UNIVERSIDAD DE SANTIAGO DE CHILE



FACULTAD DE CIENCIA DEPARTAMENTO DE FÍSICA

Fabricación y caracterización de nanoestructuras magnéticas por litografía electrónica

Yelnith Andrea Vega Manríquez

Profesores Guías: Juliano Casagrande Simón Oyarzún

Tesis para optar al Título Profesional de Ingeniero Físico

Santiago - Chile 2019

© Yelnith Andrea Vega Manríquez, 2019 Licencia Creative Commons Atribución-NoComercial Chile 3.0

Fabricación y caracterización de nanoestructuras magnéticas por litografía electrónica

Yelnith Andrea Vega Manríquez

Este trabajo de tesis fue elaborado bajo la supervisión de los profesores Dr. Juliano Casagrande y Dr. Simón Oyarzún, que ha sido aprobado por la Comisión Calificadora:

Dr. Juan Escrig

Dr. Juan Luis Palma

Dr. Daniel Serafini Jefe de Carrera

Capítulo 1: Resumen

En este trabajo se fabricaron nanoestructuras magnéticas compuestas por multicapas de Co/Pd utilizando la técnica de litografía por haz de electrones. Se estudió el efecto de la geometría y del tamaño del patrón en la formación de estructuras de dominio. Para la caracterización de las nanoestructuras se realizaron mediciones de magnetización en MOKE, microscópica electrónica SEM y microscopía magnética MFM.

El trabajo realizado consistió en dos etapas. En la primera etapa se varió la geometría del patrón litografiado fabricando tres patrones distintos: dots, cuñas y barras, lo que permitió encontrar que el patrón de barras correspondía a la forma óptima para la visualización de dominios magnéticos, según el espesor y material de las muestras fabricadas. En la segunda etapa del trabajo se analizó la incidencia del tamaño del patrón (ancho de las barras) en la formación de dominios magnéticos. Los resultados obtenidos indican que hay una relación directa entre el ancho de las barras y su campo coercitivo, mientras menor es el ancho de las barras, menor es el campo coercitivo. En cuanto a la formación de dominios, se obtuvo una relación directa entre el ancho de las barras, y el tamaño y número de dominios formados. Se observó que al disminuir el ancho de las barras disminuyó también el tamaño y número de los dominios formados, encontrando en la barra con menor ancho (380 nm) dominios aislados y confinados, a diferencia de la barra con mayor ancho (4,21 μ m) donde se observó múltiples dominios en toda la superficie de la barra. También se observó que cuando disminuye el ancho de las barras los dominios cambian su orientación y crecen a lo largo del eje mayor de las barras. Palabras claves: litografía por haz de electrones, dominios magnéticos.

Dedicado a...

Agradecimientos

Tabla de contenidos

1	Resumen		ш
2	Intro	oducción	1
3	Mar	co Teórico	3
	3.1	Magnetismo en la materia	3
	3.2	Vectores de campo magnético	3
	3.3	Propiedades y caracterización magnética	5
	3.4	Micromagnetismo	10
	3.5	Energía de intercambio	11
	3.6	Energía dipolar o magnetostática	12
	3.7	Energía de anisotropía	12
	3.8	Energía de Zeeman	14
4	Lito	grafía por haz de electrones (EBL)	15
	4.1	Principio de funcionamiento	15
	4.2	Generación de la fuente	17
	4.3	Proceso de exposición	18
	4.4	Interacción electrón-sólido	18
	4.5	Escritura de patrón utilizando SEM	19
	4.6	Resina y dosis	20
	4.7	Transferencia del patrón	21
5	Hipo	ótesis y objetivos	22
	5.1	Motivación e hipótesis de trabajo	22

	5.2	Objetivos	22
6	Téc	nicas experimentales	24
	6.1	Protocolo de EBL	24
	6.2	Pulverización catódica	27
	6.3	Magnetómetro de gradiente alterno (AGFM)	30
	6.4	Magnetómetro magneto-óptico de efecto Kerr (MOKE)	31
	6.5	Microscopía de fuerza magnética (MFM)	33
7	Res	ultados Experimentales	36
8	Con	clusiones	51
9	Refe	erencias bibliográficas	53
A	Ane	xo	56
	A.1	Automatización equipo de pulverización catódica	56

Índice de tablas

6.1	Parámetros de operación del microscopio electrónico SEM para	
	patrones diseñados.	26
6.2	Calibración de materiales utilizados en la técnica de pulverización	
	catódica	30
7.1	Largo y ancho promedio de los conjuntos de barras.	41
7.2	Distancias promedio de las separaciones verticales entre barras	
	de una misma columna (h_i), y separaciones entre dos columnas	
	consecutivas (d_j) .	43
7.3	Estimación del largo de los dominios en cada uno de los conjuntos	
	de barras.	49

Índice de Ilustraciones

5.1	Momento angular orbital e intrinseco	6
3.2	Comportamiento de un material ferromagnético, inicialmente des-	
	magnetizado, en respuesta a la aplicación de un campo externo	
	\mathbf{H}_0	9
3.3	Curva de densidad de flujo magnético B en función del campo	
	magnético externo \mathbf{H}_0 de materiales ferromagnéticos	10
4.1	Representación básica del principio de funcionamiento del mi-	
	croscopio electrónico de barrido SEM.	16
4.2	Esquema del proceso de EBL desde que la resina se encuentra	
	sobre el substrato hasta el lift-off	21
6.1	Esquema del resultado del proceso de rallado y división del subs-	
	trato más resina.	25
6.2	Esquema de la técnica de litografía por haz de electrones	27
6.3	Esquema del proceso de pulverización catódica.	28
6.4	Esquema de sistema de bicapas de Co/PdCo/Pd con substrato y	
	resina como base	30
6.5	Esquema de magnetómetro de gradiente alterno AGFM	31
6.6	Esquema que muestra la elipticidad y la rotación Kerr, y las confi-	
	guraciones del magnetómetro	32
6.7	Esquema del principio de funcionamiento del microscopio de	
	fuerza magnética (MFM)	34

7.1	Imágenes tomadas con microscopía SEM de tres patrones distin-	
	tos fabricados con EBL.	37
7.2	Curvas de caracterización magnética del conjunto de dots fabri-	
	cados mediante EBL	38
7.3	Imagen de microscopía MFM de los conjuntos de dots	39
7.4	Imagen de microscopía MFM del conjunto de cuñas.	40
7.5	Imagen de microscopía SEM del patrón de barras fabricado me-	
	diante EBL	41
7.6	Imagen de microscopía SEM del conjunto de barras donde se	
	especifica distancia entre barras y columnas.	42
7.7	Curva de caracterización magnética de la película continua vista	
	en el MOKE y AGFM	44
7.8	Curva de caracterización magnética de los cinco conjuntos de	
	barras mas la película continua	46
7.9	Curva de campo coercitivo H_c en función del ancho de las barras.	47
7.10	Formación de dominios en conjuntos de barras litografiadas vistas	
	en el microscopio de fuerza magnética MFM	48
A.1	Interfaz de usuario.	56
A.2	Interfaz de usuario del método de fabricación mediante bicapas y	
	co-sputtering.	57
A.3	Diagrama de flujo del programa para fabricación de muestras	
	mediante el método de bicapas y co-sputtering	58
A.4	Interfaz de usuario del método de fabricación mediante bicapas	
	con separador	59
A.5	Diagrama de flujo del programa para fabricación de muestras	
	mediante el método de bicapas con separador.	60

Capítulo 2: Introducción

Los dispositivos de almacenamiento de datos se basan en la existencia de dos estados físicos discretos, que pueden ser codificados como 0 y 1, y en una forma que permita pasar desde un estado al otro. Actualmente la velocidad de operación de estos dispositivos está limitada por el movimiento mecánico de los componentes que permiten el paso entre distintos estados. Es por esto que los materiales magnéticos son excelentes candidatos para la fabricación de estos dispositivos ya que mediante la espintrónica o electrónica de espín, que corresponde a la manipulación del espín del electrón mediante interacciones físicas, se logra pasar de un estado a otro a altas velocidades comparadas con los dispositivos que utilizan componentes mecánicos para realizar el mismo trabajo. Al ser una tecnología no-volátil no necesita energía externa para mantener el estado y preservarlo incluso si el dispositivo ha sido apagado.

En este estudio se propone la fabricación y caracterización a escala nanométrica de estructuras magnéticas no triviales llamadas *skyrmions*, ya que este es uno de los focos actuales en el desarrollo de dispositivos de almacenamiento. Los *skyrmions* son regiones magnéticas circulares de texturas espirales que surgen en películas magnéticas delgadas con anisotropía fuera del plano. Dependiendo de la quiralidad del *skyrmion* se puede tener regiones correspondientes al estado 0 o 1 (Agrawal, 2018)

Los dispositivos de memoria de pista o *racetrack memory* corresponden a dispositivos de almacenamiento de datos actualmente en desarrollo por IBM, los cuales aprovechan la formación de *skyrmions* para almacenar gran can-

tidad de información en comparación con los dispositivos actuales como los discos duros o la memoria flash (Mittal, 2017), reduciendo también el tiempo de operación del dispositivo.

Es importante conocer las condiciones para la formación de estas regiones (*skyrmions*), estudiando si es que el tamaño y la geometría de una muestra influye en la manipulación y confinamiento de dominios magnéticos. Para esto se fabrican muestras de tamaño micrométrico y nanométrico mediante la técnica de litografía por haz de electrones, EBL por sus siglas en ingles (*electron beam lithography*) ya que permite la transferencia de patrones con buena resolución a escalas pequeñas. La EBL es una técnica de litografía que permite la transferencia de litografía que permite la transferencia de no patrón previamente diseñado mediante la irradiación de electrones en una superficie cubierta con una resina fotosensible.

