

Universidade de São Paulo
Instituto de Física

Desenvolvimento de um Microscópio Óptico e Magnetoóptico de Varredura em Campo-próximo

Jeroen Schoenmaker



Prof. Dr. Antonio Domingues dos Santos (orientador)

Tese de doutorado apresentada ao Instituto de Física
para a obtenção do título de Doutor em Ciências

SBI-IFUSP



305M810T4310

Comissão Examinadora:

Prof. Dr. Antonio Domingues dos Santos (IFUSP),
Prof. Dr. Mikyia Muramatsu (IFUSP)
Profa. Dra. Maria Cecília Barbosa da Silveira Salvadori (IFUSP)
Prof. Dr. João Edgar Schmidt (IF-UFRGS)
Profa. Dra. Mônica Alonso Cotta (IF-UNICAMP)

São Paulo
2005



Prof. Armando Corbani Ferraz
Presidente da Comissão de Pós Graduação

502.82

S365d

D

el. 1

FICHA CATALOGRÁFICA

Preparada pelo Serviço de Biblioteca e Informação
do Instituto de Física da Universidade de São Paulo

Schoenmaker, Jeroen

Desenvolvimento de um Microscópio Óptico e
Magnetoóptico de Varredura em Campo-próximo.
São Paulo - 2005.

Tese (Doutoramento) - Universidade de São Paulo
Orientador: Prof. Dr. Antonio Domingues dos Santos

Instituto de Física - Departamento de Física dos
Materiais e Mecânica

Área de Concentração: Física

Unitermos:

1. Microscopia;
2. Materiais magnéticos;
3. Propriedades magnéticas.

USP/IF/SBI-035/2005

à Nathalie

Agradecimentos

À Nathalie, que esteve e está do meu lado, em todos os sentidos.

Ao Toninho, pela amizade, paciência e conselhos ao longo desses anos.

Aos colaboradores, Yves Souche, Luiz Sampaio, Antonio Carlos Seabra, Jacques Ferré, Alexandra Mougin, Jean-Pierre Jamet e André Thiaville, que enriqueceram o trabalho.

À toda a comunidade do LMM, que me apoiou, suportou e acompanhou desde o período do mestrado.

Aos meus pais, à minha família, a todos os meus amigos. Com vocês, a vida vale a pena!

À FAPESP, que financiou o projeto.

Obrigado!

Abstract

To support nanoscience's evolution, there is a strong demand for developing new instrumentation devoted to nano-scale characterization. In this context, the development of the Scanning Near-field Optical Microscope (SNOM) took place. In contrast to traditional optical microscopes, SNOM deals with evanescent electromagnetic radiation and, consequently, the resolution is no longer limited by the Rayleigh criterion.

At "Laboratório de Materiais Magnéticos" (LMM) – IFUSP – a SNOM devoted to magneto-optical Kerr effect measurements (MO-SNOM) has been developed. The MO-SNOM associates the high resolution of the near-field technique to the high sensibility of the magneto-optical Kerr effect. Near-field magneto-optical microscopy is not yet well-established and there is a lack of systematic results in the literature.

Using the MO-SNOM, amorphous $\text{Co}_{70.4}\text{Fe}_{4.6}\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$ particles with $16 \times 16 \times 0.08 \mu\text{m}^3$ and $4 \times 4 \times 0.08 \mu\text{m}^3$ dimensions were studied. With resolution better than 200 nm, several magneto-optical differential susceptibility images and local hysteresis loops were obtained. The systematic results uphold the establishment of this new technique. Under the different applied field conditions, the magnetic behavior of the particles was found to be determined by shape anisotropy. Local hysteresis loops presented shapes intrinsic of local field induced process. The unusual hysteresis loops motivated interesting discussion about the conventional magnetic parameters. The MO-SNOM measurements indicate that the near-field transverse magneto-optical Kerr effect is similar to the far-field case. The results are highly supported by far-field magneto-optical microscopy, micromagnetic simulations and magnetic force microscopy measurements.

Complementary measurements indicate the MO-SNOM potential to extensive magnetic surface characterization related to pinning potential distribution. Furthermore, measurements on the exchange-bias coupled NiFe/FeMn thin films make evident the MO-SNOM high sensitivity, estimated to be $\Delta M \cong 2 \times 10^{-12}$ emu.

Resumo

Para o desenvolvimento da nanociência atual há forte demanda por equipamentos capazes de caracterizar sistemas em escalas da ordem nanométrica. Este contexto impulsionou o desenvolvimento de microscópios ópticos de varredura em campo-próximo (*Scanning Near-field Optical Microscope* – SNOM). Diferentemente da microscopia óptica tradicional, os SNOMs detectam a radiação eletromagnética evanescente e, conseqüentemente, a resolução não é limitada pelo critério de Rayleigh.

No Laboratório de Materiais Magnéticos – IFUSP – desenvolvemos um SNOM sensível a efeitos Kerr magnetoópticos (MO-SNOM). Dessa maneira, associamos a alta resolução da técnica à alta sensibilidade dos efeitos magnetoópticos. Trata-se de uma área relativamente pouco explorada e carente de resultados sistemáticos na literatura.

Utilizando o MO-SNOM, caracterizamos partículas microestruturadas de $\text{Co}_{70,4}\text{Fe}_{4,6}\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$ amorfo com dimensões de $16 \times 16 \times 0,08 \mu\text{m}^3$ e $4 \times 4 \times 0,08 \mu\text{m}^3$. Os resultados compreendem dezenas de imagens de susceptibilidade magnetoóptica diferencial com resolução melhor que 200 nm e curvas de histerese local. Em primeira análise, a demonstração de resultados sistemáticos ajuda a estabelecer a técnica. O comportamento magnético das partículas, estudadas sob várias condições de campo aplicado, se mostrou determinado basicamente pela anisotropia de forma. As curvas de histerese local mostraram comportamentos intrinsecamente locais e motivaram uma interessante discussão sobre os parâmetros de caracterização magnética convencionais. As medidas realizadas indicam que o efeito Kerr magnetoóptico transversal em campo-próximo é similar ao campo-distante. Os resultados são fortemente sustentados por medidas de microscopia magnetoóptica de campo-distante, simulações micromagnéticas e medidas de microscopia de força magnética.

Medidas complementares revelam o potencial do MO-SNOM para caracterizações de objetos extensos quanto a potenciais de *pinning*. Além disso, medidas em filmes finos de NiFe/FeMn acoplados por *exchange-bias* evidenciam a alta sensibilidade do MO-SNOM, estimada de $\Delta M \cong 2 \times 10^{-12}$ emu.

Glossário de Acrônimos

AES – *Asymmetric Embedded Structure*

AFC – *Antiferromagnetic Coupling*

AFM – *Atomic Force Microscope*

CBPF – Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas

CNRS – *Centre National de la Recherche Scientifique*

FIB – *Focused Ion Beam*

H_{ac} – Campo magnético externo alternado

H_{dc} – Campo magnético externo constante

H_r – Campo de reversão local

HF – Ácido Fluorídrico

LMM – Laboratório de Materiais Magnéticos

LPS – *Laboratoire de Physique des Solides*

LSI – Laboratório de Sistemas Integráveis

M_x, M_y, M_z – Componentes da magnetização nas direções cartesianas x, y e z

MFM – *Magnetic Force Microscope*

MODS – *Magneto-optical Differential Susceptibility*

MOKE – *Magneto-optical Kerr Effect*

MO-SNOM – *Magneto-optical Scanning Near-Field Optical Microscope*

OOMMF – *Object Oriented Micromagnetic Framework – software developed at NIST*

SEM – Scanning Electron Microscope

SES – *Symmetric Embedded Structure*

SFM – *Shear Force Microscope*

SQUID – *Superconducting Quantum Interference Device*

STM – *Scanning Tunneling Microscope*

STOM – *Scanning Tunneling Optical Microscope*

VSM – *Vibrating Sample Magnetometer*

Índice

	pág
1 – Introdução	1
2 – Teoria e Contexto Bibliográfico	3
2.1 – Materiais Magnéticos Nanoestruturados e Suas Aplicações	4
2.2 – O Efeito Kerr Magnetoóptico (MOKE)	7
2.3 – Microscopia Óptica de Varredura em Campo-Próximo	10
2.4 – Sondas para Microscopia Óptica de Varredura em Campo-Próximo	17
3 – Descrição do MO-SNOM Desenvolvido no LMM	23
4 – Resultados Experimentais	32
4.1 – Produção de Sondas para o MO-SNOM	33
4.1a – Tube-etching	33
4.1b – Ataque Químico Seletivo	36
4.1c – Menisco Interrompido	38
4.1d – Efeitos da Marca de Clivagem	43
4.1e – Ataque Químico com Camada Protetora	46
4.2 – Modelização das “Orelhas de Mickey”	51
4.3 – Preparação das Amostras	59
4.4 – Resultados Obtidos com o MO-SNOM	62
4.4a – A partícula de $16 \times 16 \times 0.08 \mu\text{m}^3$	62
4.4b – A partícula de $4 \times 4 \times 0.08 \mu\text{m}^3$	84
4.4c – Caracterização de Objetos Extensos	88
4.4d – Resultados Complementares – Filmes de FeNi/FeMn	91
4.4e – Medidas Realizadas com o Microscópio de Força Magnética	96
5 – Discussão dos Resultados e Perspectivas Futuras	98
5.1 – Discussão dos Resultados	98
5.2 – Perspectivas Futuras	103
6 – Conclusões	105
7 – Referências	107
Apêndice 1: Programa Modelização das Orelhas de Mickey	115
Apêndice 2: A Partícula de $1 \times 1 \times 0.08 \mu\text{m}^3$	118
Apêndice 3: Artigos Publicados	124

1 - Introdução

A pesquisa realizada nesta tese possui forte caráter experimental. Os trabalhos desenvolvidos ao longo dos 4 anos envolveram além de estudos de processos, o uso de técnicas pertencentes a diferentes campos da física, como magnetismo, óptica e ciência de materiais. As atividades desenvolvidas orbitaram o desenvolvimento de um tipo de microscopia ainda pouco difundida. Trata-se de um microscópio de varredura, que tem como principal motivação a obtenção de informações ópticas e magnetoópticas com resoluções superiores ao determinado pelo critério de Rayleigh. Essa motivação se justifica no contexto da atual ciência de materiais devido a demanda por caracterizações em escalas micro e nanoscópicas.

A proposta do microscópio óptico de varredura em campo-próximo (*Scanning Near-field Optical Microscope* – SNOM) surgiu quase simultaneamente com a proposta do microscópio de tunelamento (*Scanning Tunneling Microscope* – STM) em 1983. No nosso caso, acrescentamos ao SNOM a possibilidade de obtenção de contrastes magnetoópticos (MO-SNOM). Os resultados nessa área são poucos e esparsos. Até onde sabemos, muitos grupos de pesquisa que publicaram trabalhos com SNOMs, já não atuam mais nesse campo. De fato, as imagens em campo-próximo são difíceis pois envolvem, além do caráter exponencial da intensidade das ondas evanescentes, o controle fino da distância entre a ponta e a superfície analisada. Associado a esse fator, a escala nanométrica envolvida limita o sinal óptico a ser detectado. Porém os resultados contidos neste manuscrito são animadores e grande parte do sucesso se deve a abordagem adotada. Optamos por uma montagem simples para o equipamento. A principal amostra estudada foi confeccionada com o objetivo de conhecer as virtudes e limitações do MO-SNOM desenvolvido no laboratório. Superando as expectativas, o estudo de partículas micrométricas de CoFeSiB utilizando o MO-SNOM gerou resultados sistemáticos. Obtivemos diversas imagens de contraste magnetoóptico em alta resolução e curvas de histerese com comportamentos intrínsecamente locais. Estas últimas, motivaram uma interessante discussão sobre os parâmetros normalmente utilizados para caracterizar os sistemas magnéticos.

Além dos procedimentos usuais envolvidos na atividade de microscopia, os procedimentos de laboratório abrangeram um amplo leque de atividades dos quais podemos citar: desenvolvimento de processos, procedimentos de sala limpa, elaboração (desenhos) de dispositivos, programação, etc.

Devemos enfatizar também, que o resultado descrito neste manuscrito é resultado da colaboração de vários pesquisadores pertencentes a diferentes laboratórios: Yves Souche (*Laboratoire Louis Néel* – França), Antônio Carlos Seabra (LSI – USP – Brasil), Luiz Carlos Sampaio (CBPF – Brasil), André Thiaville, Jean-Pierre Jamet e Jaques Ferré (*Laboratoire de Physique des Solides* – França).

2 – Teoria e Contexto Bibliográfico

Como já dito no Cap. 1, a tese aqui apresentada possui forte caráter técnico e experimental, envolvendo os campos da ciência de materiais, magnetismo, óptica e principalmente, microscopia. Os resultados obtidos representam avanços numa modalidade de microscopia relativamente pouco explorada. Já os conceitos de ciência de materiais, magnetismo e óptica envolvidos ao longo deste trabalho de doutoramento são de conhecimento geral da comunidade científica potencialmente interessada nos resultados deste manuscrito. Neste capítulo, após uma pequena introdução sobre os efeitos Kerr magnetoópticos, nos concentramos em conceitos relacionados à técnica de microscopia magnetoóptica em campo-próximo necessários para a compreensão dos resultados da tese. Contudo, iniciamos com uma pequena introdução sobre os materiais magnéticos nanoestruturados. A introdução se justifica pela importância destes materiais para o avanço científico e tecnológico atual e na motivação do desenvolvimento da microscopia magnetoóptica em campo-próximo no LMM.

2.1 – Materiais Magnéticos Nanoestruturados e suas Aplicações

Nos últimos anos, as pesquisas relacionadas a estruturas magnéticas em escala nanométrica tem aumentado significativamente. Podemos destacar basicamente dois fatores que impulsionaram o estudo de materiais nanoestruturados [Mar03]:

1. A demanda tecnológica pela miniaturização.
2. A descoberta de propriedades interessantes em sistemas baseados em nanoestruturas.

O primeiro fator tem a indústria de armazenamento de dados como a principal responsável. Com a utilização do acoplamento antiferromagnético (mídia AFC), as mídias atuais superaram o chamado “limite superparamagnético” de densidade superficial de armazenamento considerado até o fim do século passado. Atualmente os *bits* possuem escalas submicrométricas.

Como exemplos do segundo fator, podemos citar a magnetoresistência gigante, a magnetoresistência colossal, a magnetoresistência tunel, o *exchange bias*, os semi-metais ferromagnéticos, etc. Além disso, estes fenômenos associados podem culminar no controle de *spin* eletrônico para processamento de informações, a chamada “spintrônica”.

Existe uma causa fundamental para as descobertas de propriedades interessantes em escalas nanométricas. Parâmetros como comprimento de difusão de *spin*, livre caminho médio (de elétrons por exemplo), largura de parede de domínio e comprimento de coerência supercondutora possuem tipicamente escalas nanométricas. Assim, fenômenos exacerbados são esperados em materiais baseados em elementos nessa escala como por exemplo: grãos cristalinos em matriz amorfa, um dos filmes numa multicamada, estruturas obtidas por litografia, etc. Além disso, a medida que o tamanho desses elementos diminui, os efeitos de superfície passam a ser mais significativos.

Na tentativa de diminuir a interação magnética entre os *bits* (e aumentar ainda mais a densidade de armazenamento), a indústria de gravação magnética tem investido em estudos de mídias onde cada *bit* é uma “partícula” magnética isolada. Chamados de “*patterned films*”, estas estruturas são obtidas geralmente por técnicas de litografia e são constituídas de partículas magnéticas distribuídas numa rede regular (*magnetic dot*

array). Porém, a demanda por densidade faz com que as partículas sejam posicionadas próximas demais para que a interação magnética seja evitada. Existem estudos que avaliam a possibilidade de controle da interação de forma a tornar o comportamento magnético do sistema mais regular, o que seria uma vantagem para sistemas de armazenamento de dados [Mar03].

Redes de partículas magnéticas estão sendo cogitadas para aplicações em memórias magnetoeletrônicas de acesso randômico (MRAM – Magnetoelectronic Random Access Memory). Esse tipo de dispositivo utilizaria como elemento básico o vórtex magnético presente em partículas de escalas nanométricas [Wac02, Mil02].

Além das possibilidades de aplicações tecnológicas, o estudo de partículas magnéticas possui motivação no âmbito da física fundamental [Mil02].

A comunidade científica utiliza basicamente duas formas de abordagem ao estudar o comportamento de partículas magnéticas. A primeira forma de abordagem utiliza equipamentos tradicionais de magnetometria como os SQUIDs e os Magnetômetros de Amostra Vibrante (VSM). Para contornar as dificuldades inerentes ao baixo momento magnético apresentado por uma partícula de escala nanométrica, as amostras estudadas são redes de partículas nominalmente idênticas. Assim, o momento magnético da amostra (a soma dos momentos das partículas que formam a rede) pode ser detectado por técnicas tradicionais. Porém as medidas se referem a um comportamento “médio” do sistema, e quando o estudo não está concentrado na interação entre as partículas, é difícil garantir o comportamento isolado de cada uma delas [Mar03]. Existem trabalhos que visam justamente estudar o comportamento de amostras estruturadas, cujos elementos apresentam interações [Aig98]. A segunda forma de abordagem objetiva a medida do comportamento magnético da partícula individualmente. Existem equipamentos (a maioria em estágio de desenvolvimento) que podem realizar medidas locais: microscópio de força magnética (MFM) [Mil02, Zhu04, Nov03, Zhu02, Jub03], micro-SQUID (μ -SQUID) [Wer95], MOKE focalizado [All02, Cho02, Aig98], Microscopia de Lorentz [Mar03], Holografia Eletrônica [Mar03], Microscópio de Tunelamento Eletrônico com Polarização de Spin [Mar03], Microscopia de raio-X por transmissão magnética [Mar03, Sto04], Microscópio óptico e magnetoóptico de Varredura em Campo Próximo (MO-SNOM) [Bet92, Sil94, Sch04], etc. Com exceção do MFM, MOKE focalizado e do MO-

SNOM, as demais técnicas se caracterizam pela alta sofisticação. A técnica mais estabelecida, o MFM, possui alta resolução. Porém a sonda de varredura é magnetizada e interage com o sistema estudado e com possíveis campos externos [Zhu04]. O MOKE focalizado apresenta limitação de resolução determinado pelo critério de Rayleigh. Dentro desse contexto, acreditamos que o MO-SNOM se destaca devido à relativa simplicidade, ao potencial de resolução, à sensibilidade e pela independência entre a imagem óptica e topográfica, ou seja, pela não interferência dos fenômenos magnéticos sobre o processo de retroalimentação do sistema de controle de varredura da nano-sonda.

2.2 - O Efeito Kerr Magnetoóptico (MOKE)

Considere um feixe de luz polarizado refletindo sobre a superfície magnética. Podemos definir o efeito Kerr magnetoóptico (MOKE - *Magneto-optical Kerr Effect*) como a dependência da polarização ou da intensidade da luz refletida com a magnetização apresentada pela superfície [Tuf96]. A origem desse efeito está relacionada ao acoplamento *spin*-órbita, uma vez que os fenômenos ópticos estão relacionados com os orbitais atômicos e os fenômenos magnéticos são decorrentes do comportamento do *spin* eletrônico. Existem três tipos de MOKE (Fig. 2.2.1) classificados de acordo com a componente da magnetização a qual são sensíveis:

- **Kerr Polar:** sensível a magnetização perpendicular a superfície de reflexão.
- **Kerr Longitudinal:** sensível a magnetização paralela tanto a superfície de reflexão quanto ao plano de incidência da luz.
- **Kerr Transversal:** sensível a magnetização paralela a superfície de reflexão e perpendicular ao plano de incidência da luz.

Quando tratamos os fenômenos ópticos, concentramos os esforços na compreensão do comportamento do vetor de campo elétrico da luz no meio que constitui o sistema estudado. A permissividade é o parâmetro que caracteriza eletricamente o meio.

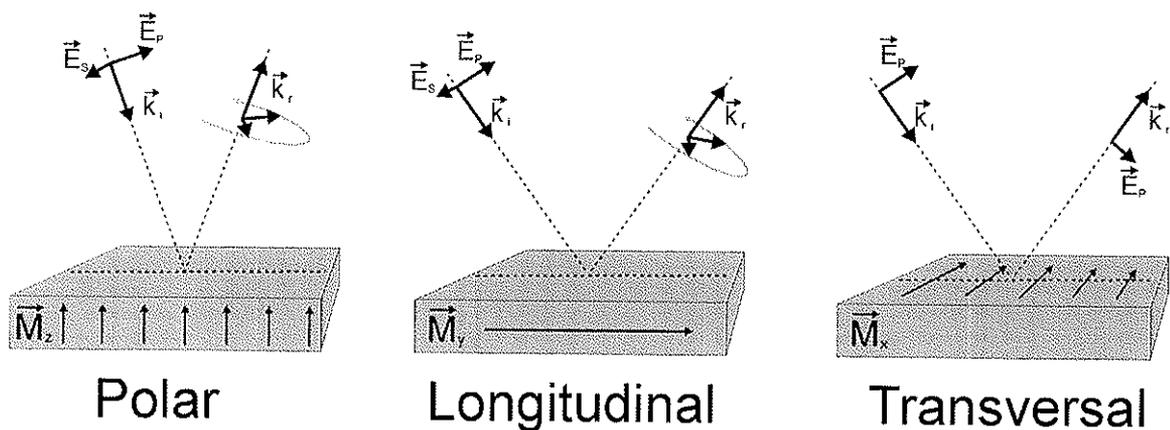


Figura 2.2.1: Três tipos de Efeito Kerr Magnetoóptico. Os efeitos Polar e Longitudinal apresentam rotação da polarização da luz refletida. Já o efeito Transversal é observado apenas para a polarização p da luz, e se manifesta na alteração da intensidade da luz refletida.

Se o meio for isotrópico, a permissividade se resume a um valor escalar. Do contrário, o comportamento óptico do meio é descrito pelo tensor permissividade [Par86, Fre68, Hun67] por meio da equação (2.2a) obtida a partir das equações de Maxwell para ondas planas:

$$n^2 E_j - \sum_j \varepsilon_{ij} E_j = 0 \quad i, j = (x, y, z) \quad (2.2a)$$

onde n é o índice de refração e E_j é o vetor de campo elétrico na direção j . Por exemplo, se a anisotropia do meio for devido a magnetização \vec{M} na direção x (efeito Kerr magnetoóptico transversal), temos:

$$\vec{\varepsilon}(Q) = \begin{pmatrix} \varepsilon & 0 & 0 \\ 0 & \varepsilon & -i\varepsilon Q \\ 0 & i\varepsilon Q & \varepsilon \end{pmatrix} \quad (2.2b)$$

onde Q é a constante magnetoóptica que caracteriza o material.

O fenômeno de reflexão da luz em uma interface é normalmente tratado pela matriz de reflexão de Fresnel. Nesse tratamento, a polarização da luz é dividida em s e p (perpendicular e paralelo ao plano de incidência, respectivamente- Fig.2.2.1). Assim, as componentes do campo elétrico da luz incidente (i) e refletida (r) são relacionadas pela equação:

$$\begin{pmatrix} E_p \\ E_s \end{pmatrix}^r = \begin{pmatrix} r_{pp} & r_{ps} \\ r_{sp} & r_{ss} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} E_p \\ E_s \end{pmatrix}^i \quad (2.2c)$$

As expressões para as componentes da matriz de Fresnel foram calculadas por Metzger, Pluinage e Torquet [Met65] para os três tipos de efeitos Kerr magnetoópticos a partir dos tensores permissividade. Seja M_x , M_y e M_z os valores da magnetização nas direções as quais os efeitos Kerr Transversal, Longitudinal e Polar são sensíveis, respectivamente. Assim, componentes da matriz são dadas por:

$$r_{pp} = \frac{n_2 \cos \theta_1 - n_1 \cos \theta_2}{n_2 \cos \theta_1 + n_1 \cos \theta_2} + \frac{2in_1n_2 \cos \theta_1 \sin \theta_2 M_x Q}{(n_2 \cos \theta_1 + n_1 \cos \theta_2)^2} \quad (2.2d)$$

$$r_{ss} = \frac{n_1 \cos \theta_1 - n_2 \cos \theta_2}{n_1 \cos \theta_1 + n_2 \cos \theta_2} \quad (2.2e)$$

$$r_{ps} = -\frac{in_1n_2 \cos \theta_1 (M_y \sin \theta_2 + M_z \cos \theta_2) Q}{\cos \theta_2 (n_2 \cos \theta_1 + n_1 \cos \theta_2) (n_1 \cos \theta_1 + n_2 \cos \theta_2)} \quad (2.2f)$$

$$r_{sp} = \frac{in_1n_2 \cos \theta_1 (M_y \sin \theta_2 - M_z \cos \theta_2) Q}{\cos \theta_2 (n_2 \cos \theta_1 + n_1 \cos \theta_2) (n_1 \cos \theta_1 + n_2 \cos \theta_2)} \quad (2.2g)$$

onde θ_1 e θ_2 são os ângulos dos feixes incidente e refletido em relação a normal à interface, respectivamente. O MO-SNOM está configurado para ser sensível ao efeito Kerr transversal (Fig. 2.2.1). Nessa configuração, M_x é a única componente relevante da magnetização do material. Como o único termo da matriz de Fresnel dependente de M_x é r_{pp} , o que observamos é uma pequena alteração da intensidade do vetor campo elétrico na direção p . Porém a teoria aqui descrita foi desenvolvida considerando as condições de campo-distante. Muitos aspectos da interação eletromagnética em campo-próximo ainda não estão esclarecidos. Como veremos ao longo do Cap. 4, os resultados obtidos com o MO-SNOM indicam que o efeito Kerr transversal em campo-próximo é similar ao efeito Kerr em campo-distante.

2.3 – Microscopia Óptica de Varredura em Campo-Próximo

No início dos anos 80 surgiu uma nova geração de microscópios baseados no uso e detecção de campos não radiativos [Cou94]. O objetivo principal consistia em superar o limite de resolução da microscopia óptica convencional, determinado pelo critério de Rayleigh

$$r \geq \frac{1.22\lambda}{2n \sin(\theta)} \quad 2.3a$$

onde r é a distância entre os dois objetos a serem resolvidos, λ é o comprimento de onda da luz utilizada, n é o índice de refração do meio e θ é o semi-ângulo de abertura da objetiva utilizada para focalizar a luz no detector.

Em 1981, no centro de pesquisas da IBM em Zurich, foi inventado o microscópio eletrônico de tunelamento (STM – *Scanning Tunnelling Microscope*). O nascimento do microscópio óptico de campo próximo (SNOM – *Scanning Near-field Optical Microscope*), proposto em 1983 simultaneamente por pesquisadores IBM em Zurich e por pesquisadores da Cornell University, foi obscurecido pelo advento do STM. O princípio físico por trás desses dois microscópios é semelhante. O STM envolve tunelamento de elétrons e o SNOM envolve tunelamento de fótons. Atualmente, a comunidade científica tem investido no desenvolvimento da microscopia óptica de campo-próximo, principalmente devido ao potencial de aplicação em tecnologia de armazenamento de dados em ultra alta densidade.

O caso mais clássico de tunelamento óptico é a frustração da reflexão interna total da luz em uma das faces de um prisma (Fig. 2.3.1). Essa frustração é obtida aproximando-se (numa escala nanométrica) uma interface de um meio com mesmo índice de refração do prisma à interface onde ocorre a reflexão interna total. O tunelamento ocorre devido a existência de ondas evanescentes na parte externa do prisma próxima a interface onde ocorre a reflexão interna total. As ondas evanescentes são previstas pelas equações de Maxwell e estão relacionadas com a analiticidade das funções que descrevem o comportamento dos campos elétricos e magnéticos. Ou seja, no caso da

reflexão interna total, a face do prisma onde ela ocorre representa uma descontinuidade do meio. Porém, os campos elétrico e magnético não podem apresentar descontinuidades, e ao mesmo tempo, sabemos que não existe propagação da luz para a parte externa do prisma naquele ponto. Assim, as ondas evanescentes garantem a analiticidade do comportamento dos campos elétricos e possuem intensidade exponencialmente decrescente com a distância em relação a interface.

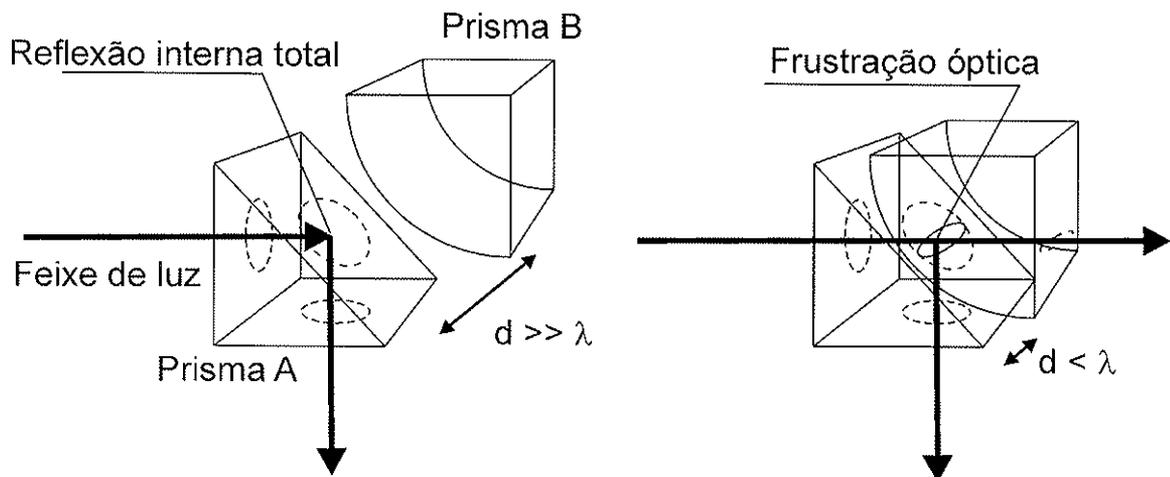


Figura 2.3.1: Experimento de tunelamento óptico: Na interface maior do prisma A o feixe do laser sofre uma reflexão interna total. Se a interface maior do prisma B se encontra distante do ponto onde ocorre a reflexão interna total, não existe propagação horizontal além da interface maior do prisma A. Por outro lado, ao aproximar a interface maior do prisma B a uma distância menor que o comprimento de onda do laser utilizado, a reflexão interna total é frustrada e a propagação da luz através do prisma B é observada.

A microscopia óptica convencional lida exclusivamente com ondas propagativas. A capacidade de manipular ondas evanescentes é a grande vantagem do SNOM [Sou99, Cou94]. As ondas evanescentes não estão presentes somente no fenômeno de reflexão interna total. Segundo o teorema de Wolf-Nieto, a interação entre a luz e um objeto finamente estruturado (com detalhes menores que $\lambda/2$) será convertida em componentes propagativas (capazes de atingirem um detector distante) e componentes evanescentes, que permanecem confinadas próximas a superfície do objeto. As primeiras estão relacionadas com baixas frequências espaciais (objetos maiores que $\lambda/2$) e as últimas estão relacionadas com os detalhes finos [Cou94]. Assim, as ondas evanescentes podem apresentar grandes variações em escalas espaciais inferiores ao determinado pelo critério de Rayleigh.

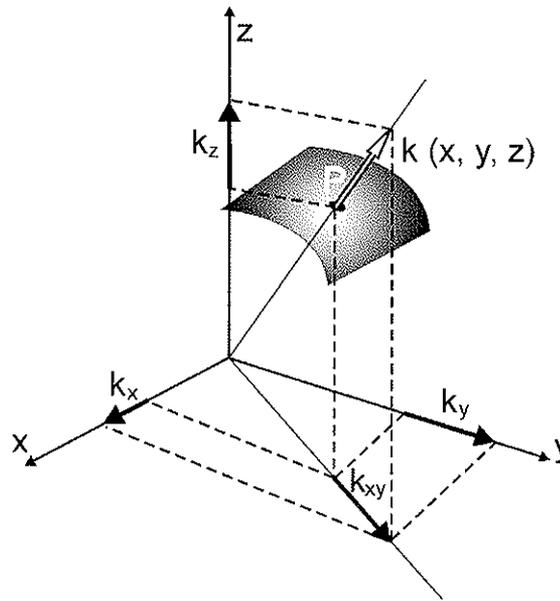


Figura 2.3.2: Campo $U(xyz)$ gerado pela interação da luz com um objeto.

Podemos relacionar a resolução em microscopia óptica com o princípio da incerteza de Heisenberg. Vejamos os casos convencional e de campo próximo separadamente.

Caso convencional:

Seja uma distribuição de campo $U(xyz)$ gerado pela interação da luz com um objeto (Fig. 2.3.2). Num determinado ponto $P(xyz)$ o campo pode ser descrito pela sua amplitude A neste ponto, pelo vetor de propagação \vec{k} (k_x, k_y, k_z) e pela frequência angular ω :

$$U(xyz) = A(xyz) \exp[-i(\vec{k} \cdot \vec{r} - \omega t)] \quad 2.3b$$

O módulo de \vec{k} é dado por:

$$|k| = \frac{2\pi n}{\lambda} \quad 2.2c$$

Basicamente, a resolução é determinada pela distância mínima que separa dois objetos, os quais aparecem distintos na imagem gerada pelo microscópio. Sendo assim, seja P_1 e P_2 os pontos relacionados com os objetos a serem resolvidos. Seja também Δ_x , Δ_y e Δ_z os incrementos no espaço xyz que separam os pontos P_1 e P_2 . Como estamos

tratando de microscopia óptica, a distinção entre os pontos P_1 e P_2 está relacionada com a detecção de variações do campo $U(xyz)$. A intensidade $A(xyz)$ está relacionada com a densidade de fótons. Porém, o limite intrínseco de um sistema óptico está relacionado com a energia dos fótons utilizados na medida, ou seja, com o vetor \vec{k} . Limitando a análise para o eixo x (para os demais eixos é análogo) podemos simplificar tomando-se a projeção do vetor \vec{k} sobre o eixo x .

$$k_x = |k| \sin(\theta) \quad 2.3d$$

Segundo o princípio da incerteza de Heisenberg:

$$\Delta x \times \Delta k_x \geq \frac{1}{2} \quad 2.3e$$

Sendo a variação máxima de $\Delta k_x = 2k_{xMAX}$ temos:

$$\Delta x \geq \frac{1}{4k_{xMAX}} = \frac{\lambda}{8\pi n \sin(\theta)} \quad 2.3f$$

A menos de uma constante, a eq. 2.3f é igual ao critério de Rayleigh (eq. 2.3a).

