida virada para baixo, este procedimento deve ser feito o mais rápido possível para evitar a exposição do substrato ao ar. Nesta geometria, as bolhas de hidrogênio, produzidas em maior número na superfície rugosa da amostra durante o desbaste de silício, podem soltar-se mais facilmente. A amostra fica imersa durante 20 minutos para garantir que após a total remoção do óxido, o processo de corrosão do silício atinja o equilíbrio dinâmico. Na etapa final o substrato é retirado da solução de desbaste e lavado com água destilada e, depois, com deionizada. Assim, retira-se totalmente o NH_4F remanescente e evita-se a criação de defeitos e pontos de oxidação na superfície. Um diagrama esquemático do processo de limpeza e hidrogenização do substrato de silício são apresentados na Figura 3.1.

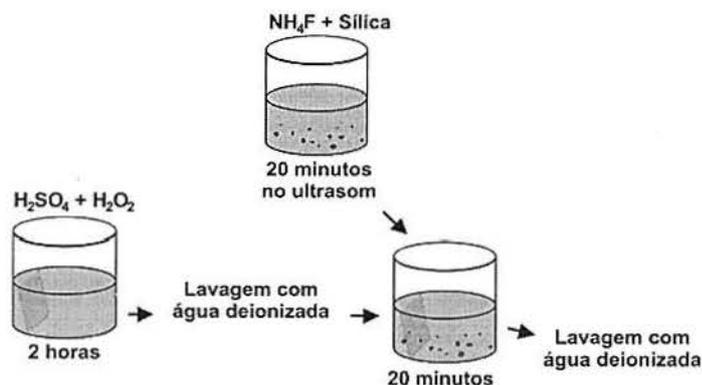


Figura 3.1 – Seqüência do procedimento de preparo dos substratos de silício.

3.1.2 Deposição dos Filmes de Ferro

A técnica de deposição utilizada para o crescimento dos filmes foi Evaporação Térmica por Canhão de Elétrons, onde um feixe de elétrons colimado aquece o material que evapora se expandindo na câmara e, conseqüentemente, depositando-se no substrato.

O sistema de deposição utilizado é uma Evaporadora Balzers modelo UMS 500P do Laboratório de Filmes Finos do Instituto de Física da Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Constituída por dois canhões de elétrons com fonte aceleradora de 10 kVA montados numa câmara de ultra-alto vácuo e de um sistema de evaporação resistiva. Na parte interna da câmara há cadinhos onde o alvo é acomodado. O substrato é colocado logo acima destes e,

entre o alvo e a amostra, existe um obturador (*shutter*) que permite calibrar a taxa de evaporação sem que o substrato receba filme. Uma descrição mais detalhada da evaporadora pode ser encontrada na referência [8].

Antes da deposição esses substratos foram submetidos a um mergulho em ácido fluorídrico (HF- 40%), para a remoção de óxido nativo e a passivação da superfície até que os mesmos se encontrassem no interior do sistema de deposição e em vácuo, fato ocorrido imediatamente após ter se retirado o silício do ácido fluorídrico [9, 10].

As amostras consistem em filmes finos de ferro de diferentes espessuras, depositadas em silício <111> com a utilização de uma máscara de cobre-berílio mostrada na Figura 3.2 (o motivo pelo qual utilizamos esta máscara será esclarecido na seção 5.2). A pressão de base utilizada na confecção dos filmes foi $8,1 \times 10^{-8}$ mbar e a pressão de evaporação de $1,1 \times 10^{-6}$ mbar.

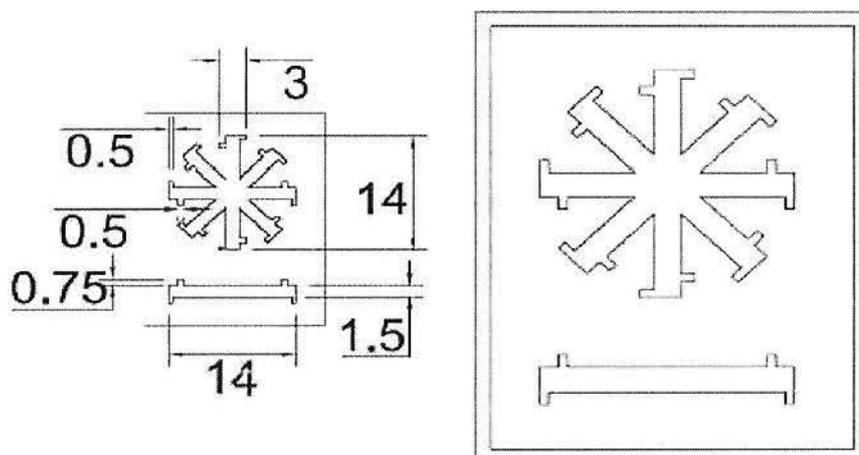


Figura 3.2 - Máscara de cobre-berílio utilizada na confecção dos filmes (medidas em *mm*).

Preparamos um conjunto de cinco filmes de ferro com diferentes espessuras. Entretanto, devido a problemas durante o processo de preparação e deposição alguns dos filmes não apresentaram as características desejadas para este trabalho. Eles apresentaram altos valores de resistividade, provavelmente devido ao fato de serem não contínuos. Desta forma, este trabalho teve como base o estudo de apenas uma espessura definida de ferro.

3.2 TÉCNICA DE CARACTERIZAÇÃO MORFOLÓGICA

3.2.1 Microscopia de Força atômica (AFM)

Os filmes de ferro depositados sobre silício e os substratos hidrogenizados foram observados pela técnica AFM no modo contato. Neste modo de operação, a sonda é pressionada contra a superfície da amostra e movida de maneira que varra a superfície. Os dados sobre a topografia da amostra são obtidos através da deflexão gerada na sonda pela varredura em diferentes pontos da superfície da amostra. A força aplicada à amostra é dada pela Lei de Hook ($F = -kx$), onde k é uma propriedade intrínseca da sonda utilizada, neste trabalho tais valores oscilam entre 0.1 e 1.0 N/m, resultando uma força na ordem de nN [1].

3.3 TÉCNICA DE CARACTERIZAÇÃO ESTRUTURAL

Existem várias técnicas de difração de raios-X. Aqui foi utilizada a técnica Bragg-Bretano ou θ - 2θ na qual um feixe monocromático (neste caso $\text{Cu K}\alpha$, $\lambda = 0,154 \text{ nm}$) produzido por um gerador de raios-X, num ângulo θ_i com o plano atômico da amostra incide sobre esta. Cada átomo espalhará o feixe em todas as direções, mas a interferência construtiva só vai ocorrer na direção $\theta_i = \theta_f$ se o ângulo θ_i satisfizer a lei de Bragg ($n\lambda = 2d \sin \theta$), onde d é a distância interplanar e n é um número inteiro.

Variando o ângulo de incidência θ_i e detectando os raios-X difratados na posição $\theta_f = 2\theta_i$, pode-se encontrar todos os ângulos que satisfazem a Lei de Bragg e desta forma determinar a estrutura do cristal e o espaçamento da rede. Um padrão de difração de raios -X constitui de máximos de difração *versus* o ângulo θ [3].

As medidas foram feitas no Laboratório de Raios-X do Instituto de Física da Universidade Federal do Rio Grande do Sul num difratômetro SIEMENS D500. A radiação incidente foi a linha $\text{K}\alpha$ do cobre. O objetivo é de: a) conferir se a espessura obtida na deposição é a esperada; b) obter a cristalinidade na qual o ferro foi depositado; e c) detectar a

presença de possíveis compostos de ferro, como por exemplo, silicatos e óxidos, presentes nas superfícies.