Por las razones anteriormente expuestas esta tesis se centra en el estudio de multicapas magnéticas de cobalto y paladio fabricadas mediante la técnica de EBL y pulverización catódica. También se estudia como la variación del tamaño y de la geometría del patrón transferido afecta la estructura de dominio como posible aplicación de dispositivos de *racetrack memory*.

Capítulo 3: Marco Teórico

3.1 Magnetismo en la materia

Es común asociar el concepto de magnetismo con materiales que son imanes permanentes ya que éstos presentan propiedades magnéticas a simple vista. Sin embargo todas las substancias son influenciadas en un grado u otro por la presencia de un campo magnético (Callister, 2009). Para entender lo anterior es necesario revisar algunos conceptos básicos propios del magnetismo como es el de dipolo magnético, el cual se puede ejemplificar como una barra pequeña compuesta de un polo norte y un polo sur. Cuando un dipolo magnético se encuentra dentro de un campo magnético, éste ejerce un torque sobre el dipolo y lo orienta en su misma dirección tal como la aguja de una brújula es orientada por el campo magnético de la tierra. Otros conceptos son revisados en las siguientes secciones.

3.2 Vectores de campo magnético

Antes de profundizar en el origen de las propiedades magnéticas es necesario definir los siguientes vectores de campo.

La inducción magnética **B** o también conocida como densidad de flujo magnético se relaciona con la intensidad de campo **H** como muestra la ecuación 3.1.

$$\mathbf{B} = \mu_0 \left(\mathbf{H} + \mathbf{M} \right) \tag{3.1}$$

Donde μ_0 es la permeabilidad del vacío ($\mu_0 = 4\pi \times 10^{-7} N/A^2$) y M corresponde al vector de magnetización del medio, su magnitud es definida como el momento magnético por unidad de volumen del material.

La magnetización es proporcional a la intensidad de campo como se muestra en la ecuación 3.2, donde χ corresponde a la susceptibilidad magnética la cual es una medida de que tan sensible es un material a magnetizarce.

$$\chi = \frac{\mathsf{M}}{\mathsf{H}} \tag{3.2}$$

También existe otra razón que relaciona el campo **H** con el **B** como muestra la ecuación 3.3, donde la constante μ_m se conoce como permeabilidad magnética del material y se relaciona con la susceptibilidad por la ecuación 3.4. La permeabilidad magnética es una medida de la capacidad que tiene un material para dejar pasar campo magnético a través de el.

$$\mu_m = \frac{\mathbf{B}}{\mathbf{H}} \tag{3.3}$$

$$\mu_m = \mu_0 (1 + \chi) \tag{3.4}$$

El campo **H** puede ser escrito como la suma de dos contribuciones como muestra la ecuación 3.5.

$$\mathbf{H} = \mathbf{H}_0 + \mathbf{H}_d \tag{3.5}$$

Donde \mathbf{H}_0 corresponde al campo externo aplicado y \mathbf{H}_d corresponde al campo desmagnetizante el cual se relaciona con la magnetización por la ecuación 3.6, donde *N* corresponde al tensor desmagnetizante y es determinado por la forma del material. En el interior del material \mathbf{H}_d es opuesto en sentido tanto a **M** como a **B**.

$$\mathbf{H}_d = -N\mathbf{M} \tag{3.6}$$

Conociendo como se definen los vectores de campo y la relación que hay entre ellos se puede retomar el por qué de las propiedades magnéticas.

3.3 Propiedades y caracterización magnética

Las propiedades magnéticas macroscópicas de los materiales tienen origen en el comportamiento microscópico de los elementos que los componen. Si se considera un electrón en un átomo, este electrón tiene asociado un momento magnético que se genera por dos contribuciones. La primera contribución se relaciona al momento angular orbital del electrón y se produce por el movimiento orbital de éste entorno al núcleo. Como el electrón es una partícula cargada puede ser considerado como una pequeña espira de corriente que genera un campo magnético muy pequeño y por lo tanto que tiene asociado un momento magnético a lo largo del eje de rotación, como se ilustra en la figura 3.1a. La segunda contribución corresponde al momento angular intrínseco del electrón también conocido como espín, el cual desde el punto de vista clásico se puede entender como la rotación del electrón entorno a su propio eje, este momento se genera a lo largo del eje de giro y puede tomar solo dos estados, up o down, figura 3.1b, este modelo sirve para recordar que los electrones poseen un momento angular intrínseco como si estuviesen girando, aunque físicamente no es así, pues el momento angular de espín es un efecto relativista (Serway & Jewett, 2008). La suma de estas dos contribuciones da origen al momento magnético que corresponde a la unidad básica en el estudio de las propiedades magnéticas de los materiales (Callister, 2009).

La razón por la que en la mayoría de las substancias las propiedades magnéticas no son apreciadas es porque los momentos orbitales de algunos pares de electrones en un átomo individual se cancelan entre sí al orbitar en sentidos opuestos, lo mismo pasa con los momentos de espín. Entonces el momento magnético neto correspondiente a la suma de todas las contribuciones de momento magnético orbital y de espín de cada electrón presente en el





átomo, es igual o muy cercana a cero debido a las cancelaciones por pares de electrones. Así los materiales que están compuestos por átomos cuyas capas electrónicas están completamente llenas no son capaces de ser magnetizados permanentemente. Finalmente las propiedades magnéticas que exhiben los distintos elementos depende de la configuración electrónica de estos.

Los materiales pueden clasificarse magnéticamente en tres tipos: diamagnético, paramagnético y ferromagnético dependiendo de como responden sus electrones y sus dipolos magnéticos atómicos al estar bajo la influencia de un campo magnético externo \mathbf{H}_0 . Si al aplicar un campo magnético externo éste produce un cambio en el movimiento orbital de los electrones y por lo tanto ocasiona un ligero desequilibrio en su apareamiento orbital, entonces el resultado es el diamagnetismo, en este caso el momento magnético inducido se mantiene solo en presencia del campo aplicado, su magnitud es débil y su dirección es opuesta a \mathbf{H}_0 . En el paramagnetismo los átomos del material presentan electrones desapareados que generan un momento dipolar permanente debido a que no se produce una anulación completa de los momentos de espín y orbital, pero en ausencia de un campo externo estos momentos dipolares se orientan aleatoriamente de tal forma que el material no presenta una magnetización macroscópica neta. Al aplicar un campo magnético externo los dipolos atómicos del material paramagnético se alinean con el campo mediante rotación produciendo una magnetización débil y reversible, es decir, se mantiene solo en la presencia del campo magnético externo. Por otro lado ciertos materiales como el hierro, el cobalto y el níquel presentan un momento magnético atómico permanente en ausencia de un campo magnético externo, además su respuesta magnética a este campo es mucho mayor que los materiales diamagnéticos y paramagnéticos, tales materiales se conocen como ferromagnéticos. En los materiales ferromagnéticos los momentos magnéticos permanentes se deben a la no cancelación de los momentos magnéticos de espín, estos momentos se alinean los unos con los otros debido a fuerzas de acoplamiento que tienen su origen en la estructura electrónica de los elementos (Callister, 2009), y se agrupan en regiones llamadas dominios. Comúnmente los dominios tiene un tamaño microscópico y están separados los unos a los otros por paredes de dominio. En un grano de una muestra policristalina puede haber más de un dominio, es por esto que si se considera una pieza macroscópica, ésta contendrá un gran número de dominios magnéticos cada uno con una magnetización neta distinta de cero y con diferentes orientaciones. La magnitud de la magnetización total M de la muestra corresponde a la suma vectorial de todos los vectores de magnetización correspondiente a cada uno de los dominios de la muestra. Cuando los materiales ferromagnéticos son sometidos a un campo externo, sus dominios se alinean unos a otros en la dirección del campo produciendo una fuerte magnetización neta M, que se mantiene aún después de haber retirado el campo externo. Por el contrario se dice que un material ferromagnético se encuentra en estado desmagnetizado si el promedio de la magnetización, considerando todos los dominios magnéticos del material, es igual a cero.

En este trabajo de tesis es de interés el estudio del comportamiento de ciertos materiales ferromagnéticos. La forma de caracterizar estos materiales es estudiando su respuesta magnética al estar sometidos a un campo magnético externo, es decir, estudiar el cambio en la densidad de flujo magnético **B** y magnetización del material **M** frente a la aplicación de un campo magnético externo. Cuando el material no está sometido a un campo H_0 los dominios se encuentran orientados aleatoriamente, a medida que la intensidad de campo aumenta los dominios magnéticos que se encuentran en dirección favorable al campo cambian su forma y crecen en tamaño a expensas de los que se encuentran en otras direcciones (figura 3.2) esto ocurre debido al movimiento de las paredes de dominio del material. Finalmente luego de que la intensidad de campo externo aumenta lo suficiente, todos los momentos magnéticos apuntan en un mismo sentido formándose un solo dominio en el material el cual se encuentra casi alineado con el campo externo. El estado de saturación ocurre cuando el monodominio se alinea completamente en la dirección del campo H_0 y la magnetización neta del material en este estado es M_s (Callister, 2009).

Si una vez que se alcanza la saturación del material (punto S en la figura 3.3) el campo **H**₀ es reducido hasta que invierte su dirección, la curva no regresa por el camino inicial sino que lo hace con un retardo de B respecto a H₀, a este comportamiento se le conoce como histéresis del material. Cuando el campo externo se reduce a cero (punto R de la figura 3.3), la densidad de flujo magnético B tiene un valor distinto de cero, este valor se conoce como remanencia B_r , y quiere decir que en ausencia de un campo externo el material permanecerá magnetizado. Para desmagnetizar el material es necesario seguir aumentando la intensidad del campo \mathbf{H}_0 hasta alcanzar el punto C de la figura 3.3, este valor de campo se conoce como campo coertivivo H_c y corresponde al valor de campo externo necesario para que la densidad de flujo magnético **B** sea cero. Se puede seguir aumentando la intensidad del campo H_0 hasta alcanzar nuevamente la saturación pero en dirección opuesta (punto S' de la figura 3.3). Si el campo H_0 se vuelve a invertir hasta el punto S se completa un ciclo de histéresis simétrico pasando por una remanencia negativa $(-B_r)$ y por un campo coercitivo positivo $(+H_c)$. El ciclo de histéresis se produce por la resistencia al movimiento que presentan las paredes de dominio cuando

8



Figura 3.2: Comportamiento de un material ferromagnético, inicialmente desmagnetizado, en respuesta a la aplicación de un campo externo H_0 . Se representan las configuraciones de los dominios en diferentes etapas de la magnetización. Son indicadas también la inducción magnética de saturación B_s y la magnetización de saturación M_s (Callister, 2009).

aumenta la intensidad del campo externo en sentido opuesto, esta resistencia es la responsable del desfase entre la densidad de flujo **B** y el campo externo H_0 .