Caso de campo próximo:

A grande diferença entre este caso e o anterior está relacionada com a eq. 2.3d. No caso convencional, k_x será sempre uma fração de $|\vec{k}|$, e a resolução Δx estará sempre limitada ao valor de máximo de $|\vec{k}|$. Por outro lado, se assumirmos que as componentes de \vec{k} podem possuir valores complexos (como ocorre no caso de ondas evanescentes), esse limite não existe. Por exemplo, se k_y e k_z possuem valores complexos, a expressão para k_x fica:

$$k_x = \sqrt{|\vec{k}|^2 - (k_z)^2 - (k_y)^2} \quad 2.3g$$

Logo, percebemos que o valor de k_x não é mais limitado pelo valor máximo de $|\vec{k}|$ e a resolução da microscopia baseada na detecção de ondas evanescentes pode superar o limite imposto pelo critério de Rayleigh.

Podemos resumir o funcionamento do SNOM da seguinte maneira: um objeto produz campos eletromagnéticos propagativos e evanescentes sendo excitado por uma oscilação eletromagnética propagativa (a excitação por uma onda evanescente também é possível, pois produz efeito semelhante). Como os campos evanescentes estão relacionados com as estruturas de alta frequência espacial, as imagens de alta resolução são obtidas por meio de uma nano-antena que varre a superfície do objeto a uma distância menor que o comprimento de onda. A presença da nano-antena transforma os campos evanescentes do objeto em componentes evanescentes e propagativas. Estas últimas são guiadas até um detetor e permitirá a obtenção das informações necessárias para a formação da imagem de alta resolução. Pelo princípio da reciprocidade óptica, é possível também um SNOM baseado num nano-emissor que varre o objeto em campo próximo sendo o resultado dessa interação coletado por um detetor em campo distante.

O campo evanescente gerado pelo objeto estudado é modificado pela interação com a nano-sonda (nano-antena ou nano-emissor). Em outras palavras: a imagem resultante depende da combinação dos campos próximos gerados pela excitação do objeto e da nano-sonda. Por isso, a qualidade de um SNOM é fortemente dependente das propriedades da nano-sonda utilizada. Fazendo uma analogia com o AFM, se a ponta de prova é maior que o objeto estudado, a imagem resultante se refere mais à superfície da ponta do que a do objeto.

As aplicações do SNOM abrangem basicamente as áreas de Física e Biologia. A possibilidade de alta resolução sem a necessidade de submeter a amostra a ambientes de vácuo fez do SNOM uma alternativa interessante ao SEM – *Scanning Electron Microscope* para o estudo de sistemas biológicos. Avanços tem sido obtidos no estudo de processos em membranas celulares utilizando-se fluorescência uni-molecular [Hig02]. Recentemente, seqüenciamento de DNA tem sido feito com sucesso utilizando-se

técnicas de campo próximo [Hig02]. Uma vantagem do SNOM em relação ao STM é a utilização de fótons ao invés de elétrons no processo de formação da imagem da amostra. Sendo um feixe bosônico, a luz do laser é facilmente manipulável nos aspectos de focalização, intensidade e polarização. Além disso, o comprimento de onda utilizado pode ser facilmente alterado, abrindo perspectivas para a aplicação na área de espectroscopia [Har03, Bou04]. A física envolvida nas ondas evanescentes não é bem estabelecida. Nesse contexto o SNOM pode ser um instrumento valioso para o estudo da luz em campo próximo.

SNOMs sensíveis a efeitos magnetoópticos estão sendo considerados para gravação magnética de alta-densidade [Cou94, Nab02, Bet92]. Num dispositivo desse tipo (que chamamos de MO-SNOM), a densidade de informação é limitada pela abertura sub-micrométrica da nano-sonda. Atualmente de maneira geral as nano-sondas consistem de uma fibra óptica afinada e metalizada [Cou94]. Devido ao comprimento de penetração da luz nos metais e outros fatores intrínsecos do comportamento da luz nos dielétricos, a abertura sub-micrométrica é limitada em 30 nm [Dür86, Oka01, Kal01]. Demonstrações de densidades de gravação da ordem de 45 Gbits/in² em sistemas magnetoópticos (efeito Faraday) de campo próximo já foram obtidas [Bet92].

Existem poucos trabalhos publicados envolvendo MO-SNOMs. Além do trabalho de Betzig e colaboradores já mencionado, podemos citar a observação de domínios magnéticos em *garnets* ferromagnéticos (materiais transparentes que apresentam altos contrastes magnetoópticos) realizada por um grupo francês [Saf95, Ber98]. O contraste magnetoóptico foi obtido por efeito Faraday numa configuração de microscopia de campo próximo baseada na reflexão interna total (STOM – Scanning Tunneling Optical Microscope). Ainda por transmissão, porém utilizando dicroísmo magnético, Kottler e colaboradores obtiveram imagens magnéticas (a resolução não é especificada) em multicamadas ultra finas de Co/Pt. Nestes trabalhos, uma curva de histerese em campo-próximo foi mostrada e o comportamento apresentado reproduz a curva obtida por métodos magnetoópticos de campo-distante. Porém o sistema se mostrou fortemente susceptível a artefatos topográficos [Kot97, Kot98, Kot99]. Com a ajuda de um interferômetro SAGNAC, Bauer e colaboradores estudaram amostras magnéticas estruturadas [Bau99]. Esta mesma equipe obteve também curvas de histerese local em

filmes ultrafinos de Fe. Porém as curvas se mostraram distorcidas por artefatos diversos, não acrescentando informações relevantes [Mey03]. Podemos citar também as imagens de domínios magnéticos obtidas por Silva e colaboradores [Sil94]. Os autores argumentam que as imagens sugerem resolução de 100 nm ou menor. No contexto deste relatório, os trabalhos de Bauer e Silva se destacam por terem sido pioneiros na configuração de reflexão (efeito Kerr) para obtenção do contraste magnetoóptico. Também por reflexão, Takahashi e colaboradores estudaram o efeito da polarização da luz no contraste de filmes magnéticos, porém a super-resolução não é obtida [Tak04]. Aigouy e colaboradores utilizaram uma ponta oscilante de Tungstênio numa configuração alternativa de microscopia de campo-próximo por reflexão e obtiveram imagens de domínios com resolução de 200 nm [Aig99]. Via efeito Kerr polar, Fumagalli e colaboradores determinaram localmente a rotação Kerr em uma mídia magnetoóptica de Co/Pt [Fum98]. Os equipamentos que se utilizam de pontas metálicas para obtenção de imagens ópticas em campo-próximo representam uma categoria especial denominada *apertureless* SNOM. Existem estudos experimentais e teóricos que demonstram, para o caso magnetoóptico, que a configuração *apertureless* resulta em perda de resolução [Wal02].

2.4 – Sondas para Microscopia Óptica de Varredura em Campo-Próximo

Em toda microscopia de sonda de varredura, a qualidade dos resultados está fortemente relacionada com a qualidade da sonda utilizada. De fato, nota-se que boa parte dos artigos publicados na área de microscopia óptica em campo-próximo estão relacionados com a produção e caracterização das sondas de varredura.

Existem várias técnicas de produção de sondas para SNOM [Puy00]:

- Aquecimento e estiramento de fibras ópticas. Trata-se de uma técnica muito popular entre os SNOMs tradicionais (não sensíveis a efeitos magnetoópticos). Normalmente utiliza-se um estirador de micropipetas.
- Facetamento de peças sólidas de vidro. Geralmente dão origem a pontas tetraédricas bastante afiadas. Pontas desse tipo são menos comuns pois operam em microscópios com configuração menos difundidas.
- Facetamento de fibras ópticas por feixe focalizado de íons (FIB).
- Corrosão de fibras ópticas por meio de ataque químico em soluções de HF.

Note que a maioria das técnicas tem como base a fibra óptica. Esta, depois de afinada é geralmente metalizada de forma a definir uma abertura nanométrica na extremidade. Da experiência no LMM e por vezes mencionado na literatura, as técnicas mais baratas, como o ataque químico e o estiramento, apresentam problemas quanto ao controle e reprodutibilidade do processo [Hei99, Stö99]. Essa informação chega a ser contraditória à reprodutibilidade alegada nos artigos que versam sobre produção de pontas por esses métodos. Para agravar a situação, existem pesquisadores que alegam que boa parte dos artigos sobre SNOM que clamam resolução óptica nanométrica não podem ser considerados [Hec97]. Estes artigos se baseiam em imagens ópticas cujo contraste nanometricamente resolvido pode ser fruto de artefato de varredura. Estes artefatos tem como origem contrastes provenientes de variações na distância ponta-amostra durante a varredura. Estas variações de distância podem estar relacionadas com alterações de propriedades de superfície ou imperfeições na regulação da distância ponta-amostra.

Devido ao decaimento exponencial da amplitude das ondas evanescentes em relação à interface de tunelamento, o contraste detectado com o SNOM é bastante sensível a artefatos gerados na regulação da distância ponta-amostra. Daí a necessidade de alta estabilidade da instrumentação envolvida.

Técnicas de inspeção de pontas têm sido desenvolvidas com o objetivo de obter testes efetivos e melhorar o diagnóstico de qualidade de pontas. Podemos destacar o método de inspeção em campo distante [See01] e o desenvolvimento de amostras próprias para avaliar o grau de resolução óptico e mecânico das pontas [Jos03].

Com o intuito de obter procedimentos mais controlados e reprodutíveis, muitos grupos tem lançado mão de técnicas mais sofisticadas para produção de pontas. Certos grupos utilizam feixe focalizado de íons (FIB) para dar à fibra a forma desejada [Hei99]. Dentro desse contexto, podemos ressaltar também a utilização de técnicas de microprocessamento adaptadas para moldar cavidades em Si [Gra04] ou gerar pontas de quartzo dentro de cavidades em *cantilevers* de Si [Lei99]. O problema dessas técnicas é o alto custo agregado às fibras produzidas. O uso das técnicas sofisticadas como FIB muitas vezes faz com que os equipamentos necessários para a confecção da ponta sejam mais caros que o próprio microscópio. Assim, exceto quando o acesso a estes equipamentos se justifica de forma alternativa, sua utilização em geral é impraticável. Por isso, muitos grupos ainda estudam os métodos de produção por estiramento ou ataque químico. No caso de pontas para o MO-SNOM o uso do processo de estiramento é desaconselhado. Devido à seqüência de aquecimento e resfriamento, a ponta resultante apresenta alto grau de tensões internas residuais. Essas tensões relaxam com o tempo provocando uma conseqüente relaxação da polarização da luz emitida pela ponta [Ade99]. Para SNOMs sensíveis a efeitos magnetoópticos a alteração temporal da polarização não é desejável. No LMM adotamos a técnica de corrosão por ataque químico. Como parte do Cap. 4.1 discorre sobre os estudos feitos em torno dessa técnica, descrevemos aqui um contexto geral dos principais resultados apresentados na literatura sobre a produção de pontas em soluções de HF.

Por longo período de atividades com o MO-SNOM no LMM, utilizamos pontas produzidas por uma técnica conhecida como *tube etching* [Stö99]. O método consiste em introduzir, numa solução de HF(48%), uma fibra óptica protegida pela sua capa plástica.

Esta última limita o contato dos reagentes com a fibra à sua extremidade. A corrosão ocorre de forma controlada no interior da capa (Fig. 2.4.1).

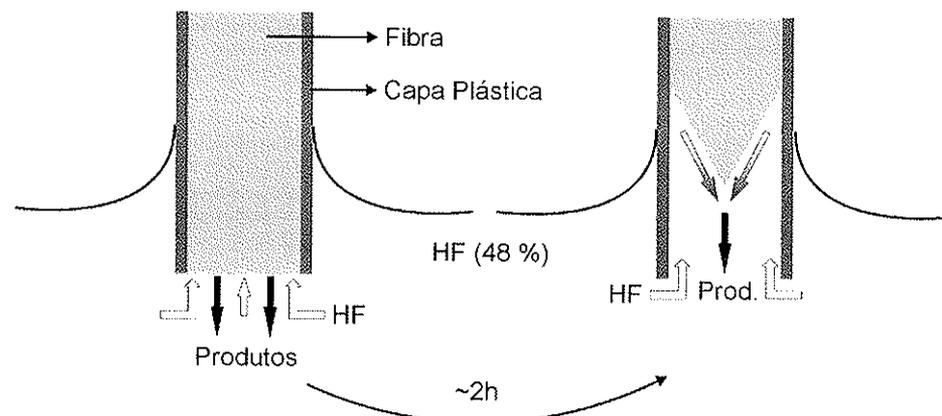


Figura 2.4.1: Diagrama ilustrando o processo de formação de ponta por *tube etching*.

Segundo os autores do trabalho, a corrosão confinada na capa plástica resultaria em maior qualidade e reprodutibilidade do processo, garantindo um índice de aproveitamento de pontas de 80%.

No processo de *tube etching*, existe uma etapa delicada não mencionada pelos autores, porém constatada durante os trabalhos no LMM. A ponta formada se encontra no interior da capa plástica e pode sofrer danos quando esta é retirada.

Outros métodos de obtenção de pontas por ataque químico são baseados no processo de corrosão por menisco. A idéia central é a seguinte [Her99]: a fibra é composta basicamente de SiO_2 , que apresenta característica hidrofílica. Assim, quando uma fibra é introduzida numa solução aquosa de HF um menisco é formado (Fig. 2.4.2). A altura desse menisco é proporcional ao diâmetro da fibra. Na medida em que a solução ataca a fibra, seu diâmetro diminui, assim como a altura do menisco. O processo termina automaticamente quando o diâmetro da fibra e a altura do menisco atingem dimensão nula, ou seja, a ponta é formada. Como consequência, o ângulo do cone que define a ponta é determinado pela altura inicial do menisco e o diâmetro da fibra. Esse método foi inicialmente proposto por D. R. Turner em 1984 como uma forma de produzir acopladores ópticos para sistemas de telecomunicação [Tur84].

Os primeiros autores utilizaram uma camada de Tolueno (outros solventes orgânicos imiscíveis em água eram menos comuns) sobre a solução. A função do

solvente nunca foi bem esclarecida na literatura. Até onde sabemos, a camada de Tolueno serve como camada protetora para a ponta formada após o processo, protegendo também o usuário do sistema contra os vapores de HF. Mais recentemente, existem pesquisadores que utilizam uma capa protetora de óleo como o de girassol [Puy00] ou o dimetilsilicone [Mon96]. De forma análoga à camada de Tolueno, camada de óleo evita mudanças de composição da solução devido a evaporação das substâncias nela incluídas e inibe a corrosão da fibra acima do nível da solução devido ao vapor de HF.



Figura 2.4.2: Diagrama ilustrando o processo de formação de ponta por menisco.

Os fatores que determinam a altura inicial do menisco na fibra ainda não são bem conhecidos. Os resultados indicam que não são os mesmos fatores que determinam o menisco para um sistema análogo, porém em dimensões macroscópicas, como a densidade e a tensão superficial da camada orgânica [Puy00].

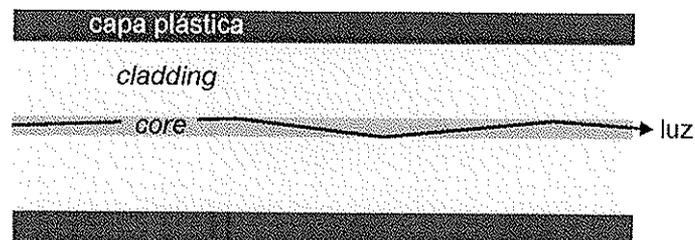
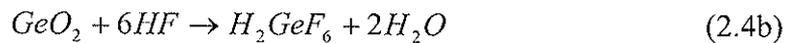
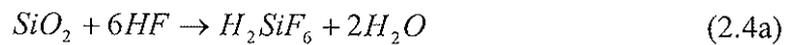


Figura 2.4.3: Diagrama ilustrando as três partes básicas de uma fibra óptica: *core*, *cladding* e a capa plástica.

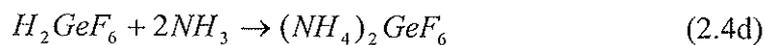
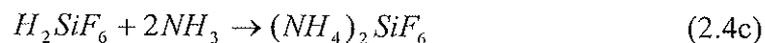
As fibras são guias de onda que se utilizam da diferença de índice de refração entre o *core* (a parte central da fibra por onde a luz é conduzida) e o *cladding* (Fig. 2.4.3). As

fibras são compostas basicamente por SiO_2 e o gradiente de índice de refração é obtido com uma dopagem de Ge no *core*.

Como garantia de que a ponta formada esteja centrada no *core* da fibra, muitos pesquisadores utilizam uma técnica de corrosão seletiva, onde o ataque apresenta uma taxa maior no *cladding* da fibra. Para isso adiciona-se NH_4F à solução aquosa de HF. Assim, quando uma fibra é introduzida numa solução de HF e NH_4F , as reações que ocorrem podem ser resumidas da seguinte forma:



O H_2SiF_6 e o H_2GeF_6 são formados diretamente das reações das eqs. (2.4a) e (2.4b) mas também podem ser formados por reações secundárias via um produto intermediário. Nesse outro caminho, o Fluoreto de Silício (SiF_4) e o Fluoreto de Germânio (GeF_4) sofrem hidrólise para formar $\text{GeO}_2(\text{aq})$ e $\text{SiO}_2(\text{aq})$ juntamente com o H_2SiF_6 e o H_2GeF_6 . Devido à presença do NH_4F , existe uma nova etapa na reação descrita por:



Dessa forma, a diferença de solubilidade entre o $(\text{NH}_4)_2\text{SiF}_6$ e o $(\text{NH}_4)_2\text{GeF}_6$ determina a diferença entre as taxas de corrosão entre o *core* e o *cladding* [Puy00]. Normalmente utiliza-se uma solução do tipo $\text{NH}_4\text{F}(40\%):\text{HF}(49%):\text{H}_2\text{O}$ na proporção X:1:1 (X variando de 1 a 7).

Existem estudos de formação de pontas por menisco em função da temperatura e da composição da solução [Puy00] onde não foi observada variações significativas do ângulo do cone que forma a ponta. Isso indica que a temperatura e a composição da solução não são parâmetros que determinam a altura do menisco formado.

Existe outra forma de utilização do ataque químico seletivo na produção de pontas. Nessa forma, a ponta é formada no interior da solução e não a partir do menisco. Isso

implica, em geral, em uma qualidade de superfície melhor. A técnica consiste em aproveitar a ponta formada naturalmente devido a diferença de taxa de corrosão entre o *core* e o *cladding*. Quando uma extremidade clivada é imersa numa solução de NH_4F e HF , a menor taxa de corrosão do *core* faz com que ele se destaque em relação ao *cladding* na forma de um cone regular (veja Fig. 4.1.4b). Nesse caso, o ângulo que define a abertura do cone é determinado pela diferença entre as taxas de corrosão *core/cladding*. Existem estudos do ângulo de abertura em função da composição da solução [Puy00] e da temperatura da solução [Puy00, Puy01].

Como veremos com mais detalhes na seção 4.1c, existe uma dificuldade técnica de se utilizar pontas geradas por esse tipo de processo. Nos trabalhos de Pruygrazier e colaboradores, não é mencionado o mecanismo que permite que as pontas caracterizadas sejam utilizadas no SNOM.

Um grupo de pesquisadores japoneses liderados pelo prof. Ohtsu publicou uma série de trabalhos que tornam evidentes a sofisticação que o método de produção de pontas por ataque químico pode atingir. Os métodos abrangem várias etapas de ataques químicos onde a composição da solução e o tempo de corrosão é finamente controlado [Mon96, Sai96]. Outro método que exige certa sofisticação é a corrosão dinâmica de fibras. Nesse método, a fibra submetida ao ataque químico se movimenta verticalmente numa taxa da ordem de alguns μm por minuto. Isso permite um controle do ângulo do cone que determina a geometria da ponta [Mur99].

Existem também trabalhos que apresentam configurações alternativas para SNOMs ou de sondas de varredura. Lu e colaboradores propuseram uma fibra seccionada na extremidade para que apenas uma pequena porção da fibra onde se localiza a ponta se mova de acordo com a vibração do diapásio. Isso permite que a ponta opere no modo *tapping* [Lu03]. Fibras curvadas na extremidade próxima a ponta também permitem a configuração de um SNOM no modo *tapping* [Ish99, Mur99].

O apanhado bibliográfico aqui descrito demonstra que a busca de um método reprodutível, barato e simples de produção de pontas ainda é tema de estudo. Se este objetivo for alcançado, com certeza a técnica de microscopia óptica em campo-próximo terá um grande salto em seu potencial como ferramenta de pesquisa científica e como aplicação tecnológica.

3 – Descrição do MO-SNOM Desenvolvido no LMM

De um ponto de vista simplificado, podemos dizer que o MO-SNOM desenvolvido no LMM funciona como um AFM (*Atomic Force Microscope* no modo *shear-force* ou SFM), onde a sonda de varredura é uma fibra óptica afinada por ataque químico. Simultaneamente com a topografia, o MO-SNOM pode também obter informações ópticas ou magnetoópticas da superfície analisada. No nosso caso, o MO-SNOM possui sonda de varredura que age como nano-emissor. O resultado da interação da luz emitida em campo-próximo com a superfície da amostra é detectado em campo-distante. As informações magnetoópticas são obtidas por meio de efeito Kerr numa configuração análoga a transversal. A Fig. 3.1 apresenta o diagrama de blocos do MO-SNOM.

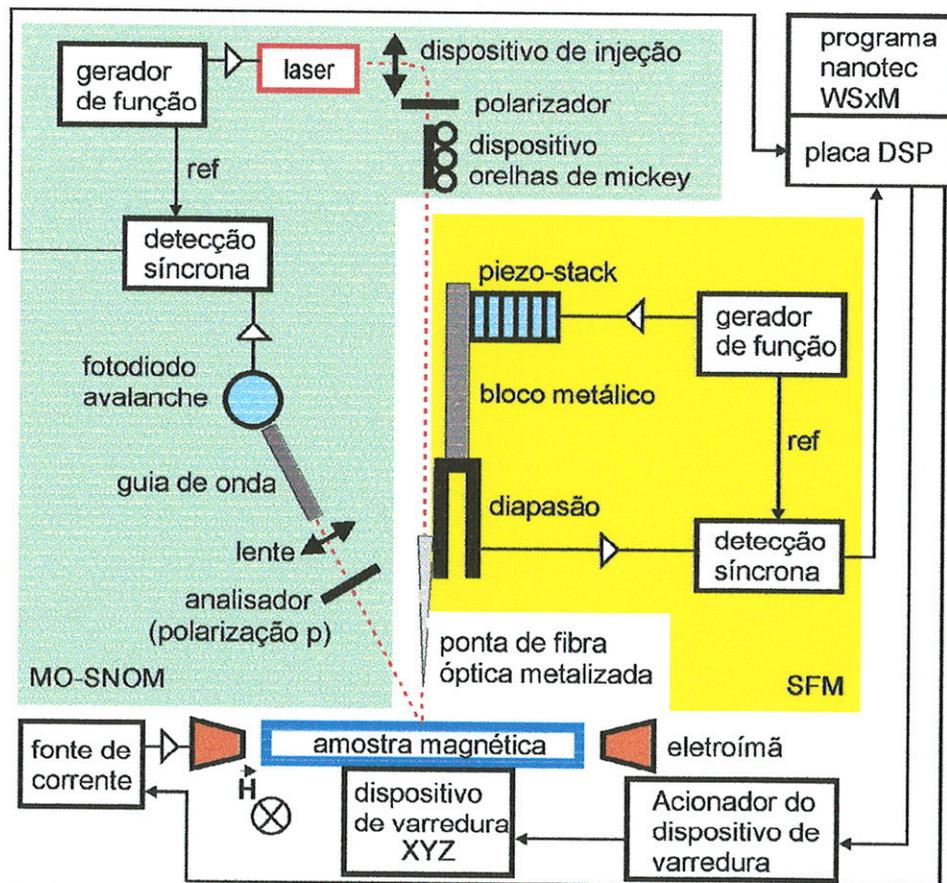


Figura 3.1: Diagrama de Blocos do MO-SNOM.

O sistema (Fig. 3.2) possui dois amplificadores Lock-in (um modelo 7265 e outro modelo 5210 ambos da EG&G Instruments), dois geradores de sinal (ambos modelo

33120A da Hewlet Packard), uma unidade de controle digital (Nanotec) um diodo laser ($\lambda = 670 \text{ nm}$, modelo MVP da Coherent), um fotodiodo avalanche (P/N 197-70-73-641 da Advanced Photonix) e um eletroímã confeccionado no LMM. Todos os equipamentos estão conectados a um microcomputador que controla todos os processos por meio do programa WSxM da Nanotec.

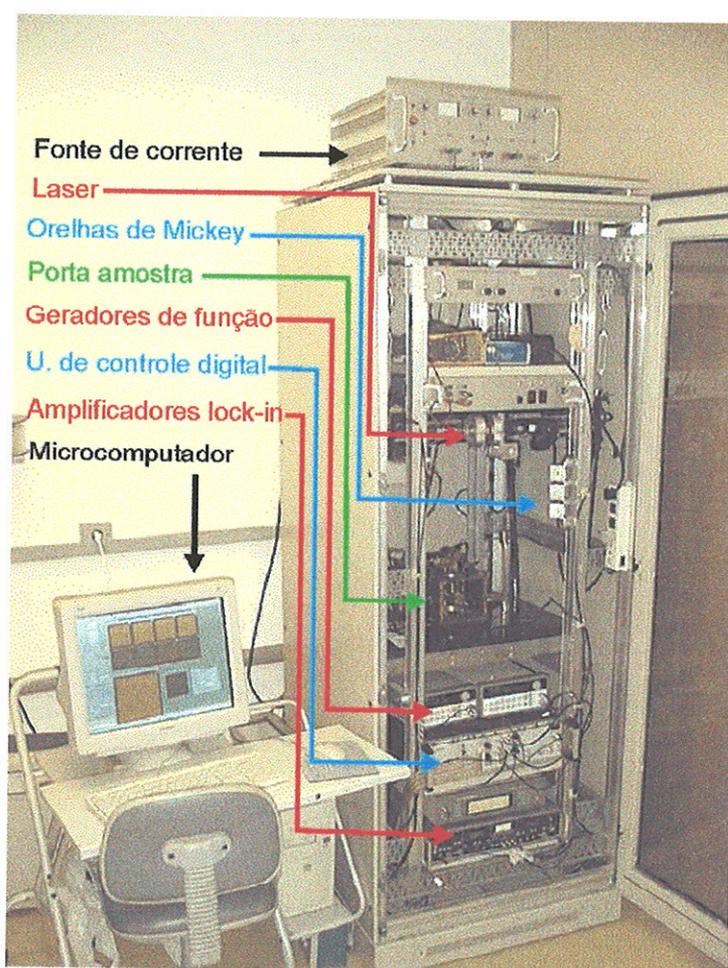


Figura 3.2: Vista geral do MO-SNOM.

A Fig. 3.3 mostra a parte principal do MO-SNOM. Nela podemos ver o posicionamento da amostra, detetor, fibra, eletroímã, etc. Utilizando um sistema de coordenadas cartesiano, convencionamos que a superfície analisada corresponde ao plano xy e o relevo é o contraste em z . Um sistema de motores elétricos associado a um microposicionador X-Y de amostras (Optron Micromecânica Ótica LTDA) regula o posicionamento da amostra em xyz na escala de milímetros com precisão micrométrica.

Durante a varredura, quando a precisão de nm é requerida, esse controle é feito por um sistema piezoelétrico. No plano xy, a varredura possui um limite máximo de $16 \times 16 \mu\text{m}^2$. Em z, a varredura máxima é de $2.3 \mu\text{m}$.

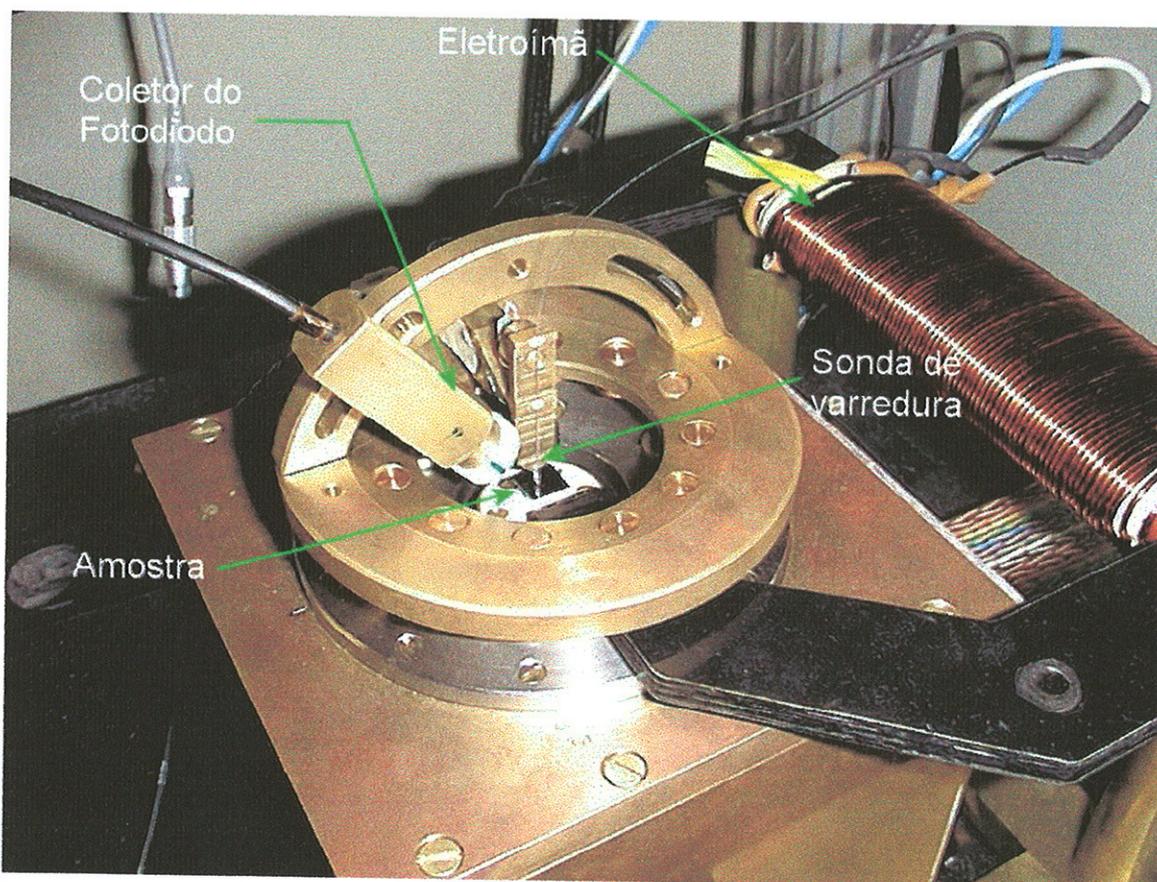


Figura 3.3: Parte superior do sistema que serve como porta amostra e suporte para a sonda de varredura e para o coletor do fotodiodo.

Uma vez atacada quimicamente e metalizada de forma a funcionar como sonda, a fibra óptica é acoplada a um diapasão piezoelétrico formando o conjunto diapasão/sonda. Esse conjunto, se bem montado, possui uma frequência de ressonância bem definida. Durante a varredura, o conjunto diapasão/sonda é excitado na sua frequência de ressonância característica por um sistema *piezostack*. Por meio de um amplificador *Lock-in*, a amplitude da oscilação do diapasão é monitorada. O perfil topográfico é obtido por meio de um sistema de retroalimentação que mantém constante a amplitude da oscilação do conjunto diapasão/sonda regulando a interação entre a ponta e a amostra. Na montagem desse sistema, utilizamos um diapasão de quartzo ($f = 32768 \text{ Hz}$). Na Fig. 3.4

podemos observar como esse diapásão é afixado num bloco metálico em formato de um “T” por meio de resina odontológica. A fibra óptica, por sua vez, é acoplada ao bloco e ao diapásão também por meio de resina odontológica. Um dos geradores de sinal é ajustado na frequência de ressonância do conjunto diapásão/sonda aplicando uma tensão senoidal no sistema *piezostack* afixado do lado oposto do bloco. A vibração do bloco estimula a vibração do conjunto diapásão/sonda cuja amplitude é monitorada pelo amplificador Lock-in completando o circuito de retroalimentação.