3.4 TÉCNICA DE CARACTERIZAÇÃO MAGNÉTICA

3.4.1 Magnetômetro de Força de Gradiente Alternado (AGFM)

O Magnetômetro de Força de Gradiente Alternado (AGFM) consiste em uma haste formada por um tubo de vidro com um cristal piezoelétrico fixado a uma extremidade e uma amostra magnética à outra. O filme magnético é imerso em um campo magnético alternado produzido por um conjunto de bobinas. Tal gradiente de campo magnético gera uma força magnética alternada (F_m), provocando uma oscilação forçada com a mesma frequência desta força. Este sistema pode ser modelado pelo sistema clássico oscilador forçado amortecido, onde a máxima amplitude de oscilação da haste ocorre na região de ressonância. Se o gradiente de campo $\text{Grad } h$ for mantido constante, a força (F_m) será proporcional a este e ao momento magnético m , da amostra. Assim, a força magnética nesta região pode ser escrita como: $F_m = \text{grad } (m \cdot h)$. A amplitude de oscilação da haste que é proporcional à força é transformada em sinal elétrico.

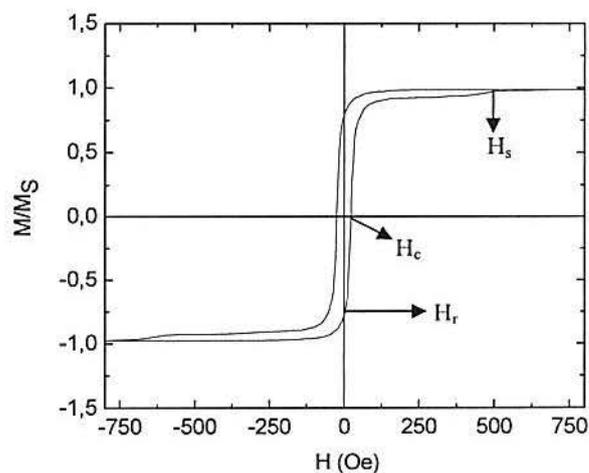


Figura 3.3 – Curva de Histerese com alguns dos seus parâmetros em evidência.

Utilizando o AGFM obtêm-se curvas de histerese magnética, como a representada na Figura 3.3, cujos parâmetros de interesse para este trabalho são: campo coercivo (H_c), que é o campo magnético necessário para retornar a indução magnética a zero; magnetização remanente (H_r), que indica o quanto um material retém de magnetização, depois de ser submetido a um campo magnético externo; e campo de saturação (H_s), que é o campo no qual todos os domínios magnéticos estão alinhados ao longo do eixo principal do material [2] [10].

As medidas foram feitas no Magnetômetro de Força de Gradiente Alternado no Laboratório de Magnetismo do Instituto de Física da Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

3.5 TÉCNICA DE CARACTERIZAÇÃO MAGNETO-RESISTIVA

Quando um campo magnético é aplicado a uma amostra onde se está medindo resistividade, ocorrem dois fenômenos: a mudança na resistividade elétrica, a qual chamamos de magneto-resistência (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 Magneto-resistência Anisotrópica, apresentada no Capítulo 1), e a indução de uma tensão na direção perpendicular ao campo magnético aplicado e à corrente, denominada de Efeito Hall. Este último, é originado pela força de Lorentz, que tende a curvar as trajetórias eletrônicas, desviando o movimento dos elétrons. Com o tempo, cargas negativas acumulam-se numa das faces, e cargas positivas na outra. Os excessos de cargas positivas e negativas geram um sistema como se o material 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. A componente de tensão que depende da magnetização é o chamado Efeito Hall Anômalo ou Extraordinário [3, 5, 6]. A Magneto-resistência e o Efeito Hall são os principais fenômenos de magnetotransporte em metais normais.

A técnica consiste em monitorar a variação da resistividade elétrica de uma amostra em função do campo magnético aplicado. As medidas foram feitas utilizando o método Van der

Paw [12] de quatro pontas, os contatos foram feitos com fios de cobre aderidos a amostra com uma cola especial à base de prata. Para tanto, foi desenvolvido um porta-amostra que possibilitasse tal configuração; este porta-amostra foi construído na Oficina Mecânica do Instituto de Física da UFRGS e é mostrada na Figura 3.4. Varia-se o ângulo girando o filme com um ângulo θ entre a corrente e a magnetização que está sempre alinhada com o campo magnético externo.

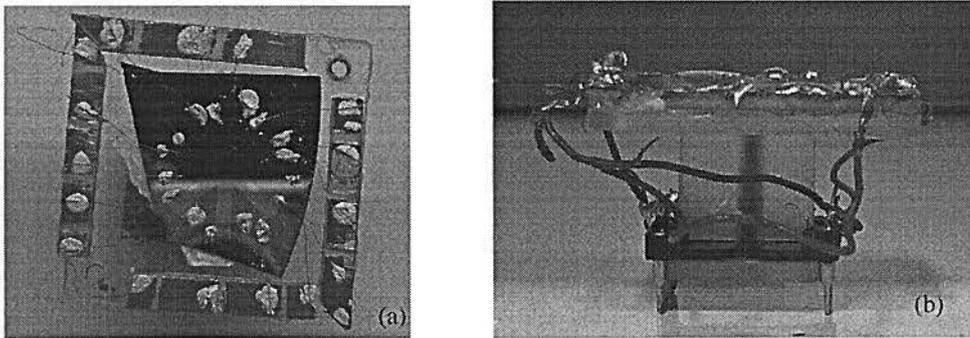


Figura 3.4 - Porta-amostra desenvolvido para medir magneto-resistência. (a) visto de cima com a amostra e os contatos colocados. (b) vista lateral.

As medidas foram feitas num medidor de magneto-resistência no Laboratório de magnetismo do Instituto de Física da Universidade Federal do Rio Grande do Sul.

4 RESULTADOS EXPERIMENTAIS

Neste capítulo serão apresentados os resultados experimentais obtidos. O capítulo está disposto em duas seções: na seção 4.1 serão destacados os aspectos relacionados com a estrutura cristalina do silício, através das técnicas Microscopia de Força Atômica e Difração de Raios-X. Na seção 4.2 serão mostrados os resultados obtidos das medidas magnéticas e magnetoresistivas.

4.1 RESULTADOS DA ANÁLISE MORFOLÓGICA E ESTRUTURAL

Nas imagens feitas por AFM no substrato de silício em que foi depositado o filme de ferro é visível um padrão da variação de altura dos degraus presentes o que nos sugere uma média de aproximadamente um degrau a cada 12 nm, como pode ser visto na Figura 4.1.

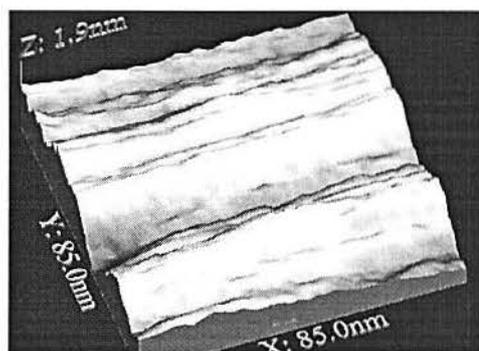


Figura 4.1-Imagem obtida por AFM do substrato no qual foi depositado o filme de ferro.