Figura 3.3: Curva de densidad de flujo magnético **B** en función del campo magnético externo H_0 de materiales ferromagnéticos. El ciclo de histéresis está representado por la línea roja y la azul corresponde a la magnetización inicial. También se indica la remanencia B_r y el campo coercitivo H_c (Callister, 2009).

3.4 Micromagnetismo

En la teoría del micromagnetismo los detalles de la estructura atómica son ignorados y el material es considerado, desde un punto de vista macroscópico, como un continuo (Aharoni, 1996). Bajo este supuesto, la magnetización puede definirse bajo el siguiente análisis.

Se considera una región Ω ocupada por un cuerpo ferromagnético, dentro de la cual una pequeña región dV es definida por el vector de posición **r**. El volumen dV es lo suficientemente grande como para contener un gran número de momentos magnéticos pero lo suficientemente pequeño como para que el momento magnético varíe lentamente dentro de el. De esta forma se define el vector magnetización **M**(**r**) de manera que el producto **M**(**r**)dV representa el momento magnético neto del elemento de volumen dV. Para entender el comportamiento de los materiales ferromagnéticos es necesario considerar que en el ferromagnetismo intervienen cuatro energías básicas. La suma de estas corresponde a la energía total del sistema como se observa en la ecuación 3.7.

$$E_T = E_{int} + E_d + E_{ani} + E_Z \tag{3.7}$$

Donde E_{int} corresponde a la energía de intercambio, E_d a la energía dipolar o magnetostática, E_{ani} a la energía de anisotropía, y finalmente E_Z corresponde a la energía de Zeeman. Considerando el principio de que todo sistema tiende a un estado de mínima energía, se puede demostrar que la formación de dominios en los materiales ferromagnéticos es resultado de la contienda de minimización entre estas energías (Plonus, 1994), las cuales serán brevemente explicadas a continuación.

3.5 Energía de intercambio

El origen de la energía de intercambio es de naturaleza cuántica, ocurre por el traslape de las funciones de onda de electrones vecinos presentes en el átomo. Depende críticamente de la distancia entre los átomos y puede calcularse mediante la expresión 3.8 (Aharoni, 1996)(Plonus, 1994).

$$E_{int} = A \int_{V} \left[(\nabla m_x)^2 + (\nabla m_y)^2 + (\nabla m_z)^2 \right] dV$$
 (3.8)

Donde *A* corresponde a un parámetro físico del material, y m_x , m_y y m_z son las componentes del vector unitario $\mathbf{m}(\mathbf{r})$ que señala la dirección de la magnetización. Esta energía tiende a alinear el espín de electrones adyacentes y por lo tanto sus momentos magnéticos, es por esta razón que será mínima cuando todos los momentos dipolares sean paralelos entre si.

3.6 Energía dipolar o magnetostática

La energía dipolar magnetostática se origina por la interacción clásica entre dipolos pertenecientes al material ferromagnético y es la responsable de la existencia de dominios (Aharoni, 1996). Puede calcularse mediante la expresión 3.9 donde H_d es el campo desmagnetizante definido por la ecuación 3.6.

$$E_d = -\frac{\mu_0}{2} \int_V \mathbf{H}_d \cdot \mathbf{M} \ dV \tag{3.9}$$

Esta energía favorece configuraciones continuas de la magnetización.

3.7 Energía de anisotropía

La anisotropía magnética corresponde a la dependencia de las propiedades magnéticas de un material con la dirección en que ellas son medidas. La anisotropía puede ser intrínseca del material como resultado de la estructura cristalina o forma, o puede ser inducida por métodos experimentales.

Para el caso particular de muestras correspondientes a multicapas de películas ultra delgadas, la expresión 3.10 permite calcular la contribución de la energía de anisotropía.

$$E_{ani} = -K_{eff} cos^2(\theta) \tag{3.10}$$

donde K_{eff} es la constante de anisotropía magnética efectiva que determina la intensidad de la anisotropía de la muestra y su orientación. Si K_{eff} es mayor a cero la contribución favorece a que la magnetización se encuentre perpendicular al plano de la muestra mientras que si K_{eff} es menor a cero entonces esta contribución favorece a que la magnetización se encuentre en el plano de la muestra. El valor de la anisotropía magnética efectiva está determinado por diferentes contribuciones de anisotrpía, las que serán tratadas a continuación. Por último θ corresponde al ángulo formado entre la magnetización y la normal al plano de la muestra (Johnson, Bloemen, den Broeder & Vries, 1996).

3.7.1 Anisotropía magnetocristalina

La anisotropía magnetocristalina tiene su origen en la interacción espínórbita entre los electrones y corresponde a la tendencia de la magnetización a alinearse en la dirección de los ejes cristalográficos preferentes (Spaldin, 2003).

3.7.2 Anisotropía de forma

Cuando un material no presenta ejes cristalográficos preferenciales como es el caso de los materiales policristalinos, entonces será más fácil magnetizarlos a lo largo del eje de mayor longitud, a excepción de los materiales perfectamente esféricos, para los cuales el mismo campo magnetiza una misma cantidad en cualquier dirección. Esta propiedad se conoce como anisotropía de forma y surge de las propiedades magnetostáticas internas del material. La anisotropía de forma contribuye a que la magnetización se oriente en el plano del material ferromagnético, esto lo hace para minimizar el campo desmagnetizante (Spaldin, 2003).

3.7.3 Anisotropía de superficie

La anisotropía de superficie causa que los momentos magnéticos se alineen perpendicularmente a la superficie del material. Esto ocurre en películas delgadas debido a la baja simetría de la superficie o interfaz, ya que la ausencia o diferencia entre átomos vecinos modifica la energía magnetocristalina del material (Spaldin, 2003)(Johnson, Bloemen, den Broeder & Vries, 1996).

3.7.4 Energía magnetoelástica

La magnetostricción corresponde a la propiedad de un material ferromagnético para variar su largo cuando es magnetizado. Esta variación aunque es pequeña es suficiente para afectar la estructura de dominio de un material (Spaldin, 2003). Como resultado de esta variación surge un término de energía magnetoelástica que es producido por pequeños esfuerzos mecánicos en el material. Esta energía es proporcional al volumen de los dominios de cierre por esto para minimizar el esfuerzo interno se forman más dominios.

Finalmente cuando el espesor de la película es mayor a un espesor crítico t_c existe una relación fenomenológica entre las anisotropías anteriormente mencionadas y entrega un valor de la energía de anisotropía efectiva de la muestra, esta ecuación está descrita por 3.11, donde se asume que la capa magnética está delimitada por dos interfaces idénticas (Johnson, Bloemen, den Broeder & Vries, 1996).

$$K_{eff} = K_V + \frac{2K_S}{t} \tag{3.11}$$

Donde K_V corresponde a la contribución de anisotropía de volumen de la muestra, ésta incluye la anisotropía de forma y magnetocristalina de la capa, K_S corresponde a la contribución de anisotropía de superficie y magnetoelástica de la muestra, finalmente t corresponde al espesor de la película magnética.

3.8 Energía de Zeeman

La energía de Zeeman corresponde a la interacción entre la magnetización del material ferromagnético con el campo externo aplicado como muestra la ecuación 3.12.

$$E_Z = -\mu_0 \int_V \mathbf{M} \cdot \mathbf{H}_0 \ dV \tag{3.12}$$

Esta energía será mínima cuando la magnetización del material se encuentre completamente alineada con el campo externo (Coey, 2010).

Capítulo 4: Litografía por haz de electrones (EBL)

La técnica de litografía por haz de electrones utilizada en este trabajo de tesis emplea la microscopía como principio de funcionamiento y consiste básicamente en realizar un depósito de una resina electrosensible, de forma homogénea y con espesor constante, sobre un substrato mediante la técnica de *spin coating*. Luego la resina es expuesta a un tratamiento térmico en un *hot plate* para mejorar su homogeneidad.

Cuando comienza el proceso de transferencia del patrón mediante el barrido del haz de electrones del SEM, las partes de la resina expuestas al haz cambian su estructura química y se vuelven solubles, de esta forma las partes irradiadas pueden ser removidas del substrato con facilidad utilizando un revelador.

Una vez transferido el patrón, el substrato es sometido a un depósito de material metálico mediante la técnica de pulverización catódica y finalmente se elimina la resina que no fue irradiada con el haz de electrones utilizando un removedor de resina. Como resultado de los pasos descritos anteriormente se obtiene la transferencia completa del patrón litografiado (Valdés-Bango, 2017). En las siguientes secciones se detallan los pasos mencionados anteriormente.

4.1 Principio de funcionamiento

La litografía por haz de electrones (EBL) es el resultado de trabajar un microscopio electrónico de barrido (SEM) a la inversa, es decir usarlo para escribir en lugar de leer (Zhou, 2005). Su campo de visión y rendimiento están limitados por la naturaleza de este principio de funcionamiento y al igual que en el SEM la EBL tiene tres partes fundamentales: una fuente de electrones,

la columna del sistema donde el haz es dirigido y focalizado, y una cámara de introducción de muestras donde ocurre la irradiación de las muestras como se muestra en la figura 4.1. En el caso de esta tesis el equipo utilizado es un ZEISS EVO MA10, el cual tiene una resolución de 3 nm.