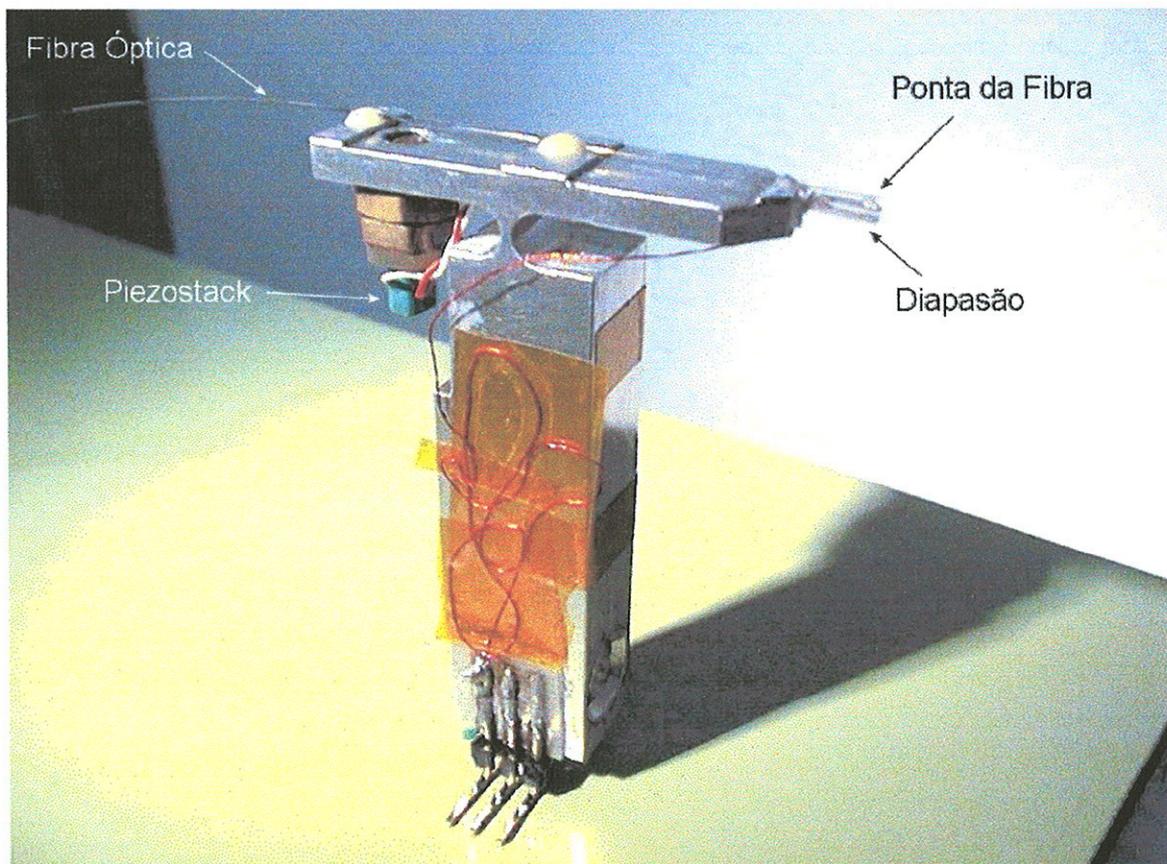


Figura 3.4: Bloco metálico em forma de “ T ” onde estão acoplados o Piezostack, o diapásão e a fibra óptica.

Para as medidas de contraste óptico, utilizamos como referência a frequência de modulação do laser, cujo feixe é polarizado e injetado na fibra óptica. Essa frequência pode ser ajustada ao valor que desejarmos por meio do segundo gerador de sinais. Em geral, utilizamos uma frequência exatamente 10 vezes menor do que a frequência de ressonância do conjunto diapásão/sonda, para evitar efeitos de batimento resultantes do

acoplamento entre estas duas frequências. No processo de varredura da sonda sobre a amostra, o resultado da interação da luz emitida pela ponta com a superfície da amostra é selecionado em polarização por um analisador, captado e amplificado pelo fotodiodo avalanche e enviado ao segundo amplificador Lock-in.

Para ilustrar, a Fig. 3.5 mostra as imagens topográfica e óptica obtidas simultaneamente de uma partícula de CoFeSiB de $16 \times 16 \times 0.08 \mu\text{m}^3$ sobre substrato de Si (mais informações no Cap. 4).

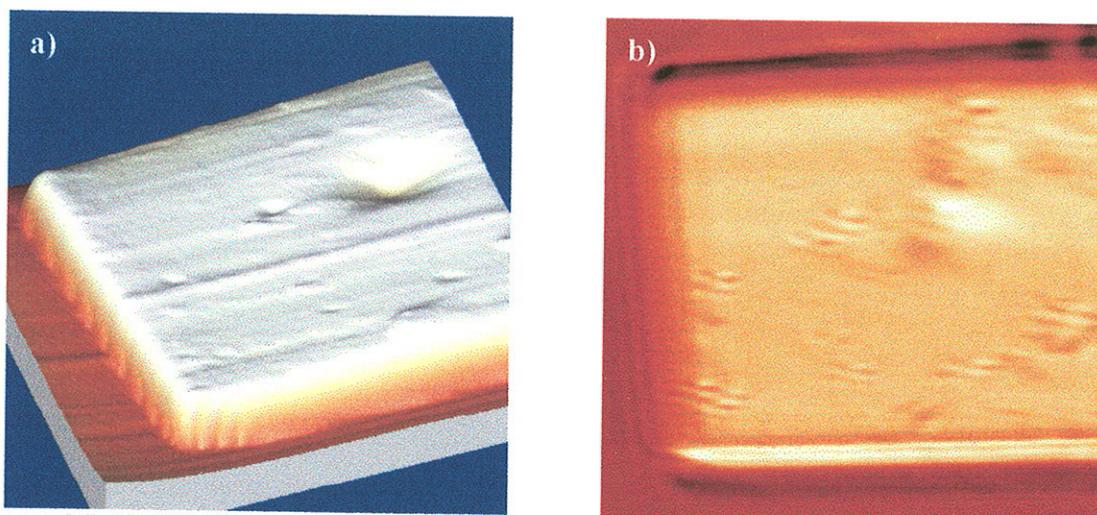


Figura 3.5: a) Imagem topográfica (3D) e b) óptica (2D) obtidas simultaneamente de uma partícula de CoFeSiB de $16 \times 16 \times 0.08 \mu\text{m}^3$ sobre substrato de Si.

Dependendo do tipo de medida de contraste magnetoóptico, utilizamos a modulação do laser ou a modulação do campo magnético aplicado sobre a amostra. Devido a geometria do posicionamento da sonda, amostra, detetor e eletroímã (Fig. 3.3), convenientemente dizemos que as informações magnetoópticas são obtidas por meio de efeito Kerr numa configuração análoga a transversal. Até agora, realizamos dois tipos de caracterização magnetoóptica da superfície das amostras: curvas de histerese local e imagens de susceptibilidade magnetoóptica diferencial (MODS - *Magneto-optical Differential Susceptibility*).

O campo magnético é gerado por um eletroímã confeccionado no LMM (Fig. 3.3). Por meio do eletroímã, podemos aplicar campos contínuos (H_{dc}) e alternados (H_{ac}), ou a soma dos dois. Ou seja, nos experimentos realizados com o MO-SNOM, H_{dc} e H_{ac} são colineares. Chamamos de H_{dc} , tanto um viés (*bias*) magnético durante uma aquisição de

uma imagem MODS quanto o campo aplicado para a obtenção de uma curva de histerese local. Na configuração atual, o campo máximo gerado é de 380 Oe. Com o objetivo de transmitir as informações com clareza, em todas as figuras desse manuscrito (que envolve campos magnéticos aplicados) a direção do campo aplicado é horizontal em relação à página.

Como a caracterização magnetoóptica é o principal objetivo do MO-SNOM, normalmente o procedimento de medida se inicia com a escolha da região de interesse por meio das imagens topográfica e óptica. Comparando as duas imagens obtidas simultaneamente podemos obter uma avaliação da qualidade da ponta. Procuramos correlacionar unicamente elementos ópticos e topográficos. Dentro da região de interesse escolhida, são definidas as posições onde as curvas de histerese local serão adquiridas.

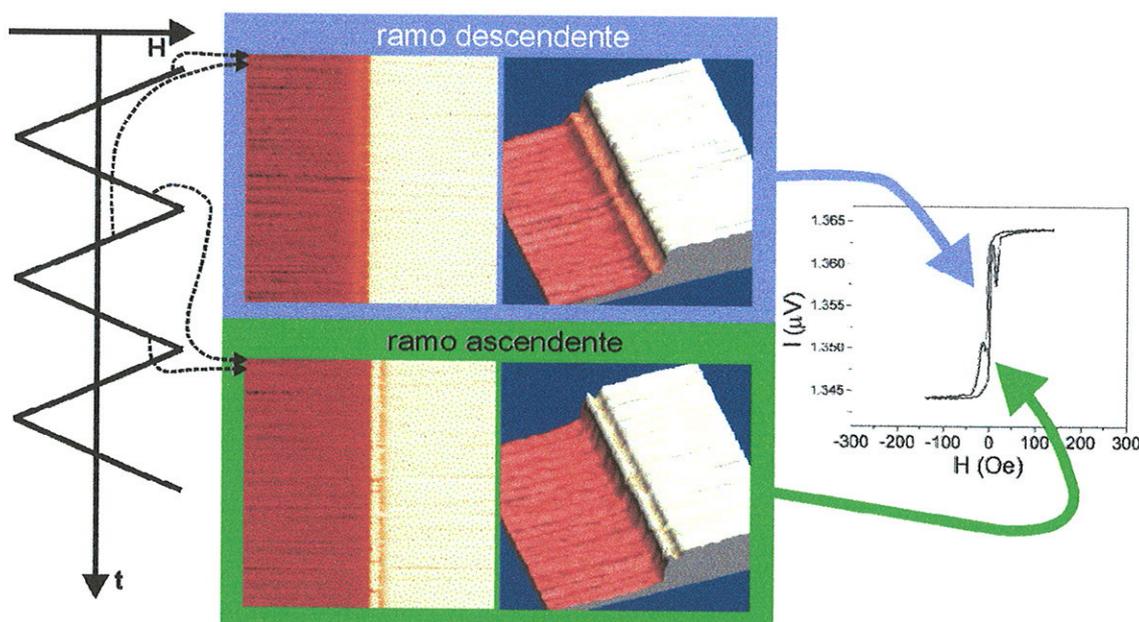


Figura 3.6: Diagrama esquemático do processo de aquisição das curvas de histerese local. Sobre a amostra é aplicado um campo magnético cíclico de forma triangular. A curva de histerese é dividida nos ramos ascendente e descendente. Toda vez que o campo aplicado se encontra decrescente, o contraste magnetoóptico é registrado em função do campo na imagem de histerese descendente. A imagem do ramo ascendente é obtida de forma análoga. Para facilitar a visualização, as imagens de histerese local são mostradas em suas versões 2D e 3D. A curva final é obtida acoplando-se as médias das 128 perfis armazenados em cada ramo da curva de histerese.

Para a obtenção das curvas de histerese local, a varredura da ponta é interrompida. Esta é então deslocada para a posição de interesse e mantida em regulação sobre esse ponto. Da mesma forma que na imagem óptica, a luz do laser é modulada para a detecção

síncrona do sinal óptico. A amostra é submetida a um campo magnético controlado por um gerador de função embutido na unidade de controle digital da Nanotec. Sendo assim, o *software* WSxM é capaz utilizar o campo magnético como uma coordenada na construção de imagens, num modo chamado de *3D mode*. A função que controla o campo aplicado possui forma triangular e periódica. A amplitude é ajustada de tal forma a saturar a amostra magneticamente. Geralmente utilizamos uma frequência de 0.4 Hz. Normalmente, as curvas de histerese local apresentadas são médias de curvas obtidas ao longo de 128 ciclos. Estas 128 curvas de histerese local são armazenadas na forma de figuras que chamamos de imagens de histerese (128x128 pixels). Existe uma imagem referente ao campo ascendente e outra referente ao campo descendente. A Fig. 3.6 mostra um diagrama esquemático do processo de aquisição das curvas de histerese local.

A escolha da curva de histerese local utilizada para ilustrar a Fig. 3.6 foi proposital. Nela, podemos observar um formato não usual para as curvas de histerese. Trata-se de um fenômeno que pode ser relacionado apenas a um comportamento local da magnetização de um sistema. Nas imagens de histerese, principalmente para o caso 3D, podemos observar que a forma não usual ocorre para todas as 128 curvas registradas, indicando que o fenômeno não é resultado de artefato de processamento. Como veremos no Cap. 4, comportamentos intrinsecamente locais puderam ser observados nas curvas de histerese obtidas com o MO-SNOM.

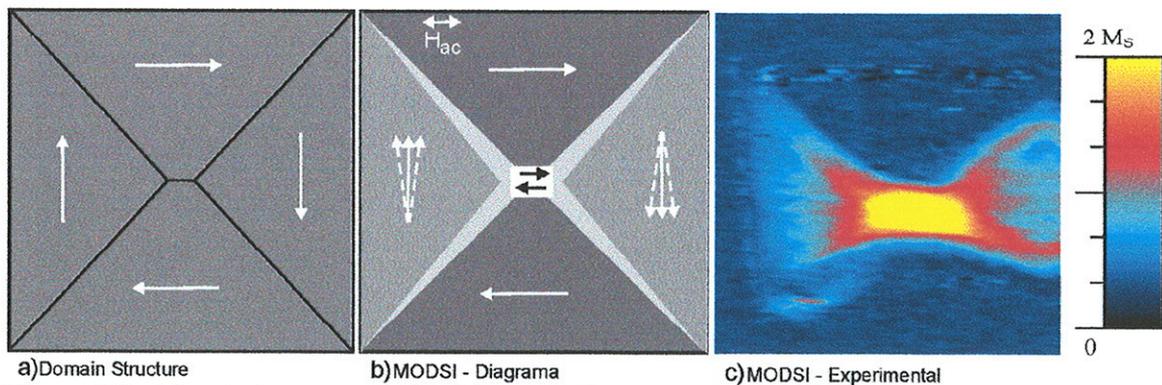


Figura 3.7: a) Provável estrutura de domínios magnético para uma partícula quadrada de baixa anisotropia. b) Diagrama da configuração esperada para uma imagem MODS obtida para uma partícula que apresenta a estrutura magnética como mostrada em a). c) Imagem MODS obtida com o MO-SNOM para a partícula apresentada na Fig. 3.5.

A outra forma de caracterização magnetoóptica são as imagens MODS. Para aquisição dessas imagens, não utilizamos a modulação do laser, mas sim, a modulação do campo. A imagem é o registro, ponto a ponto, da variação da magnetização devido à ação do campo modulado. Para entendermos melhor as imagens MODS vamos considerar um sistema magnético conhecido, para depois deduzirmos sua respectiva imagem MODS. Vamos considerar uma partícula análoga à mostrada na Fig. 3.5. Devido a baixa anisotropia magnética, é provável que a configuração de domínios na remanência seja a estrutura dos quatro domínios de fechamento, como mostra a Fig. 3.7a.

Agora suponhamos que um campo oscilante (H_{ac}) de pequena intensidade (consideravelmente menor que o campo de saturação da partícula) seja aplicado sobre a partícula. A ação do campo afeta a estrutura magnética, principalmente deslocando as paredes de domínio de forma cíclica. De maneira síncrona com H_{ac} , a imagem MODS registra ponto a ponto o contraste magnetoóptico. A Fig. 3.7b mostra um diagrama dos principais contrastes esperados numa imagem MODS obtida para uma partícula magneticamente estruturada como o diagrama 3.7a. Na parte central da partícula, um contraste máximo é esperado devido ao movimento da parede de domínios de 180° . De forma análoga, as paredes de 90° geram um contraste intermediário. Na Fig. 3.7c podemos ver uma imagem MODS obtida na partícula mostrada na Fig. 3.5. H_{ac} foi regulado de forma senoidal com amplitude $H_{ac} = 5.5$ Oe e frequência $f = 155$ Hz. O contraste amarelado, no centro da partícula, é gerado pelo movimento da parede de 180° . Partindo do centro até os cantos, podemos observar um contraste intermediário (em grande parte de cor vermelha) que é gerado basicamente pelo movimento das paredes de 90° . Podemos ver também um pequeno contraste (azul claro), devido a deflexão coerente de *spins* dos domínios ortogonais à H_{ac} devido à ação do mesmo.

As caracterizações magnetoópticas dependem de um controle fino da polarização. Sabemos que fatores como a qualidade do laser e dos polarizadores afetam esse controle. Além disso, a polarização do feixe luminoso é severamente alterado no caminho óptico da fibra. A presença de irregularidades e tensões intrínsecas ou induzidas criam birrefringências que alteram a polarização da luz. Porém, assim como alteram indesejadamente, as tensões internas podem ser induzidas de forma controlada para regular a polarização resultante emitida pela sonda de varredura no MO-SNOM. Para isso

existe um dispositivo retardador de fase baseado em laços aplicados a fibra que é chamado de “orelhas de Mickey”. Mais detalhes sobre esse dispositivo são dados no Cap. 4.

Os primeiros resultados foram obtidos com pontas produzidas pela técnica “*tube etching*”. Mais recentemente, temos utilizado a técnica baseada na corrosão seletiva para a produção de pontas. Salvo poucas exceções, todas as fibras foram metalizadas por *sputtering* antes de montadas no MO-SNOM.

4 – Resultados Experimentais

Grande parte das atividades de pesquisa no âmbito desse projeto se baseia na área de instrumentação. Sendo assim, é natural a demanda por soluções técnicas na busca de melhores resultados. Iniciamos este capítulo com algumas das atividades realizadas com o intuito de solucionar obstáculos de ordem técnica para a obtenção de resultados científicos. Devido ao contexto das atividades, a seção 4.1, que descreve o processamento das sondas de varredura para o MO-SNOM, foi apresentada na ordem cronológica em detrimento da evolução conceitual envolvida em cada método testado. Dessa maneira, justifica-se os passos realizados dentro de um procedimento altamente empírico. A seção 4.2 trata dos estudos feitos num sistema de controle de polarização da luz em fibras ópticas chamado “orelhas de Mickey”. Esta seção apresenta a modelização fenomenológica do sistema utilizando-se uma linguagem computacional que proporcionou uma compreensão melhor do sistema de controle de polarização. A seção 4.3 mostra como a principal amostra deste trabalho foi obtida. Trata-se de uma amostra estruturada por litografia de feixe eletrônico apresentando partículas de CoFeSiB. O processamento da amostra envolveu procedimentos em sala limpa, microscopia eletrônica e deposição por *sputtering*. A seção 4.4 apresenta os resultados obtidos com medidas do MO-SNOM (e outras caracterizações complementares) sobre a amostra estruturada de CoFeSiB. Os resultados envolvem imagens de susceptibilidade diferencial obtida em campo-próximo (imagens MODS), curvas de histerese local e sua interpretação. Estes resultados são relevantes tanto do ponto de vista do desenvolvimento da microscopia em campo-próximo como da compreensão de fenômenos magnéticos na escala sub-micrométrica. Na sequência, apresentamos resultados preliminares sobre superfícies magnéticas extensas. Descrevemos ainda os primeiros resultados de medidas realizadas com o MO-SNOM utilizando-se pontas produzidas com a nova técnica de menisco com camada protetora de Nujol e com o sistema de controle de polarização. Por fim, apresentamos imagens de MFM nas menores partículas da amostra estruturada de CoFeSiB. Estas imagens ajudam na compreensão de resultados do MO-SNOM

4.1 – Produção de Sondas para o MO-SNOM

Descrevemos aqui o desenvolvimento de métodos para obtenção de pontas para o MO-SNOM a partir de uma fibra óptica FS-SN-3224 da 3M. Trata-se de uma fibra monomodo com um *core* de 4 μ m de diâmetro dopado com Ge. Os resultados descritos representam comportamentos típicos de cada método. Várias amostras foram obtidas através de cada uma das técnicas para que o comportamento estatístico dos resultados fossem avaliados.

4.1a – Tube Etching

Como já mencionado no Cap. 2, nas primeiras etapas experimentais com o MO-SNOM, as pontas eram obtidas pelo processo de corrosão química *tube etching* [Stö99]. Notamos inicialmente que o processo não possui a reprodutibilidade alegada pelos criadores do processo. As pontas eram submetidas a uma triagem. Primeiramente eram selecionadas de acordo com o aspecto apresentado ao microscópio óptico. Numa segunda etapa, a luz de um laser era injetada na extremidade clivada (oposta), e a luz emitida pela ponta era projetada num anteparo. A ponta era selecionada de acordo com o aspecto da projeção. Esta deveria ser simétrica e regular.

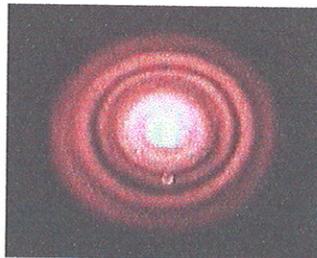


Figura 4.1.1: Projeção da luz emitida pela ponta produzida por estiramento no *Laboratoire Louis Néel* (ponta não metalizada).

Como referência, a Fig. 4.1.1 mostra o padrão da projeção gerado por uma ponta importada do *Laboratoire Louis Néel*, França, produzida por estiramento a quente. Lá, a equipe do Dr. Yves Souche está desenvolvendo um MO-SNOM semelhante ao que temos no LMM. A fibra utilizada em ambos os laboratórios é a mesma. Observe que o padrão

gerado pela fibra importada se assemelha ao padrão de Airy. Este é o padrão desejado para as pontas produzidas no LMM.

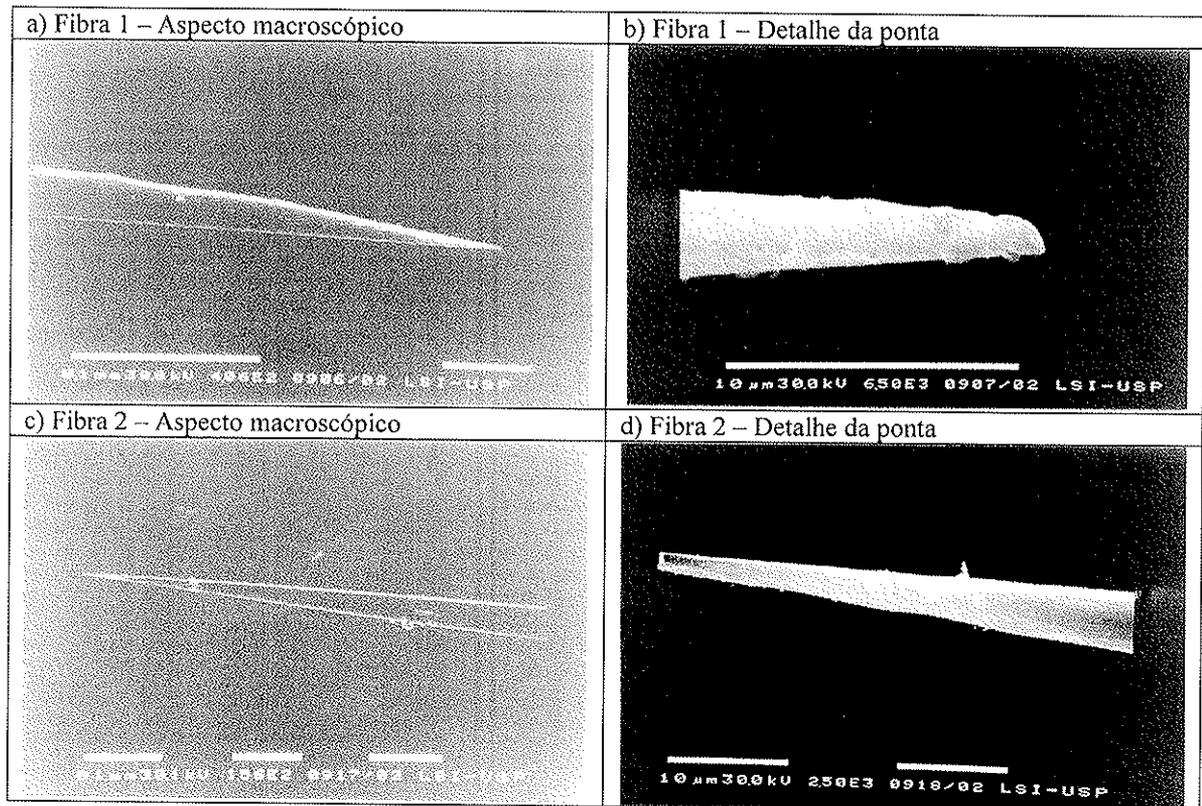


Figura 4.1.2: Imagens obtidas por SEM de duas pontas obtidas por *tube etching*.

A Fig. 4.1.2 mostra imagens obtidas pelo microscópio eletrônico de varredura (SEM pertencente ao Laboratório de Sistemas Integráveis – EPUSP) de duas pontas obtidas por *tube etching*. Nos dois casos, as pontas obtidas apresentaram bom aspecto sob o microscópio óptico do nosso laboratório. Todavia, observando-se por meio do SEM observamos que as pontas possuem terminação grosseira com dimensões da ordem de 1 μm . Não chegamos a um consenso se a terminação abrupta da ponta se deve a uma quebra da fibra durante alguma etapa¹ ou se é um fruto intrínseco do processo. Além disso, enquanto uma ponta apresenta uma superfície rugosa, a outra se apresenta facetada, indicando a ausência de reprodutibilidade do processo.

¹ No processo de *tube etching* existe uma etapa frágil na qual retiramos a camada plástica após o processo de corrosão.

O principal problema apresentado pelas pontas produzidas por *tube etching* era a não coincidência da sonda óptica com a sonda mecânica. A Fig. 4.1.3 apresenta um exemplo de um artefato gerado por essa disparidade. A Fig. 4.1.3a apresenta a imagem topográfica de uma partícula de CoFeSiB de dimensão $8 \times 8 \times 0.08 \mu\text{m}^3$ (veja seção 4.3). Obtida simultaneamente, a Fig. 4.1.3b corresponde à imagem óptica, onde podemos notar dois contrastes diferentes apresentado pela partícula. O contraste mais claro é gerado pela ponta óptica que representa, idealmente, a imagem óptica da partícula. O contraste mais escuro é resultante da distinta interação entre a ponta mecânica (topográfica) e as diferentes superfícies (Si ou CoFeSiB). Esse contraste se apresenta deslocado da imagem gerada pela ponta óptica, caracterizando um artefato. O fato de estudarmos amostras estruturadas permite que notemos o artefato claramente. Em amostras contínuas, o diagnóstico desse tipo de efeito é mais difícil.

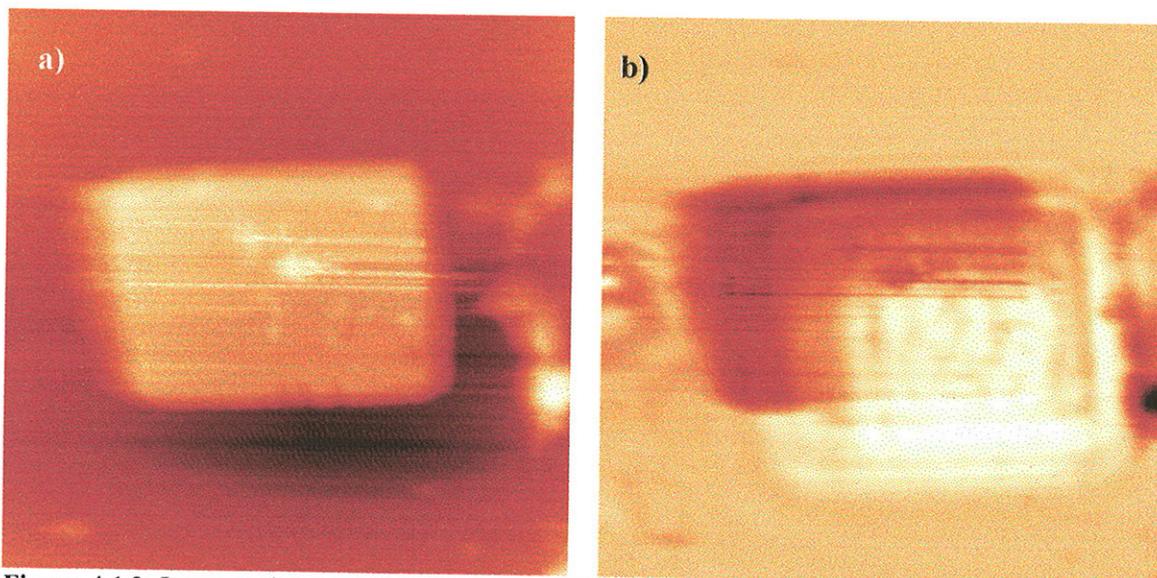


Figura 4.1.3: Imagens **a)** topográfica e **b)** óptica obtidas simultaneamente para uma partícula de CoFeSiB de dimensão $8 \times 8 \times 0.08 \mu\text{m}^3$.

A adoção da triagem proporcionou melhoria, principalmente na regularidade das imagens ópticas obtidas, mas não garantiu reprodutibilidade e a qualidade desejável para as caracterizações magnetoópticas. Assim, resolvemos por definir outro método de produção de pontas para o MO-SNOM.

4.1b – Ataque Químico Seletivo

Nos concentramos primeiramente em informações de artigos científicos sobre ataque químico seletivo. Como vimos no Cap.2, o ataque químico efetuado por uma solução aquosa de NH_4F e HF apresenta taxas de corrosão diferentes dependendo da concentração da dopagem de GeO_2 na fibra. Quanto maior a concentração desse dopante, menor é a taxa de corrosão. Tentamos inicialmente utilizar diferentes soluções contendo NH_4F no método *tube etching*, porém os resultados foram ruins.

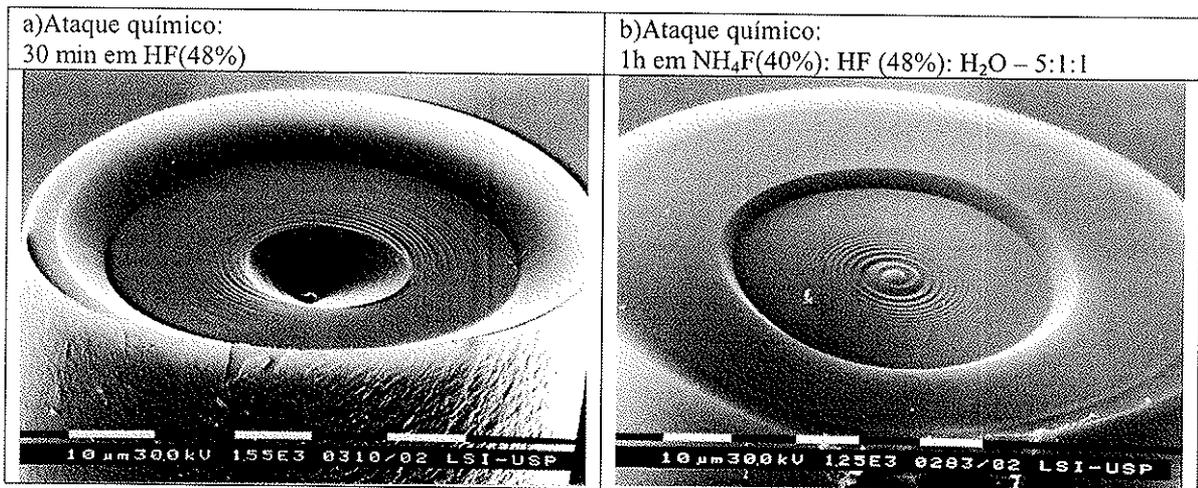


Figura 4.1.4: Imagens obtidas por SEM mostrando diferentes padrões apresentados pelos ataques químicos de a) solução simples de HF e b) solução de HF e NH_4F . Note que o diâmetro apresentado pelas fibras é inferior a $125\mu\text{m}$ indicando a corrosão também ao longo das laterais da fibra.

Para entendermos melhor as etapas do ataque químico, decidimos por avaliar as diferenças entre a corrosão da solução simples de HF e a solução NH_4F (40%): HF (48%): H_2O – 5:1:1 (que chamaremos a partir de agora de solução 5:1:1). Submetemos fibras, inicialmente clivadas, a corrosões nestas duas soluções. Estes ataques foram interrompidos antes da formação da ponta e o resultado foi observado por SEM e microscópio óptico. Como pode ser verificado na Fig. 4.1.4, constatamos que a solução simples de HF ataca preferencialmente o *core* da fibra, informação que não encontramos na literatura. Sendo assim, concluímos que dificilmente um processamento de pontas baseado em corrosão por HF resultará sondas ópticas e mecânicas coincidentes. Por outro lado, verificamos que o ataque com a solução 5:1:1 preserva o *core* em forma de ponta. Além disso, essa ponta se mostra saliente em relação a porção da fibra situada dentro de

um raio de 20 μm . É dentro desse raio que o índice de refração é finamente controlado pelo fabricante (por meio da dopagem por Ge) de maneira a confinar a luz dentro do *core*, ou seja, a parte funcional da fibra. Por hipótese, tomamos que a porção da fibra situada num raio superior 20 μm serve apenas como uma matriz com a função de dar reforço estrutural e é composta de um vidro menos refinado. Dos testes com ataque químico, constatamos que essa camada externa da fibra é mais resistente à corrosão tanto pela solução simples de HF quanto pela solução 5:1:1 (Fig.4.1.4).

Entramos em contato com o Sr. James Novack, um representante da área técnica da 3M. Segundo ele, os resultados obtidos estão de acordo com o esperado. Como confirmação, o Sr. Novack nos enviou um resultado de análise do índice relativo de refração apresentado por uma fibra desse tipo ao longo do diâmetro (Fig 4.1.5).