A análise da superfície do substrato de silício, figuras 4.2 (a) e (b), mostram que existem vários tipos de distribuições de degraus. A primeira delas diz respeito às variações muito pequenas cuja média de largura é de 0.85 nm (veja distribuição na figura 4.2 (a) que mostra a análise da rugosidade rms). Existe uma segunda distribuição, com largura de aproximadamente 20 nm e, por fim, um padrão maior de aproximadamente 50 nm de largura. Alguns destes padrões irão desaparecer depois que o filme de ferro for depositado.

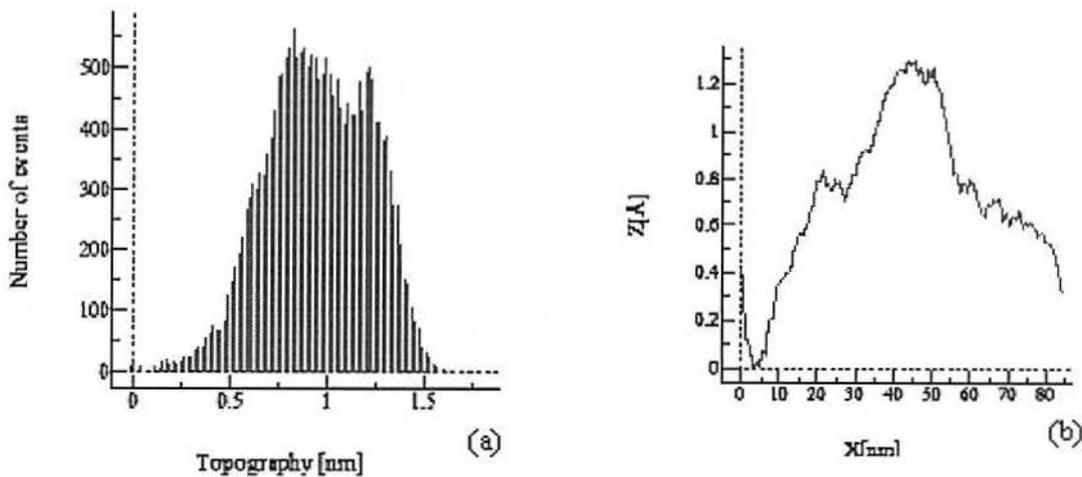


Figura 4.2 - (a) Análise da rugosidade rms do substrato. (b) Análise da profundidade entre dois degraus.

A Figura 4.3 é a imagem da superfície do filme de ferro de 32 nm depositado sobre o substrato de Si<111> acima descrito. Percebe-se que os padrões permaneceram depois da deposição do filme. Na Figura 4.4 (a) temos a análise da variação da altura dos degraus (rugosidade rms), apresentando uma diferença significativa, com valor médio de 53,78 nm. Esta diferença fica evidente no gráfico da figura 4.4 (b) que mostra a análise de profundidade dos patamares. Este resultado está de acordo com o que foi observado no substrato de silício. Outro padrão, do tipo dente de serra, de largura de aproximadamente 100 nm e altura de aproximadamente 10 nm foi observado. Este último parece ser a modulação de maior importância no filme no que diz respeito ao comportamento magnético e magneto-resistivo.

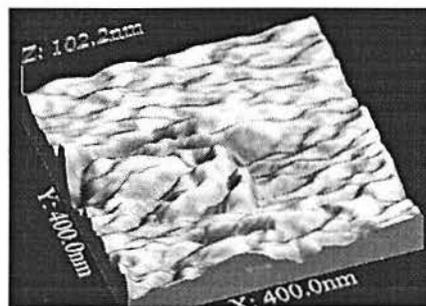


Figura 4.3 - Imagem obtida por AFM da amostra com o filme de ferro depositado sobre o silício.

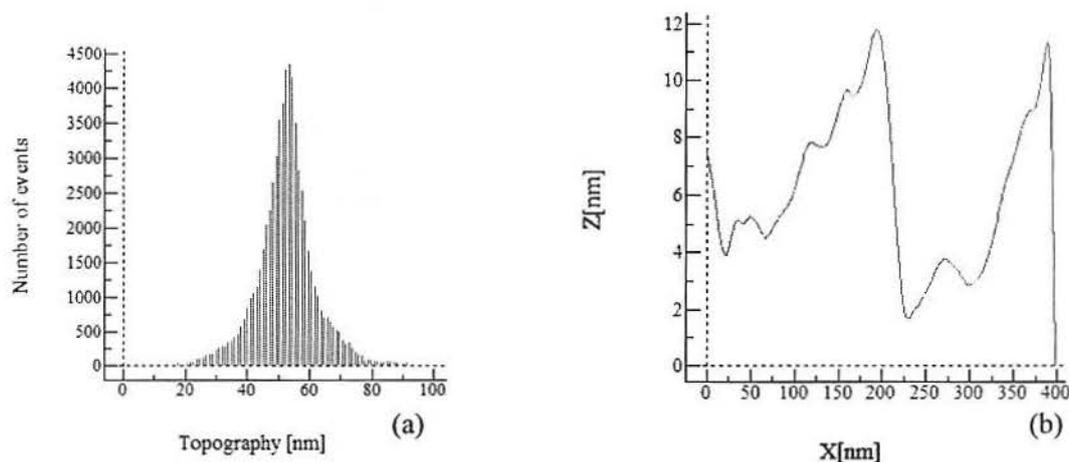


Figura 4.4 - (a) Espectro da análise da rugosidade rms do substrato. (b) Análise da profundidade entre dois degraus.

A análise por raios-X de baixo ângulo quando feita com base nos picos do Difratoograma, mostrado na Figura 4.5, a partir de uma reta linearizada (Fig. 4.5) serve para conhecer a espessura do filme depositado. A espessura esperada era 32 nm e a estimada utilizando Difração de Raios-X e o método de linearização foi de aproximadamente 22,6 nm o que aparenta ser um problema de calibração do sistema de cristal de quartzo, responsável pelo controle da espessura depositada durante o processo de deposição do filme.

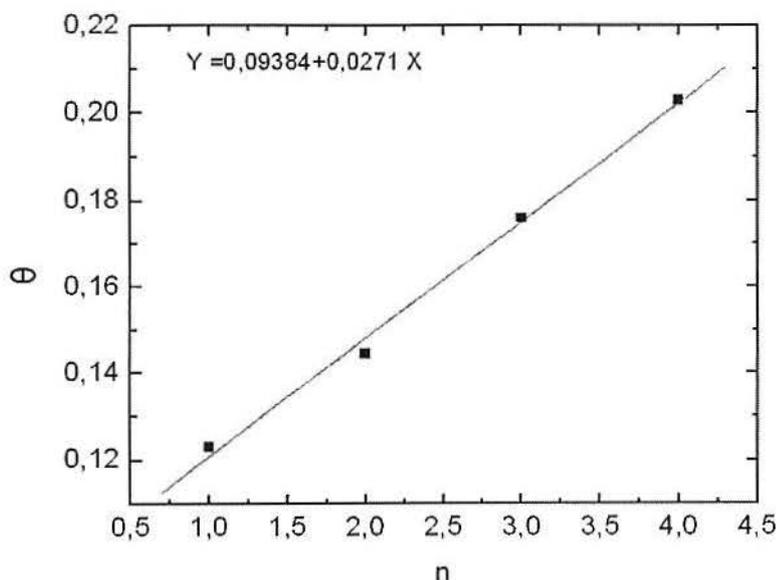


Figura 4.5 – Reta representativa dos parâmetros relacionados com a espessura do filme, e Difratoograma de Raios-X em função do ângulo.