Figura 4.1: Representación básica del principio de funcionamiento del microscopio electrónico de barrido SEM, utilizado para la EBL. Los electrones son generados por un filamento para luego ser acelerados y guiados a través de la columna. Finalmente el sistema de escaneo y control es usado para definir el punto de trabajo sobre el substrato (Zhou, 2005).

Primero los electrones son emitidos desde un filamento, luego son acelerados por un campo electrostático para obtener mayor energía cinética y formar el haz. Al pasar a la columna electrónica esta se encarga de acelerar, enfocar y proyectar el haz de electrones sobre el substrato. La columna está compuesta típicamente por lentes electromagnéticos, un mecanismo para desviar el haz, un supresor para "encender y apagar" el haz de electrones, un dispositivo para corregir el astigmatismo en el haz, aberturas para colimar el haz, un sistema de alineación para centrar el haz en la columna y un detector de electrones para enfocar y localizar las marcas en la muestra.

Antes de que el haz de electrones salga de la columna su energía es reducida con la aplicación de un campo eléctrico mediante un lente electrostático. Lo anterior se lleva a cabo debido a que los electrones que se utilizan para la formación de imágenes deben ser de baja energía, esto favorece la formación de imágenes en películas delgadas por su baja penetración. Finalmente el sistema de control se encarga de deflectar el haz, que se encuentra en el eje Z, al punto de trabajo sobre el substrato ubicado en el plano X e Y (Valdés-Bango, 2017).

Para que el haz de electrones pueda ser correctamente generado y propagado sin restricciones es necesario que el proceso ocurra en alto vacío.

4.2 Generación de la fuente

En esta tesis el método utilizado para la emisión de electrones es conocido como *emisión termiónica* y ocurre cuando el material emisivo, en este caso un filamento de Tungsteno, es calentado hasta una temperatura lo suficientemente alta. Cuando la temperatura de un material es de 0 K sus electrones se encuentran en reposo y sus niveles y bandas energéticas se encuentran bien definidas. A medida que la temperatura del material aumenta, algunos electrones obtienen más energía, lo que les permite saltar a niveles más altos. Si la temperatura aumenta lo suficiente los electrones obtienen la energía suficiente para superar la función trabajo (energía mínima necesaria para arrancar un electrón del material) y escapan al vacío circundante.

4.2.1 Conformación y guía del haz

Una vez que los electrones son emitidos por el cátodo es necesario formar el haz, para esto se utiliza un sistema que consta de unos electrodos de enfoque y un ánodo. Los electrones son acelerados hacia el ánodo debido a una diferencia potencial entre éste y el cátodo facilitando así la formación del haz. Para dirigir el haz de electrones al punto de trabajo sobre la muestra y para controlar los parámetros de enfoque, deflexión y magnificación se utilizan los principios básicos de la óptica electrónica mediante sistemas de lentes magnéticos y eléctricos.

4.3 Proceso de exposición

El diámetro del *spot* del haz de electrones tiene una incidencia importante en la calidad del patrón litografiado, ya que mientras mayor sea el diámetro del haz, mayor será el área expuesta de la resina que será sometida a cambios en su estructura química. El diámetro del *spot* depende del filamento usado y también de las modificaciones que experimenta durante su transito por la columna durante el proceso de focalización. Estas modificaciones pueden originar aberraciones en la visualización de las imágenes y por lo tanto en la calidad de la litografía. Las aberraciones más comunes como el astigmatismo y el efecto wobble se deben a imperfecciones de los lentes, las que producen asimetrías en el haz. Para corregirlas el SEM cuenta con un conjunto de bobinas que pueden ser calibradas por el usuario antes de comenzar el proceso de litografía.

4.4 Interacción electrón-sólido

La resolución de la litografía depende también de la interacción entre el haz de electrones y la resina, ya que si los electrones que conforman el haz son muy energéticos pueden provocar un ensanchamiento en la transferencia del patrón con respecto a las mediciones del diseño original. Este fenómeno se conoce como "efecto de proximidad".

Cuando el haz de electrones penetra en la resina, los electrones que lo conforman experimentan interacciones con los átomos de la resina que pueden clasificarse como elásticas e inelásticas dependiendo de si existe o no, transferencia de energía entre los átomos interactuantes. Estas interacciones desvían las trayectorias iniciales de los electrones y producen electrones secundarios debido a las colisiones en cascada, lo que da lugar a un haz ramificado. Las múltiples colisiones continúan hasta que un electrón escapa del material o bien, ha perdido energía suficiente para ser captado por un átomo cercano modificando la estructura de la resina.

Si un electrón es lo suficientemente energético continuará penetrando la resina pudiendo alcanzar el substrato bajo esta. Debido a las múltiples colisiones podría sufrir un cambio en su trayectoria que lo haga rebotar hacia la resina nuevamente, alterando la solubilidad de esta en dicho punto y produciendo una ampliación espacial del área de la resina expuesta al haz, lo que empeora la resolución de la litografía. Este fenómeno se denomina efecto de proximidad (Valdés-Bango, 2017).

En general cuando el haz electrónico tiene menor energía, la distancia máxima de penetración en la resina es menor y por lo tanto disminuye el efecto de proximidad.

4.5 Escritura de patrón utilizando SEM

Para ser capaz de utilizar el SEM como un sistema de EBL se emplea el programa NPGS (*Nanometer patter Generation System*) que sirve para delinear estructuras que van desde el tamaño de los nanómetros hasta los micrómetros. Para diseñar el patrón se utiliza el programa DesignCAD con resolución de línea de 50 nm, cuyos componentes de diseño corresponden a elementos básicos tales como líneas, círculos, arcos, polígonos arbitrarios, etc. que combinados pueden generar diversos patrones geométricos. Una vez que el patrón se ha diseñado, se crea el archivo "Run File" donde se especifican las condiciones

de exposición, como la dosis de electrones o la corriente del haz, luego el programa calcula el tiempo de exposición necesario para las condiciones indicadas.

4.6 Resina y dosis

Como se mencionó en las secciones anteriores para el grabado y transferencia del patrón mediante la técnica de EBL es necesario utilizar una resina. Cuando el haz de electrones incide sobre esta resina, altera sus enlaces químicos produciendo una cambio en la solubilidad del área irradiada. Luego de que el patrón es transferido, se sumerge la muestra en una solución química que permite remover ciertas partes de la resina, este procedimiento se conoce como revelado.

La resina se puede clasificar en dos tipos dependiendo de la alteración que produce en ella el haz de electrones. Si luego de la exposición al haz la solubilidad de la superficie irradiada aumenta entonces la resina se conoce como "positiva", si en cambio la superficie expuesta al haz pierde solubilidad, entonces la resina se conoce como "negativa". Los materiales utilizados como resinas son usualmente soluciones poliméricas aplicadas gota a gota sobre la superficie de un substrato que se hace girar en un *spin coater* hasta formar una capa homogénea. Finalmente mediante un tratamiento térmico se elimina el solvente residual y se forma una capa delgada y uniforme de resina sobre el substrato.

Otro concepto importante al momento de realizar litografía es la dosis de electrones utilizada. Debido a que cada electrón es capaz de alterar solo un enlace de la resina, es importante contar con la dosis adecuada de electrones que permita alterar los enlaces necesarios para la transferencia exitosa del patrón. Para el caso de resinas positivas, si la dosis de electrones es pequeña la resina permanecerá sin disolverse durante el proceso de revelado, y si es mayor a la necesaria, se producirá un efecto de cristalización en la resina lo que también provocará problemas en el proceso de revelado.

4.7 Transferencia del patrón

Una vez que la resina ha sido modelada mediante el haz de electrones se debe transferir el patrón al substrato, para esto se utiliza un proceso aditivo llamado *lift-off*. Este proceso se basa en utilizar el substrato, con el patrón de resina previamente revelado, como una plantilla para la grabación del patrón final mediante el depósito de un material metálico. La resina que no fue removida por el revelado permanece soluble luego del depósito de material, es por esto que al sumergir el substrato en un solvente de resina, esta es removida junto con el material depositado sobre ella, permaneciendo sobre el substrato, lo anterior se esquematiza en la figura 4.2.



Figura 4.2: Esquema del proceso de EBL desde que la resina inalterada se encuentra sobre el substrato hasta el *lift-off* (Adaptación de (Zhou, 2005)).

Capítulo 5: Hipótesis y objetivos

5.1 Motivación e hipótesis de trabajo

La motivación para transferir patrones a un sustrato mediante la técnica de litografía de haz de electrones radica en el estudio de como afecta la variación del tamaño y geometría de los patrones en la formación de las estructuras de dominio en la muestra. Esto tiene especial importancia en la formación de *skyrmions* y en la fabricación de dispositivos de *racetrack memory*.

 La formación de skyrmions se observa en películas delgadas de materiales magnéticos policristalinos fabricados mediante pulverización catódica con anisotropía magnética perpendicular al plano de la muestra. Es particularmente fuerte en películas delgadas de materiales ferromagnéticos entre materiales no magnéticos con acoplamiento espín-órbita alto (Agrawal, 2018).

5.2 Objetivos

5.2.1 Objetivo general

Fabricar nanoestructuras magnéticas mediante litografía electrónica basadas en multicapas de Co/Pd para posterior estudio y caracterización de la formación de dominios magnéticos.

5.2.2 Objetivos específicos

 Aprender a preparar los sustratos con polímero PMMA, realizar los diseños de los patrones en el programa NPGS y optimizar los parámetros necesarios para lograr arreglos de nanoestructuras bien definidos.