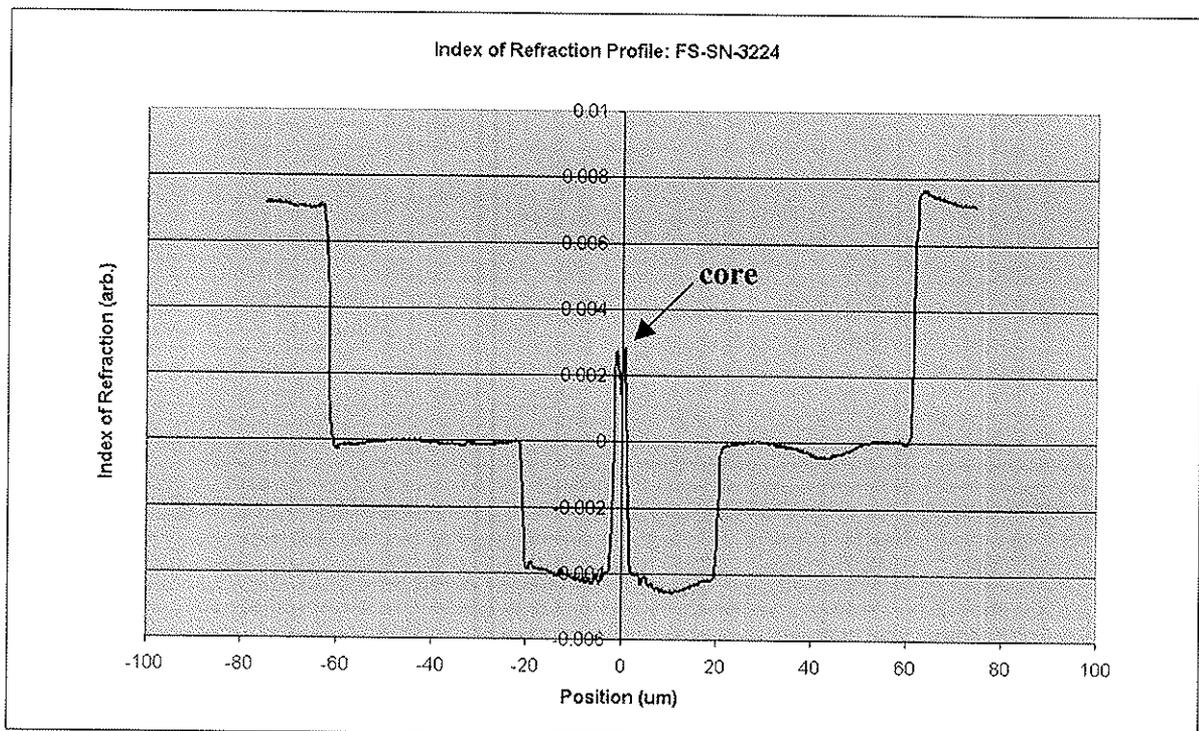


Figura 4.1.5: Perfil do índice de refração ao longo da fibra óptica FS-SN-3224. O pico na região central do gráfico representa o *core* da fibra.

No caso do ataque químico pela solução 5:1:1, notamos que o perfil cônico apresentado pelo *core* é reprodutível. Assim sendo, supomos ser uma boa solução aproveitar essa formação como sonda de varredura do MO-SNOM. Assim, criamos o método que chamados de “menisco interrompido”.

4.1c – Menisco Interrompido

Para que a ponta gerada naturalmente pelo ataque da solução 5:1:1 no *core* da fibra seja aproveitada, devemos submeter a fibra ao ataque químico até que seu diâmetro se reduza à algo entre 10 e 20 μm (Fig. 4.1.6).

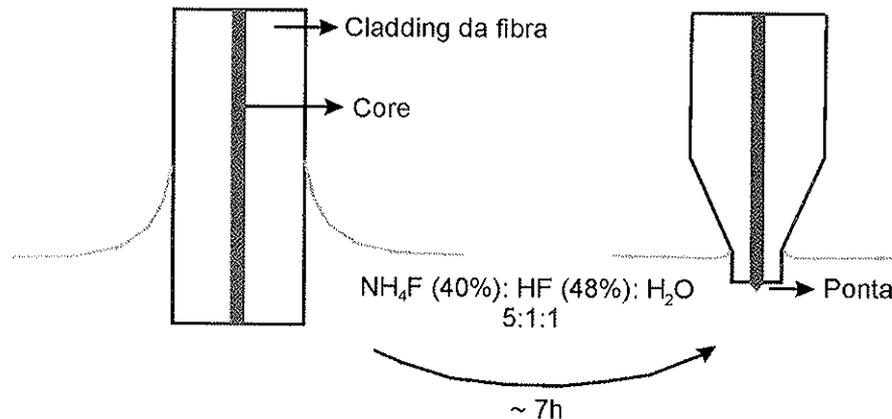


Figura 4.1.6: Diagrama do processo de formação de ponta por meio do menisco interrompido.

Neste método, a ponta não é formada pela corrosão do menisco, mas sim pelo ataque químico na face clivada da fibra imersa na solução. Sendo assim, se a extensão da fibra introduzida na solução for de 1 mm (o que a olho nu já é difícil de controlar) teremos uma ponta no fim do comprimento de um cilindro de vidro na proporção de 1×0.02 mm. Nessa configuração, o sistema dificilmente apresentaria a resistência mecânica desejada. Assim, a extensão da fibra inserida na solução deve ser controlada finamente. Com essa finalidade construímos um aparato onde o nível da solução pode ser variado. Um parafuso controla a porção de um êmbolo que é introduzido na solução. A montagem foi feita de maneira que cada volta completa do parafuso representava uma variação de 110 μm no nível da solução (Fig. 4.1.7). Assim, o procedimento para obtenção das pontas é feito da seguinte forma: para facilitar a visualização posicionamos uma lupa e uma lâmpada de maneira que a primeira se encontra na direção da reflexão especular da segunda sobre a superfície da solução. A extremidade da fibra (inicialmente clivada) é então posicionada poucos milímetros acima do nível da solução. Com a rotação do parafuso, elevamos o nível da solução até que esta entre em contato com a fibra. Nesse

momento, a formação do menisco é facilmente percebida por meio da lupa devido a alteração do padrão da reflexão especular da luz da lâmpada sobre a superfície da solução. Mais uma volta completa é dada no parafuso e a extensão da fibra imersa na solução é da ordem de 100 μm .

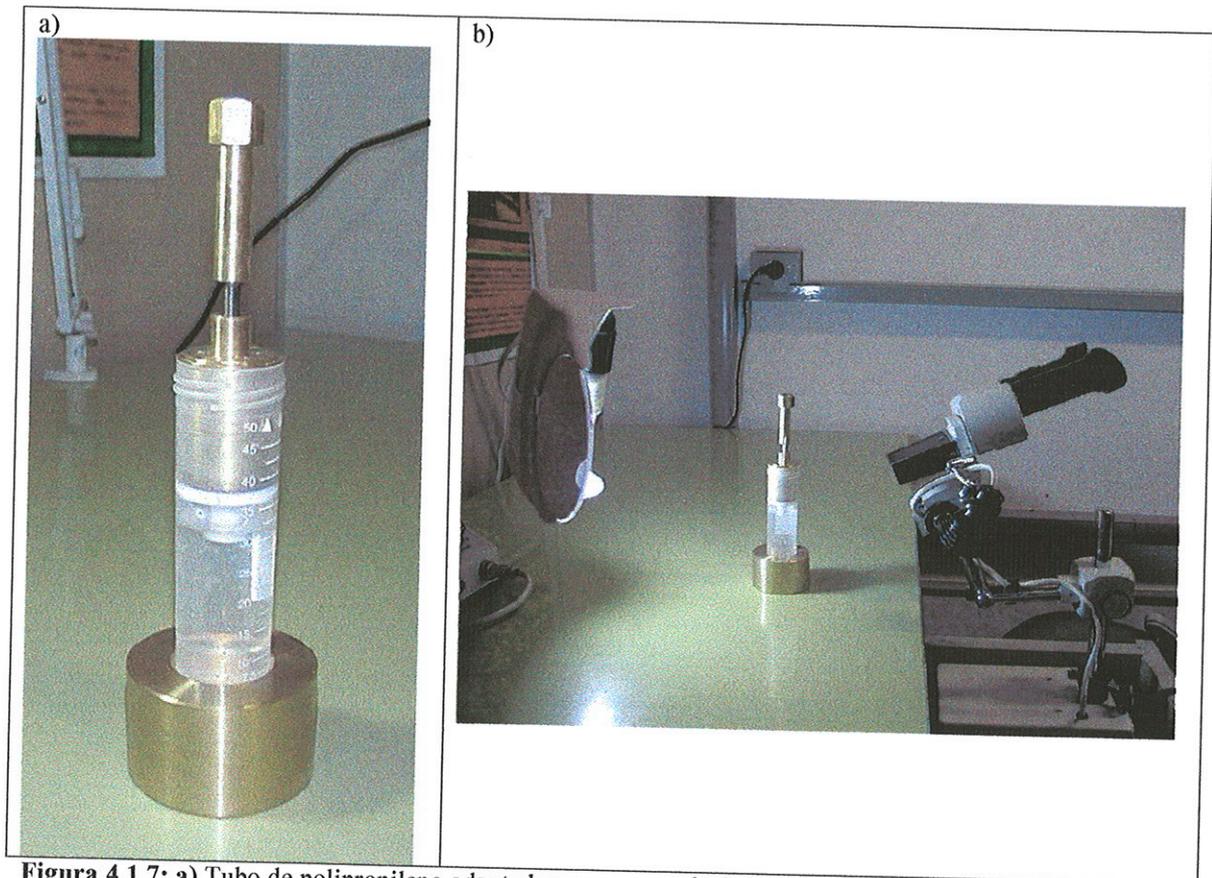


Figura 4.1.7: a) Tubo de polipropileno adaptado para que o nível da solução possa ser controlado por meio de um êmbolo. b) Imagem do sistema de produção de ponta por menisco interrompido. Note o posicionamento da lupa de forma a observar a reflexão especular da luz da lâmpada sobre a superfície da solução 5:1:1.

Na Fig. 4.1.8 podemos observar algumas imagens de pontas feitas com o método de menisco interrompido. Note que na imagem do microscópio óptico a ponta da fibra 3 não se destaca (Fig. 4.1.8a), sendo somente observada na imagem feita pelo SEM (Fig. 4.1.8b). A Fig. 4.1.8d mostra como a ponta se sobressai em relação ao plano inicialmente clivado (e corroído) da fibra. Verificamos que nesse caso, se a fibra 3 fosse utilizada como ponta do MO-SNOM, a resolução mecânica seria da ordem de 200 nm. Nas Fig.

4.1.8e e 4.1.8f temos o resultado do menisco interrompido para a fibra 4. Note como a ponta resultante da corrosão da solução 5:1:1 sobre o *core* é altamente reprodutível.

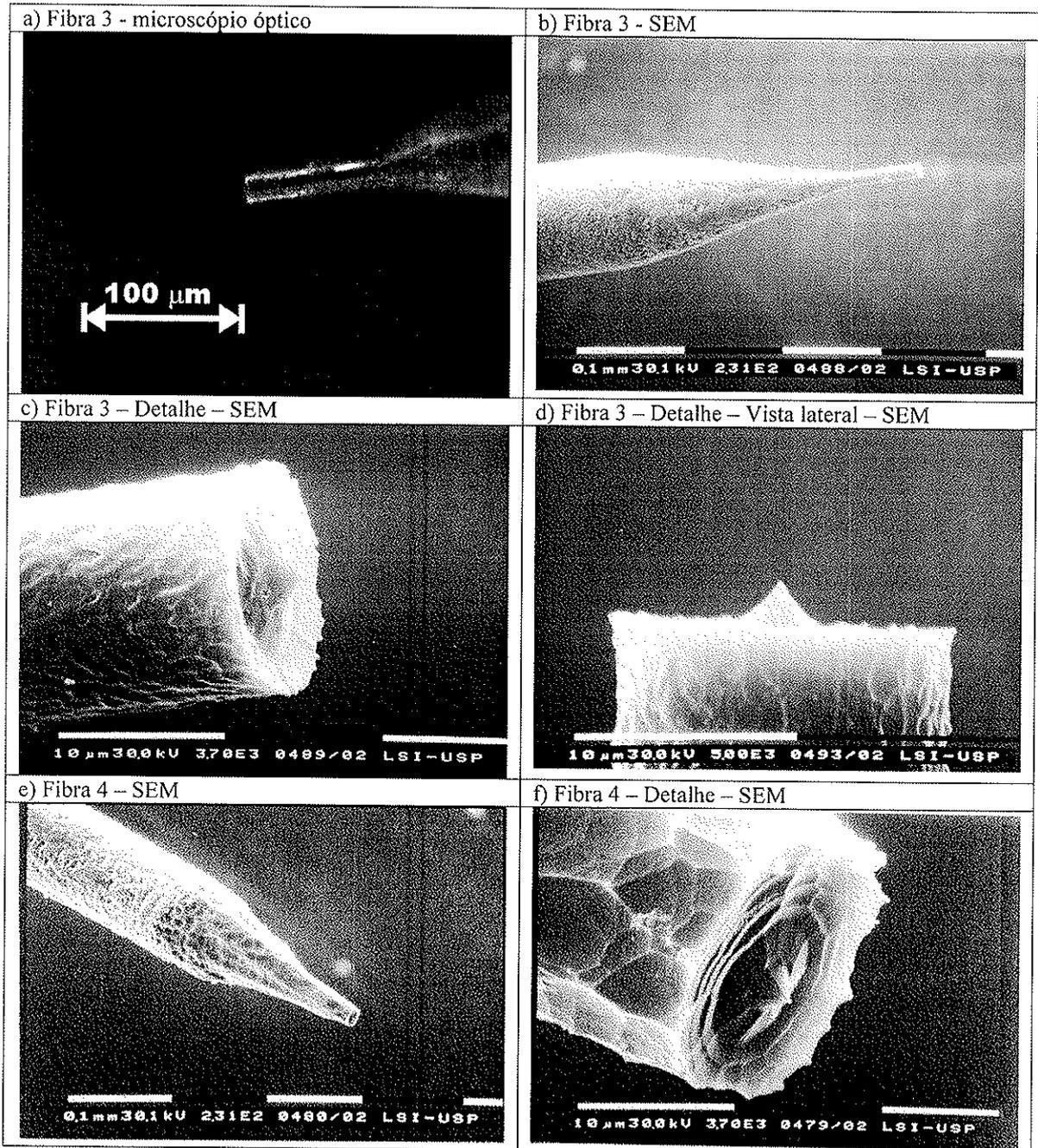


Figura 4.1.8: Imagens de pontas feitas com menisco interrompido. a) Fibra 3 vista pelo microscópio óptico. Note que a ponta não é visível nesta imagem. b) Fibra 3 vista através do SEM. Detalhe da extremidade da fibra 3 vista pelo SEM em perspectiva c) oblíqua e d) lateral. A reprodutibilidade da técnica pode ser observada nas imagens obtidas por SEM da fibra 4 em e) geral e em f) detalhe.

Realizamos medidas com o MO-SNOM numa amostra estruturada de CoFeSiB (veja seção 4.3) com pontas produzidas por menisco interrompido. A Fig. 4.1.9 apresenta imagens topográficas (2D e 3D) e ópticas de uma rede de partículas quadradas de $4\ \mu\text{m}$ de aresta e $80\ \text{nm}$ de espessura separadas por $10\ \mu\text{m}$. As imagens topográficas apresentaram boa qualidade. Esse fato concorda com o tamanho reduzido da extremidade da ponta observado no SEM.

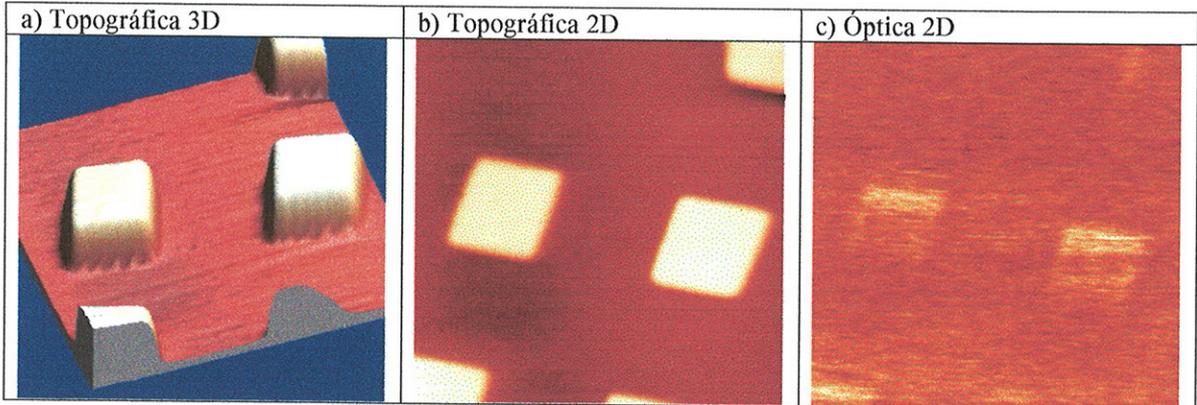


Figura 4.1.9: Imagens topográficas a) 3D, b) 2D e c) óptica de uma rede de partículas quadradas de $4\ \mu\text{m}$ de aresta e $80\ \text{nm}$ de espessura separadas por $10\ \mu\text{m}$.

O sinal óptico porém se mostrou fraco. Nas imagens ópticas, o contraste entre as partículas e o substrato é pouco maior que o ruído. Nenhum contraste magnetoóptico foi observado. Isso se deve a um fator intrínseco do método menisco interrompido e da configuração do MO-SNOM. Por um lado, o formato da extremidade da fibra resultante do método do menisco interrompido gera um efeito de sombreamento. Por outro, o nosso MO-SNOM possui um tipo de configuração com nanoemissor regulado em campo próximo e fotocoletor posicionado em campo distante. Dessa forma o fotocoletor do MO-SNOM deve ser posicionado num ângulo rasante à amostra (Fig. 4.1.10). Devido a esse problema, nos vimos obrigados a adotar outra técnica para a produção de pontas para o MO-SNOM. Mesmo assim, acreditamos que o método do menisco interrompido pode produzir boas pontas para outras configurações de SNOM onde a ponta funciona como nanocoletor. Até mesmo SNOMs sensíveis a efeito Kerr polar poderiam utilizar uma ponta produzida por essa técnica. Para isso, a ponta serviria como nanoemissor e nanocoletor simultaneamente.

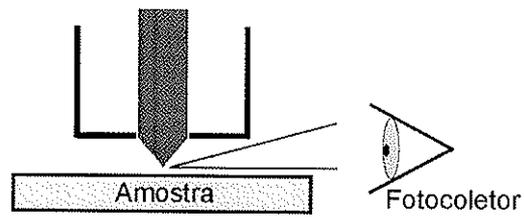


Figura 4.1.10: O diagrama acima destaca o problema geométrico que envolve a detecção, em campo distante, da interação da luz emitida pela ponta (feita pelo método do menisco interrompido) com a amostra.

4.1d- Efeitos da Marca da Clivagem

Antes de discorrermos sobre outros métodos de fabricação de pontas, é conveniente relatarmos sobre outro aspecto já evidenciado durante os experimentos descritos na seção 4.1b e que foi estudado paralelamente ao desenvolvimento do método do menisco interrompido.

As fibras em geral são clivadas antes de serem submetidas aos ataques químicos. Normalmente o processo de clivagem deixa marcas ou riscos na superfície da fibra como pode ser observado na Fig. 4.1.11.

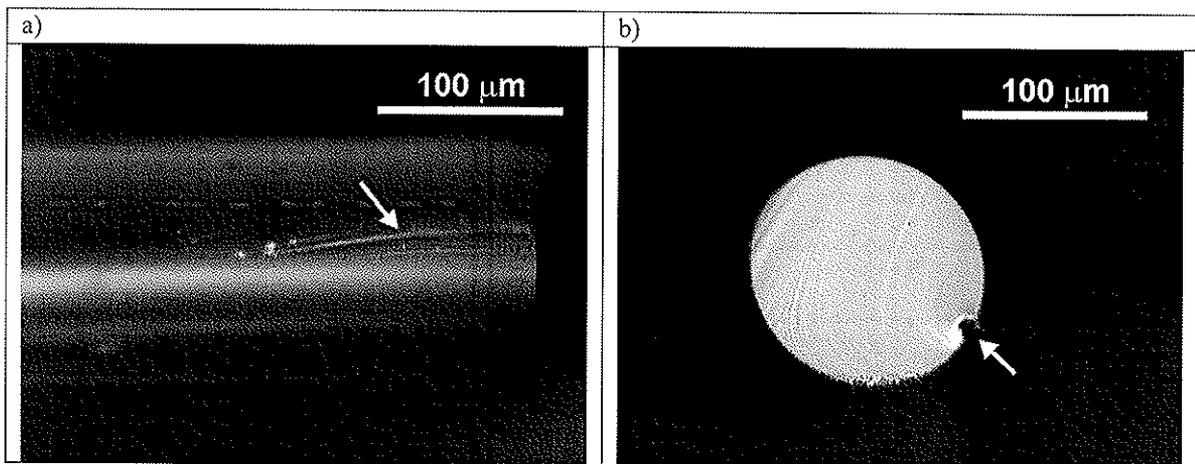


Figura 4.1.11: Imagens de microscópio óptico onde são evidentes as marcas deixadas pelo processo de clivagem. a) Fibra vista de perfil. b) Face clivada da fibra.

De certa forma, os vincos deixados pelo processo de clivagem potencializa o ataque químico sobre fibras naqueles pontos. Na Fig. 4.1.12 podemos notar o efeito do ataque químico sobre as regiões que apresentavam as marcas. Quando observamos o efeito sobre a face clivada, vemos que a porção atacada apresenta uma forma semicircular adentrando a circunferência da face. Aproximadamente 50% das fibras submetidas a ataque químico apresentam os efeitos da corrosão sobre as marcas de clivagem os quais foram observados em todos os estágios de corrosão. Até mesmo em casos em que o diâmetro da fibra foi reduzido a 10 μm , a marca semicircular foi observada atingindo praticamente o core da fibra. Concluimos que o ataque químico potencializado pelas marcas da clivagem podem interferir na qualidade final das pontas produzidas em soluções de HF. A Fig. 4.1.13 ilustra esse fato em duas pontas produzidas por menisco interrompido. Note que a

corrosão potencializada pelas marcas de clivagem atinge a ponta resultante do ataque sobre o *core* da fibra.

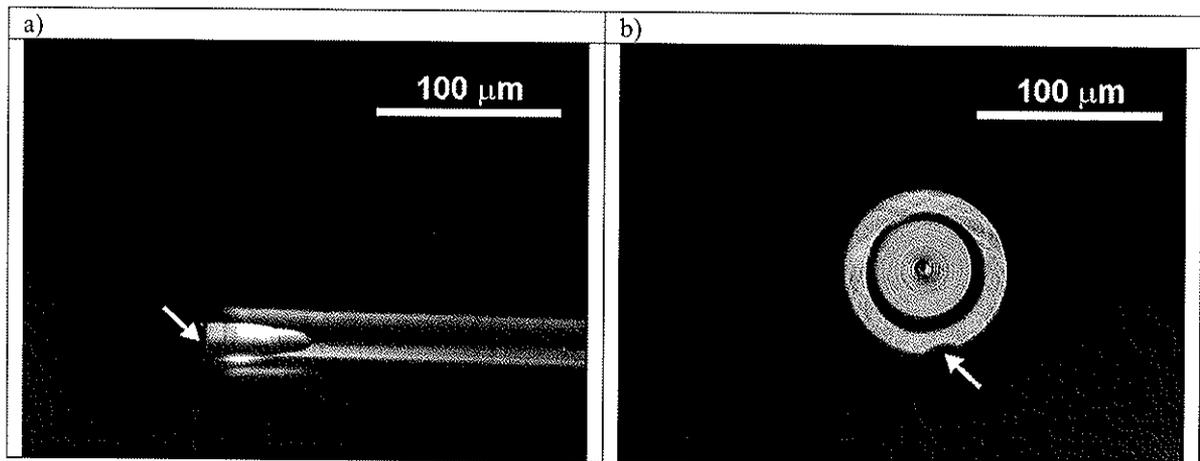


Figura 4.1.12: Resultado do ataque químico sobre as regiões da fibra que apresentavam marcas de clivagem. a) Fibra atacada por solução simples de HF vista de perfil. b) Face (inicialmente) clivada da fibra atacada pela solução 5:1:1. Imagens obtidas por microscópio óptico.

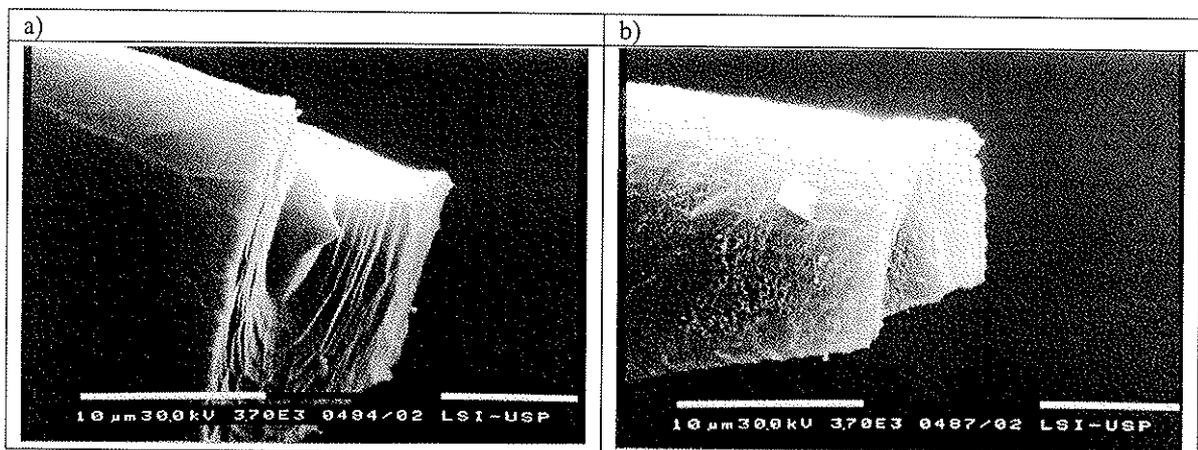


Figura 4.1.13: a) e b) Imagens feitas por SEM de 2 pontas feitas por menisco interrompido. Podemos observar que o ataque químico potencializado pelas marcas da clivagem atingem a ponta resultante da corrosão da solução sobre o *core* da fibra.

Levantamos a hipótese de que o ataque químico potencializado pelas marcas da clivagem estaria relacionada com tensões internas residuais do processo de fabricação da fibra. Assim, a distribuição das tensões na estrutura ao redor das marcas da clivagem seria afetada e isso potencializaria o ataque químico naquelas regiões. Experimentamos tratamentos térmicos objetivando o alívio das tensões. Esperávamos observar também uma diminuição do aspecto facetado em consequência do ataque químico sobre as fibras de um modo geral (observe as Figs. 4.1.2d, 4.1.8d, 4.1.8e e 4.1.13a).

Testamos várias combinações de tratamentos térmicos que abrangeram tempos de 10 a 30 minutos, temperaturas de 190 a 585°C. Inicialmente utilizamos sopradores de calor, o que mais tarde, quando temperaturas mais altas foram testadas, foram substituídos por fornos resistivos. A corrosão sobre as marcas de clivagem puderam ser observadas em parte das fibras para todos os tratamentos térmicos testados. A Fig. 4.1.14 mostra o exemplo de uma fibra submetida ao tratamento térmico mais forte que testamos. O tratamento foi realizado por 30 minutos em forno resistivo estabilizado em 585°C.

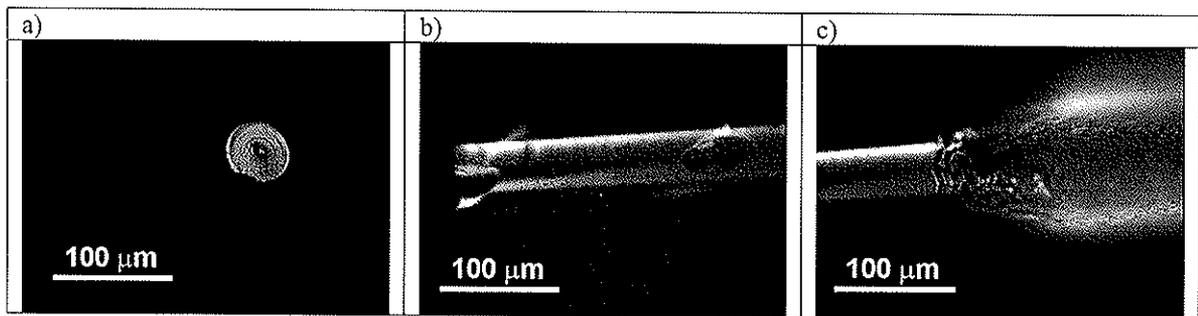


Figura 4.1.14: Fibra submetida a tratamento térmico de 30 minutos em forno resistivo estabilizado em 585°C. Podemos observar a corrosão sobre a marca da clivagem a) na face (inicialmente) clivada b) vista lateralmente. c) A imagem mostra a diferença da rugosidade de superfície entre a porção da fibra corroída pela ação do menisco e a parte que permaneceu imersa na solução 5:1:1. Essa imagem será mencionada na próxima seção. Imagens obtidas por microscópio óptico.

4.1e – Ataque Químico com Camada Protetora

Na literatura, os procedimentos de produção de pontas por ataque químico normalmente apresentam a solução à base de HF coberta por uma camada protetora de Tolueno. O Tolueno é um solvente menos denso que a água e imiscível com a solução de HF. Embora por vezes exista a menção de que a presença do Tolueno altere a energia de interface do menisco com a ponta, não fica clara a função desse solvente para a formação da ponta.

Nas primeiras experiências de produção de pontas realizadas em nosso laboratório, tentamos apenas reproduzir os experimentos publicados a respeito. Por isso, uma camada de Tolueno foi sempre adicionada a solução. Observamos que, com o tempo, o Tolueno se deteriora e se mistura com a solução. Já no período em que realizamos os testes com o método de menisco interrompido (e de tratamento térmico para a eliminação dos efeitos da marca de clivagem) o Tolueno foi suprimido do processo pois dificultava a observação da formação do menisco, vital para a avaliação da extensão da fibra imersa na solução.

Podemos notar claramente na Fig. 4.1.14c a diferença entre rugosidade apresentada pela superfície da fibra corroída pelo menisco e a superfície da porção da fibra que permaneceu imersa na solução. Além disso, observamos nas Figs. 4.1.8b, 4.1.8e e 4.1.14c que até mesmo uma extensão da fibra que se localiza imediatamente acima da altura inicialmente atingida pelo menisco apresenta alta rugosidade devido a ação do vapor de HF liberado pela solução. Por isso, após o abandono do processo de menisco interrompido, decidimos que uma camada protetora deveria ser reincorporada ao processo.

Da experiência inicial na produção de pontas, sabíamos que o uso de Tolueno não apresentaria bons resultados. A essa altura, encontramos o artigo de Puygranier e Dawson [Puy00] que menciona o uso de óleo de girassol como camada protetora. Com essa motivação, testamos inicialmente o óleo de girassol de cozinha. A Fig 4.1.15 apresenta dois exemplos de pontas produzidas por ataque químico com a solução 5:1:1 e camada protetora de óleo de girassol.

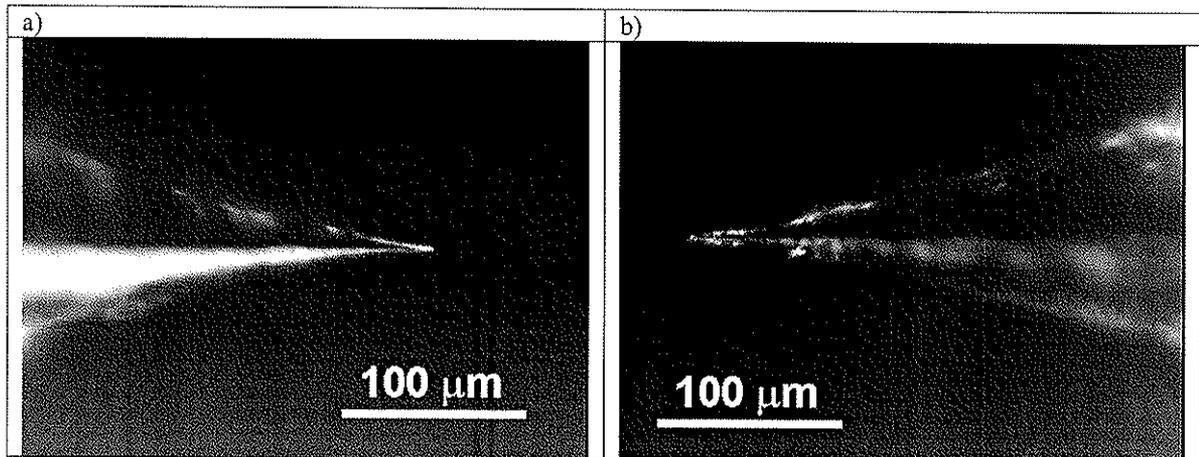


Figura 4.1.15: a) e b) Dois exemplos de pontas produzidas por ataque químico de solução 5:1:1 com camada protetora de óleo de girassol. Imagens obtidas por microscópio óptico.

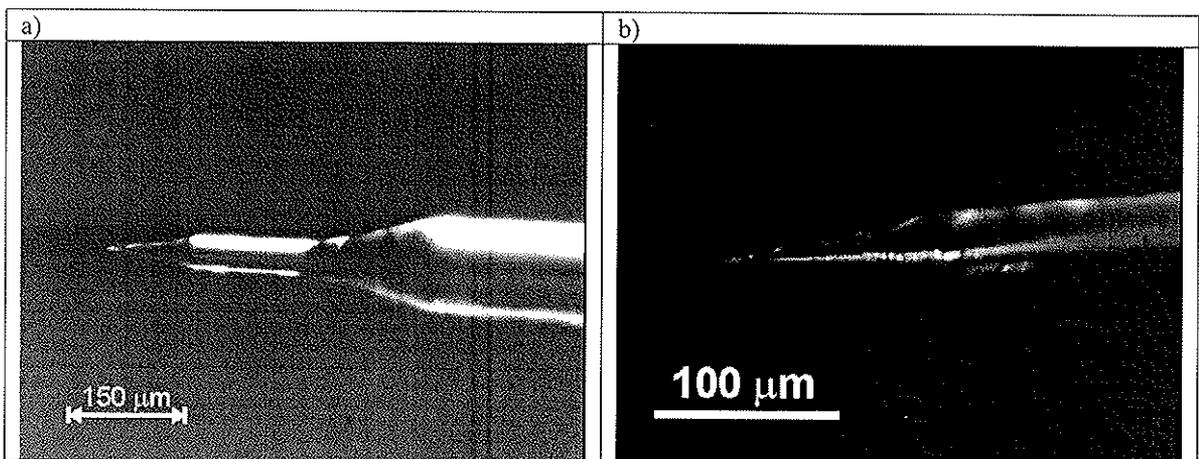


Figura 4.1.16: a) e b) Produção de ponta em duas fase de corrosão. Nesse caso utilizamos solução 5:1:1 com camada protetora de óleo de girassol. Imagens obtidas por microscópio óptico.