Também foram realizadas medidas de difratometria a altos ângulos nas quais foi constatada a presença de picos referentes ao ferro, óxido de ferro e óxido de silício como esperados.

Em resumo, as características do substrato foram assimiladas pelo filme de ferro fazendo com que este adquirisse uma estrutura diferenciada. Considerando a espessura do filme e sua morfologia, vemos que existe uma forte anisotropia com relação à distribuição de grãos e, portanto, deveremos ter reflexos nas suas propriedades magnéticas e magneto-resistivas.

5 RESULTADOS DA ANÁLISE MAGNÉTICA E MAGNETO-RESISTIVA

5.1 RESULTADOS DA ANÁLISE MAGNÉTICA

Para realizar a análise magnética usamos o corte na amostra conforme o indicado na figura abaixo.

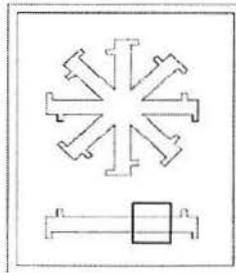


Figura 5.1 - Representação da posição do corte da amostra que foi utilizada para as medidas magnéticas.

As medidas de histerese magnética foram feitas em intervalos de 10° em 10° . Com base nestas curvas foram obtidos os parâmetros referentes à coercividade e remanência da amostra, Fig. 5.2, os quais nos informam sobre a anisotropia do sistema.

Nas curvas de histerese percebemos uma grande anisotropia e nota-se que o eixo fácil está na direção de 80° e o eixo duro na direção de 170° , como são mostrados nos gráfico da Figura 5.3, consequência da anisotropia provocada pela morfologia do material.

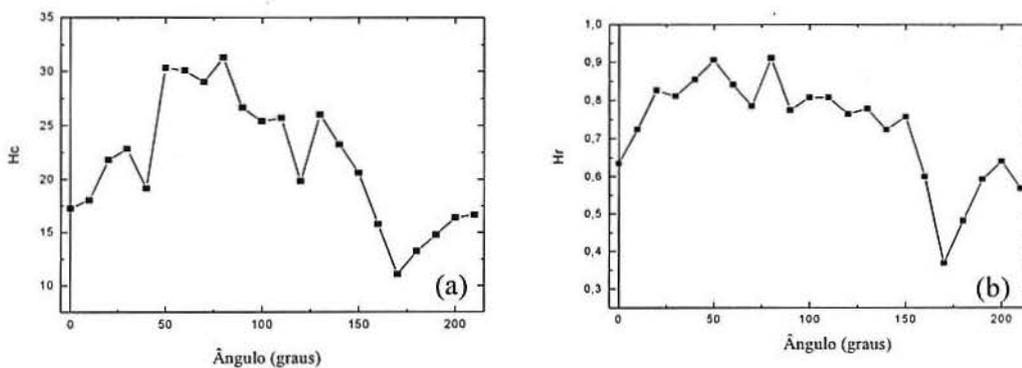


Figura 5.2 – (a) Dependência angular do campo coercivo com o campo magnético externo aplicado. (b) Dependência angular da remanência o campo magnético externo aplicado.

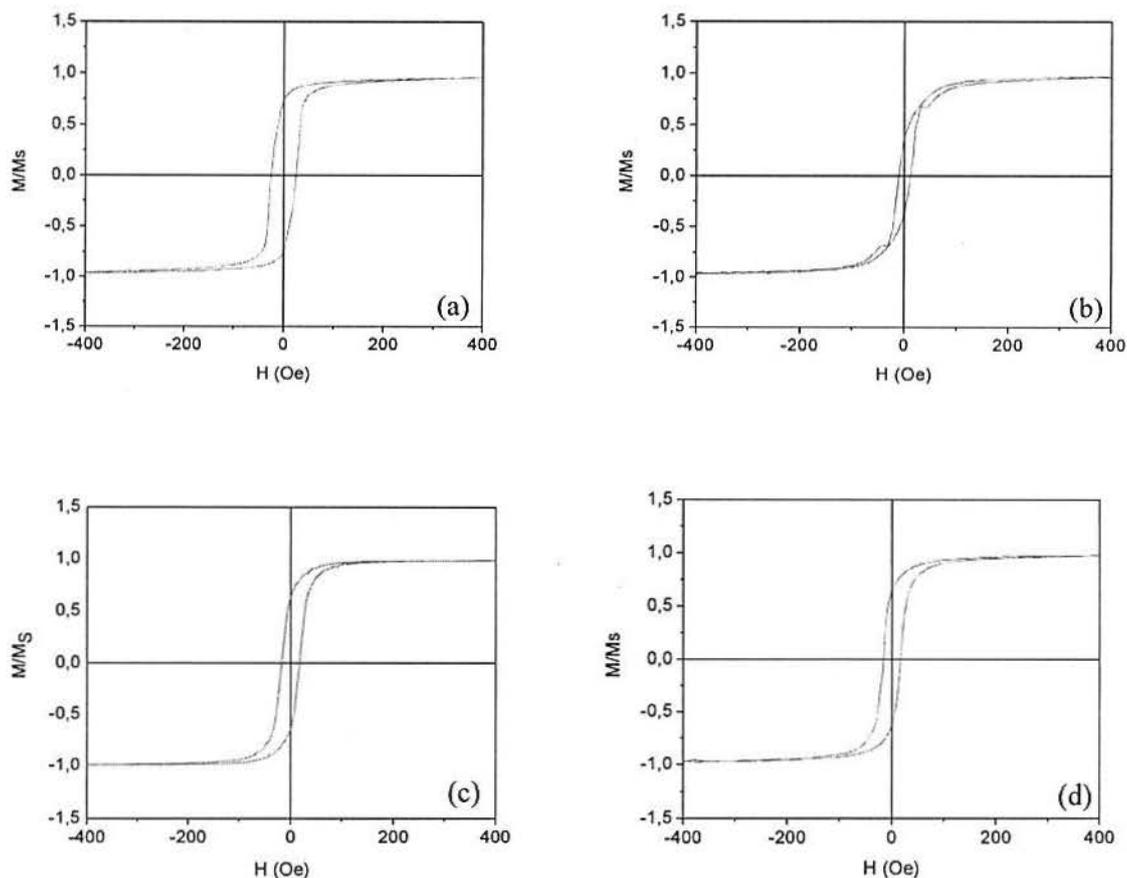


Figura 5.3 - Curvas de histerese magnética obtidas com o campo no plano por AGFM para diferentes direções cristalográficas do silício. (a) 80° com relação ao eixo de anisotropia, eixo fácil. (b) 170° com relação ao eixo de anisotropia, eixo duro. (c) Eixo 0° com o sistema. (d) 200° com relação ao eixo de 0° com o sistema.

5.2 RESULTADOS DA ANÁLISE MAGNETO-RESISTIVA

As amostras foram depositadas com a utilização de uma máscara como foi descrito na seção 3.1.2. A máscara foi confeccionada de modo a confinar a corrente elétrica em apenas algumas das direções, sem que existisse a contribuição de direções não desejadas, que obrigariam a trabalhar com a resistividade na forma de tensor. Esta configuração é discutida por Van der Paw [12]. As medidas foram realizadas com aplicação de uma corrente em diferentes pontos da amostra e medindo qual a diferença de potencial causada por sua passagem em outros pontos da amostra. O ângulo entre os eixos da amostra foi variado a fim de observar os efeitos de anisotropia magneto-resistiva.