- Fabricar las películas magnéticas por pulverización catódica, realizar el revelado y remoción final del PMMA.
- Verificar la integridad de los arreglos fabricados utilizando SEM.
- Realizar las mediciones magnéticas de los arreglos utilizando el magnetómetro magneto-óptico (MOKE) y observar estructuras de dominios magnéticos utilizando microscopía de fuerza magnética (MFM) para determinar parámetros que permitan una posible aplicación en dispositivos de racetrack memory.

Capítulo 6: Técnicas experimentales

6.1 Protocolo de EBL

En el caso de esta tesis se utilizó como resina el polímero 672PMMA (Polimetil-metacrilato) el cual a bajas dosis actúa como una resina positiva. La velocidad de giro de la base del *spin coater* es de 4000 r.p.m./min, una vez formada la capa homogénea se deja secar durante 3 minutos a una temperatura de 150 °C. Finalmente se obtiene una capa de polímero de 250 nm de espesor sobre el substrato de silicio de 300 nm de espesor.

- La resina utilizada se deposita con una pipeta sobre la superficie de una oblea de silicio libre de suciedad y contaminación orgánica. La distribución homogénea de la resina sobre el substrato se logra mediante la técnica de *spin-coating* con dos *steps*, el primero a una velocidad de 500 r.p.m/min durante 10 segundos y el segundo a una velocidad de 4000 r.p.m./min durante 60 segundos, obteniéndose una capa de resina de 250 nm de espesor.
- Luego la resina es sometida a un proceso de curado utilizando un *hot* plate a 150 ℃ durante 180 segundos con lo que se logra una mayor homogenización de la resina y la evaporación de los solventes remanentes.
- 3. Posterior al proceso de curado, el substrato se divide en cuatro partes y se realizan marcas con un lápiz de diamante sobre la superficie cada uno de los cuartos de sustrato más resina, definiendo cuatro cuadrantes de trabajo en cada uno de los trozos, como se muestra en la figura 6.1. Lo anterior servirá como guía para enfocar el microscopio electrónico sobre

la superficie del substrato, también permite la ubicación espacial para realizar varios conjuntos de nanoestructuras y posteriormente estudiar su comportamiento magnético.



Figura 6.1: Esquema del resultado del proceso de rallado y división del substrato más resina.

- 4. Una vez hechos los cortes y las marcas sobre el substrato, se limpia la superficie utilizando acetona, agua destilada y finalmente se sopla la superficie con un flujo de nitrógeno seco para evitar residuos.
- Se enciende el haz y se deja funcionando durante unos minutos para evitar fluctuaciones producidas por calentamiento durante el grabado del patrón.
- 6. Una vez estabilizado el haz de electrones es necesario calibrar el SEM con una muestra metálica para corregir efectos no deseados en la litografía como por ejemplo el astigmatismo. También se verifica la corriente para asegurar que se tiene la cantidad correcta de electrones para hacer la litografía.
- Con el microscopio electrónico ya calibrado y el patrón que se escribirá en la litografía previamente diseñado en el programa DesingCAD, se monta

en el portamuestras del SEM uno de los trozos de substrato y se hace vacío en la cámara principal.

- Se enciende el computador que controla el programa NPGS y se espera aproximadamente 20 minutos para comenzar con la litografía.
- El substrato ya montado en el portamuestras del SEM se debe centrar y enfocar nuevamente en uno de los bordes para asegurar que el patrón sea correctamente transferido.
- 10. Una vez que el programa NPGS se encuentra operativo se debe elegir el archivo que contiene el patrón que será litografiado y elegir la opción *Simulate writing* lo que permite conocer los parámetros de magnificación y tiempo que demorará la escritura del patrón. Para el caso de esta tesis se utilizan los parámetros mostrados en la tabla 6.1.

Darámatra	Potrón 1 (Doto)	Patrón 2	Patrón 3
Farametro	Fallon I (Dols)	(Cuñas)	(Barras)
Magnificación	1000	1000	1000
Tiempo [s]	1,01	59,3	124,8
Corriente	13 <i>p</i> A	13 <i>p</i> A	13 <i>p</i> A

Tabla 6.1: Parámetros de operación del microscopio electrónico SEM para patronesdiseñados.

- 11. Finalmente el SEM debe operar en modo NPGS y procesar el archivo que contiene el patrón a transferir (*Proces run file*).
- 12. Ahora es necesario quitar del substrato la resina expuesta al haz de electrones, para esto se utiliza un revelador AR 600-56, el cual es vertido en vaso precipitado donde posteriormente se sumerge la muestra por 180 segundos.
- 13. Para quitar de la muestra los residuos del revelador, se sumerge en un

vaso precipitado que contiene isopropanol durante 180 segundos. Con esto, el primer paso para la transferencia del patrón esta terminado.

- 14. Se procede a realizar la deposición del material metálico mediante pulverización catódica. Para el caso de esta tesis de depositan 10 capas de Co y luego 10 bicapas de Pd/Co con recubrimiento de Pd, las tasas de deposición son especificadas en la siguiente sección.
- 15. Una vez realizado el depósito de las bicapas metálicas se procede a relizar el último paso de la litografía que consiste en remover lo que queda de resina sobre la oblea de silicio (*lift-off*), esto se logra sumergiendo la muestra en un vaso precipitado con removedor AR 300-76 durante 120 segundos.
- 16. Finalmente se limpia la muestra con acetona, agua destilada y se seca con flujo de nitrógeno.

Los principales pasos de la técnica de EBL son esquematizados en la figura 6.2.



Figura 6.2: Esquema de la técnica de litografía por haz de electrones (Adaptación de (Valdés-Bango, 2017)).

6.2 Pulverización catódica

La técnica de pulverización catódica en alto vacío, también conocida como *sputtering* es utilizada para la fabricación de películas delgadas sobre la litografía.

El proceso consiste en ionizar átomos de plasma de Argón (Ar) mediante la aplicación de una diferencia potencial entre un cátodo y un ánodo, estos iones son acelerados fuertemente por el mismo campo eléctrico hacia el *target* (cátodo) donde se encuentra el material que se quiere depositar sobre el sustrato (ánodo), de esta forma los iones de Ar al colisionar con el material ubicado en el interior del *target* lo hacen con la energía suficiente para desprender átomos de la superficie del material. Lo anterior ocurre debido a que el ion al colisionar con la superficie del material del *target*, transfiere parte de su energía a los átomos del material provocando colisiones en cascada. Las múltiples colisiones hacen posible que algunos átomos del material adquieran la energía suficiente para abandonar la superficie, alcanzar el sustrato y adherirse a él formando una película delgada. La figura 6.3 muestra un esquema de lo mencionado anteriormente. Debido a que la mayor parte de la energía proporcionada por los iones incidentes se transforma en calor, es necesario el uso de un sistema de refrigeración para evitar el sobrecalentamiento del cátodo.



Figura 6.3: Esquema del proceso de pulverización catódica utilizado para la transferencia del patrón.

Para evitar la contaminación en las películas depositadas es necesario que la cámara se encuentre en alto vacío ($\sim 10^{-7}$ Torr), el cual se logra utilizando una bomba turbo molecular. Para realizar el depósito, la presión de trabajo debe ser del orden de 10^{-3} Torr, ya que si la presión es demasiado baja no

existen suficientes átomos ionizados que permitan el proceso. El aumento de presión se consigue mediante la inyección del gas de Ar a la cámara. Antes de comenzar con el depósito, el sustrato debe estar rotando para asegurar homogeneidad del material depositado.

En caso de esta tesis se utilizó el equipo de Pulverización Catódica en Alto Vacío - *Sputtering Intercovamex V3* que cuenta con cuatro cañones de evaporación, dos fuentes DC para materiales metálicos y una RF para materiales aislantes. Para generar la diferencia de potencial entre el cátodo y ánodo, se utilizaron las dos fuentes DC de corriente continua. El depósito se realizó sobre un sustrato de silicio + PMMA previamente litografiado y revelado, con un vacío base de $6, 8 \times 10^{-7}$ Torr y una presión de trabajo de $2, 9 \times 10^{-3}$ Torr. El depósito consiste en diez capas de cobalto y sobre ellas diez bicapas de paladio y cobalto como muestra la figura 6.4.

Para mejorar la precisión del espesor del material depositado es necesario controlar con exactitud el tiempo de abertura de cada *target*. Para esto se realiza un programa en LabVIEW que automatiza la apertura de los cuatro cañones del *sputtering* los que pueden ser usados dependiendo de los requerimientos del usuario. El programa permite hacer sistemas de hasta 4 multicapas compuestas de distintos materiales, también permite fabricar muestras de bicapas con separador, y también sirve para fabricar muestras mediante *co-sputtering*. De esta forma es posible disminuir el error del experimentador asociado al tiempo de abertura y cierre de los *targets*, los cuales tienen incidencia en el espesor de las capas depositadas. El desarrollo y funcionamiento del programa se explica detalladamente en el Apéndice A de esta tesis.

La calibración de cada material es mostrada en la tabla 6.2, utilizando la tabla se sabe que la composición de la litografía es:

$Co_{3,6nm}/(Pd_{1,5nm}Co_{0,3nm})_{x10}/Pd_{1,5nm}$

cuyo espesor total del material depositado es 23,1 nm. En la figura 6.4 se muestra un esquema del sistema de multicapas sobre un sustrato previamente litografiado.

Material	Potencia [W]	Tasa de depósito [nm/s]	
Pd	15	0,033	
Со	20	0,012	

 Tabla 6.2: Calibración de materiales utilizados en la técnica de pulverización catódica.



Figura 6.4: Esquema de sistema de bicapas de Co/PdCo/Pd con substrato y resina como base.

6.3 Magnetómetro de gradiente alterno (AGFM)

El magnetómetro de gradiente alterno (AGFM) se utiliza para la caracterización magnética de la muestra. En este instrumento, la muestra se adhiere a un portamuestras que se encuentra fijo a un extremo de un elemento piezoeléctrico. Este conjunto de elementos (muestra-piezoeléctrico) se encuentra ubicado entre los polos de un electroimán que genera un campo magnético uniforme. Fijas a los polos del electroimán se sitúan dos bobinas que generan un gradiente de campo magnético alterno de forma transversal a la muestra. Lo anterior se esquematiza en la figura 6.5.