Embora por vezes a superfície da ponta resultante apresente boa qualidade (Fig. 4.1.15a), é comum observarmos superfícies facetadas como o da Fig. 4.1.15b. Uma hipótese pode ser atribuída ao fato da porção da fibra posicionada a um raio superior a 20 μm em relação ao *core* (comentada no início do da seção 4.1b) seja composta de um vidro menos refinado e menos uniforme. Assim, em determinados segmentos da fibra, a heterogeneidade da camada externa da fibra resultaria em irregularidade na corrosão de sua superfície. No estágio em que a fibra corroída atingisse o raio inferior a 20 μm a irregularidade do ataque químico viria como um processo continuado do ataque sobre a camada externa. Na tentativa de suprimirmos a progressão continuada da irregularidade da corrosão da camada externa, testamos ataques em dois estágios. Para isso, utilizamos o

aparato de controle do nível da solução desenvolvido para o processo de menisco interrompido. No processo de duas etapas, no momento em que a corrosão por menisco atinge um estágio em que o raio da fibra é inferior a 20 μm , o nível da solução é abaixada aproximadamente 50 μm . Dessa forma, a corrosão por menisco se inicia novamente num segmento da fibra que permanecia imerso na solução, ou seja, com superfície mais uniforme. Apesar dos resultados apresentarem certa melhora em relação à formação da ponta por menisco em uma só etapa, a reprodutibilidade do método ainda não se mostrou suficiente (Fig. 4.4.16). Além disso, devido a camada de óleo, o controle no nível da solução se mostrou mais difícil.

Realizamos então testes com camada protetora de óleo de soja. Utilizamos solução 5:1:1 com corrosão por menisco em etapa simples e em duas etapas. Os resultados obtidos foram muito similares aos obtidos com óleo de girassol.

Como terceira tentativa, utilizamos como camada protetora um óleo mineral cujo nome comercial é Nujol. A Fig. 4.1.17 apresenta dois exemplos de pontas produzidas em solução 5:1:1 em etapa simples.

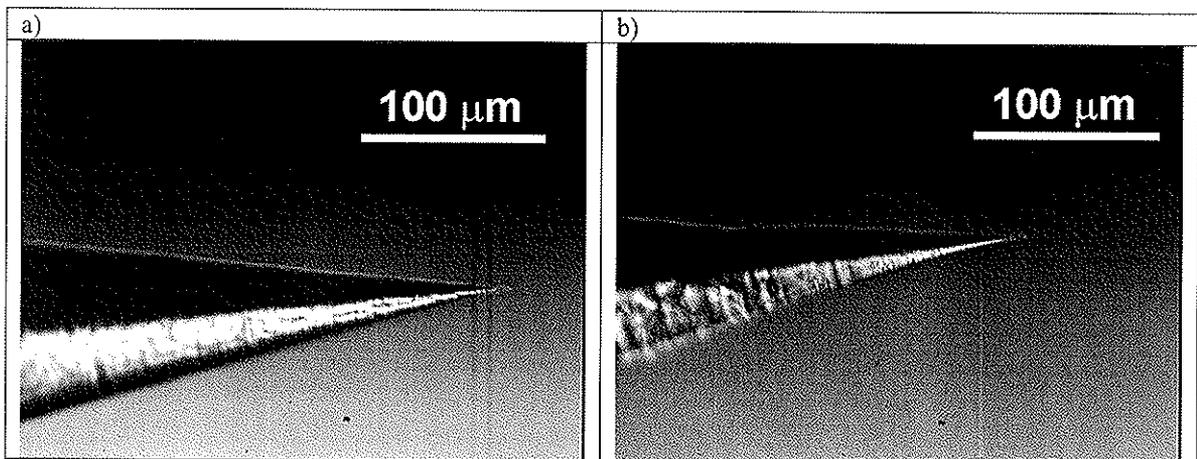


Figura 4.1.17: a) e b) Dois exemplos de pontas produzidas por ataque químico em solução 5:1:1 com camada protetora de Nujol. Neste caso, realizamos corrosão por menisco em etapa simples. Imagens obtidas microscópio óptico.

O processamento de pontas utilizando-se camada protetora de Nujol apresentou reprodutibilidade e bons resultados. Assim, acreditamos que o próximo passo seria um estudo do processo de metalização das pontas. Esse processo vem sendo feito sob

critérios que vêm se alterando freqüentemente, e falta um estudo criterioso para otimizar a eficiência dessa etapa.

A Fig. 4.1.18 mostra a projeção da luz emitida por uma ponta produzida por corrosão com camada protetora de Nujol. A projeção apresenta padrão regular (compare com a Fig. 4.1.1).

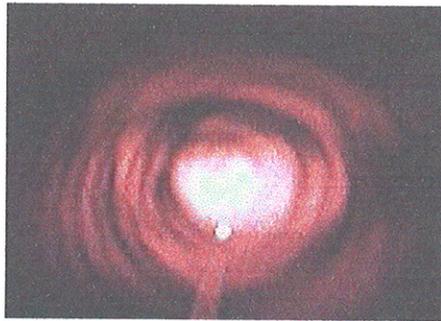


Figura 4.1.18: Projeção da luz emitida por uma ponta produzida por corrosão com camada protetora de Nujol (ponta não metalizada).

Durante o período em que realizamos esse estudo de processamento de pontas por ataque químico ficou claro que um processo reproduzível depende, dentre outras coisas, de estabilidade térmica e mecânica. Como um exemplo, podemos citar que a qualidade e reprodutibilidade das pontas obtidas teve sensível melhora no momento em que passamos a realizar as corrosões sobre uma bancada de granito localizada numa sala pouco acessada por pessoas. Ou seja, acreditamos que pequenas vibrações do sistema utilizado nos ataques químicos representavam grandes variações no comportamento do menisco responsável pela formação da ponta.

Relatamos aqui apenas os testes que apresentaram resultados próximos aos desejados. Porém houveram outros testes com resultados inferiores. Um teste em especial vale ser mencionado devido a originalidade do processo. Testamos ataque químico com o *core* da fibra protegido com resina odontológica. Nesse processo, uma extremidade da fibra inicialmente clivada (ou já atacada por 1 hora em solução 5:1:1 como na Fig. 4.1.4b) é introduzida em resina odontológica e a luz de um laser de He-Cd é injetado na outra extremidade. A luz azul do laser polimeriza a resina apenas na região do *core*. O restante na resina é removido e a fibra é submetida ao ataque químico. No âmbito conceitual do processo, a resina serviria como camada protetora sobre o *core*

preservando-o por um certo tempo durante o ataque químico, garantindo uma ponta mais centralizada e protuberante. Porém os resultados não foram razoáveis.

Sendo assim, após longo período de testes e dado o resultado obtido com o processo de ataque com camada protetora de Nujol, resolvemos tomar esse procedimento como padrão para confecção de pontas para o MO-SNOM. No período anterior ao estudo aqui mencionado, o índice de aproveitamento das pontas era inferior a 1%. Com o novo processo adotado, o aproveitamento subiu para aproximadamente 80%. Na seção 4.4d descrevemos os primeiros resultados obtidos com esse novo tipo de ponta.

4.2 – Modelização das “Orelhas de Mickey”

Dentre vários outros fatores, um bom controle da polarização da luz emitida pela ponta de prova é fundamental para bons resultados do MO-SNOM. A polarização da luz ao longo do caminho óptico formado na fibra pode ser alterado devido às tensões internas intrínsecas ou induzidas. As tensões internas, em geral inevitáveis e indesejáveis, podem ser induzidas para controle da polarização da luz por meio de birrefringências controladas. Utilizando-se este artifício, é possível construir um dispositivo de controle da polarização, conhecido como “orelhas de Mickey”. Esse dispositivo é constituído de um sistema de laços (*loops*) aplicados a fibra óptica que criam uma birrefringência regular induzida por tensão.

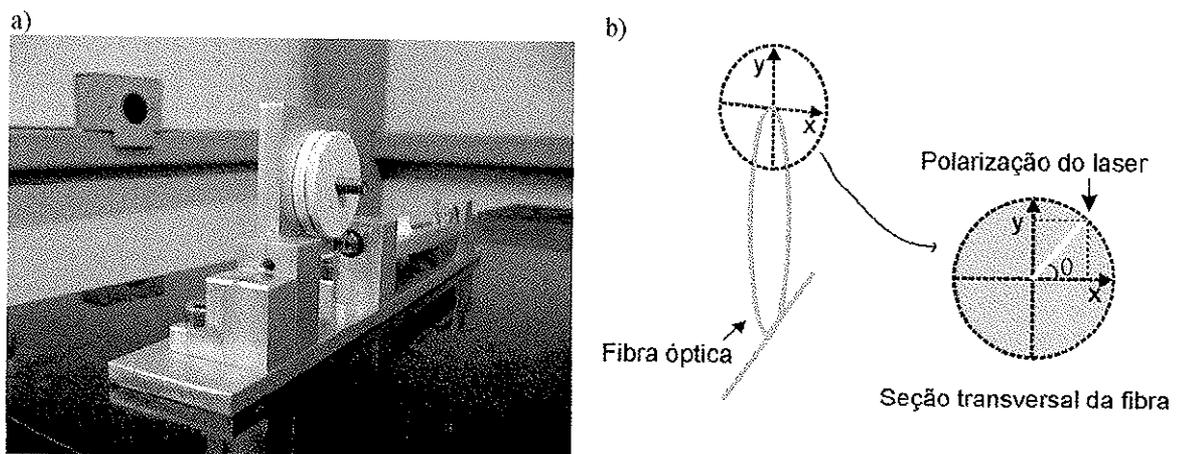


Figura 4.2.1: a) Foto de uma “orelha de Mickey” utilizada no LMM. b) Diagrama mostrando o sistema de coordenadas resultante da birrefringência criada pela tensão regular dos laços aplicados numa fibra óptica.

Podemos atribuir um sistema de coordenadas ao problema da alteração da polarização da luz ao longo do laço (Fig. 4.2.1). Definimos o eixo x paralelo ao eixo do laço e o eixo y é radial em relação ao centro do laço. Assim sendo, tomando-se uma seção transversal da fibra, o laço induz uma tensão mecânica ao longo do eixo y . Essa tensão faz do laço um sistema birrefringente, apresentando um índice de refração diferente para cada uma das componentes x e y do sistema. Suponhamos que imediatamente antes de um laço de raio R , a luz apresenta uma polarização linear que faz um ângulo θ com o eixo x . Assim, podemos dividir a polarização da luz em suas componentes x e y . Como a velocidade de propagação é dependente do índice de refração do meio, ao final do laço as

duas componentes apresentarão uma diferença de fase. A polarização e a elipticidade da luz ao fim do laço dependerá do módulo dessas duas componentes e da diferença de fase integrada ao longo do perímetro $2\pi R$. Consideremos agora situações especiais. Se $\theta = 45^\circ$, as componentes x e y da polarização da luz apresentam o mesmo módulo. Se acrescentarmos ainda a condição de que, ao fim do caminho óptico, a diferença de fase for de 90° , ou seja, de $\frac{1}{4}$ de comprimento de onda ($\lambda/4$), a polarização resultante ao fim do laço será circular. Assim, dizemos que o laço que apresenta uma diferença de fase de $\lambda/4$ altera a elipticidade da luz que se propaga na fibra. Com um raciocínio análogo, um laço que apresenta uma diferença de fase de 180° ($\lambda/2$) entre x e y funciona como um rotator de polarização.

Num sistema como esse, a intensidade da birrefringência induzida ($\Delta\tilde{n}$) é função do raio do *cladding* da fibra (r), do raio do laço (R) e da deformação axial gerada pela tensão de estiramento aplicada sobre a fibra (ε) [www.thorlabs.com, Hua94] (eq. 4.2a). Assim, para um dado comprimento de onda e um dado tipo de fibra óptica, é conveniente utilizar um diâmetro de laço tal que uma volta corresponderia a uma diferença de fase de $\lambda/2$ ou $\lambda/4$.

$$\Delta\tilde{n} = C \left[\frac{1}{2} \frac{r^2}{R^2} + 2\varepsilon \frac{r}{R} \right] \quad 4.2a$$

onde

$$C = \frac{1}{2} n_0^3 (p_{11} - p_{12}) (1 + \nu) \quad 4.2b$$

onde n_0 é o índice de refração do *core* da fibra, p_{11} e p_{12} são as componentes da matriz fotoelástica e ν é o coeficiente de Poisson do meio considerado. Em geral, os parâmetros p_{11} , p_{12} e ν são obtidos por meio de tabelas.

A diferença de fase (F) que resulta da diferença de caminho óptico dependerá do número de voltas que a fibra executa no laço (N), do comprimento de onda do laser utilizado (λ)

$$F = N \frac{2\pi}{\lambda} (2\pi R) \Delta\tilde{n} \quad 4.2c$$

Caracterizamos experimentalmente e modelizamos fenomenologicamente o comportamento de uma orelha de Mickey. O primeiro aspecto a ser esclarecido aqui é o procedimento de caracterização que utilizamos para definir se o comportamento do diâmetro do laço adotado está de acordo com o desejado. Para isso, medimos o comportamento da elipticidade e do ângulo da polarização na saída do laço em função de θ (Fig. 4.2.1). O aparato experimental utilizado está esquematizado na Fig. 4.2.2. A luz de um laser diodo modulado é polarizada verticalmente e injetada na fibra. O ângulo θ é ajustado variando-se a inclinação do laço em relação a horizontal (Fig. 4.2.2b). O analisador permite avaliar a elipticidade e o ângulo de polarização na saída do laço.

Porém, uma vez que o comportamento da polarização e da elipticidade não estão de acordo com o esperado para os casos especiais ($\theta = 45^\circ, 90^\circ$ etc), como avaliar a defasagem óptica efetiva do laço caracterizado? Com essa finalidade, um pequeno programa de simulação foi desenvolvido em linguagem *Lab-talk*. Trata-se de uma linguagem semelhante a C, desenvolvida para o ambiente do *software* gráfico *Origin* da *Microcal*. O programa simula o comportamento do ângulo de polarização (ϕ) e da elipticidade da luz na saída do laço em função de θ e da diferença de caminho óptico induzida pelo laço. O programa permite avaliar também diferenças de absorções ópticas em relação aos eixos x e y do sistema. O modelo teórico fenomenológico do programa segue o padrão a seguir.

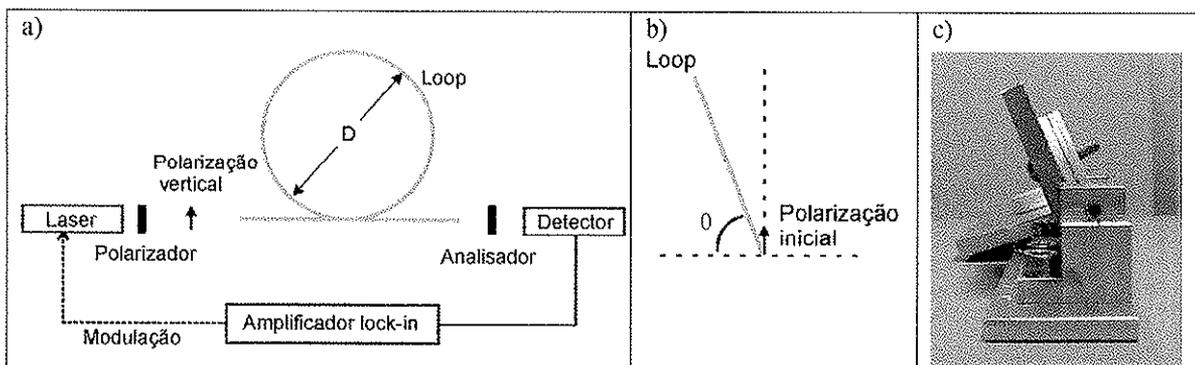


Figura 4.2.2: Esquema da montagem experimental para caracterização dos diferentes diâmetros de *laço* aplicados à fibra, **a)** de lado, **b)** de frente e **c)** foto correspondente ao diagrama **b)**.

A luz polarizada do laser é expressa da seguinte forma:

$$\vec{L}(a) = \vec{A} \sin(a) \quad (4.2d)$$

onde \vec{A} é a amplitude inicial do campo elétrico da luz e forma um ângulo θ em relação ao sistema de referência. A variável a abrange os fatores temporal ωt e espacial $\vec{k} \cdot \vec{r}$. Uma vez que a luz é injetada na fibra podemos decompor a polarização em relação ao sistema de coordenadas x e y . Assim, temos:

$$L_x(a) = A \cos \theta \sin(a) \quad (4.2e)$$

$$L_y(a) = A \sin \theta \sin(a) \quad (4.2f)$$

Na saída do laço, as componentes da polarização apresentam uma diferença de fase F . Se atribuímos essa diferença de fase a componente x , a expressão para a componente y ficaria da mesma forma, logo:

$$L_x(a) = A \cos \theta \sin(a + F) \quad (4.2g)$$

$$L_y(a) = A \sin \theta \sin(a) \quad (4.2h)$$

Definimos a diferença de absorção I_{abs} como um termo multiplicativo (variando de 0 a 1) em A na componente x da polarização, assim a componente y continua com a mesma expressão:

$$L_x(a) = A(I_{abs}) \cos \theta \sin(a + F) \quad (4.2i)$$

$$L_y(a) = A \sin \theta \sin(a) \quad (4.2j)$$

Dessa forma, a elipticidade e o ângulo ϕ são avaliados em função de θ , da diferença de fase F e a diferença de absorção I_{abs} .

O programa desenvolvido está transcrito no Apêndice 1. As Figs. 4.2.3 e 4.2.4 apresentam alguns comportamentos simulados da elipticidade e do ângulo de polarização na saída do laço (ϕ).

De acordo com a definição aqui usada, a elipticidade varia de 0 (linear) a 1 (circular). Numa primeira análise da Fig. 4.2.3, notamos que, para qualquer defasagem gerada pelo laço, o comportamento da elipticidade se repete em períodos de 90° em θ . Esse comportamento é esperado para um sistema onde a birrefringência é definida em termos de eixos ortogonais. Para o caso do laço com defasagem de 90° , a luz na saída é inicialmente linear ($\theta = 0^\circ$) passa a ser circular para $\theta = 45^\circ$ e volta a ser linear para $\theta = 90^\circ$. Esse é o comportamento esperado para uma $\lambda/4$. Para os outros valores de defasagens geradas pelo laço (seja ela maior ou menor que 90° e diferente de 180°) o

comportamento é semelhante, porém para $\theta = 45^\circ$ a luz não chega a ser circular. Note que, no caso de uma defasagem de 180° , vemos que a luz na saída permanece sempre linear (elipticidade = 0), o que é esperado para um rotator de polarização.

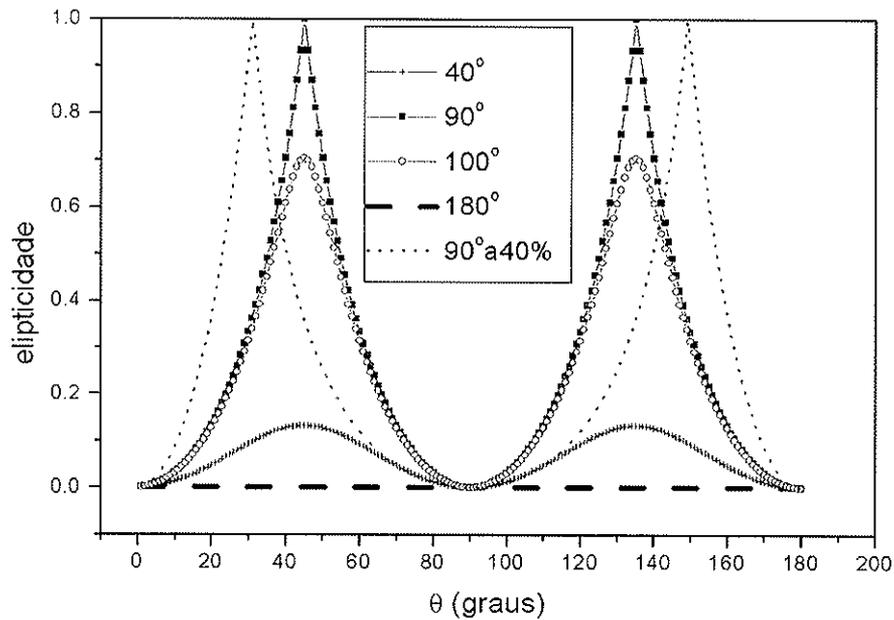


Figura 4.2.3: Comportamentos simulados da elipticidade em função do ângulo inicial da polarização θ . Os diferentes comportamentos apresentados se referem a diferentes defasagens geradas pelo *laço*.

O que podemos observar também na Fig. 4.2.3 é o efeito esperado para uma diferença de absorção entre os eixos x e y do sistema. Notamos que os comportamentos são muito semelhantes aos sistemas sem absorção correspondentes em defasagem, porém deslocados lateralmente. Na Fig. 4.2.3 observamos o exemplo para uma defasagem de 90° porém com uma diferença

sistema passe pelo θ correspondente à polarização circular, onde ocorre um salto de 90° em ϕ . Apesar do salto, o comportamento apresentado na Fig. 4.2.4 se refere a uma transição gradativa de uma polarização linear em x, passando pela polarização circular até a polarização linear em y. Ainda numa análise correlacionando as Figs. 4.2.3 e 4.2.4, vemos que qualquer defasagem diferente de 90° e 180° apresenta comportamento misto de controlador de elipticidade e de rotator de ângulo de polarização. Por isso, é fundamental encontrarmos os diâmetros de laços que resultem em comportamentos que mais se assemelham aos apresentados nas Figs. 4.2.3 e 4.2.4 para defasagens de 90° e 180° .

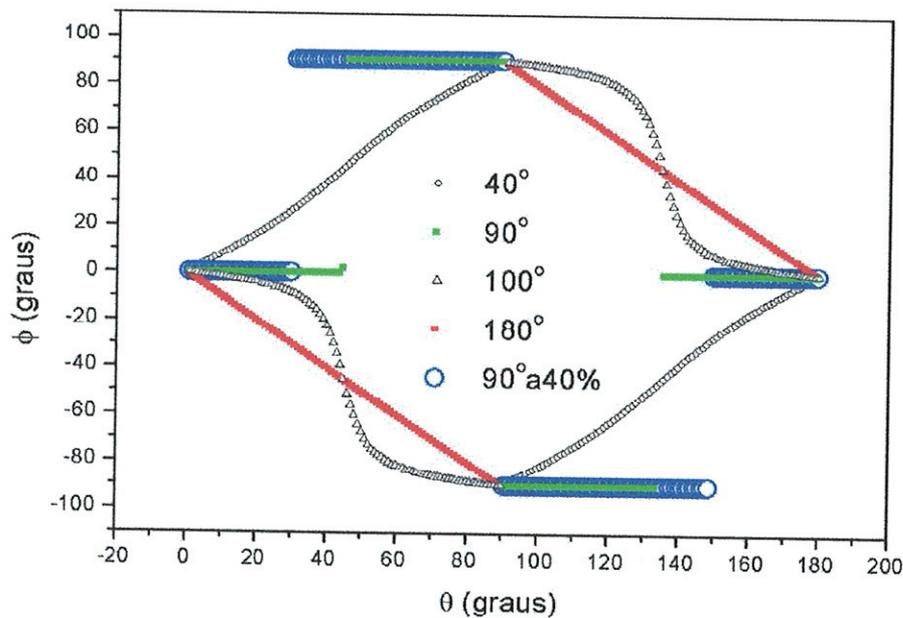


Figura 4.2.4: Comportamentos simulados do ângulo de saída da polarização (ϕ) em função do ângulo inicial da polarização θ . Os diferentes comportamentos apresentados se referem a diferentes defasagens geradas pelo *laço*.

A Fig. 4.2.5 mostra resultados experimentais de elipticidade e ϕ em função de θ obtidos para um laço de 3 cm de diâmetro. Para esse diâmetro, esperávamos obter uma defasagem de 90° . De forma surpreendente, a elipticidade apresenta um comportamento que não se repete a cada 90° em θ . Nesse caso, a periodicidade entre as transições linear-elíptico-linear parece ficar em torno de 60° . Além disso, o valor máximo da elipticidade obtido em cada período é distinto. Para $\theta = 60^\circ$, observamos um máximo da elipticidade

(0.87) e um salto em ϕ . Trata-se de um indício de que o comportamento obtido está próximo de uma defasagem de 90° .

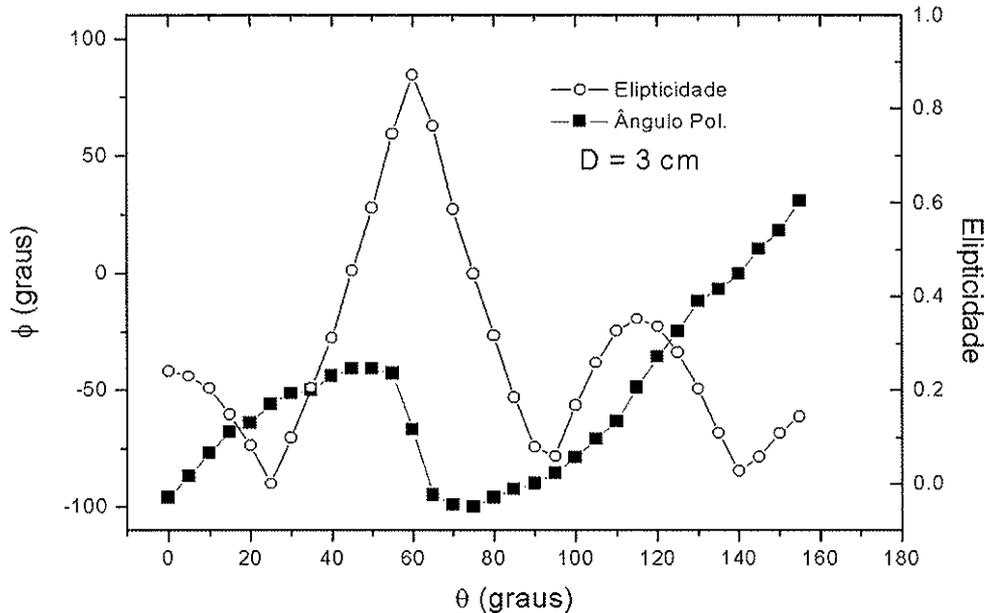


Figura 4.2.5: Comportamento obtido experimentalmente da elipticidade e de ϕ em função de θ para um laço de 3 cm de diâmetro.

As caracterizações dos diâmetros de laço se mostraram reproduzíveis sempre que a montagem do sistema permanecia intacto. Uma vez que a fibra era retirada do caminho óptico para mais tarde ser recolocada, dificilmente os mesmos resultados eram observados mesmo que o diâmetro do laço fosse preservado. Assim, concluímos que condições iniciais são fortemente determinantes em sistemas do tipo “orelhas de Mickey”. Essas condições iniciais determinam diferentes distribuições de tensões ao longo da fibra que geram outros tipos de anisotropias refrativas. Em termos práticos podemos citar: tensões aplicadas à fibra ao fixá-la ao aparato experimental (tensões que podem ser longitudinais ou de cisalhamento), posição inicial do laço (θ) quando a fibra é posicionada, comprimento da fibra (o que gera diferentes disposições das partes do sistema e dos pontos de fixação, o que, de fato, altera a distribuição das tensões), etc. Por isso, faz-se necessário estudar formas de tornar esses outros elementos mais controlados. Esperamos assim melhorar a reprodutibilidade das caracterizações tornando possível a

determinação do diâmetro adequado. Apesar da simplicidade aparente, o modelo formulado apresenta várias sutilezas e o resultado ajudou na compreensão dos dados experimentais.

Por outro lado, embora não tenha sido obtido um controle quantitativo das condições de polarização, obtivemos um dispositivo que nos permite otimizar a polarização de maneira a trabalharmos na configuração de Kerr transversal.

4.3 – Preparação das amostras

A principal amostra deste trabalho foi um filme fino magnético de 80 nm de espessura estruturado por litografia eletrônica. Trata-se de uma rede de partículas quadradas cujos tamanhos variam de $0,5 \times 0,5 \times 0,08$ até $32 \times 32 \times 0,08 \mu\text{m}^3$. Depositado em temperatura de N_2 líquido, o filme apresenta estrutura amorfa e a composição nominal é $\text{Co}_{70,4}\text{Fe}_{4,6}\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$. Nestas condições o material apresenta alta susceptibilidade magnética, alta resposta magnetoóptica (para $\lambda = 670 \text{ nm}$) e baixa coercividade ($H_c < 10 \text{ Oe}$). Utilizamos como substrato uma lâmina de Si (100) cortada em $15 \times 15 \text{ mm}^2$. A Fig. 4.3.1 mostra uma imagem da amostra obtida com microscópio óptico convencional. Na parte superior podemos observar uma série de partículas maiores alinhadas. Estas partículas correspondem ao tamanho de $32 \times 32 \times 0,08 \mu\text{m}^3$. O alinhamento logo abaixo corresponde às partículas de $16 \times 16 \times 0,08 \mu\text{m}^3$. As menores partículas visíveis na Fig. 4.3.1 correspondem ao tamanho de $4 \times 4 \times 0,08 \mu\text{m}^3$. No momento da aquisição da imagem, o microscópio estava configurado de forma a apresentar o contraste magnético via efeito Kerr longitudinal. Os domínios de fechamento são visíveis nas partículas maiores. A Fig. 4.3.1 sugere que a amostra abrange sistemas magnéticos análogos, porém diferindo em tamanho. A variação gradativa das dimensões das partículas permite que os resultados obtidos com o MO-SNOM para as partículas maiores sejam verificadas com microscopia Kerr de campo-distante. Além disso, o comportamento verificado para as partículas maiores pode ser utilizado como parâmetro para uma estimativa do comportamento das partículas menores. Essa estimativa funciona como um ponto de partida para a interpretação dos resultados obtidos com o MO-SNOM.

Segue o procedimento adotado para a produção da amostra estruturada de CoFeSiB:

- Inicialmente, o substrato é colocado numa placa quente (*hot plate*) a uma temperatura de 150°C durante 10 minutos para eliminação da umidade residual. Em seguida, com a ajuda de um equipamento que submete o substrato à rotações com velocidades controladas (*spinner*), colocamos uma camada dupla de resinas sensíveis ao feixe de elétrons produzido pelo microscópio eletrônico. Estas resinas são chamadas de resistes.

- A primeira camada de resiste (PMMA ARP631-09 – 50k) é colocada sobre o substrato Si e este é submetido a uma rotação de 6000 rpm por 50 segundos. O processo resulta numa cobertura de resiste de aproximadamente 0.4 μm .
- Depois, o substrato é colocado novamente sobre a placa quente a uma temperatura de 180°C e lá permanece por 20 minutos.
- A segunda camada de resiste (PMMA ARP651-09 – 496k com diluição 2:1 [AR600-01:ARP651-09]) é colocada sobre o substrato e este é submetido a uma rotação de 8000 rpm por 50 segundos. Esta camada de resiste possui uma espessura aproximada de 0.2 μm .
- Em seguida, o substrato é colocado sobre a placa quente a uma temperatura de 150°C por 20 minutos.

Assim, o substrato está pronto para o processo de exposição.

- A estrutura desejada é desenhada sobre as camadas de resiste com o feixe de elétrons produzido pelo microscópio eletrônico. As cargas utilizadas são de aproximadamente 100 μC e a corrente do feixe é da ordem de 80 pA. Nas áreas atingidas pelo feixe, as propriedades dos resistes são alteradas.

A litografia é então submetida ao processo de revelação.

- Dentro de um béquer, colocamos o substrato imerso por 2 minutos num solvente a base de Clorobenzeno denominado de revelador (ART 600-55). Este solvente eliminará somente a porção dos resistes atingida pelo feixe eletrônico. Em seguida, em outro béquer, o substrato é imerso por 30 segundos numa outra substância denominada *stopper* (ART 600-60). O objetivo deste último procedimento é apenas bloquear a continuidade do processo feito pelo revelador. Como resultado, temos uma superfície coberta de resiste, com exceção das áreas ocupadas pela estrutura desejada sobre o substrato.

Depositamos o filme.

- No LMM, o substrato é colocado no interior da câmara do *Magnetron Sputtering*, onde o filme magnético de CoFeSiB é depositado. As condições de deposição são: Potência do plasma: $P_p = 50\text{W}$, Pressão de Ar na câmara: $P_{Ar} 3,0\text{ mTorr}$. A deposição é feita em temperatura de N_2 líquido para garantir uma estrutura amorfa.

Finalmente, retiramos o que sobrou dos resistes e o que fica é somente a estrutura.

- O substrato é submetido ao processo de *Lift-off*. Para isso, utilizamos um ultrassom com água e um bquer com solvente a base de Clorobenzeno (ART 600 – 01). Tanto a água quanto o solvente são mantidos a temperatura de 80°C. Durante 2 minutos a amostra é mantida imersa no solvente enquanto o bquer é mantido no ultrassom. Todo o filme depositado sobre o resiste se desprende da amostra na medida em que o solvente reage com os resistes, restando somente o que foi depositado diretamente sobre o substrato.