A Figura 5.2.1 apresenta um diagrama esquemático do sistema estudado. A nomenclatura utilizada no texto, de agora em diante, segue as definições representadas no diagrama. Note que nesta mesma figura estão representados os eixos de anisotropia magnética, obtidos nas medidas de magnetização.

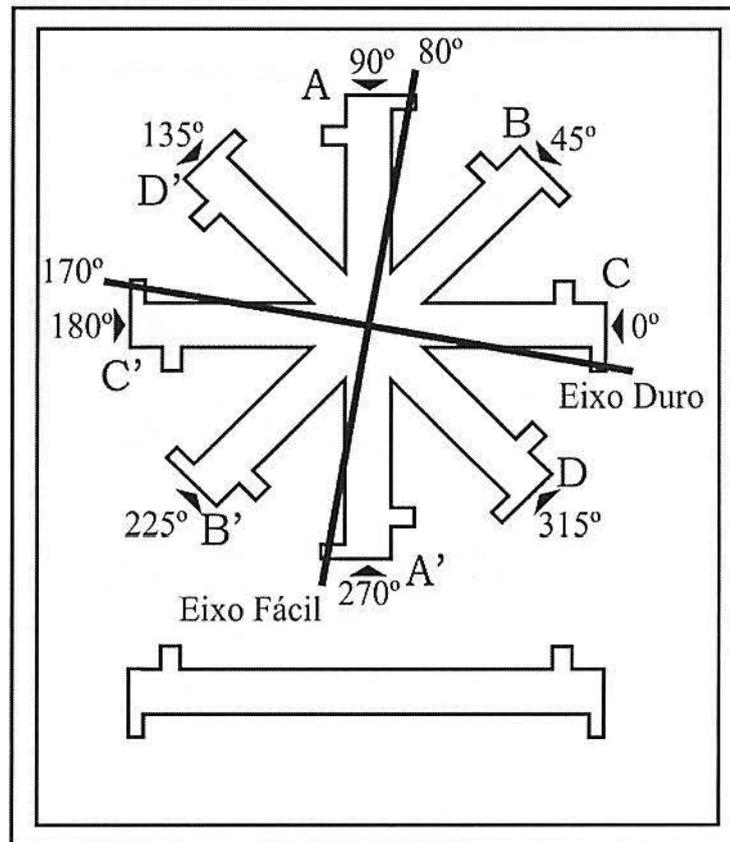


Figura 5.2.1 – Esquema mostrando a nomenclatura utilizada nas medidas de magneto-resistência.

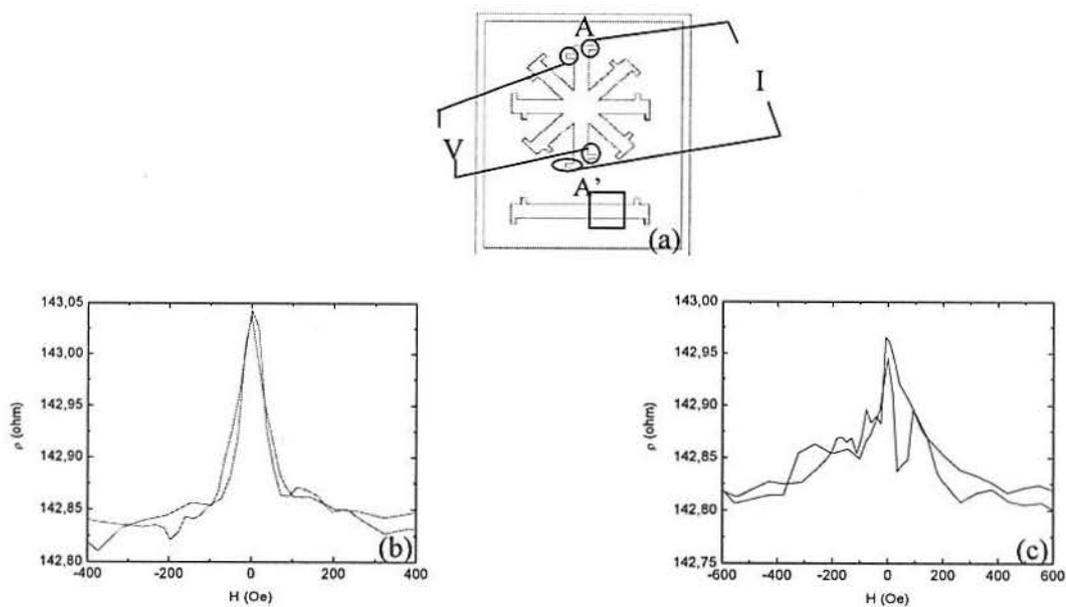


Figura 5.2.2 – Exemplo da configuração AA' e alguns de seus respectivos dados experimentais.

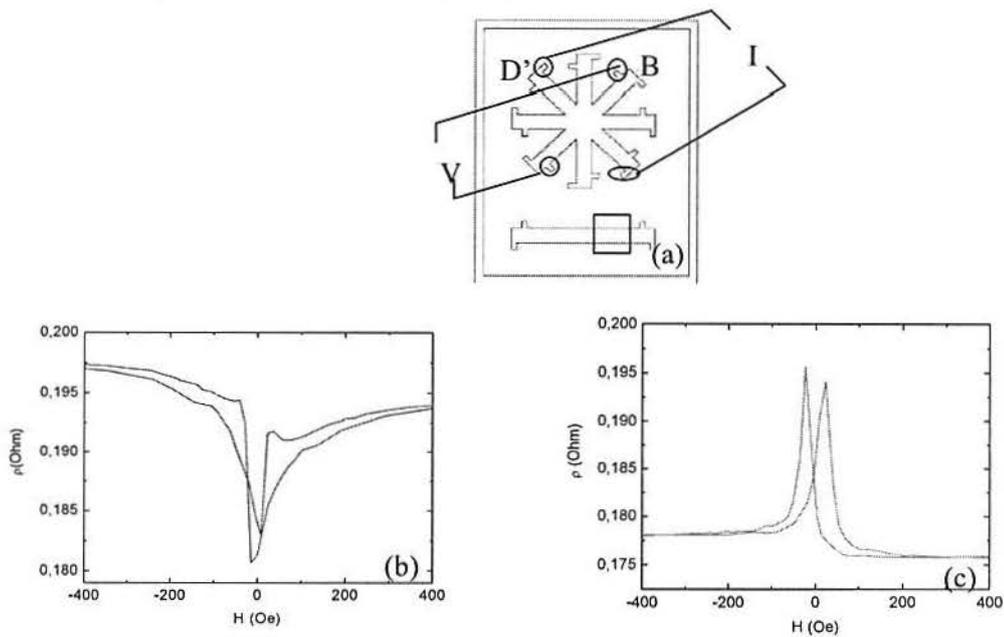


Figura 5.2.3 – Exemplo da configuração DB e alguns de seus respectivos dados experimentais.