El gradiente de campo magnético ejerce una fuerza **F** sobre la muestra, lo que causa el portamuestras comience a vibrar. La fuerza **F** está dada por la expresión 6.1.

$$\mathbf{F} = -\nabla(-m \cdot \mathbf{H}) \quad \Rightarrow \quad \mathbf{F} = m \ \frac{dH}{dx} \ \hat{i}$$
 (6.1)

30



Figura 6.5: Esquema de magnetómetro de gradiente alterno AGFM.

Donde *m* corresponde al momento magnético en la dirección \hat{i} y $\frac{dH}{dx}$ corresponde al gradiente de campo magnético en la dirección \hat{i} .

Una vez que las vibraciones son registradas por el elemento piezoeléctrico del sistema son transformadas en voltajes proporcionales a la amplitud de la vibración, que a su vez es proporcional al momento magnético de la muestra.

Para el caso de esta tesis las muestras fueron medidas con el gradiente de campo aplicado en dirección perpendicular a la superficie de la muestra y en el plano de la superficie de la muestra.

6.4 Magnetómetro magneto-óptico de efecto Kerr (MOKE)

El efecto Kerr magneto-óptico (MOKE) se basa en la interacción de un haz de luz linealmente polarizado con la muestra en estudio, ya que la polarización del haz incidente rota cuando incide sobre la superficie de una muestra magnética.

Cuando un haz de luz linealmente polarizado incide sobre una superficie imanada, el haz reflejado sufre dos cambios que son proporcionales a la magnetización del medio. El primer cambio es pasar de una polarización lineal



Figura 6.6: Esquema que muestra la elipticidad y la rotación Kerr, y las configuraciones del magnetómetro.

a una elíptica, esto se conoce como elipticidad Kerr y el segundo cambio es que experimenta una rotación con respecto al haz incidente, lo cual se conoce como rotación Kerr. Lo anterior se esquematiza en la figura 6.6a.

Se pueden distinguir tres variantes del efecto Kerr: polar, longitudinal y transversal, las cuales dependerán de la orientación relativa de la muestra, su magnetización y el plano de polarización de la luz incidente. En la configuración polar el campo magnético es aplicado en dirección normal al plano de la superficie de la muestra y la magnetización es paralela a la normal de la superficie de la muestra. En la configuración longitudinal la magnetización está en el plano de la superficie de la muestra, esto es, el de incidencia de la luz. Y finalmente en la configuración transversal, la magnetización es perpendicular al plano óptico y

paralelo al plano de la superficie de incidencia de la muestra (Arenas, 2017). Lo anterior se esquematiza en la figura 6.6b.

La profundidad de penetración de la luz en un medio material es pequeña (típicamente del orden de 20 a 30 nm), es por esto que las técnicas MOKE proporcionan información acerca del estado de imanación a nivel superficial del material magnético (Martínez, 2012). La muestra en estudio tiene un espesor magnético de 23, 1 nm por lo que la limitación antes mencionada podría incidir en la información obtenida de las muestras. Las mediciones se realizan en un NanoMOKE 3 el cual permite determinar la magnetización de una superficie al medir cambios muy pequeños en la polarización de un láser, el sistema permite medir el cambio en la polarización como función del campo aplicado entregando una curva de histéresis magnética representativa de cada muestra. Como la magnetización de la muestra se encuentra perpendicular al plano de su superficie, se utiliza el modo de operación polar.

6.5 Microscopía de fuerza magnética (MFM)

La microscopía de fuerza magnética (MFM) es un modo especial de operación de la microscopía de fuerza atómica (AFM) cuya diferencia principal radica en la punta empleada durante la medición. La técnica utiliza una punta de recubrimiento magnético fijada a un cantilever, la cual al acercarse a la superficie de la muestra magnética en estudio permite obtener información de la interacción magnética entre la punta y la muestra.

En adición a la fuerza magnética la punta también experimenta fuerzas de Van der Waals, las que son usadas para medir la topografía de la muestra. La fuerza dominante dependerá de la distancia entre el tip y la superficie de la muestra ya que las fuerzas de Van der Waals son de corto alcance al contrario de la fuerza magnética que es de largo alcance. Por esto, para obtener la imagen se realizan dos barridos de la superficie, el primero se realiza en la región donde la fuerza de Van der Waals es dominante lo que entrega la topografía de la muestra. Luego se aumenta la distancia de separación tip-muestra hasta la región donde la fuerza magnética es dominante y se realiza un segundo barrido recorriendo la topografía trazada en el primer escaner y manteniendo la altura constante (figura 6.7), esta vez la interacción magnética producirá variaciones en la frecuencia de vibración del cantilever cambiando su amplitud y fase. El cambio producido por la deflexión del caltilever es proporcional a la fuerza magnética local de la muestra y permite formar un mapa magnético de la superficie de la muestra.



Figura 6.7: Esquema del principio de funcionamiento del microscopio de fuerza magnética (MFM) (Valdés-Bango, 2017).

Para el caso de esta tesis antes de realizar las mediciones en el microscopio de fuerza magnética la muestra litografiada se sometió a un proceso de desmagnetización con campo aplicado en el plano de la muestra y a lo largo del eje mayor de cada barra magnética. Para esto se utilizó el equipo AGFM ya que cuenta con un sistema que permite automatizar el gradiente de campo magnético. El campo aplicado fue decreciendo cíclicamente desde los 3000 Oe hasta llegar a cero para obtener el estado de desmagnetización con tres pasos distintos, primero desde 3000 Oe hasta 250 Oe con un paso de 100 Oe, luego desde 250 Oe hasta -100 Oe con un paso de 50 Oe y finalmente desde -100 Oe hasta 0 Oe con un paso de 10 Oe. Luego se limpia la muestra con acetona, agua destilada y se seca con flujo de nitrógeno para evitar contaminación por residuos.

Capítulo 7: Resultados Experimentales

Por medio de la técnica de litografía por haz de electrones se fabrican utilizando el microscopio SEM distintos patrones geométricos sobre una muestra compuesta de multicapas de $Co/(Pd/Co)_{\times 10}/Pd$, con anisotropía fuera del plano, para estudiar como afecta la geometría en la formación de dominios magnéticos. Los tres patrones distintos se muestran en la figura 7.1.

La figura 7.1a corresponde a tres conjuntos de *dots* con diámetros distintos, 800 nm, 600 nm y 400 nm. La figura 7.1b corresponde a un patrón de cuñas todas del mismo tamaño. Finalmente la figura 7.1c corresponde a varios conjuntos de barras cuyos anchos disminuyen desde aproximadamente los 4 μ m hasta los 400 μ m.





Figura 7.1: Imágenes tomadas con microscopía SEM de tres patrones distintos fabricados con EBL.

Primero se mide la respuesta magnética del conjunto de *dots* con el MOKE y el resultado se muestra en el gráfico de la figura 7.2.

El gráfico de la figura 7.2 sugiere que debido a la diferencia que muestran las curvas en el campo coercitivo de los distintos *dots* podría existir una diferencia en la formación de los dominios entre los distintos conjuntos, es por esto que se obtienen imágenes de microscopía MFM, mostradas en la figura 7.3 para



Figura 7.2: Curvas de caracterización magnética del conjunto de *dots* fabricados mediante EBL.

observar su configuración de dominios.

En la figura 7.3 no se logra observar regiones con distintos dominios magnéticos por lo tanto no es de interés para el cumplimiento del objetivo principal de esta tesis. Es por esto que se procede a caracterizar el siguiente patrón litografiado.



Figura 7.3: Imagen de microscopía MFM de los conjuntos de *dots*. Cada una de las figuras corresponde a conjuntos de *dots* con distintos diámetros.

La figura 7.4 muestra una imagen obtenida mediante microscopía MFM del segundo patrón litografiado correspondiente a un conjunto de cuñas. En este caso se realizó microscopía primero para observar si es que la geometría del patrón favorecía la formación de regiones en donde los dominios se orientaran en distintas direcciones.

En la figura 7.4 se logra observar distintos dominios en ciertas regiones de las cuñas, pero estos tampoco satisfacen el objetivo principal de esta tesis. Además los conjuntos de cuñas tienen todos el mismo tamaño, esto no permite hacer un estudio sistemático de como el tamaño del patrón incide en la formación de los dominios magnéticos.



Figura 7.4: Imagen de microscopía MFM del conjunto de cuñas.

Por lo tanto se procede a caracterizar el patrón que contiene distintos conjuntos de barras los cuales varían su ancho entre un conjunto y otro. Para diferenciar entre barras de distinto ancho, se agrupan en cinco conjuntos de barras como se muestra en la figura 7.5.

Para conocer el ancho de cada barra en la litografía se toman doce mediciones usando las herramientas del software Gwyddion. Una vez obtenidos los resultados, se calculan los promedios para obtener un valor de ancho representativo de cada columna. También se calcula la dispersión de los datos para conocer la incertidumbre de la medición. Luego se repite el procedimiento para el cálculo del largo representativo de las barras de cada columna, esta vez se toman diez mediciones de largo para cada uno de los elementos de la litografía. Los promedios de las dimensiones de cada una de las columnas se encuentran especificados en la tabla 7.1.



Figura 7.5: Imagen de microscopía SEM del patrón de barras fabricado mediante EBL. Donde las columnas A, B, C, D y E, corresponden a barras del mismo tamaño.

Columno	Promedio Ancho	Promedio Largo
Columna	Barras $R\pm \Delta R\setminus \mu m$	Barras $R \pm \Delta R \setminus \mu m$
Α	$4,21\pm0,05$	$9,85\pm0,02$
В	$2,22\pm0,02$	$9,78\pm0,02$
С	$1,04\pm0,01$	$9,32\pm0,02$
D	$0,58\pm0,02$	$9,40\pm0,02$
E	$0,38\pm0,02$	$9,76\pm0,07$

 Tabla 7.1: Largo y ancho promedio de los conjuntos de barras.