A produção de amostras por litografia em conjunto com o Prof. Dr. Antonio Carlos Seabra no Laboratório de Sistemas Integráveis (EPUSP) começou tão logo o projeto se iniciou. A amostra estruturada de CoFeSiB foi uma das primeiras a serem obtidas. Outras amostras foram produzidas e outras foram tentadas. Em todos os casos, o processo utilizado foi semelhante ao descrito acima.

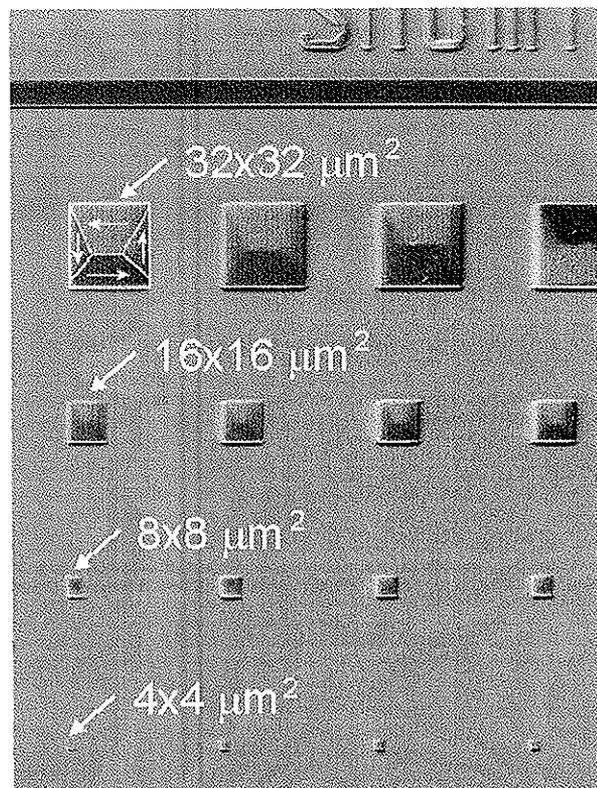


Figura 4.3.1: Imagem da amostra estruturada de CoFeSiB obtida com microscópio óptico em campo-distante. A estrutura de quatro domínios de fechamento observado para as partículas maiores (de $32 \times 32 \times 0.08 \mu\text{m}^3$ e $16 \times 16 \times 0.08 \mu\text{m}^3$) é uma evidência do comportamento magnético determinado pela forma das partículas. Além disso, a parede de domínio de 180° indica uma pequena anisotropia magnética na direção horizontal.

4.4 – Resultados Obtidos com o MO-SNOM

Como já descrito no Cap. 3, o MO-SNOM permite obter imagens de contrastes topográfico, óptico e magnetoóptico de uma dada amostra. Do modo como foi configurado no LMM, o principal objetivo é a caracterização magnetoóptica de amostras em alta resolução. Essa caracterização compreende basicamente curvas de histerese local e imagens de susceptibilidade magnetoóptica diferencial (MODS). Grande parte desse capítulo discorre sobre os resultados obtidos na amostra estruturada de CoFeSiB. Estes resultados possuem interpretação baseada também em simulações micromagnéticas e microscopia Kerr em campo-distante. Iniciamos com os estudos feitos numa partícula de $16 \times 16 \times 0.08 \mu\text{m}^3$ e na seqüência seguimos para a série de imagens obtidas numa partícula de $4 \times 4 \times 0.08 \mu\text{m}^3$. Por fim, descrevemos os resultados complementares obtidos em estruturas maiores e em outras amostras.

4.4a – A partícula de $16 \times 16 \times 0.08 \mu\text{m}^3$

No início das atividades de aquisição de dados com o MO-SNOM, não tínhamos boa estimativa das capacidades e limitações das informações que poderiam ser obtidas. Por isso, decidimos iniciar os estudos num sistema cujo comportamento pudesse ser verificado por microscopia Kerr convencional. Na Fig. 4.3.1 podemos observar os domínios de fechamento para as partículas maiores da amostra estruturada de CoFeSiB. Por isso, essas partículas tornaram-se potenciais objetos de estudos para o MO-SNOM na ocasião. Como descrito na seção 4.3, o $\text{Co}_{70.4}\text{Fe}_{4.6}\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$ amorfo apresenta alta susceptibilidade magnética e anisotropias magnetocristalina e magnetostrictiva praticamente nulas. Assim, o comportamento magnético da partícula é determinado basicamente pela anisotropia de forma. A estrutura de quatro domínios de fechamento observado para as partículas de $32 \times 32 \times 0.08 \mu\text{m}^3$ e $16 \times 16 \times 0.08 \mu\text{m}^3$ é uma evidência do comportamento magnético determinado pelo formato quadrado das partículas. Note a existência de uma parede de domínio de 180° separando os domínios horizontais. Trata-se de um indício da existência de uma pequena anisotropia magnética na direção determinada pela parede.

Na ocasião do início dos procedimentos de medida com o MO-SNOM, o limite máximo de varredura do sistema piezo-elétrico compreendia uma área de aproximadamente $15 \times 15 \mu\text{m}^2$. Por isso optamos por estudar uma partícula de $16 \times 16 \times 0.08 \mu\text{m}^3$. A Fig. 4.4.1 mostra as imagens óptica e topográfica da partícula estudada obtidas simultaneamente. Note que o contraste óptico obtido entre o filme de CoFeSiB e o substrato de Si apresenta boa correspondência com a topografia. Na imagem óptica podemos observar duas franjas: uma na borda superior (escura) e outra na borda inferior (clara) da partícula. Podem ser resultado da diferença de posição das pontas óptica e mecânica, porém são reprodutíveis e freqüentemente observadas nas imagens ópticas das partículas estudadas. Estas franjas foram observadas por outros autores em experimentos ópticos em campo-próximo de amostras metálicas estruturadas. Ainda não existe na literatura uma explicação para as franjas na imagem óptica. São fenômenos dependentes da polarização da luz emitida pela ponta [For00].

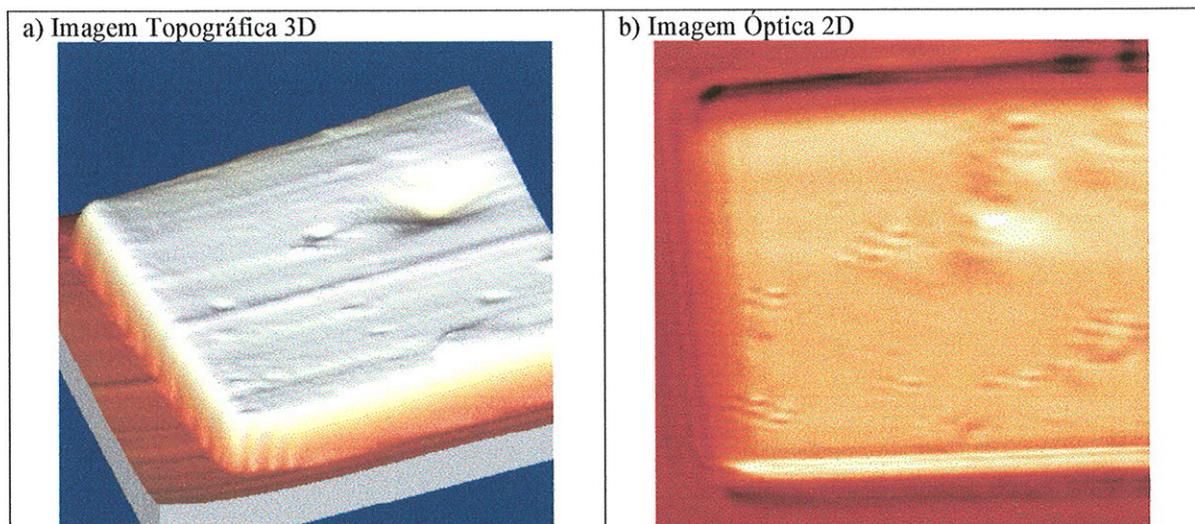


Figura 4.4.1: Imagens topográfica, óptica e de susceptibilidade diferencial obtidas com o MO-SNOM de uma partícula de $\text{Co}_{70.4}\text{Fe}_{4.6}\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$ amorfo com dimensões $16 \times 16 \times 0.08 \mu\text{m}^3$.

Uma grande quantidade de curvas de histerese local foram obtidas em diferentes posições da superfície da partícula. Todavia, antes de discorrermos sobre os resultados obtidos nesse tópico, seria relevante discutir sobre certos aspectos das medidas locais. Vamos fazer um experimento imaginário. Tomemos um sistema simples como uma partícula magnética retangular de coercividade nula e susceptibilidade constante ao longo

de todo o processo de magnetização. Num equipamento como um SQUID ou um VSM, a curva de histerese $m \times H$ teria o comportamento como esquematizado na Fig. 4.4.2.

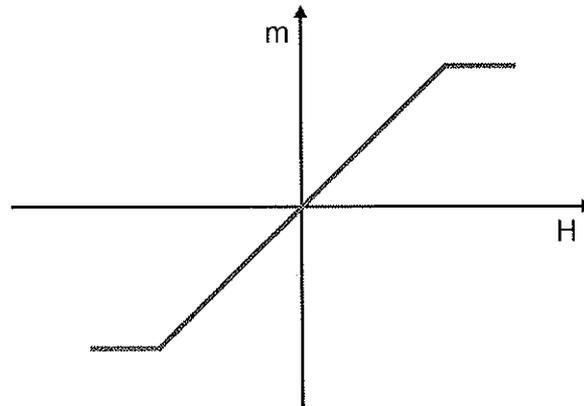


Figura 4.4.2: Curva de histerese $m \times H$ esperada para uma partícula magnética de coercividade nula e susceptibilidade constante durante todo processo de magnetização.

Ainda por motivo de simplificação, suponhamos que as configurações de domínio magnético durante o ciclo de histerese seja de acordo com a seqüência a-h esquematizada na Fig. 4.4.3.

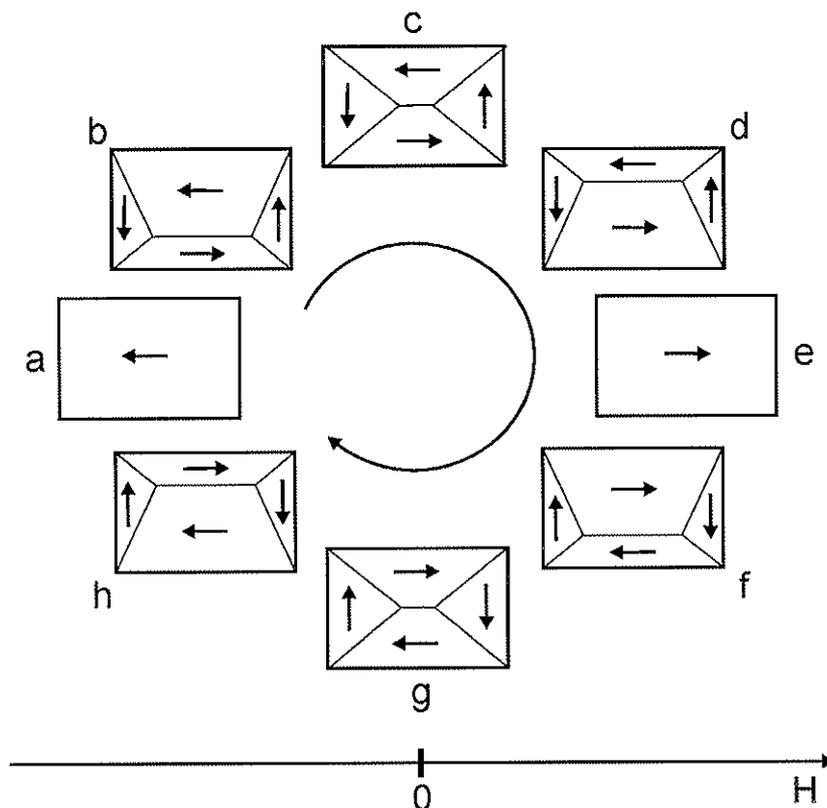


Figura 4.4.3: Configurações de domínio magnético da partícula imaginária em diferentes estágios do ciclo de histerese.

Consideremos agora medidas de histerese locais em 3 posições diferentes da superfície da partícula imaginária. As posições das medidas estão indicadas na Fig. 4.4.4.

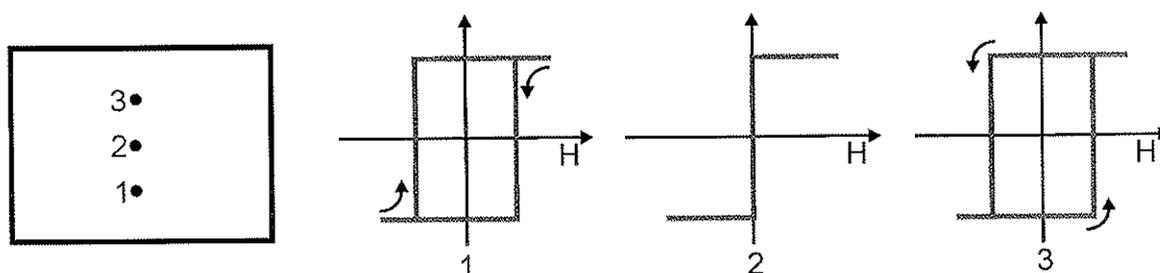


Figura 4.4.4: Curvas de histerese locais sobre a partícula imaginária. Apesar da partícula apresentar coercividade nula e susceptibilidade finita na curva obtida tradicionalmente, as curvas de histerese locais apresentam comportamentos distintos. A susceptibilidade nas três curvas é conceitualmente infinita e a coercividade local é negativa na posição 1. Por esse motivo, os termos usados para designar os parâmetros de uma curva de histerese tradicional devem ser aplicados com restrição para o caso local.

Se partirmos da saturação negativa (Fig. 4.4.3a), vemos que na Fig. 4.4.3b a parede de domínio de 180° passa pelo ponto 1. Assim, a magnetização na posição 1 reverte para o sentido positivo antes que o campo atinja valor nulo, ou seja, quando o campo ainda é negativo. Processo análogo ocorre partindo da saturação positiva (Fig. 4.4.3e), quando a parede de domínio de 180° passa pelo ponto 1 na situação da Fig. 4.4.3f. Ou seja, se utilizássemos os parâmetros definidos para uma curva de histerese convencional, diríamos que a curva de histerese na posição 1 possui coercividade negativa. Fazendo-se uma construção análoga, diríamos que a coercividade na posição 2 é nula e na posição 3 é positiva. A susceptibilidade diferencial na coercividade local, por sua vez, é praticamente infinita nos três casos (Fig. 4.4.4). Por isso, concluímos que devemos utilizar com cuidado os parâmetros extraídos de uma curva de histerese local. Além disso, preferimos denominar a “coercividade local” de “campo de reversão local” ou H_r , indicando que o parâmetro apenas indica o valor do campo em que a magnetização local reverte.

Apesar de considerarmos uma condição especial no nosso experimento imaginário, conclusões análogas seriam obtidas em outros sistemas considerados, inclusive nas medidas experimentais obtidas para a partícula de $16 \times 16 \times 0.08 \mu\text{m}^3$. Levando-se essa generalização em conta, vemos que é necessário um novo conjunto de definições de parâmetros para descrever localmente os fenômenos magnéticos locais.

Na Fig. 4.4.5 apresentamos 12 das curvas de histerese obtidas em diferentes pontos da partícula. Numa análise geral, podemos observar que as curvas apresentam comportamentos distintos, indicando que estamos tratando de comportamentos locais. Observando-se as medidas realizadas ao longo linha ortogonal ao campo (linha tracejada), notamos que o campo de reversão H_r é significativamente maior nas posições próximas da borda da partícula.

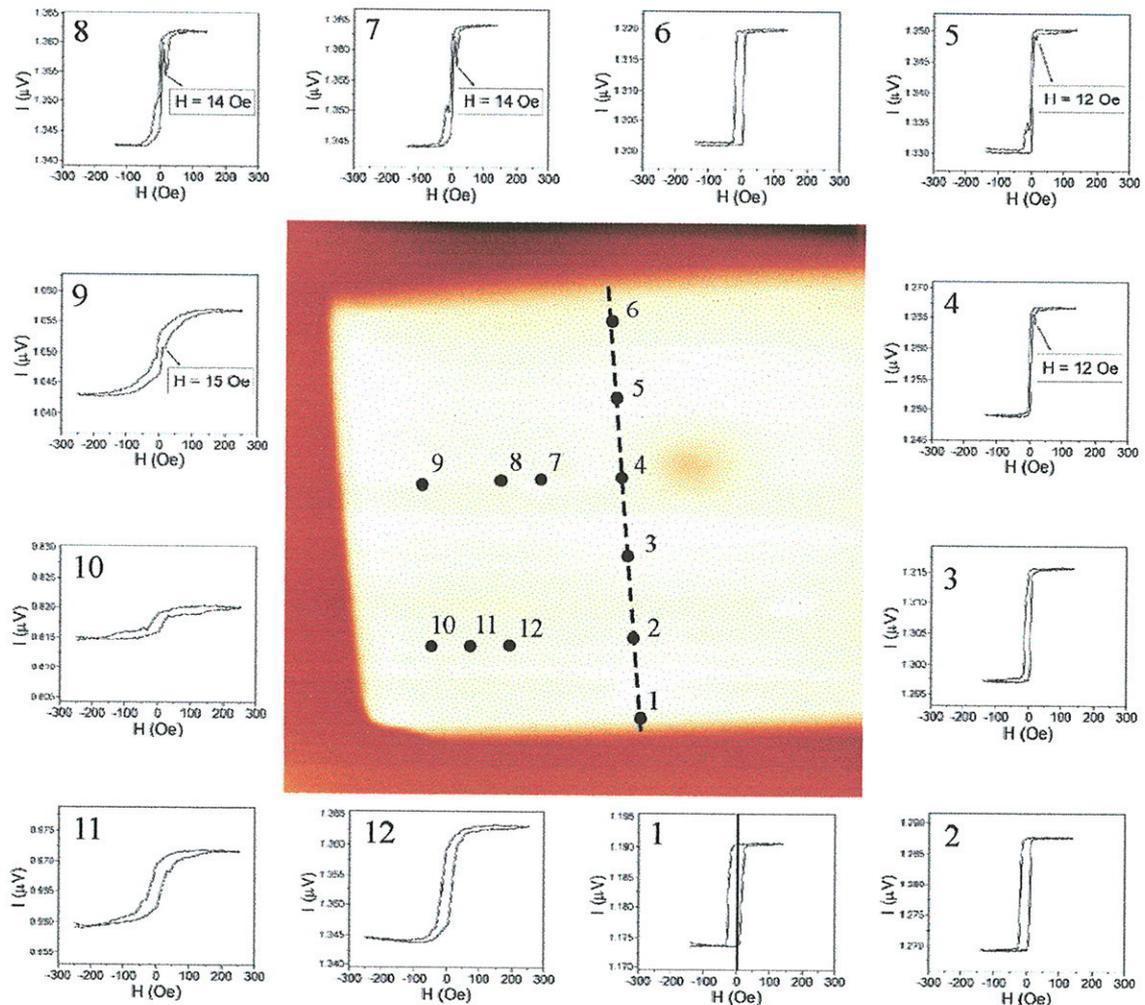


Figura 4.4.5: Curvas de histerese locais obtidas em diferentes posições ao longo da partícula de $16 \times 16 \times 0.08 \mu\text{m}^3$. Ao centro da figura temos uma imagem topográfica da partícula em representação bidimensional onde estão indicadas as posições das curvas de histerese locais adquiridas.

Sob o ponto de vista da susceptibilidade, altos valores são observados nas curvas obtidas ao longo da linha tracejada (posições 1 a 6), o que é característico do processo de magnetização por movimento de paredes de domínio (provavelmente uma parede de

domínio de 180°). Em contrapartida, as posições 9, 10 e 11 apresentam susceptibilidades menores. Isso porque estes pontos estão localizados em domínios cujo processo de magnetização está mais relacionado a rotação coerente dos *spins*. Note o aumento sistemático da susceptibilidade conforme o ponto de medida varia da posição 10 para a posição 12, ou seja, provavelmente devido a transição entre domínios magnéticos adjacentes com orientações magnéticas ortogonais.

Outro aspecto interessante são as curvas de histerese que apresentam um pequeno vale após da inversão da magnetização (posições 4, 5, 7 e 8). Esse comportamento indica que, a medida que o campo aplicado aumenta de intensidade chegando ao valor do campo de reversão referente àquela posição da partícula (por volta de 5 Oe para as posições referidas nesse parágrafo), a magnetização local apresenta uma reversão rápida e quase total. Em seguida, conforme a intensidade do campo aumenta ainda mais (entre 12 e 14 Oe), a magnetização local (de uma maneira mais ou menos intensa) se desalinha com o campo aplicado. A medida que o campo aplicado passa de 14 Oe, a magnetização local volta a se alinhar ao campo, atingindo o estado de saturação. Na Fig. 3.6 do Cap. 3 tomamos a histerese da posição 7 como exemplo e podemos notar, nas “imagens de histerese”, que o pequeno pico após a reversão magnética ocorre para todos os 128 ciclos de magnetização. Assim, não podemos atribuir o pequeno pico a um artefato proveniente da média dos comportamentos. Estes picos presentes nas histereses locais das posições 4, 5, 7 e 8 representam comportamentos magnéticos essencialmente locais.

Cada curva de histerese possui dois campos de reversão local. Um referente ao sentido ascendente do campo aplicado e outro referente ao sentido descendente. A Fig. 4.4.6 apresenta o comportamento dos campos de reversão local para todas as 13 curvas de histerese adquiridas ao longo da linha tracejada da Fig. 4.4.5. Especificamente para o caso descendente, notamos uma variação de $H_r = 1.9$ Oe (região central) a $H_r = 28.9$ Oe (próximo às bordas) nos campos de reversão. Além disso, a Fig. 4.4.6 mostra claramente que, em geral, as curvas não são simétricas em relação ao campo aplicado H_{dc} (observe a Fig. 4.4.5 posição 1). Trata-se de uma evidência de que o processo de magnetização em cada sentido de H_{dc} é distinto.

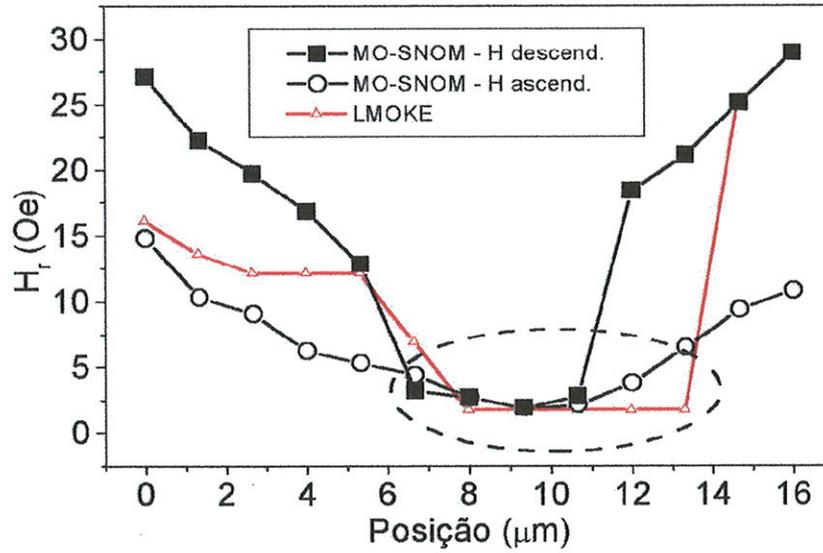


Figura 4.4.6: Campos de reversão local H_r referentes aos sentidos ascendente (círculos) e descendente (quadrados) do campo aplicado para as 13 curvas de histerese locais obtidas ao longo da linha vertical definida pelas posições 1 a 6 na Fig. 4.4.5. O comportamento em vermelho foi obtido em campo-distante e será discutido a partir da Fig. 4.4.11.

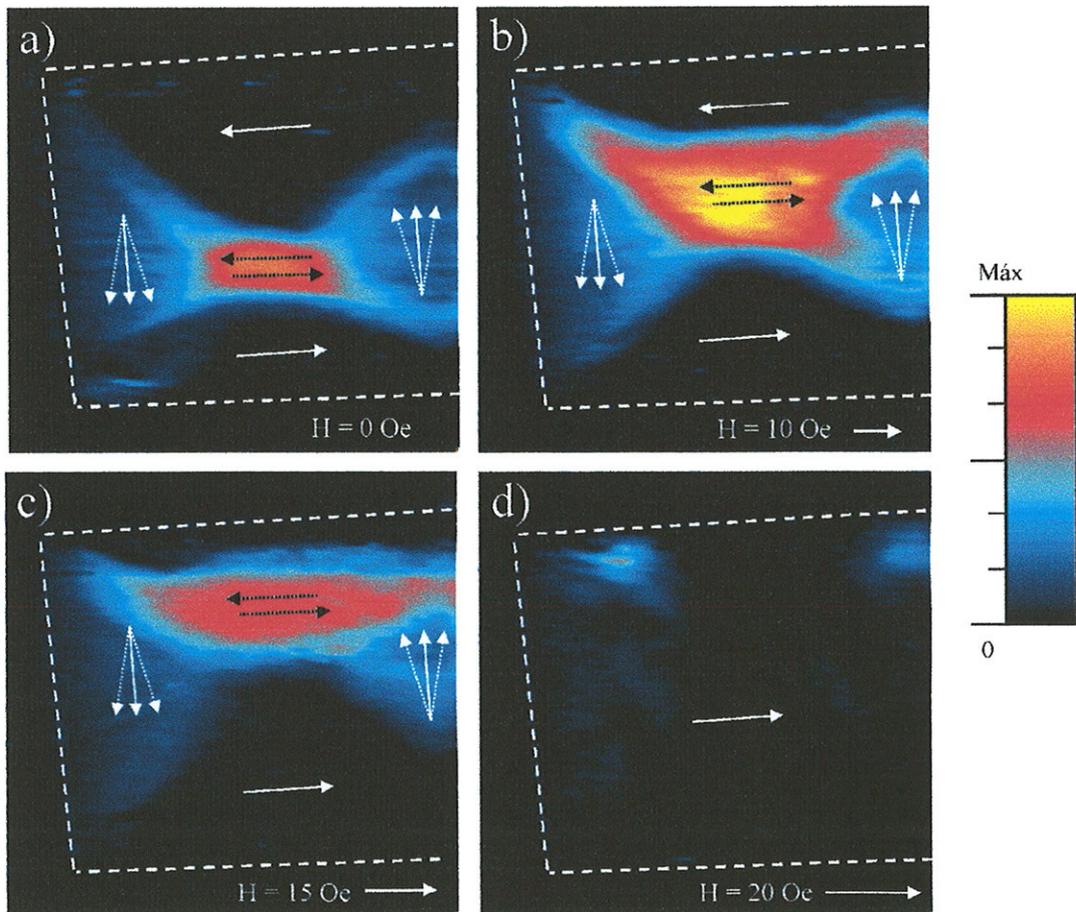


Figura 4.4.7: Imagens MODS obtidas com $H_{ac} = 5.5$ Oe à 155 Hz para diferentes H_{dc} . a) remanência, b) $H_{dc} = 10$ Oe, c) $H_{dc} = 15$ Oe e d) $H_{dc} = 20$ Oe.

Ainda com o MO-SNOM obtivemos imagens MODS em diferentes condições de campo aplicado (H_{ac} e H_{dc}) sobre a partícula. A Fig. 4.4.7 apresenta imagens MODS obtidas com $H_{ac} = 5.5$ Oe e frequência de 155 Hz. A Fig. 4.4.7a se refere à remanência da partícula. Note que o padrão de susceptibilidade obtido está de acordo com a configuração de quarto domínios de fechamento, como apresentado pelas partículas maiores na Fig. 4.3.1. O alto contraste na parte central da partícula corresponde ao movimento da parede de domínio de 180° sob a ação de H_{ac} . É possível notar o contraste referente ao movimento da parede de domínio de 90° partindo da região de maior contraste em direção aos cantos da partícula. Um pequeno contraste é observável nas regiões que correspondem à domínios que apresentam magnetização ortogonal ao campo aplicado. Na Fig. 4.4.7b a distribuição de contraste se modifica devido a ação de $H_{dc} = 10$ Oe. Este favorece o domínio inferior, uma vez que este se encontra alinhado com o campo majorando-o em detrimento dos outros domínios. Por isso, a região de maior contraste se desloca para cima em relação à Fig. 4.4.7a. Este mesmo processo é acentuado para $H_{dc} = 15$ Oe (Fig. 4.4.7c). Já na Fig. 4.4.7d, existem duas regiões de alto contraste próximos aos cantos superiores da partícula. Provavelmente, nas condições de medida referente a Fig. 4.4.7d, a partícula já não possuía a estrutura de quatro domínios de fechamento.

A Fig. 4.4.8 apresenta imagens MODS obtidos com $H_{dc} = 0$ Oe. As imagens se diferenciam por H_{ac} , que varia de 1.3 (Fig. 4.4.8a) até 11 Oe (Fig. 4.4.8e). Novamente, o padrão de susceptibilidade apresentado por todas as imagens da Fig. 4.4.8 está de acordo com a configuração de quatro domínios de fechamento. O que observamos é a gradativa exacerbação das regiões de alta susceptibilidade, principalmente a região referente ao movimento da parede de domínio de 180° .

A Fig. 4.4.9 apresenta o perfil em uma linha vertical central das imagens MODS apresentadas na Fig. 4.4.8. Os perfis estão identificados com o respectivo valor de H_{ac} utilizado na medida. Vemos que para $H_{ac} = 1.3$ Oe, o contraste magnetoóptico máximo fica em torno de 0.5 mV. Além disso, o pico apresenta uma forma não simétrica. Já para $H_{ac} = 5.5$ Oe, o contraste magnetoóptico mais do que dobra, aproximando-se do valor de saturação de 1.2 mV (provavelmente o valor relacionado à variação da magnetização de $2M_s$) observado para o perfil referente à imagem MODS adquirida com $H_{ac} = 11$ Oe. Para

os valores de H_{ac} mais altos, os picos de susceptibilidade diferencial se apresentam mais simétricos.

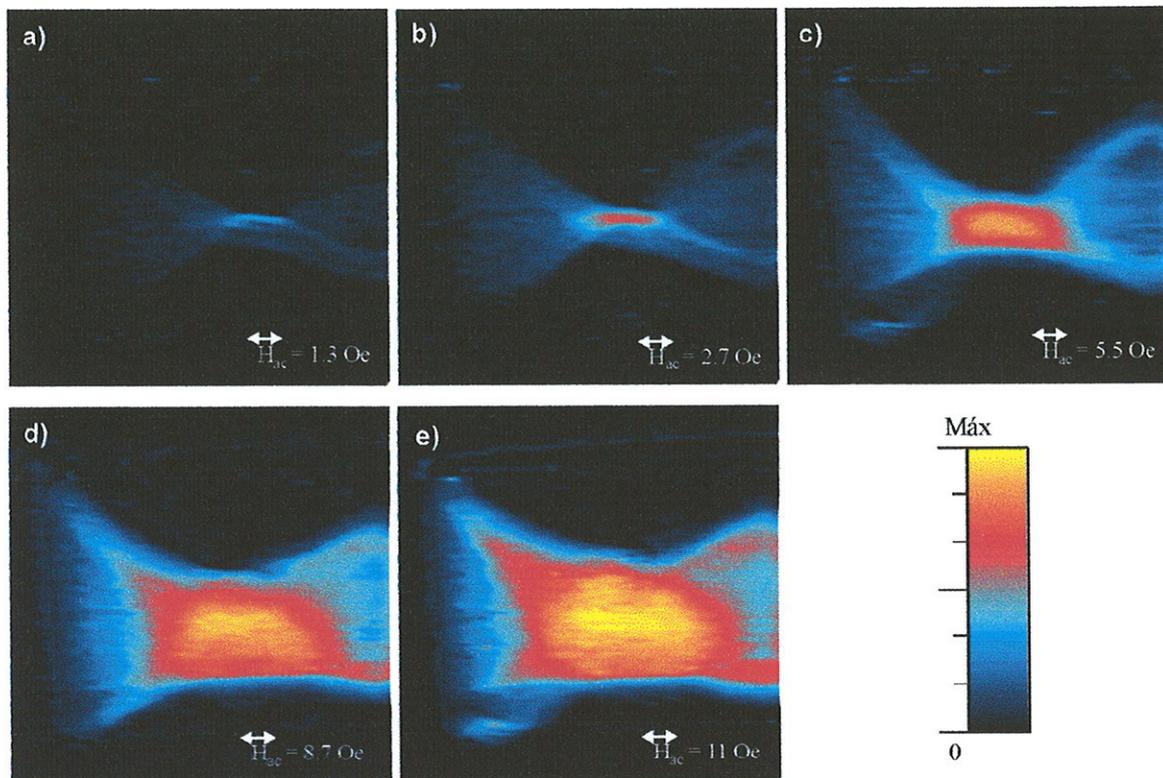


Figura 4.4.8: Imagens MODS obtidas com $H_{dc} = 0$ Oe e diferentes valores de H_{ac} . a) $H_{ac} = 1.3$ Oe, b) $H_{ac} = 2.7$ Oe, c) $H_{ac} = 5.5$ Oe, d) $H_{ac} = 8.3$ Oe e e) $H_{ac} = 11$ Oe.