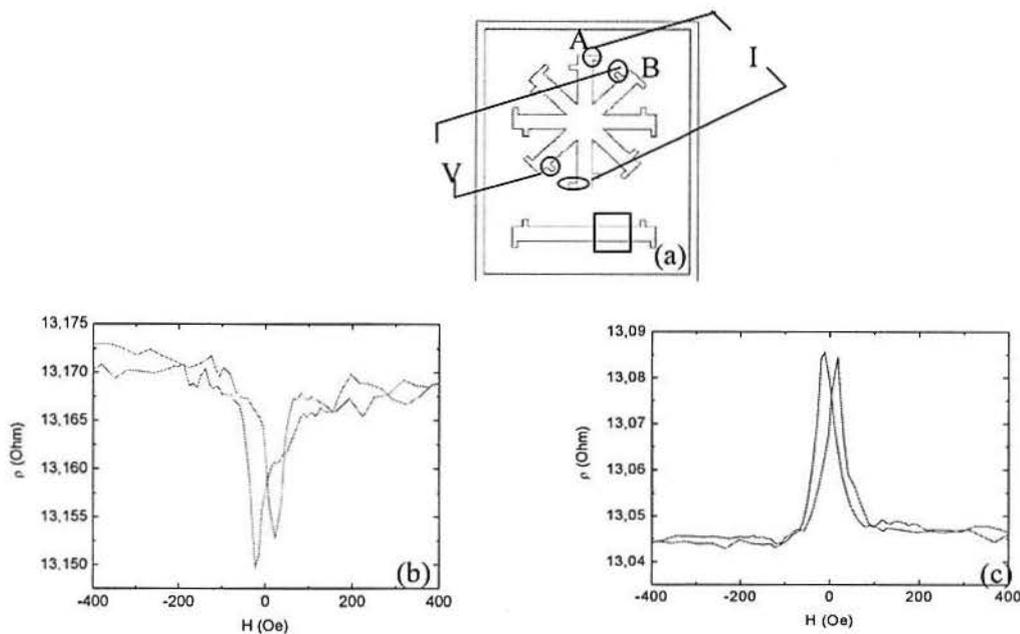


Figura 5.2.4 - Exemplo da configuração AB e alguns de seus respectivos dados experimentais.

A Figura 5.2.2 (a) é um exemplo de uma configuração dos contatos dispostos em linha, onde a corrente fluiu de A para A' e a tensão também foi medida em A e A'. A figura 5.2.2 (b) e (c) representam duas das curvas de magneto-resistência obtidas. No caso (b) o campo magnético foi aplicado em um ângulo de 0° e a magneto-resistência obtida foi de 0,15 % e no caso (c) o campo foi aplicado a 45° e a magneto-resistência obtida foi de 0,10% .

A figura 5.2.3 (a) é um exemplo de uma configuração dos contatos dispostos perpendicularmente, onde a corrente fluiu de D para D' e a tensão foi medida em B e B'. A figura 5.2.3 (b) e (c) representam duas das curvas de magneto-resistência obtidas. No caso (b) o campo magnético foi aplicado em um ângulo de 135° e a magneto-resistência obtida foi 0,41% curva positiva e 7,43% a curva negativa e no caso (c) o campo foi aplicado a 180° e a magneto-resistência obtida foi de 11,24% .

A figura 5.2.4 (a) é um exemplo de uma configuração dos contatos dispostos lado a lado, onde a corrente fluiu de A para A' e a tensão foi medida em B e B'. A figura 5.2.4 (b) e (c) representam duas das curvas de magneto-resistência obtidas. No caso (b) o campo magnético foi aplicado em um ângulo de 285° e a magneto-resistência obtida foi 0,16% e no caso (c) o campo foi aplicado a 180° e a magneto-resistência obtida foi de 0,32%.

Nas tabelas abaixo, são apresentados os valores de magneto-resistência. Nas curvas que apareceram variações positivas e negativas, a magneto-resistência foi calculada separadamente (Ver Figura 5.2.5). Os valores negativos referem-se às medidas onde a resistência aumenta próximo ao campo externo zero. Os valores positivos referem-se às medidas onde a resistência decai próximo ao campo externo zero.

Tabela 5.2.1 – Resultados obtidos através dos contatos feitos em linha.

| Contato / ângulo | $\Delta\rho/\rho$ (%) / R (Ω) | Resistividade ($\mu\Omega \cdot \text{cm}$) ($\rho = Rle/d$)* |
|------------------|--|---|
| AA' / 0° | -0,10 / 143 | 37,29 |
| AA' / 135° | -0,15 / 143 | 37,29 |
| AA' / 180° | -0,035/+0,025/ 143 | 37,29 |
| BB' / 0° | -0,13/ 149 | 38,85 |
| BB' / 45° | +0,06/ 149 | 38,85 |
| BB' / 90° | -0,12/ 149 | 38,85 |
| BB' / 135° | -0,052/ +0,068/149 | 38,85 |
| BB' / 315° | -0,4/ 149 | 38,85 |
| DD' / 0° | -0,46/22500 | 5867,3 |
| DD' / 45° | +0,35/ 22500 | 5867,3 |
| DD' / 90° | +0,6/ 22500 | 5867,3 |
| DD' / 315° | +0,2/-0,05/ 22500 | 5867,3 |

*R é a resistência medida entre os contatos, l e e são respectivamente largura e espessura da amostra e d é a distância entre os contatos de tensão.

Tabela 5.2.2 – Resultados obtidos através dos contatos feitos lado a lado.

| Contato / ângulo | $\Delta\rho/\rho$ (%) / R (Ω) |
|------------------|--|
| AB / 90° | +0,15 / 12,77 |
| AB / 135° | +0,192 / 12,77 |
| AB / 180° | -0,27/ 12,77 |
| AB / 285° | +0,16/ 12,77 |
| DC / 0° | +0,07/16,6 |
| DC / 45° | -0,19/16,6 |
| DC / 90° | -0,11/16,6 |
| DC / 135° | -0,75/16,6 |
| DC / 180° | -0,026/+0,15/16,6 |
| DC / 270° | -0,12/16,6 |
| BA/45° | +0,21 / 13 |
| BA/90° | +0,52 /13 |
| BA/135° | +0,24/ 13 |
| BA/180° | -0,055/+0,17/ 13 |
| BA/315° | -0,32/ 13 |
| BC / 0° | +0,32 /11,2 |
| BC / 135° | -0,33/ 13 |
| BC / 180° | +0,76/ 13 |
| BC / 225° | +0,29/ 13 |
| BC / 270° | -0,76/ 13 |
| AD /90° | +0,33/9,9 |
| AD / 120° | +0,35 /9,9 |
| AD / 200° | -0,35/9,9 |
| AD / 315° | -0,34/9,9 |
| DA /0° | +0,099/12,77 |
| DA / 45° | -0,13/+0,06/ 12,77 |
| DA / 135° | +0,26/ 12,77 |
| DA / 180° | +0,023/ 12,77 |
| DA / 225° | -0,12/+0,06/ 12,77 |
| DA / 315° | +0,23/ 12,77 |

Tabela 5.2.3 – Resultados obtidos através dos contatos feitos em perpendicular.