Las distancias d_1 , d_2 , d_3 y d_4 que se muestran en la figura 7.6 corresponden al promedio de las mediciones de la separación entre dos columnas consecutivas. Para obtener estos valores representativos se toman veinte mediciones a lo largo de cada una de las separaciones. Las distancias h_1 , h_2 , h_3 , h_4 y h_5 corresponden al promedio de las mediciones tomadas de la separación vertical entre dos barras consecutivas pertenecientes a una misma columna. Para obtener este promedio se toman catorce mediciones para cada separación entre dos barras consecutivas pertenecientes a una misma columna. Finalmente se calcula la dispersión de los datos para ambas mediciones y se obtiene la tabla



Figura 7.6: Imagen de microscopía SEM del conjunto de barras donde d_1, d_2, d_3 y d_4 corresponden a las distancias promedio de separación entre las distintas columnas, mientras que h_1, h_2, h_3, h_4 y h_5 corresponden a los valores promedio de las distancias verticales entre las barras pertenecientes a una misma columna.

	Promedio separación		Promedio de
Distancia	entre barras de una	Distancia	separación entre
h _i misma columna		d_i	columnas
	$h_i \pm \Delta h_i \setminus \mu m$		$d_i \pm \Delta d_i \setminus \mu m$
h_1	$6,07\pm0,03$	d_1	$7,8 \pm 0,1$
h_2	$6,22\pm0,02$	d_2	$8,3\pm0,3$
h_3	$4,91\pm0,02$	d_3	$7,0\pm0,4$
h_4	$4,24\pm0,02$	d_4	$6,3\pm0,1$
h_5	$2,50\pm0,02$		

Tabla 7.2: Los valores h_1, h_2, h_3, h_4 y h_5 corresponden a los valores representativos de la separación vertical entre barras de una misma columna, es decir, h_1 corresponde a la separación vertical entre las barras de la columna A, h_2 corresponde a la separación vertical entre las barras de la columna B, h_3 corresponde a la separación vertical entre las barras de la columna C, h_4 corresponde a la separación vertical entre las barras de la columna C, h_4 corresponde a la separación vertical entre las barras de la columna C, h_4 corresponde a la separación vertical entre las barras de la columna C, h_4 corresponde a la separación vertical entre las barras de la columna C.

Mientras que los valores d_1, d_2, d_3 y d_4 corresponden a las distancias promedio de separación entre las distintas columnas, es decir, d_1 corresponde a la separación entre la columna A y la columna B, d_2 corresponde a la separación entre la columna B y la columna C, d_3 corresponde a la separación entre la columna C y la columna D y d_4 corresponde a la separación entre la columna D y la columna E. Una vez obtenidas las dimensiones que caracterizan la litografía, la muestra es observada en el MOKE para obtener las curvas de caracterización magnética de cada una de las barras y también de la película continua (figura 7.8). Para obtener una comparación de las técnicas de medición y corroborar la información obtenida en el MOKE se realiza una nueva medición de magnetización en función del campo de la película continua pero esta vez en el AGFM, el resultado obtenido de la comparación de técnicas se muestra en el gráfico de la figura 7.7. En la aplicación de ambas técnicas se realizan mediciones con el campo externo aplicado perpendicular a la superficie de las muestras.



Figura 7.7: Curva de caracterización magnética de la muestra. *Azul:* Medición realizada en AGFM. *Rojo:* Medicion realizada en Moke.

Del gráfico de la figura 7.7 se observa que las curvas medidas con diferentes técnicas son consistentes ya que tienen similar campo coercitivo y magnetización de saturación. La diferencia de la magnetización de remanencia entre ambas curvas puede deberse a la diferencia en el principio de funcionamiento

de ambas técnicas. La información obtenida de la curva realizada en el MOKE entrega la magnetización medida a través del cambio en la polarización de un haz de luz reflejado en la superficie de la muestra, esto guiere decir gue la información obtenida corresponde principalmente a la de las primeras capas de la muestra, bicapas de Pd/Co, por esta razón la curva es más cuadrada y tiene mayor remanencia ya que la anisotropía de la muestra está fuera del plano. En contraste a lo anterior, la técnica utilizada por el AGFM es capaz de obtener la información de todo el volumen de la muestra. Puede ser que en esta medición la capa de 3,6 nm de Co que se encuentra en la base de la muestra afecte la anisotropía haciendo que se oriente un poco más sobre el plano de la muestra. Otra explicación puede ser que la medición en AGFM, el portamuestras no se encontraba completamente en el plano lo que hizo que una componente en el plano de la muestra provocara las diferencias observadas en la figura. A pesar de las pequeñas diferencias observadas las curvas son similares por lo que ambos equipos son efectivos al momento de caracterizar magnéticamente la muestra.

En el gráfico de la figura 7.8 se muestran las curvas de magnetización obtenidas con el MOKE para la película continua y para las barras de diferentes anchos. Es posible observar que hay un cambio en la coercitividad y en la remanencia de las barras. La coercitividad de las barras disminuye al disminuir el ancho, lo que puede indicar que hay un cambio en la estructura de dominio de las barras.



Figura 7.8: Curvas de caracterización magnética de la muestra litografiada. Cada color describe el comportamiento magnético de cada conjunto de barras litografiadas. *Curva azul:* corresponde a la medición hecha en la película continua, es decir, una zona de la muestra donde no hay litografía, por lo tanto la curva identifica la señal magnética de la deposición de material $Co/(PdCo)_{\times 10}/Pd$.

Para observar mejor la relación entre el ancho de las barras y su coercitividad se calcula el promedio de la coercitivad de cada barra y se grafica en función de su ancho mostrado en la tabla 7.1, y se obtiene la figura 7.9.

En la figura 7.9 se observa una relación directa entre el campo coercitivo y el ancho de las barras litografiadas, a medida que el ancho de las barras aumenta la muestra tiene un mayor campo coercitivo.



Figura 7.9: Curvas de campo coercitivo H_c en función del ancho de barras litografiadas de composición $Co/[Pd/Co]_{\times 10}/Pd$. El campo magnético externo fue aplicado perpendicular a la superficie de la muestra.

Para observar como es la configuración de dominio de la muestra en estudio se realizaron microscopías de MFM en cada barra. Los resultados obtenidos se muestran en la figura 7.10.

Como se puede observar en la imagen 7.10 las zonas claras en el interior de las barras litografiadas corresponden a dominios cuya magnetización apunta en el sentido positivo/negativo del eje Z, mientras que las zonas oscuras corresponden a dominios cuya magnetización apunta en sentido contrario a las zonas claras negativo/positivo del eje Z. Analizando las seis imágenes se observa que la formación de dominios varía con el ancho de las barras litografiadas, de manera que en el conjunto de barras A de ancho $4, 21 \pm 0, 05$ μ m los dominios están formados de forma aleatoria y distribuidos a lo largo de toda la barra, mientras que al disminuir el ancho de las barras se percibe un ordenamiento en estos dominios. En los conjuntos de barras D cuyo ancho



Figura 7.10: Formación de dominios en conjuntos de barras litografiadas vistas en el microscopio de fuerza magnética MFM.

corresponde a $0, 58 \pm 0, 02 \ \mu$ m los dominios se encuentran más ordenados que en los conjuntos anteriores adoptando formas alargadas según el eje mayor de las barras. Finalmente en los conjuntos de barras E cuyo ancho corresponde a $0, 38 \pm 0, 02 \ \mu$ m las muestras se encuentran cercanas a la saturación, a pesar de ser sometidas al mismo campo externo **H**₀ que los conjuntos anteriores. La formación de dominios en el conjunto de barras E, figuras 7.10e, es particularmente interesante ya que se forman regiones pequeñas donde los dominios son encapsulados lo que corresponde a zonas donde se obtienen dos estados, 0 y 1.

Mediante un análisis cualitativo de la figura 7.10 se puede apreciar que el tamaño de los dominios magnéticos varía con el ancho de las barras. En el conjunto de barras A cuyo ancho es de $4, 21\pm0, 05 \,\mu$ m los momentos magnéticos locales de la muestra se agrupan en regiones que abarcan una mayor superficie por esto se forman estructuras de dominios grandes, comparadas con los otros conjuntos de barras, mientras disminuye el ancho de las barras disminuyen el tamaño y también el número de dominios formados. Lo que es consistente con las curvas de magnetización obtenidas en el MOKE (figura 7.8). Para conocer el largo de los dominios se realiza una estimación por medio del software Gwyddion, los resultados se muestran en la tabla 7.3.

Conjunto	Largo promedio del	
de barras	dominio $[\mu m]$	
A	1,5	
В	1	
С	0,5	
D	1	
E	0,3	

Tabla 7.3: Estimación del largo de los dominios en cada uno de los conjuntos de barras.

Con la tabla 7.3 se corrobora lo analizado cualitativamente, esto es que

el conjunto de barras A presenta en promedio los dominios más grandes comparados con los otros conjuntos de barras, en los conjuntos de barras B y C se observa una correlación entre el tamaño de los dominios y el ancho de las barras ya que en ambos conjuntos el largo de los dominios disminuye y se obtienen valores promedios de 1 μ m y 0,5 μ m respectivamente. Para el conjunto de barras D se observa que el largo de los dominios aumenta en comparación con los conjuntos B y C ya que se orientan en la dirección del eje mayor de las barras, sus largos miden en promedio 1 μ m, pero disminuyen en número comparado con los conjuntos A, B y C. Finalmente para el conjunto de barras E se obtienen dominios en su mayoría con formas regulares cuyos valor de largo es en promedio 0,3 μ m a excepción de la última imagen donde se obtiene un dominio completamente confinado cuyo largo es de 1,5 μ m. Las mediciones antes mencionadas son estimaciones de los largos de las regiones de dominio, no corresponde al valor de la superficie de los dominios, para obtener esta información se tendría que utilizar un análisis de imagen más profundo.