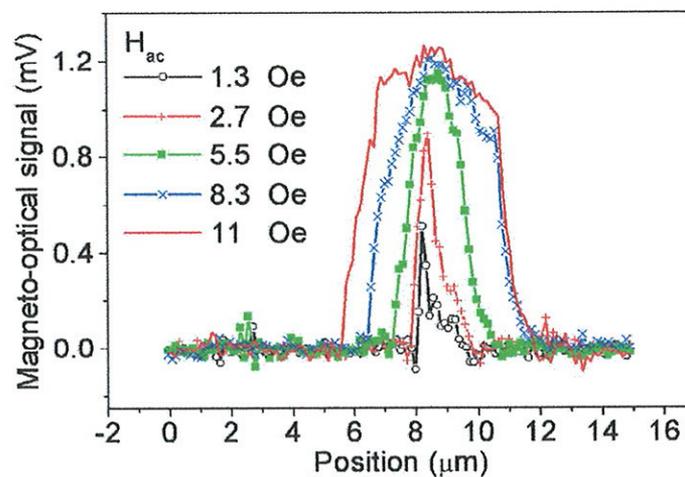


Figura 4.4.9: Perfil vertical das 5 Imagens MODS apresentadas na Fig. 4.4.8. Os perfis estão identificados com o respectivo valor de H_{ac} utilizado na medida.

Ainda na Fig. 4.4.9, podemos notar que para $H_{ac} = 1.3$ Oe, o deslocamento da parede representa apenas uma fração de micron, enquanto que para $H_{ac} = 11$ Oe, a extensão da área varrida pela parede é aproximadamente de $5 \mu\text{m}$. Para esse tipo de sistema, consideramos que a largura de parede é da ordem de 100 nm . Outro aspecto facilmente observável na Fig. 4.4.9, é a ótima relação sinal/ruído apresentada pelo MO-SNOM.

Apesar da grande concordância das imagens MODS com a estrutura de quatro domínios de fechamento apresentada pelas partículas na Fig. 4.3.1, existem alguns comportamentos evidenciados pelas curvas de histerese local que não se enquadram nessa correlação. Podemos citar por exemplo os menores valores do H_r estarem situados na parte central da partícula (destacado pela elipse na Fig. 4.4.6). Isso indica que o início do processo de reversão magnética se inicia na parte central da partícula, o que é inconsistente com a configuração de quatro domínios de fechamento. Além disso, como explicar o pequeno pico apresentado pelas curvas de histerese local nas posições 4, 5, 7 e 8? Para resolver estas questões decidimos realizar estudos de microscopia Kerr em campo-distante para estudarmos o processo de magnetização da partícula.

Os experimentos em campo-distante foram realizados num microscópio sensível a efeito Kerr longitudinal pertencente ao “*Laboratoire de Physique des Solides*” da “*Université Paris-Sud XI*”, Orsay, França. O sistema foi montado a partir de elementos discretos e contava com um LED de alta potência ($\lambda = 520 \text{ nm}$) como fonte luminosa. Na ocasião das medidas as imagens eram formadas por uma câmera CCD resfriada e todo o sistema foi mantido a uma temperatura fixa de 27.5°C para evitar deriva térmica.

Logo no início dos estudos do comportamento magnético apresentado pelas partículas de $16 \times 16 \times 0.08 \mu\text{m}^3$, notamos que a estrutura de quatro domínios de fechamento não corresponde a única estrutura possível para a remanência. Com o propósito de verificar a reprodutibilidade dos processos magnéticos, estudamos duas partículas distintas $16 \times 16 \times 0.08 \mu\text{m}^3$, denominadas 1 e 2. Sendo assim, antes de discorrermos sobre a interpretação das imagens, é importante ressaltar que a Fig. 4.4.10 foi estruturada de forma a facilitar a visualização das configurações de domínios apresentadas. Note que a Fig. 4.4.10 possui imagens e diagramas dispostos numa estrutura regular de linhas e colunas. A primeira e a segunda linha correspondem às

imagens obtidas para as partículas 1 e 2 respectivamente. A terceira linha apresenta diagramas que contém o conceito básico para a compreensão das estruturas de domínio magnético. A quarta linha corresponde às simulações micromagnéticas. Cada coluna representa uma estrutura de domínio magnético. A primeira representa a configuração de quatro domínios de fechamento. Estruturas mais complexas são observadas na segunda e na terceira coluna. Sendo assim, na Fig. 4.4.10 as imagens 4.4.10a, 4.4.10b e 4.4.10c correspondem a partícula 1 e as imagens 4.4.10d, 4.4.10e e 4.4.10f correspondem a partícula 2. Podemos verificar que as partículas apresentam um comportamento magnético semelhante. As imagens 4.4.10a e 4.4.10d, obtidas em campo nulo, apresentam a configuração de quatro domínios de fechamento. Essa configuração foi observada sempre que a amostra foi previamente submetida a um ciclo de desmagnetização (campo oscilante com amplitude decrescente). As imagens 4.4.10b, 4.4.10c, 4.4.10e e 4.4.10f, foram obtidas após o processo que chamamos de saturação/formação. Nesse processo, a amostra é inicialmente saturada (arbitrariamente no sentido negativo) e na seqüência o campo é regulado em $H = 0$ Oe. Nesse estágio, a amostra tende a se apresentar na configuração monodomínio com apenas poucos núcleos de domínios reversos (apesar de processos termicamente ativados poderem levar a formação de domínios até mesmo para valores de campo ainda negativos). O campo é então regulado para um valor positivo de baixa intensidade (tipicamente $H = 3$ Oe) para que a estrutura de domínios seja formada. Concluímos que as imagens 4.4.10a, 4.4.10b e 4.4.10c representam as três possíveis configurações de domínios magnéticos para $H \cong 0$ Oe (sendo as duas últimas mais comuns nesse caso). É evidente que a configuração de quatro domínios de fechamento representa o arranjo de mínima energia para campo nulo, uma vez que ela é sempre observada após o ciclo de desmagnetização. As outras duas configurações representam estruturas de domínios estáveis, porém com energia mais alta do que a configuração de quatro domínios de fechamento. A essência das configurações apresentadas pelas imagens 4.4.10b, 4.4.10c, 4.4.10e e 4.4.10f é o conceito do “quadrado dentro do quadrado”. As Figs. 4.4.10g, 4.4.10h e 4.4.10i representam os conceitos básicos relacionados às imagens 4.4.10a (4.4.10d), 4.4.10b (4.4.10e) e 4.4.10c (4.4.10f), respectivamente.

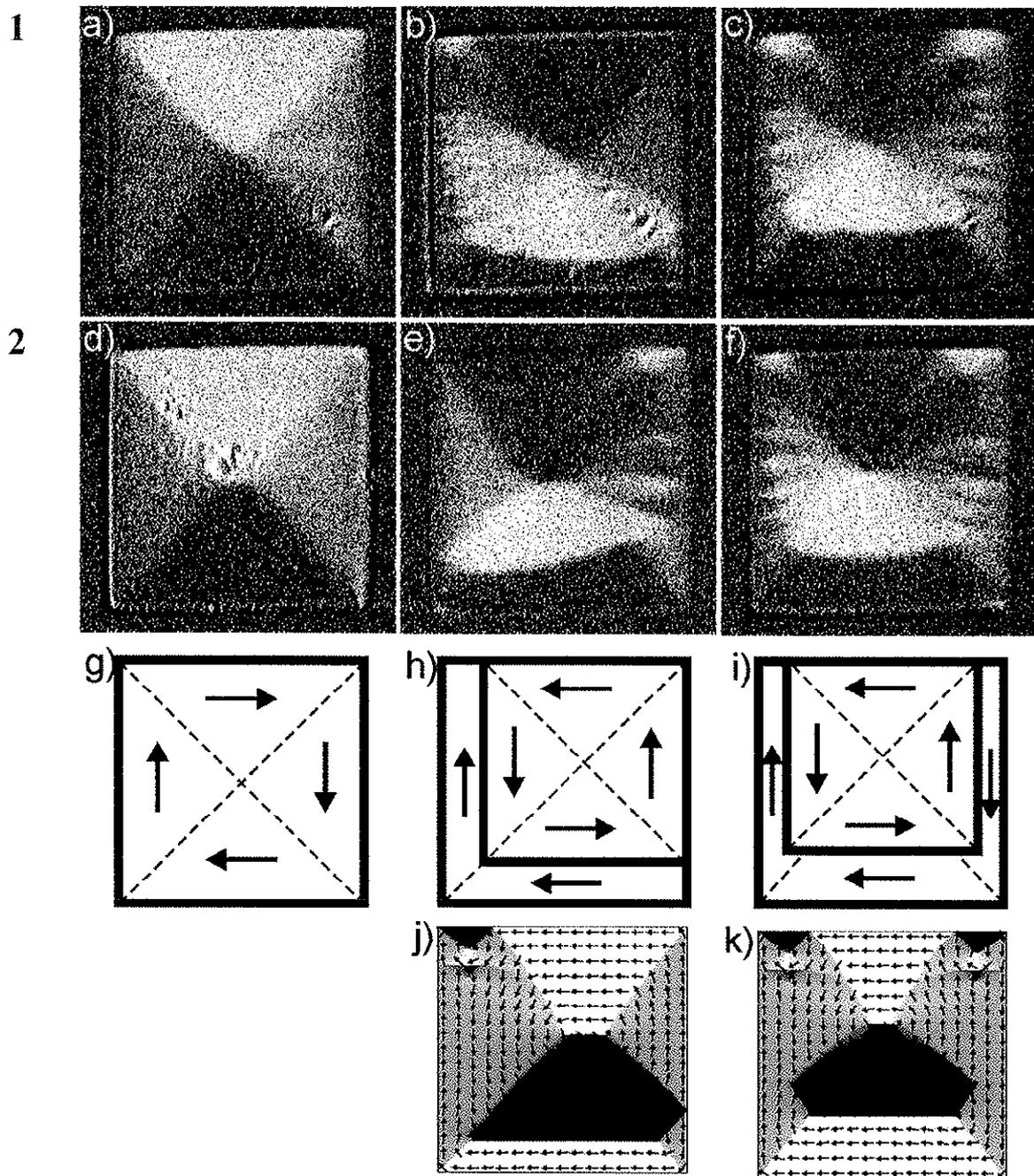


Figura 4.4.10: Estruturas de domínios magnéticos observados para as partículas de $16 \times 16 \times 0.08 \mu\text{m}^3$ em baixos valores de H_{dc} . Seguindo sempre na mesma ordem: quatro domínios de fechamento, AES e SES, apresentamos em a), b) e c) as imagens experimentais para a partícula 1, d), e) e f) as imagens experimentais para a partícula 2, g), h) e i) os diagramas que ilustram o conceito envolvido nas estruturas e j) e k) as simulações micromagnéticas para as estruturas AES e SES respectivamente.

As imagens da segunda coluna (4.4.10b, 4.4.10e, 4.4.10h e 4.4.10j) se referem à uma estrutura que chamamos de AES (*Asymmetric Embedded Structure*), pois o conceito básico (imagem 4.4.10h) consiste de um quadrado posicionado assimetricamente dentro

de um quadrado maior que representa os limites da partícula. As imagens da terceira coluna (4.4.10c, 4.4.10f, 4.4.10i e 4.4.10k) se referem à uma estrutura que chamamos de SES (*Symmetric Embedded Structure*), pois podemos observar na imagem 4.4.10i que o conceito envolve um quadrado simetricamente posicionado dentro de outro.

Com o auxílio do Dr. André Thiaville, realizamos simulações micromagnéticas das estruturas observadas com um programa desenvolvido pelo NIST chamado OOMMF [OOM99]. O objetivo das simulações foi auxiliar a interpretação das estruturas de domínio observadas para as partículas de $16 \times 16 \times 0.08 \mu\text{m}^3$ em baixos campos aplicados (Fig. 4.4.10). Verificamos que a configuração de quatro domínios de fechamento é uma solução quase imediata para o sistema. Passamos a estudar a estrutura apresentada pelas imagens 4.4.10b e 4.4.10e e também a estrutura apresentada pelas imagens 4.4.10c e 4.4.10f. Para essas simulações a partícula foi dividida em 320.000 células cúbicas, cada uma com 40 nm de aresta. Os parâmetros utilizados foram: Magnetização de saturação $M_s = 800 \text{ kA/m}$, constante de *exchange* $A = 10 \text{ pJ/m}$. Para o sistema isotrópico, somente a configuração de 4 domínios de fechamento consiste em uma estrutura estável na remanência. Assim, adicionamos uma anisotropia correspondente a $K = 600 \text{ J/m}^3$ no plano da amostra, na direção horizontal em relação as imagens da Fig. 4.4.10. Essa anisotropia pode ser a explicação para as paredes de domínio horizontais visíveis principalmente nas partículas maiores da Fig. 4.3.1 e nas imagens referentes às estruturas AES e SES. Ainda nessas estruturas, a anisotropia também propicia o aparecimento das paredes de Néel do tipo *cross-tie* [Hub98]. As paredes do tipo *cross-tie* se apresentam na direção perpendicular à anisotropia. Para a simulação da estrutura AES, a configuração inicial de domínios foi análoga ao diagrama 4.4.10h. O cálculo convergiu para a estrutura apresentada na imagem 4.4.10j. Note que até a parede de Néel do tipo *cross-tie* se apresentou como solução na simulação. Na parte superior direita da partícula simulada, vemos um pequeno domínio de fechamento de forma triangular. No vértice inferior deste triângulo a estrutura magnética se apresenta como um vórtice, e mais abaixo, dando seqüência, podemos ver um anti-vórtice, o que é característica da estrutura *cross-tie*. Para a simulação da estrutura SES, utilizamos de forma análoga a configuração inicial semelhante ao diagrama 4.4.10i. Da mesma forma que para a estrutura AES, a estrutura

resultante da simulação (imagem 4.4.10k) é muito semelhante aos correspondentes experimentais também apresentando paredes *cross-tie*.

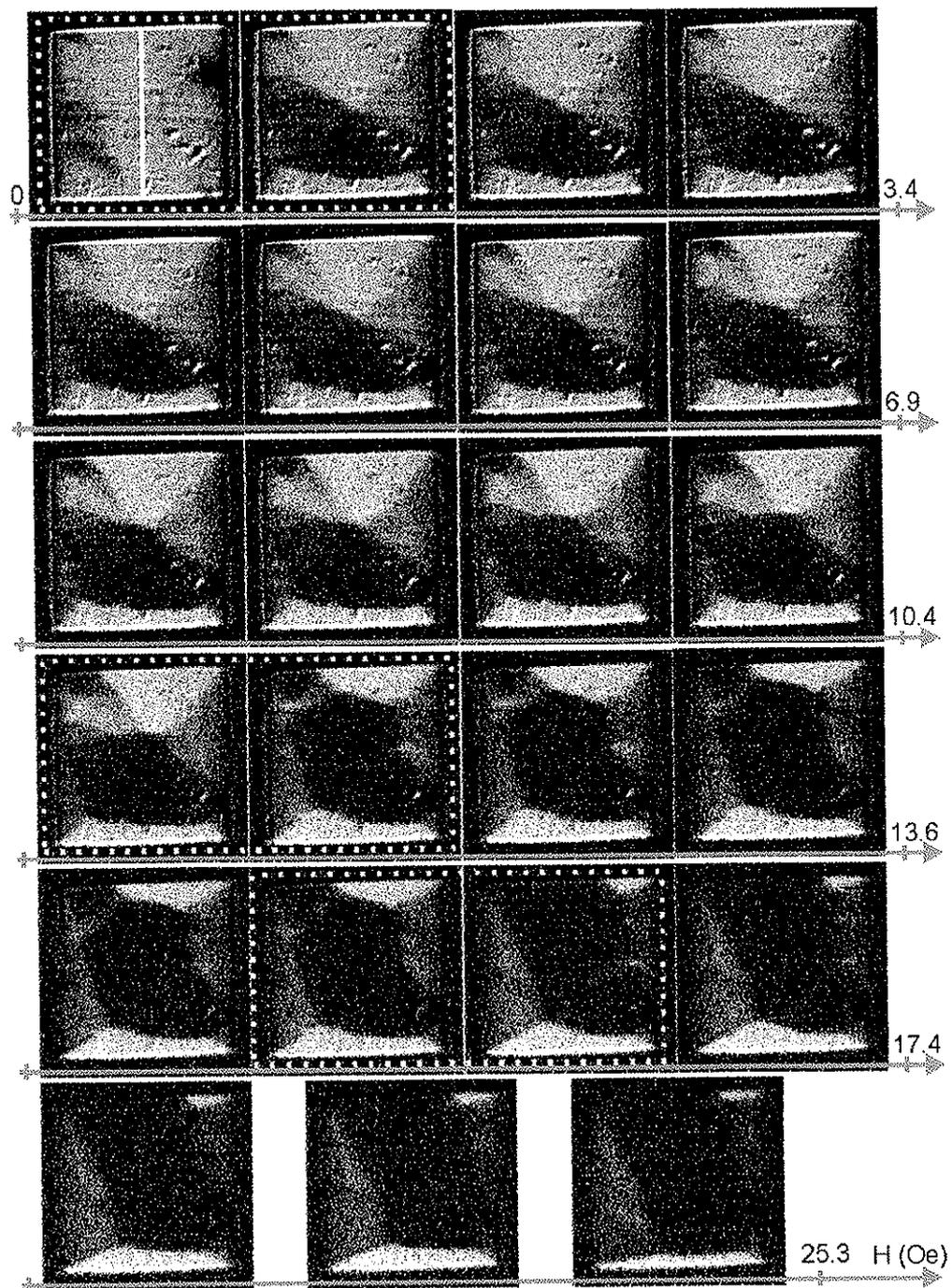


Figura 4.4.11: Seqüência de imagens de contraste magnetoóptico da partícula 1, mostrando um dos possíveis processos de reversão da magnetização.

Por meio de microscopia Kerr de campo-distante obtivemos imagens do processo de reversão magnética das partículas 1 e 2. A Fig. 4.4.11 mostra uma seqüência obtida para a partícula 1. Exceto para a última linha, a Fig. 4.4.11 mostra um dos processos de reversão magnética possíveis, em passos de campo aplicado de $\Delta H_{dc} \cong 1$ Oe. A partícula foi inicialmente saturada no sentido negativo ($H_{dc} = -170$ Oe). Na seqüência, imagens foram adquiridas ao longo do processo de magnetização no sentido positivo. Destacamos com retângulos pontilhados, três grandes saltos na estrutura de domínios. O primeiro é o maior deles, e envolve a formação da estrutura de domínio AES para $H_{dc} = 1.7$ Oe. Os outros dois saltos destacados estão provavelmente relacionados com a eliminação de domínios ao longo do processo.

Na primeira imagem da Fig. 4.4.11 destacamos uma linha branca. A partir da seqüência da Fig. 4.4.11, avaliamos o comportamento de H_r ao longo da linha branca. O resultado é apresentado em vermelho na Fig. 4.4.6. Comparando-se os experimentos realizados em campo-distante e campo-próximo, a linha branca é analoga à linha tracejada da Fig. 4.4.5. Assim, o comportamento do campo de reversão apresentado pela Fig. 4.4.6 pode ser relacionado com o comportamento apresentado pela magnetização durante a seqüência da Fig. 4.4.11 ao longo da linha branca. Na Fig. 4.4.6, mais significativamente para o caso do campo descendente, existe uma extensão de aproximadamente $4 \mu\text{m}$ destacado pela elipse onde o campo de reversão é praticamente constante. A medida que a histerese local é adquirida mais próxima da borda da partícula, o campo de reversão aumenta gradativamente. Por outro lado, voltemos à Fig. 4.4.11. Note que a primeira imagem ($H_{dc} = 0.7$ Oe) apresenta apenas pequenos domínios reversos nucleados. Na segunda imagem, observamos a estrutura AES já formada. A formação súbita da estrutura AES envolve a formação de um domínio reverso na região central da partícula. Esse domínio reverso delimita uma região onde o campo de reversão é praticamente constante. Na seqüência, o processo de magnetização segue basicamente pela expansão deste domínio reverso em direção às bordas da partícula. Este comportamento concorda com o aumento do campo de reversão próximo às bordas apresentado pela Fig. 4.4.6.

A Fig. 4.4.12 apresenta uma seleção de 8 imagens da seqüência da Fig. 4.4.11. Desta vez, cada imagem está relacionada ao H_{dc} aplicado à partícula na ocasião da

medida, e os tratamentos de contraste são mais acurados. Os três saltos do processo de magnetização ocorrem nos intervalos $H_{dc} = 0.7$ e 1.7 Oe, $H_{dc} = 11.1$ e 12.1 Oe e $H_{dc} = 15.3$ e 16.4 Oe respectivamente.

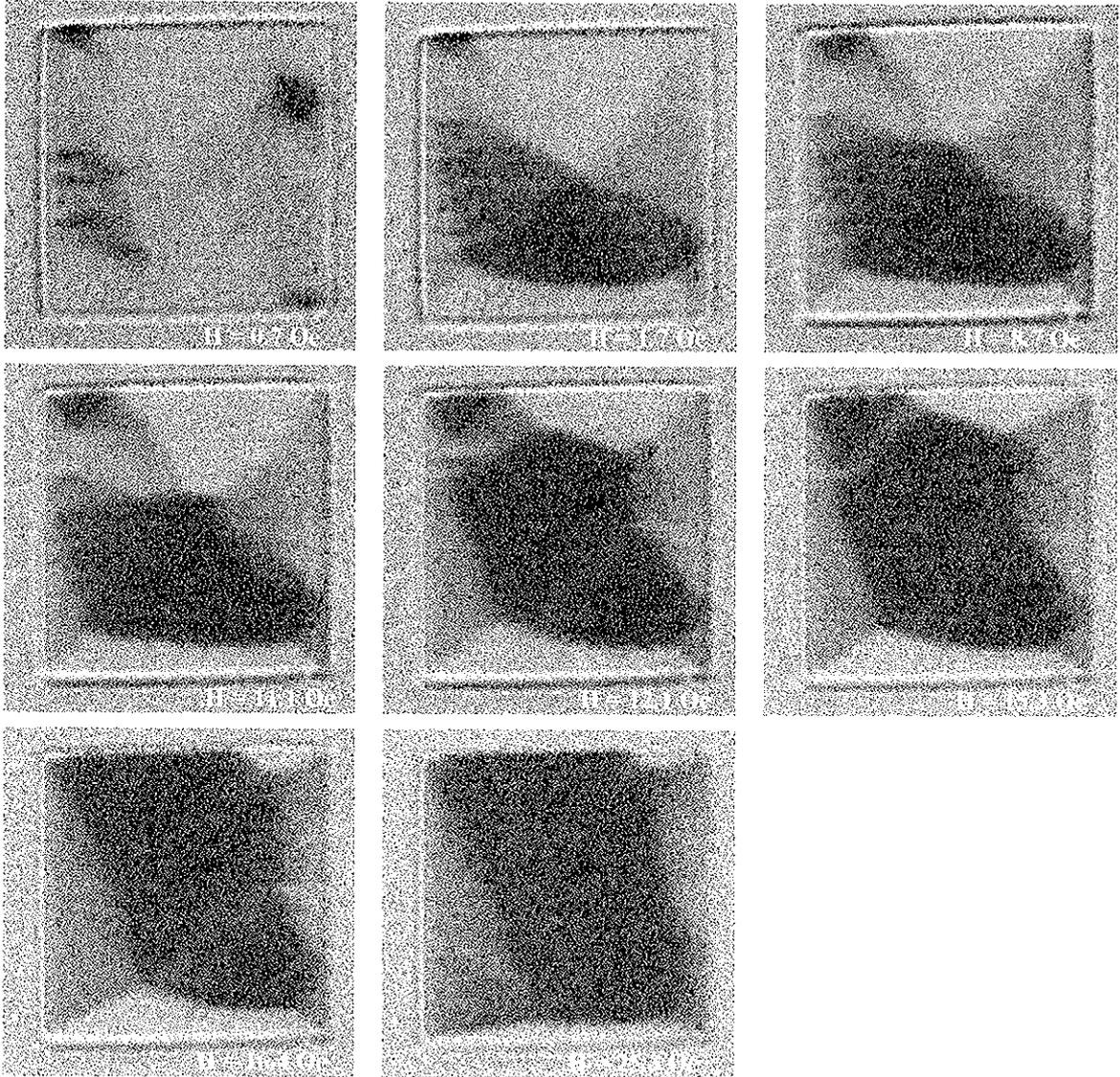


Figura 4.4.12: Seleção de 8 imagens da Fig. 4.4.11, com tratamento de contraste mais acurado.

Consideremos os dois últimos saltos. Note que existe uma reconfiguração de domínios magnéticos associada a eles. Para facilitar a análise, a Fig. 4.4.13 apresenta a subtração entre as imagens referentes a $H_{dc} = 16.4$ e 11.1 Oe. Obtidas com microscopia Kerr longitudinal, as imagens das Fig. 4.4.11, 4.4.12 e 4.4.13 contrastam apenas a componente da magnetização na direção de H_{dc} (M_x). Na Fig. 4.4.13, a parte escura

representa as regiões da partícula onde M_x se reorientou no mesmo sentido de H_{dc} . De maneira oposta, a parte clara representa as regiões da partícula onde a M_x se reorientou no sentido oposto de H_{dc} . Ou seja, a medida que o campo H_{dc} aumentou de 11.1 para 16.4 Oe no sentido positivo, M_x na região clara tendeu a se reorientar no sentido negativo, adotando uma configuração local de maior energia. É evidente que a energia total do sistema diminuiu após os saltos na magnetização. Fazendo-se uma análise superficial, notamos na Fig. 4.4.13, que a área escura é maior que a área clara, indicando que a magnetização total da partícula aumentou no sentido positivo. Porém se uma curva de histerese local fosse obtida em qualquer posição na área clara, o comportamento seria semelhante ao observado pelas curvas de histerese local nas posições 4, 5, 7 e 8 da Fig. 4.4.5, onde observamos um pequeno pico após a reversão da magnetização local.

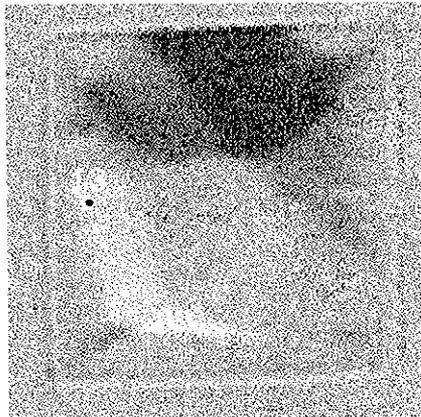


Figura 4.4.13: Subtração entre as imagens referentes a $H_{dc} = 16.4$ e 11.1 Oe.

De fato, construímos um perfil ponto a ponto da magnetização em função de H_{dc} no ponto 13 indicado na Fig. 4.4.13. Levamos em conta uma área equivalente à 300×300 nm². O resultado é apresentado na Fig. 4.4.14 juntamente com o perfil ascendente da curva de histerese da posição 8 da Fig. 4.4.5. Observamos que a curva obtida com o MO-SNOM se ajusta bem entre os pontos obtidos a partir da seqüência da Fig. 4.4.11. Assim, a curva obtida com o MO-SNOM em 8 minutos representa o comportamento local da partícula com maior sensibilidade do que a curva obtida ponto a ponto a partir de uma seqüência de imagens de microscopia Kerr, num experimento de 2 horas. Comparando-se a posição 13 da Fig. 4.4.13 e a posição 8 da Fig. 4.4.5, constatamos que ambas se localizam no lado esquerdo da partícula e à uma altura mediana. É evidente que as

posições não são quantitativamente análogas, porém essa diferença pode ser justificada, uma vez que as partículas analisadas em cada caso são provavelmente diferentes e a escala de tempo envolvida em cada experiência também é diferente. No caso do MO-SNOM, a medida envolve a média de 128 curvas, cada uma delas envolve um ciclo de 2.5 segundos.

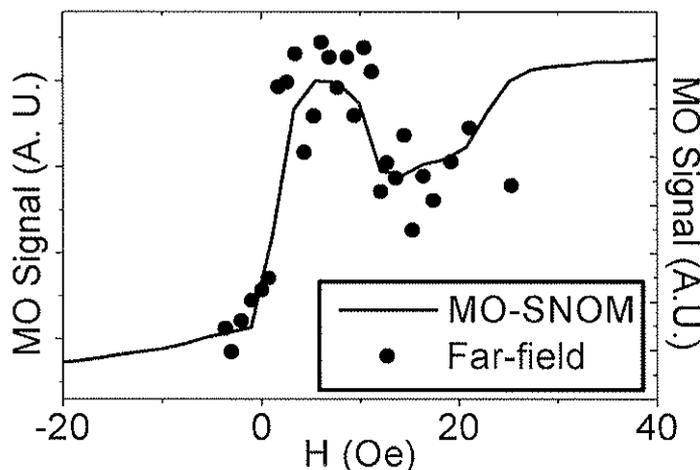


Figura 4.4.14: Comparação entre o perfil ascendente da curva de histerese local da posição 8 da Fig. 4.4.5 (linha) e a curva de magnetização obtida ponto a ponto na posição 13 (Fig. 4.4.13) a partir da sequência da Fig. 4.4.11 (pontos).

Na ocasião das medidas de histerese local nas posições de 1 a 8 da Fig. 4.4.5, H_{dc} foi regulado para ciclos de ± 150 Oe. A partir da medida na posição 9 notamos que necessitávamos de um campo mais intenso para saturar magneticamente a amostra naquela região. Por isso, os ciclos de H_{dc} foram aumentados para extremos de ± 250 Oe. Portanto, durante as medidas nas posições 1 a 8, a saturação magnética da partícula não foi completa. Dessa forma, a série de medidas foi realizada sob a ação de um campo externo (H_{dc}) bastante regular e não suficiente para “apagar a história” magnética da partícula em cada ciclo. Assim, levando-se em conta o resultado da comparação entre os experimentos em campo-próximo e em campo-distante que culminaram na Fig. 4.4.14, é bastante provável que o processo de magnetização da partícula analisada com o MO-SNOM na ocasião das medidas das posições 1 a 8 da Fig. 4.4.5 envolva um processo similar ao apresentado na Fig. 4.4.11. Ou seja, é provável que o processo de magnetização sempre envolvesse a estrutura AES. Porém, a partir da medida na posição 9, H_{dc} passou para ciclos de extremos de ± 250 Oe. Nesse caso, é possível que $H_{dc} = 250$

Oe fosse intenso o suficiente para que a partícula apresentasse configurações alternativas durante o processo da magnetização.

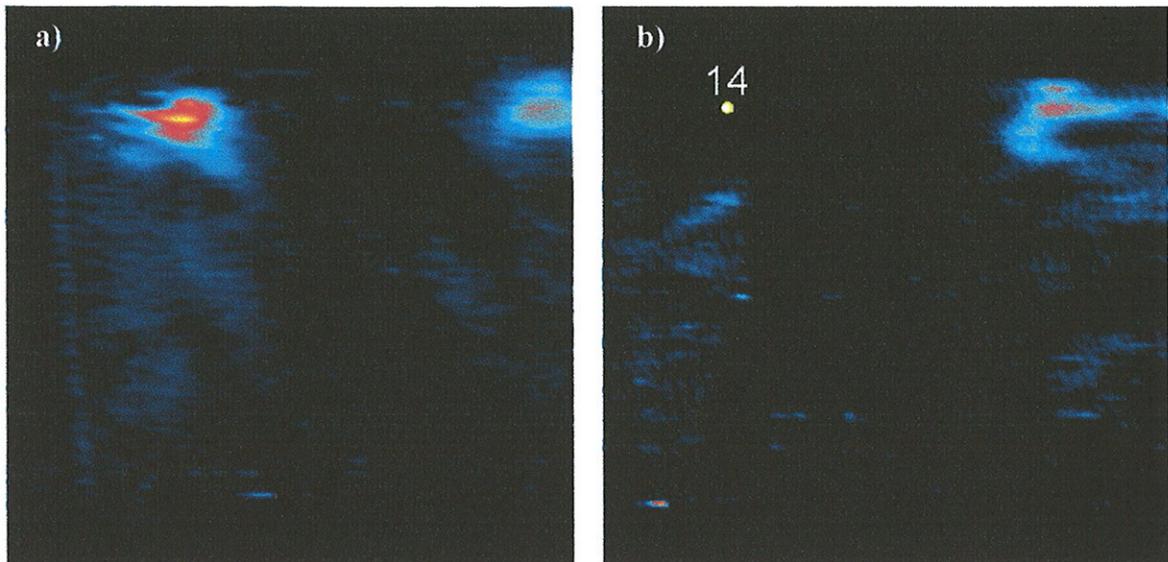


Figura 4.4.15: a) e b) Imagens MODS obtidas nas mesmas condições: $H_{ac} = 5.5$ Oe e $H_{dc} = 20$ Oe. Porém apresentam padrões de contraste distintos.

A Fig. 4.4.15 apresenta duas imagens MODS obtidas para $H_{ac} = 11$ Oe e $H_{dc} = 20$ Oe. A imagem da Fig. 4.4.15a é a mesma imagem da Fig. 4.4.7d, porém com diferente equalização. As imagens das Fig. 4.4.7 e 4.4.8 foram obtidas seqüencialmente, enquanto que a imagem 4.4.15b foi obtida após uma série de procedimentos que resultaram numa história magnética diferenciada. Note que a imagem 4.4.15a apresenta duas regiões de alta susceptibilidade, enquanto que a imagem 4.4.15b apresenta apenas uma. Quando discorremos sobre a Fig. 4.4.7, comentamos que provavelmente nas condições de medida da imagem 4.4.7d, a partícula não apresenta a configuração de quatro domínios de fechamento. Simulações micromagnéticas também mostram que a partícula não apresenta quatro domínios de fechamento quando submetida a campos externos superiores a 20 Oe. Por outro lado, as imagens MODS da Fig. 4.4.15 podem ser interpretadas como resultantes da variação da estrutura de domínios magnéticos devido a alternância do campo aplicado entre 9 Oe e 31 Oe.