| Contato / ângulo | $\Delta\rho/\rho$ (%) / R (Ω) |
|------------------|--|
| DB / 45° | +14,25/-0,52/ 0,2 |
| DB / 90° | +23,48 / 0,2 |
| DB / 135° | -0,41/+7,43 / 0,2 |
| DB / 180° | -11,24/ 0,2 |
| DB / 315° | +10,39/ 0,2 |
| AC / 90° | +0,62 / 2,3 |
| AC / 135° | +1,78 / 2,3 |
| AC / 180° | -0,45/+0,7/ 2,3 |
| AC / 225° | -1,35 / 2,3 |
| AC / 315° | +1,519 / 2,3 |
| BD / 0° | +2,02 / 1,8 |
| BD / 45° | +1,13/1,8 |
| BD / 90° | -0,87/1,8 |
| BD / 180° | +2,3/1,8 |
| BD / 225° | +1,32/1,8 |
| BD / 315° | -0,3/+1,13/1,8 |

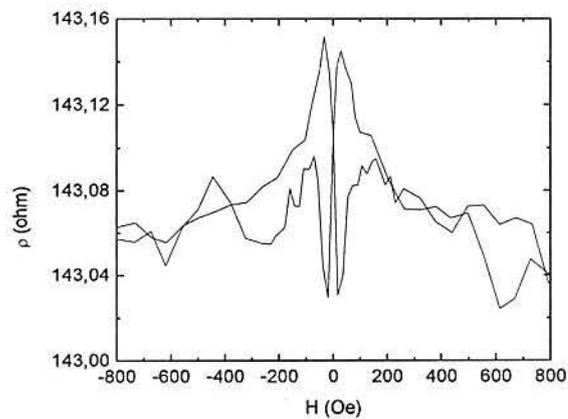


Figura 5.2.5 – Curva encontrada experimentalmente na configuração AA', com o campo sendo aplicado a 180° em relação ao eixo zero da Figura 5.2.1.

Como pode ser visto na Tabela 5.2.1, os valores de resistividade para as configurações em linha têm, entre as duas configurações adjacentes AA' e BB', uma variação de aproximadamente 4,2%, demonstrando que existe uma forte contribuição da anisotropia do filme para a resistividade elétrica. Na configuração CC' não foi possível medir, provavelmente por um problema de contato de corrente e para a configuração DD' a resistividade foi de 150 vezes maior o que denota algum problema de contato, por isto estas duas configurações não serão discutidas aqui.

Para as configurações não colineares, Tabela 5.2.2, observamos comportamentos peculiares com respeito à condução elétrica. As medidas apresentaram respostas resistivas também anisotrópicas, mas com um detalhe que não pode ser observado nas medidas colineares: as inversões relativas dos contatos de tensão e correntes não forneceram resultados iguais. Aqui serão apresentados três casos:

a) AB – BA: nestas configurações o eixo de anisotropia muda de direção para a corrente e para a tensão, ou seja, num dos casos (AB) a direção da corrente está próxima do eixo de anisotropia (EA), enquanto que na configuração BA a direção da corrente está afastada do EA. Desta forma a resistividade R_{AB} ($12,77\Omega$) deverá ser menor que a R_{BA} ($=13\Omega$).

b) AD-DA: de forma similar ao que foi descrito acima, encontramos uma boa relação entre os eixos de anisotropia e a resistividade: R_{AD} menor que R_{DA} .

Analisando os resultados obtidos na Tabela 5.2.3 onde os contatos são dispostos de forma BD-DB, percebemos novamente, que de forma coerente temos que quando a corrente flui em direções que tendem a ser perpendiculares ao eixo principal de anisotropia, maior será a resistividade medida.

Por fim, uma última análise sobre os resultados observados nas medidas não-colineares está o fato de observarmos para as direções DB efeitos magneto-resistivos com variações significativas. Um $\Delta\rho/\rho$ de 23,48% (Figura 5.2.6) é um resultado significativo e que pode ser comparável com medidas de efeitos do tipo de válvula de spin, a dita magneto-resistência gigante (GMR), em multicamadas à temperatura ambiente. Por exemplo, multicamadas de Fe/Cu, a $T=300K$ apresentam $GMR = 8\%$. Estes resultados ainda precisam ser discutidos mais profundamente, sendo mesmo necessário fabricar novas amostras, mas uma primeira suposição

nos leva a crer que neste caso existem as contribuições da magneto-resistência anisotrópica juntamente com o efeito Hall extraordinário.

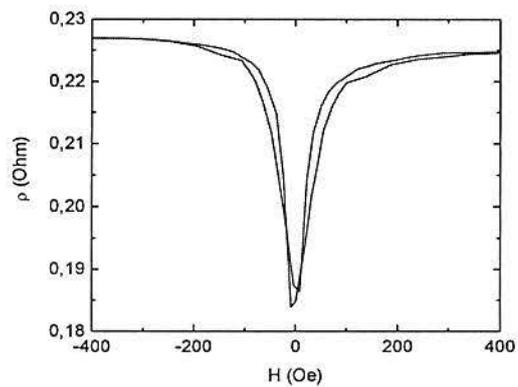


Figura 5.2.6 – Curva encontrada experimentalmente na configuração DB, com o campo sendo aplicado a 90° em relação ao eixo zero da Figura 5.2.1.

5 CONCLUSÕES

Neste trabalho foi desenvolvido um estudo sobre as características morfológicas, magnéticas e magnetoresistivas de filmes finos de ferro depositados sobre substratos de silício. Observou-se que o filme de ferro cresceu obedecendo à morfologia do substrato formando um sistema anisotrópico, onde os grãos apresentam uma direção preferencial de crescimento. Como consequência disto, o comportamento magnético do filme de ferro observado foi também anisotrópico.

Os principais resultados obtidos foram:

a) as características morfológicas do filme de ferro fabricado sobre o substrato de silício dependem da estrutura da superfície de crescimento;

b) a resistividade do material depende da estrutura dos grãos e da orientação relativa entre estes e a corrente. A variação percentual da resistividade entre contatos colocados em direções próximas (veja capítulo anterior, AA' e BB') foi de aproximadamente 4,2%;

c) observou-se uma variação de resistividade de aproximadamente 23,48% para uma configuração não colinear.

Em resumo, o trabalho apresentou resultados bastante interessantes no que diz respeito à condução elétrica em um filme de ferro e suscitou novas questões a respeito deste fenômeno. Novas amostras serão fabricadas de forma a entender o trabalho, alcançar resultados mais conclusivos, os quais servirão de base para uma análise mais completa sobre a relação entre os grãos e o livre caminho médio eletrônico nestes sistemas, usando um programa de simulação baseado no modelo semiclássico de Fuch-Sondheimer.

6 PERSPECTIVAS FUTURAS

As perspectivas futuras do trabalho estão divididas em quatro partes:

1. Com o intuito de aprimorar o trabalho já foi iniciado um estudo mais detalhado do processo de hidrogenização do silício (discutido na seção 2.1). Desta vez o silício foi cortado seguindo diferentes planos cristalinos, a fim de buscar um plano que favoreça a sua hidrogenização com degraus definidos e sua reprodução. Imagens de microscopia de Força Atômica (AFM) são mostradas abaixo.