Capítulo 8: Conclusiones

Al inicio de este trabajo de tesis se propuso como objetivo principal fabricar nanoestructuras magnéticas mediante litografía electrónica, basadas en multicapas de Co/Pd para estudiar y caracterizar la formación de dominios en las muestras.

Para cumplir con este objetivo se realizó un estudio sistemático que consistió en la variación de la geometría y del tamaño del patrón litografiado. Se fabricaron tres patrones distintos por medio de EBL: dots, cuñas y barras. Mediante el uso del MOKE fue posible obtener las curvas de magnetización de cada uno de los patrones litografiados, también se obtuvieron imágenes de microscopía MFM. Ambas caracterizaciones permitieron determinar que la geometría óptima del patrón para la formación de dominios, acorde al material y espesor de las películas depositadas sobre la litografía, es el conjuntos de barras, ya que en estos se logró visualizar dominios en cada una de las barras. En cuanto al tamaño del patrón se logró determinar que existe una relación directa entre el ancho de las barras con el valor de su coercitividad, mientras menor es el ancho de la barra, menor será su campo coerctivo, lo mismo fue observado en las mediciones del conjunto de dots, mientras menor es el diámetro del dot menor es su coercitividad. Respecto a los dominios magnéticos observados en el patrón de barras, su tamaño también disminuyó al disminuir el ancho de la barra, al igual que el número de dominios formados. También se observó que a medida que ancho de la barra disminuye, la forma de los dominios cambia, orientando su crecimiento a lo largo del eje mayor de las barras.

Para el conjunto de barras E los dominios formados fueron pocos y en su mayoría pequeños comparados con los formados en los demás conjuntos. De

esto se podría concluir que existe un ancho crítico que permite la formación de dominios para las muestras fabricadas bajo esta configuración de multicapas, si el ancho o diámetro del patrón litografiado es del orden de los 500 nm es más difícil visualizar estructuras de dominio. Lo anterior podría explicar el por qué en las muestras de *dots* no fue posible visualizar dominios con microscopia MFM ya que tienen diámetros del orden de los 500 nm, lo que de alguna forma estaría restringiendo su visualización.

Finalmente acorde a lo discutido a lo largo de estas páginas se puede concluir que los objetivos de este trabajo de tesis fueron cumplidos.

Con respecto a las perspectivas de este trabajo se propone continuar con el estudio de los parámetros que permiten la manipulación de la formación de dominios magnéticos, probando con otros materiales y espesores lo que podría permitir formación de *skyrmions*.

Capítulo 9: Referencias bibliográficas

Aharoni, A. (2000). *Introduction to the Theory of Ferromagnetism*. New York, United States. Editorial: Oxford University Press Inc.

Agrawal, P. (2018). *Magnetic thin films For spintronic memory* (Doctoral dissertation, Massachusetts Institute of Technology).

Arenas, C. A. (2017). Comparación de las propiedades magnéticas de películas delgadas sintetizadas mediante pulverización catódica (sputtering) y deposición de capas atómicas (ALD) *Universidad de Santiago de Chile.*

Broers, A. N. (1988). Resolution limits for electron-beam lithography. *IBM Journal of Research and Development*, 32(4), 502-513.

Brown, W. F. (1963). *Micromagnetics* (No. 18). interscience publishers.

Callister, W. D., (2007). *Materials Science and Engineering: An Introduction*. Utah, Estados Unidos. Editorial: John Wiley & Sons.

Coey, J. M. D., (2010). *Magnetism and Magnetic Materials*. New York, United States. Editorial: Cambridge University Press.

Escrig, J. E. (2007). *Interacción dipolar entre sistemas magnéticos micro y nanométricos* (Doctoral dissertation, tesis doctoral chilena).

Ferri, F. A., Pereira-da-Silva, M. A., & Marega Jr, E. (2012). Magnetic Force Microscopy: Basic Principles and Applications, Atomic Force Microscopy—Imaging, Measuring and Manipulating Surfaces at the Atomic Scale; Bellitto, V., Ed.; ISBN: 978-953-51-0414-8. *InTech: Vienna, Austria*.

Johnson, M. T., Bloemen, P. J. H., Broeder, F. J. A., y Vries, J. J. (1996). Magnetic anisotropy in metallic multilayers. *Reports on Progress in Physics*, 59, 1409-1458.

Kong, L., & Chou, S. Y. (1996). Effects of bar length on switching field of nanoscale nickel and cobalt bars fabricated using lithography. *Journal of applied physics*, 80(9), 5205-5208.

Martínez, V. V. (2012). Fabricación y caracterización de materiales nanoestructurados obtenidos mediante técnicas electroquímicas (Doctoral dissertation, Universidad de Oviedo).

Mittal, S. (2017). A survey of techniques for architecting processor components using domain-wall memory. *ACM Journal on Emerging Technologies in Computing Systems (JETC)*, 13(2), 29.

Palma, J. L. (2012). Influencia de la geometría sobre las propiedades magnéticas en nanoestructuras con orden hexagonal: antidots y nanodomos. *Universidad de Santiago de Chile, Tesis Doctoral.*

Parkin, S. S., Hayashi, M., & Thomas, L. (2008). Magnetic domain-wall racetrack memory. *Science*, 320(5873), 190-194.

Plonus, M. A. (1994). *Applied Electromagnetics*. New York, United States. Editorial: McGraw-Hill.

Sbiaa, R., Ranjbar, M., & Åkerman, J. (2015). Domain structures and magnetization reversal in Co/Pd and CoFeB/Pd multilayers. *Journal of Applied Physics*, 117(17), 17C102.

Serway, R. A., Jewett, J. W. (2005). *Electricidad y Magnetismo*. Sexta edición. ISBN: 970-686-538-1.

Serway, R. A., Jewett, J. W. (2008). *Physics for Scientists and Engineers, Volume 2, with modern Physics.* Seventh Edition. ISBN-13: 978-0495385448, ISBN-10: 0495385441.

Spaldin N. (2003). *Magnetic Materials Fundamentals and Applications*, Nueva York, Estados Unidos. Editorial: Cambridge University Press.

Tryputen, L., Guo, F., Liu, F., Nguyen, T. A., Mohseni, M. S., Chung, S., ... & Ross, C. A. (2015). Magnetic structure and anisotropy of [Co/Pd] 5/NiFe multilayers. *Physical Review B*, 91(1), 014407.

Valdés-Bango García, F. (2017). Propiedades magnéticas de nanoestructuras fabricadas sobre áreas grandes mediante procesos de autoorganización y litografía por haz de electrones.

Zhou, Z. J. (2005). Electron beam lithography. In *Handbook of microscopy for nanotechnology* (pp. 287-321). Springer, Boston, MA.

Apéndice A: Anexo

A.1 Automatización equipo de pulverización catódica

Para automatizar el equipo de pulverización catódica (*sputtering*) desarrollé un programa en LabVIEW cuya interfaz de usuario es mostrada en la figura A.1, en esta ventana se selecciona el método de por el que se harán las muestras. Como se observa en la figura A.1 son tres métodos de fabricación, "bicapas", "bicapas con separador" y "*co-sputtering*".



Figura A.1: Interfaz de usuario que permite controlar el *sputtering* para preparar muestras con bicapas, bicapas con separador y *co-sputtering*.

Una vez seleccionado el método de fabricación se despliega una ventana emergente con una segunda interfaz de usuario, que dependerá del método de fabricación escogido. La base para los tres métodos de fabricación consiste en dos programas. El primero se encarga de controlar el *sputtering* para realizar muestras compuestas por multicapas y mediante *co-sputtering*. El segundo programa permite utilizar el *sputtering* para fabricar muestras de bicapas con un separador. Si el método escogido es de "bicapas" o "*co-sputtering*" se despliega la interfaz mostrada en la figura A.2 donde el usuario debe ingresar los parámetros necesarios para la fabricación como por ejemplo la elección de los *target* y los tiempos de deposición.



Figura A.2: Interfaz de usuario donde se ingresan los parámetros para la fabricación de las muestras mediante bicapas y *co-sputtering*.

Este programa funciona según el diagrama de flujo mostrado en la figura A.3. Primero se deben ingresar los siguientes datos en la interfaz para el usuario:

- Tiempo de depósito del *target* 1 (*t*₁).
- Tiempo de depósito del *target* 2 (*t*₂).
- Tiempo de depósito del *target* 3 (*t*₃).
- Teimpo entre depósitos (t_x)
- Cantidad de bicapas (N).
- Recubrimiento:
 - Sí:
 - Tiempo de recubrimiento y el *target* (t_r) .
 - No



Figura A.3: Diagrama de flujo del programa que automatiza el *sputtering* para fabricar muestras con bicapas y *co-sputtering*.

Al presionar el botón "Comenzar medición" el programa controla los cañones seleccionados por el usuario, mostrando mediante una interfaz dinámica la abertura y el cierre de cada cañón.

Si la opción escogida para la fabricación de la muestra es "bicapas con separador" se despliega la interfaz de usuario mostrada en la figura A.4. Los datos ingresados son básicamente los mismos que en el primer programa solo que esta vez se deben considerar también los datos del material que actuará como separador, el cañón donde se encuentra ubicado (T_s) y el tiempo que debe estar abierto el cañón (t_s).



Figura A.4: Interfaz de usuario donde se ingresan los parámetros para la fabricación de las muestras mediante bicapas con separador.

Finalmente el diagrama de flujo es similar al del primer programa con la diferencia que tiene una secuencia adicional que es donde se realiza el depósito del material que actuará como separador. Lo anterior está esquematizado en la figura A.5.



Figura A.5: Diagrama de flujo del programa que automatiza el *sputtering* para fabricar muestras mediante bicapas con separador.

60