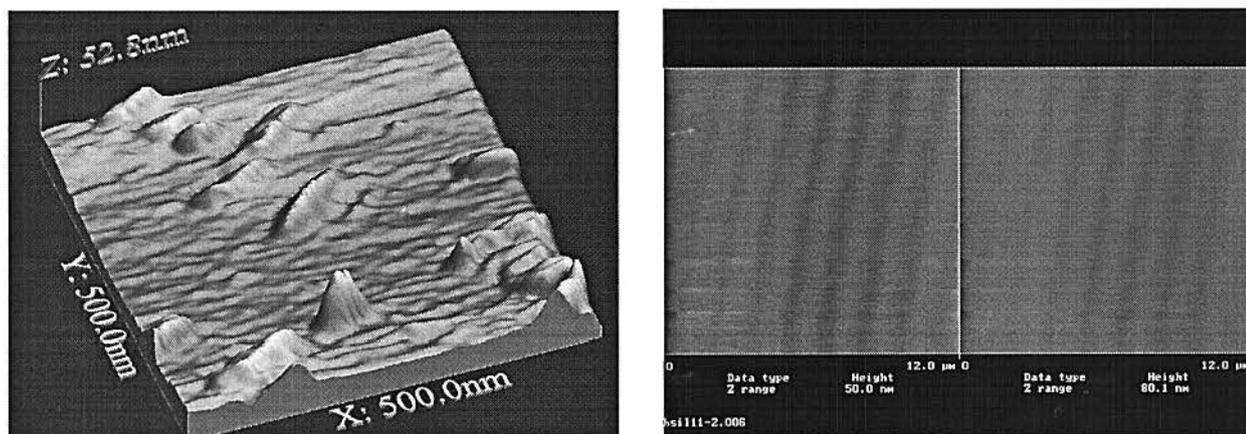


Figura 6.1 – Imagens em três e duas dimensões do substrato melhor hidrogenizado.

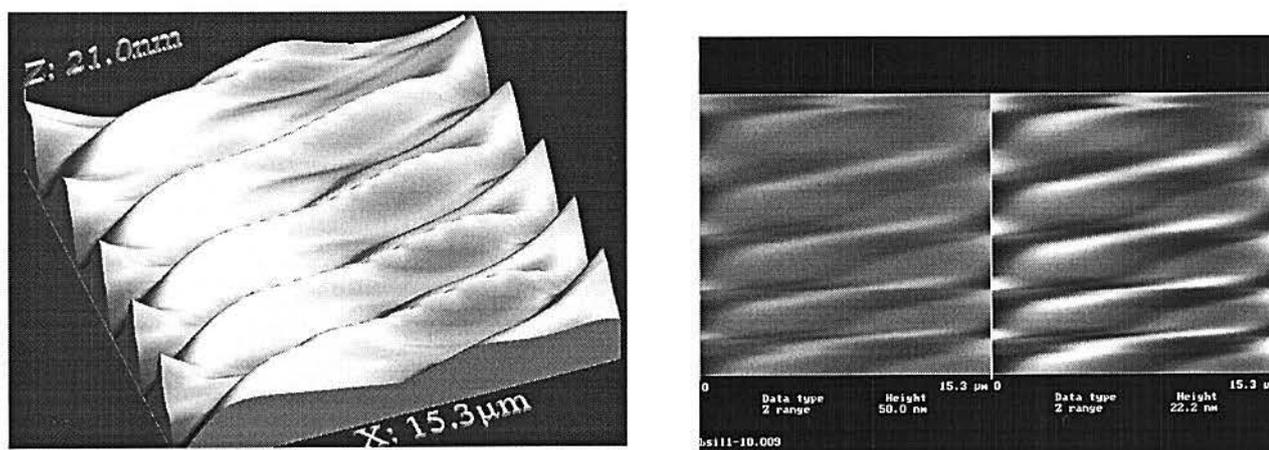


Figura 6.2 – Degraus interessantes ocasionados durante a hidrogenização.

Concluimos que a amostra cortada segundo o plano $[1,1,-2]$ do Si (111), Fig. 6.1, foi a que apresentou degraus mais bem definidos e homogêneos. Tais substratos vicinais são os esperados após uma hidrogenização bem sucedida.

Chamamos a atenção para os degraus formados na imagem da Figura 6.2, no qual o silício foi cortado no plano $[1,-1,0]$. Este tipo de estrutura ainda está em estudo.

Sabendo o melhor plano de corte, o passo seguinte para a continuação desta pesquisa é a deposição de filmes de ferro e liga níquel-ferro (Ni-Fe) para investigar as propriedades magnetoresistivas destes materiais.

2. Com base nos resultados obtidos, fazer um novo conjunto de amostras variando espessuras e analisar com um maior detalhamento, a fim de buscar entender os mecanismos responsáveis pelo efeito da expressiva magneto-resistência (23,48%) obtida numa configuração não-colinear. Com a mudança na polaridade dos contatos que medem a diferença de potencial, pretendemos eliminar o Efeito Hall Extraordinário. Neste mesmo processo pretendemos utilizar o Método de Van der Paw como análise de dados.

3. Usar os dados obtidos nas medidas experimentais como base para a simulação computacional e desta forma tentar obter uma relação entre o tamanho dos grãos e o livre caminho médio eletrônico nos filmes de ferro.

4. Variar a espessura dos filmes de ferro para conhecer a dependência da resistividade com este parâmetro.

Referências

- [1] Santos, M. C. (2004). *Nanoestruturas de ferro crescidas em superfícies vicinais de silício: morfologia, estrutura e magnetismo*. Tese de Doutorado (Doutorado em Física), Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Brasil.
- [2] Borges, J. G. (2007). *Estudos do Comportamento Magnético de Filmes Finos Eletrodepositados que Apresentam magnetização Perpendicular*. Tese de Doutorado (Doutorado em Física), Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Brasil.
- [3] Pereira, L.G. (1994). *Estudo do Comportamento Magnético e Magnetoresistivo em Multicamadas de Filmes Finos*. Tese de Doutorado (Doutorado em Física), Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, Brasil.
- [4] Ashcroft, N.W. & Mermin, N.D. (1976), The Drude Theory of Metals. In *Solid States Physics* (pp.1-28), Estados Unidos: Saunders College HRW
- [5] Oliveira, A.B. (2005). *Magneto-resistência em Filmes e Multicamadas Magnéticas*. Dissertação de Mestrado (Mestrado em Física), Universidade Federal de Pernambuco, Recife, Brasil.
- [6] Fert, A. & Lottis, D. K. (1992). Magnetotransporte Phenomena. In *Concise Encyclopedia of Magnetic and Superconducting Materials* (pp.287-296 e referencias existentes nestas).Editado por J. Evetts Pergamon. Estados Unidos : Oxford.
- [7] Checkelsky, J. (2004). *Anisotropic Magnetoresistance in $Fe_xCo_{1-x}S_2$* . Harvey Mudd College.
- [8] Ohring, M. (1992). *The Materials Science of Thin Films*.p. 79, San Diego: Academic Press.
- [9] Filho, N. P. M. (1996). *Propriedades estruturais de multicamadas magnéticas de ferro e cobre depositadas sobre filmes epitaxiais de fluorita integrados a substratos de silício monocristalino*. Tese de Doutorado (Doutorado em Ciências dos Materiais), Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre.
- [10] Neuwald, U., Hessel, E., Feltz, A., Memmert, U. & Behm, R.J. (1992). Initial stages of Native oxide growth on hydrogen passivated Si (111) surfaces studied by scanning tunneling microscopy. *Applied Physics Letters*, 60(11), (pp.1307 - 1309).
- [11] Pureur, P. (2001) Propriedades de Transporte Eletrônico. In *Estado Sólido* (pp.147-160).Porto Alegre: Instituto de Física – Universidade federal do rio Grande do Sul.
- [12] Pauw, J.V. (1958). A method of measuring specific resistivity and hall effect of discs of arbitrary shape. *Philips Research Reports*, 13, (pp. 1-9).