Considere a seqüência da Fig. 4.4.11 novamente. Dela sabemos que a estrutura AES mantém-se estável até por volta de $H_{dc} = 11$ Oe, quando ocorre o segundo salto na estrutura de domínios da partícula. Além disso, vemos que para $H_{dc} > 25$ Oe, a estrutura

de domínios apresentada pela partícula é bastante simplificada. Os domínios que permanecem orientados contra o campo aplicado (domínios claros) se restringem à uma pequena faixa na parte inferior da partícula e um pequeno domínio na parte superior direita. Este pequeno domínio claro na parte superior direita ao fim da seqüência é resultante de um processo magnético de simetria ímpar que se inicia com um pequeno domínio escuro na parte superior esquerda. Considere agora a Fig. 4.4.10. Na segunda coluna podemos constatar (especialmente para a estrutura AES simulada) que a estrutura AES possui um pequeno domínio triangular na parte superior da partícula. Na terceira coluna, constatamos que a estrutura SES possui dois pequenos domínios triangulares na parte superior da partícula. Assim, voltando a análise para a Fig. 4.4.15, podemos dizer por hipótese, que, devido a alternância do campo aplicado, a imagem 4.4.15a resulta da variação da distribuição de domínios magnéticos que envolve a estrutura SES, ou configurações derivadas dessa estrutura para campos entre 9 e 31 Oe. De maneira análoga, por hipótese, a imagem 4.4.15b é resultante da variação da distribuição de domínios magnéticos que envolve a estrutura AES ou derivados dessa estrutura.

Na ocasião da obtenção da imagem 4.4.15b, notamos a diferença em relação a imagem 4.4.15a e decidimos medir uma curva de histerese local na posição 14 indicada na Fig. 4.4.15. A curva de histerese local pode ser observada na Fig. 4.4.16.

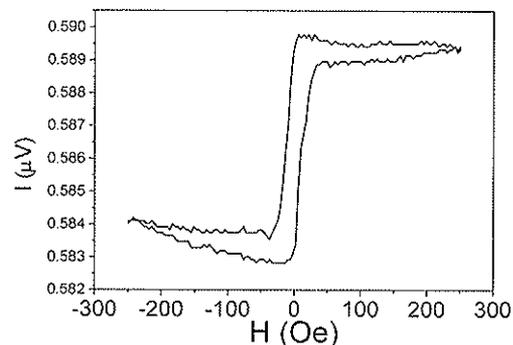


Figura 4.4.16: Curva de histerese local obtida na posição 14 indicada na Fig. 4.4.15b.

Pouco pode ser concluído a partir da curva de histerese local na posição 14 da forma como é mostrada na Fig. 4.4.16. Porém, como vimos no Cap. 3, as curvas de histerese local podem ser divididas nos ramos ascendente e descendente. Cada ramo é

obtido a partir de uma média de 128 curvas registradas na forma de imagens de histerese (Fig. 3.6, Cap. 3). O programa WSxM permite, por processamento de imagem, que se calcule a derivada de cada uma das 128 curvas gravadas nas imagens de histerese. As imagens de derivada possuem um valor máximo para os valores de campo onde a variação da magnetização é máxima, ou seja, em torno do campo de reversão H_r .

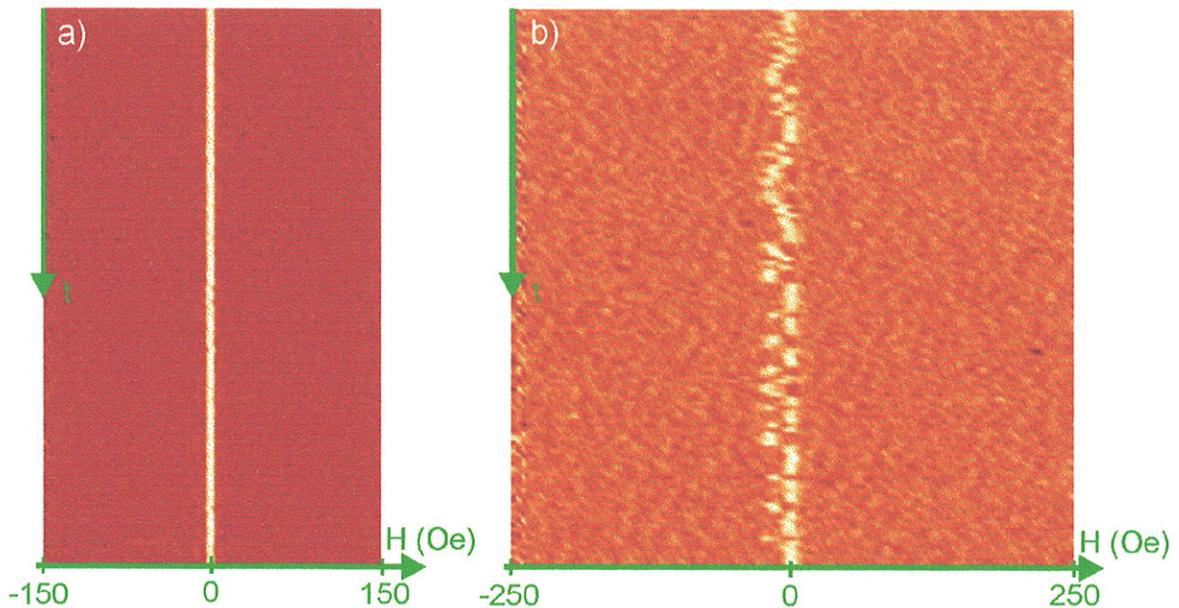


Figura 4.4.17: Derivadas das imagens de histerese a) na posição 4 e b) na posição 14 referentes ao sentido do campo descendo.

A Fig. 4.4.17 apresenta duas imagens de derivadas. A imagem 4.4.17a representa a derivada da imagem de histerese da posição 4 referente ao ramo descendente. A histerese local na posição 4 foi obtida com campo máximo de 150 Oe. Ou seja, a medida foi realizada no período do experimento em que a saturação da partícula não era obtida. A imagem 4.4.17a mostra que H_r permaneceu constante durante as 128 medidas, o que indica que cada ciclo de magnetização envolvia um processo bastante repetitivo. Ou seja, provavelmente todas as 128 curvas de magnetização envolviam a mesma evolução de uma dada estrutura de domínios magnéticos. A imagem 4.4.17b representa a derivada da imagem de histerese da posição 14 referente ao ramo descendente. No caso da medida de histerese na posição 14, os ciclos de H_{dc} tiveram campo máximo de 250 Oe. Acreditamos que este campo é suficiente para saturar magneticamente a partícula. Note que H_r muda freqüentemente ao longo das 128 curvas de magnetização obtidas. Acreditamos que cada

valor de H_r pode estar associado a um processo específico de magnetização. Se considerarmos a metade inferior da imagem 4.4.17b, vemos que H_r tende a oscilar entre 2 valores distintos. Acreditamos que um dos valores de H_r pode estar associado a um processo de magnetização envolvendo a estrutura AES e, de forma análoga o outro valor de H_r pode estar associado a estrutura SES.

Após a análise aqui apresentada, permanece uma questão aberta com relação as imagens MODS obtidas para a partícula de $16 \times 16 \times 0.08 \mu\text{m}^3$. Se as estruturas SES e AES foram observadas nas imagens magnetoópticas obtidas em campo-distante, por que não foram observadas imagens MODS correspondentes a essas estruturas? Acreditamos que a explicação está no tipo de campo magnético aplicado para a obtenção de cada categoria de imagem. Para as imagens em campo-distante, o campo magnético aplicado é constante, enquanto que as imagens MODS são obtidas na presença de um campo oscilante H_{ac} . Nesse caso, H_{ac} proporciona o relaxamento da estrutura magnética para seu estado de menor energia, ou seja, os quatro domínios de fechamento.

4.4b – A partícula de $4 \times 4 \times 0.08 \mu\text{m}^3$

Diferente do que ocorre para a partícula de $16 \times 16 \times 0.08 \mu\text{m}^3$, os resultados obtidos para a partícula de $4 \times 4 \times 0.08 \mu\text{m}^3$ envolvem um conjunto simples de resultados. Estes abrangem basicamente uma seqüência de imagens MODS cujo comportamento análogo pode ser verificado por meio de simulações. A seqüência de 27 imagens MODS é, por si só, bastante relevante dentro da técnica de MO-SNOM. É sabido que a microscopia magnetoóptica de campo-próximo carece de resultados reprodutíveis e sistemáticos. Além disso, os resultados simulados foram obtidos com uma nova abordagem na utilização de simulações micromagnéticas.

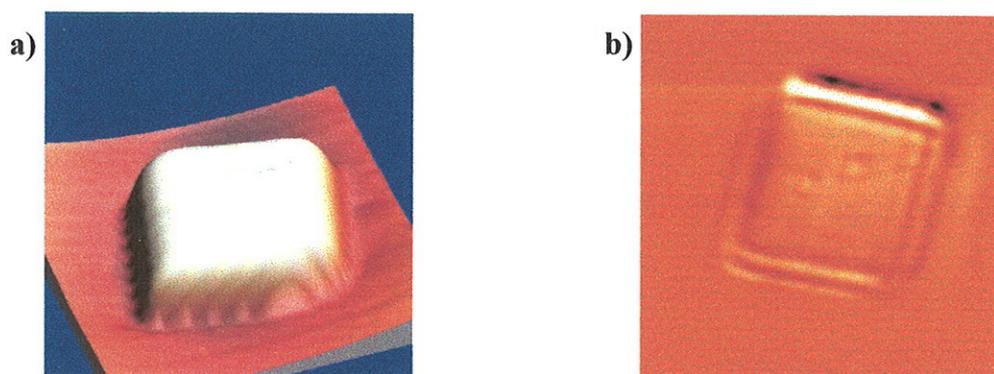


Figura 4.4.18: Imagens a) topográfica e b) óptica obtidas com o MO-SNOM de uma partícula de $\text{Co}_{70.4}\text{Fe}_{4.6}\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$ amorfo com dimensões $4 \times 4 \times 0.08 \mu\text{m}^3$.

Na Fig. 4.4.18 apresentamos as imagens topográfica (3D) e óptica (2D). Note que a partícula se apresenta quadrada, correspondendo à sua geometria real. Isso ocorre porque essas medidas foram realizadas com um novo sistema piezoelétrico de posicionamento devidamente calibrado. Obtivemos as 27 Imagens MODS para $H_{ac} = 11$ Oe e H_{dc} variando de -55.5 Oe até 89 Oe em intervalos de aproximadamente 5.5 Oe. As imagens de susceptibilidade podem ser observadas na Fig. 4.4.19. Assim como a partícula de $16 \times 16 \times 0.08 \mu\text{m}^3$, é provável que a partícula de $4 \times 4 \times 0.08 \mu\text{m}^3$ possui uma estrutura de quatro domínios de fechamento. Dessa forma, a região de alto contraste nas imagens referentes a $-28 < H_{dc} < 61$ Oe estão relacionadas ao movimento da parede de domínio de 180° . Outra semelhança que pode ser ressaltada é a transição de estados de magnetização da partícula de $16 \times 16 \times 0.08 \mu\text{m}^3$ de $H_{dc} = 15$ Oe para $H_{dc} = 20$ Oe (Fig.

4.4.7) e a transição apresentada pela partícula de $4 \times 4 \times 0.08 \mu\text{m}^3$ de $H_{dc} = 61$ Oe para $H_{dc} = 66.5$ Oe (Fig. 4.4.19). Como já mencionamos, acreditamos que trata-se da transição de estados de magnetização onde a estrutura de 4 domínios é desfeita.

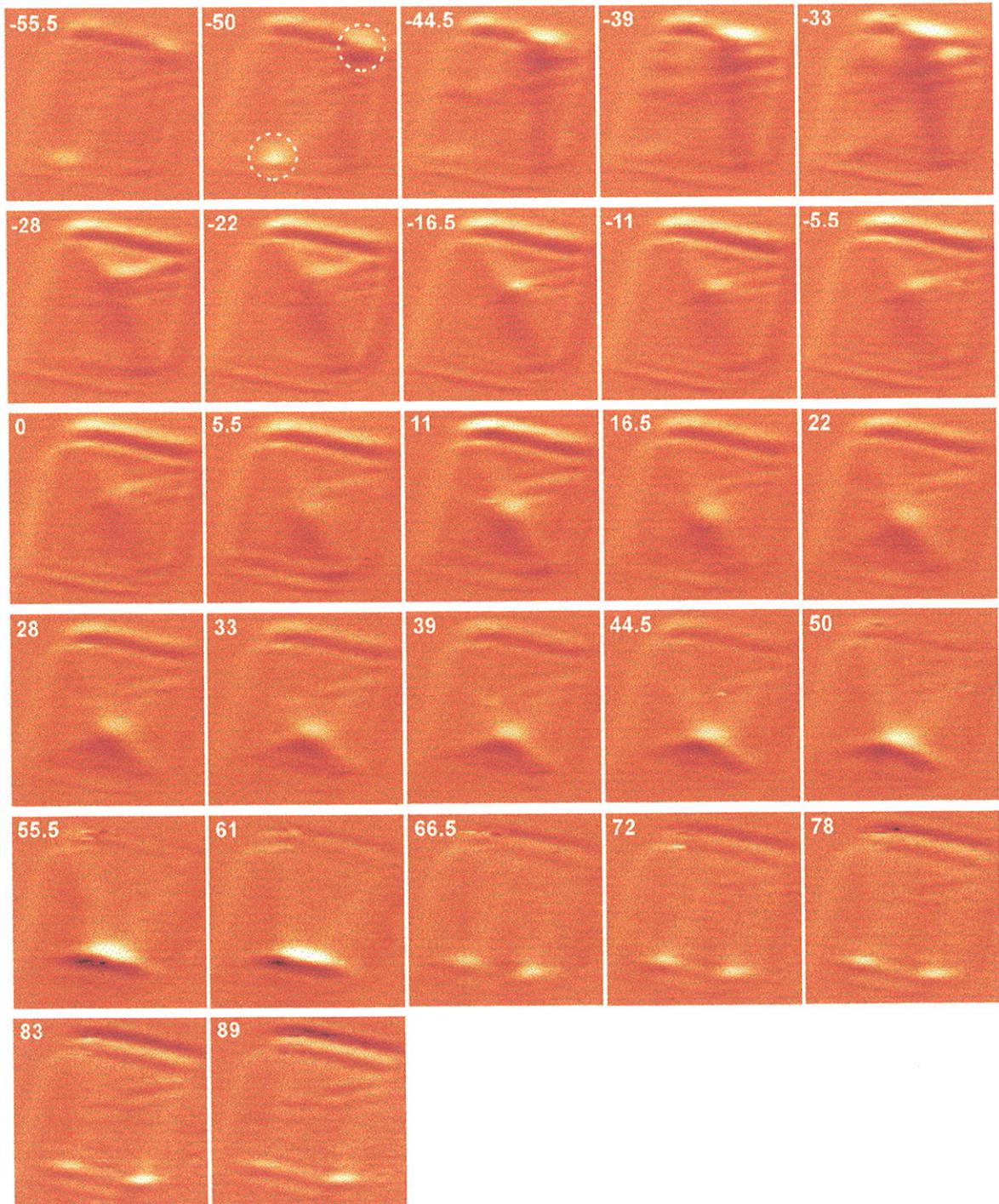


Figura 4.4.19: Seqüência de Imagens MODS obtidas para a partícula de $4 \times 4 \times 0.08 \mu\text{m}^3$. Os números indicados nas imagens correspondem ao valor de H_{dc} em Oe.

Dando especial atenção à primeira e à segunda imagem da série (referentes à $H_{dc} = -55.5$ Oe e -55 Oe) podemos notar duas regiões de alto contraste de susceptibilidade diferencial (destacados na Fig. 4.4.19 pelos círculos tracejados), uma próxima ao canto superior direito e outra próxima ao canto inferior esquerdo da partícula. Interpretamos estas regiões como resultantes do processo de nucleação da estrutura de quatro domínios de fechamento. Cada uma delas estaria relacionada à uma quiralidade da estrutura. Já na imagem referente $H_{dc} = -44.5$ Oe a condição de campo aplicado fez com que o sistema se reduzisse a um dos estados degenerados.

Utilizamos o programa OOMMF com o objetivo diferente do usual. No lugar de simularmos apenas configurações de domínios magnéticos, adaptamos o procedimento para que simulasse também padrões de susceptibilidade diferencial. Tentamos reproduzir os padrões observados na seqüência da Fig. 4.4.19. As imagens simuladas de susceptibilidade diferencial foram obtidas a partir de subtrações de imagens de domínios magnéticos criteriosamente simuladas de forma a imitar as situações de campo aplicado (a soma de H_{ac} e H_{dc}) durante o processo envolvido na seqüência da Fig. 4.4.19. Os parâmetros utilizados foram muito parecidos com os utilizados para simular as estruturas AES e SES da partícula de $16 \times 16 \times 0.08 \mu\text{m}^3$: Magnetização de saturação $M_s = 640$ kA/m, constante de *exchange* $A = 10$ pJ/m. Consideramos uma partícula de $4 \times 4 \times 0.08 \mu\text{m}^3$ dividida em células de $20 \times 20 \times 20 \text{ nm}^3$. Também foi adicionada uma anisotropia correspondente a $K = 600 \text{ J/m}^3$ (15 Oe) na direção horizontal referente a Fig. 4.4.20.

A imagem 4.4.20a apresenta a simulação de domínios magnéticos da partícula de $4 \times 4 \times 0.08 \mu\text{m}^3$ para $H_{dc} = 0$ Oe. A imagem simulada apresenta um padrão de quatro domínios de fechamento característico de uma partícula de baixa anisotropia. Após a obtenção dessa imagem, o campo foi ajustado para 40 Oe, depois para 0 Oe e novamente para 40 Oe, simulando a ação conjunta de $H_{dc} = 20$ Oe e $H_{ac} = 20$ Oe. A subtração entre as últimas imagens referentes a 40 Oe e 0 Oe resultam na imagem 4.4.20c. Num procedimento análogo, a imagem 4.4.20b é resultante da simulação dos domínios magnéticos para $H_{dc} = 120$ Oe. Já a imagem 4.4.20d simula a imagem de susceptibilidade diferencial para $H_{dc} = 140$ Oe e $H_{ac} = 20$ Oe.

O padrão de contraste de susceptibilidade diferencial apresentado pela imagem 4.4.20c se assemelha fortemente aos padrões observados na Fig. 4.4.19 para baixos

valores de H_{dc} . Já a imagem 4.4.20d, poderíamos dizer que ela corresponde à imagem 4.4.19 para $H_{dc} = 66.5$ Oe, uma vez que duas regiões de alto contraste são observadas próximas à borda. Porém, notamos que o padrão de susceptibilidade diferencial é obtido a partir de um estado que ainda apresenta os 4 domínios de fechamento, como observamos na Fig. 4.4.20b. Não compreendemos porque a região da parede de domínio de 180° deixa de apresentar deslocamento devido a variação do campo aplicado quando o sistema simulado se afasta da remanência. Talvez esse efeito esteja relacionado ao tamanho da célula unitária, que é 5 vezes o comprimento de *exchange* (4 nm). Nessa situação, é provável que o comportamento simulado das paredes de domínio sejam distantes do comportamento experimental. Outra disparidade em relação ao caso experimental é o valor dos campos utilizados na simulação. Experimentalmente, para $H_{dc} = 120$ Oe, a partícula já se encontra próxima da saturação magnética.

Apesar das disparidades, as simulações reforçam a interpretação das imagens apresentadas na Fig. 4.4.19, além de reforçar a possibilidade da utilização do OOMMF para a simulação de processos dinâmicos.

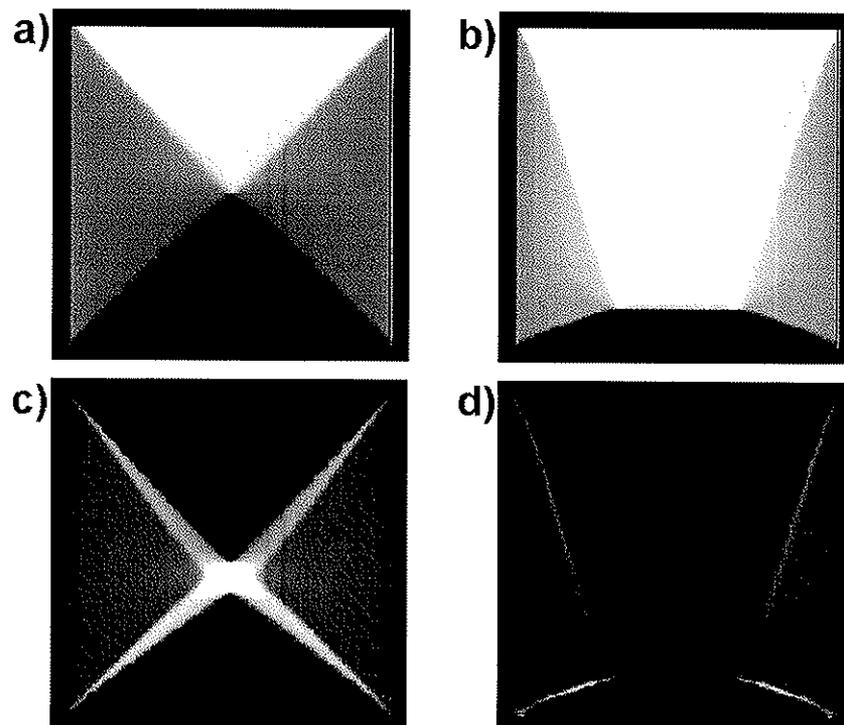


Figura 4.4.20: Imagens de domínios magnéticos simuladas para a partícula de $4 \times 4 \times 0.08 \mu\text{m}^2$ considerando os valores de a) $H_{dc} = 20$ Oe e b) $H_{dc} = 140$ Oe. Imagens de susceptibilidade diferencial simuladas para os valores de c) $H_{dc} = 20$ Oe e $H_{ac} = 20$ Oe e d) $H_{dc} = 140$ Oe e $H_{ac} = 20$ Oe.

4.4c – Caracterização de objetos extensos

Além dos resultados obtidos para as partículas de $16 \times 16 \times 0.08 \mu\text{m}^3$ e $4 \times 4 \times 0.08 \mu\text{m}^3$, apresentamos nas seções 4.4c e 4.4d, resultados específicos que complementam os trabalhos abrangidos neste projeto. As superfícies magnéticas extensas são também interessantes objetos de estudo. Em contraponto com os objetos microestruturados, que tendem a apresentar poucos padrões de susceptibilidade diferencial sob a ação H_{ac} , as superfícies extensas podem acomodar inúmeras configurações de domínios sob as mesmas condições de campo aplicado. Apresentamos nessa seção, parte de um estudo que ilustra o tipo de procedimento que se pretende efetuar num futuro próximo. A idéia é avaliar estatisticamente a probabilidade de ocorrência de um dado padrão de susceptibilidade diferencial (e sua correspondente estrutura de domínios) após cada um de uma série de processos de saturação magnética. Em outras palavras, a amostra é saturada sucessivamente, e após cada processo de saturação uma imagem MODS é adquirida. Por meio da imagem, podemos inferir sobre a estrutura magnética e avaliar sua repetição estatística entre as sucessivas saturações. Trata-se de um estudo análogo ao feito pela análise das derivadas de curvas de histerese apresentado na Fig. 4.4.17.

As distribuições dos potenciais de *pinning* que determinam a distribuição de domínios (anisotropias) podem ser avaliadas com diferentes valores de H_{ac} utilizados para a obtenção das imagens MODS. A amplitude de H_{ac} define um energia máxima para o deslocamento das paredes de domínio. Assim, com diferentes imagens MODS referentes à valores específicos de H_{ac} , podemos inferir sobre distribuições de potenciais de anisotropia de acordo com o padrão pelas respectivas imagens MODS.

Parte desse estudo é apresentado na Fig. 4.4.21. Estudamos uma partícula de $100 \times 30 \times 0.08 \mu\text{m}^3$ constituída de $\text{Co}_{70.4}\text{Fe}_{4.6}\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$ amorfo. Um conjunto dessas partículas extensas foi criado ao redor da amostra estruturada de CoFeSiB como parte de um teste de qualidade do processo de litografia. Várias imagens MODS foram adquiridas após sucessivas saturações e um conjunto de padrões foi identificado com uma certa estatística. Infelizmente, não temos o registro desse processo. Porém, temos uma avaliação da distribuição de potenciais de *pinning* de um dos padrões observados. As imagens 4.4.21a, 4.4.21b e 4.4.21c representam imagens MODS obtidas para $H_{ac} = 1.3$,

2.7 e 5.5 Oe respectivamente. Nos três casos a varredura corresponde à uma área de $16 \times 16 \mu\text{m}^2$ na mesma região. Na imagem 4.4.21a vemos apenas um pequeno contraste na parte superior, representado por duas faixas tênues provavelmente geradas pelo movimento de uma parede de domínio devido a ação de H_{ac} . Para $H_{ac} = 2.7$ Oe (imagem 4.4.21b) vemos na mesma região, três faixas e o contraste é mais acentuado. Quando este se eleva para 5.5 Oe (imagem 4.4.21c) vemos que duas das três faixas observadas na imagem 4.4.21b não podem ser diferenciadas. Provavelmente entre os campos $H = 2.7$ Oe e $H = 5.5$ Oe ocorre a eliminação ou criação de domínios magnéticos.

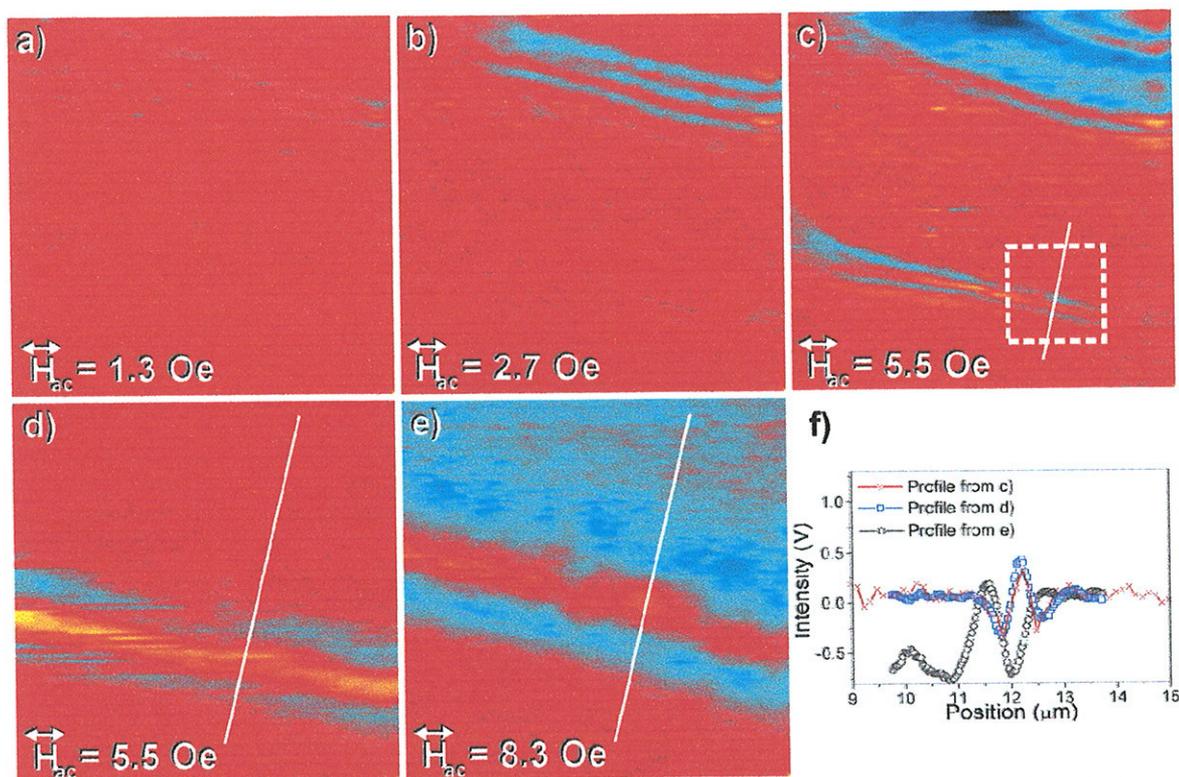


Figura 4.4.21: Imagens MODS de uma partícula de $100 \times 50 \times 0.08 \mu\text{m}^2$ que compõe a amostra estruturada de $\text{Co}_{70.4}\text{Fe}_{4.6}\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$ amorfo. As imagens a), b) e c) representam uma área de $16 \times 16 \mu\text{m}^2$ e diferem pela intensidade de H_{ac} . As imagens d) e e) representam uma varredura detalhada de $4 \times 4 \mu\text{m}^2$ representada pelo quadrado tracejado em c), e diferem entre si pela intensidade de H_{ac} . O gráfico em f) apresenta perfis obtidos ao longo da linha branca representada nas imagens c), d) e e).

A Fig. 4.4.21d é uma imagem MODS adquirida com o MO-SNOM com uma varredura de $4 \times 4 \mu\text{m}^2$ na região indicada pelo quadrado tracejado da imagem 4.4.21c. Na ocasião da medida, H_{ac} foi ajustado no mesmo valor da imagem 4.4.21c. Vemos que o padrão observado na imagem 4.4.21c dentro do quadrado é novamente observado na

imagem 4.4.21e, o que evidencia a reprodutibilidade dos resultados do MO-SNOM. A mesma conclusão pode ser extraída a partir dos perfis da Fig. 4.4.21f obtidos ao longo da linha branca indicada nas imagens 4.4.21c, 4.4.21d. A imagem 4.4.21e foi obtida na mesma região do quadrado tracejado, porém $H_{ac} = 8.3$ Oe. Novamente, podemos notar que o aumento de H_{ac} em 2.8 Oe proporcionou uma grande alteração do padrão de susceptibilidade. Toda a área azul da imagem apresenta um contraste de susceptibilidade diferencial que não foi observada na imagem 4.4.21d. Este efeito também é bastante perceptível no perfil referente a imagem 4.4.21e mostrado na Fig. 4.4.21f.

A interpretação das imagens da Fig. 4.4.21 são prejudicadas devido à um desajuste da fase da detecção síncrona. Como vemos na Fig. 4.4.21f, os contrastes de susceptibilidade apresentam valores positivos e negativos, o que acrescenta artefatos aos padrões de susceptibilidade diferencial. Mesmo assim, a Fig. 4.4.21 ilustra o potencial do MO-SNOM para a caracterização de superfícies magnéticas extensas.

4.4d – Resultados complementares – Filmes de FeNi/FeMn

Mostramos nessa seção as imagens ópticas e curvas de histerese local obtidas em filmes finos de NiFe/FeMn acoplados por *exchange-bias*. Esses dados foram obtidos com a ponta produzida pela técnica da camada protetora de Nujol e utilizando o dispositivo “orelhas de Mickey”. Os resultados complementam o que foi mostrado na seção 4.1, mostrando a viabilidade e capacidade da técnicas de produção de pontas e controle de polarização.

Analizamos filmes produzidos no LMM pela doutoranda Angela D. B. Barrera. Basicamente, o sistema possui um filme fino magneticamente mole de NiFe acoplado por interações do tipo *exchange* a um filme antiferromagnético de FeMn. Essa interação resulta num viés magnético que atua sobre a camada de NiFe e desloca a sua curva de histerese para outras regiões de campo aplicado. Esse tipo de sistema possui aplicações na área de transdutores magnéticos.

A Fig. 4.4.22 mostra um diagrama com a estrutura de camadas das amostras estudadas.

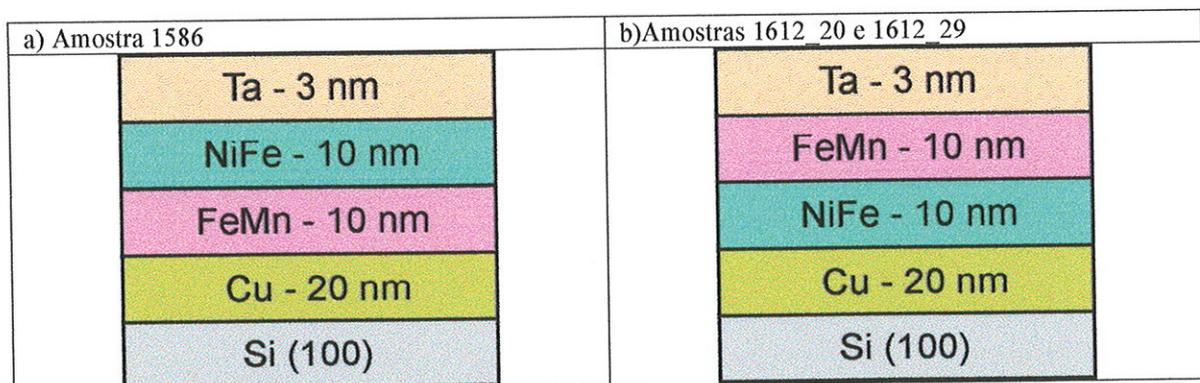


Figura 4.4.22: Diagrama da estrutura de camadas das amostras estudadas no MO-SNOM. Note que existe apenas uma inversão das camadas de NiFe e FeMn.

A amostra 1586 foi escolhida pois apresenta a camada de NiFe logo abaixo da camada protetora de Ta. Já as amostras 1612_20 e 1612_29 foram obtidas a partir de uma mesma deposição, e a camada magneticamente mole de (NiFe) foi depositada antes da camada antiferromagnética (FeMn). Antes das medidas no MO-SNOM, essas amostras haviam sido caracterizadas magneticamente apenas em sistemas que avaliam o

comportamento magnético da amostra como um todo. Com o MO-SNOM investigamos variações locais do comportamento magnético do filme de NiFe. A amostra 1612_29 foi escolhida pois foi submetida a um bombardeamento iônico (Ne) e a amostra 1612_20 foi escolhida devido a forma não usual da histerese obtida com o VSM. A Fig. 4.4.23 apresenta as curvas de histerese obtidas para as 3 amostras estudadas. Por hipótese, acreditamos que a forma da histerese da amostra 1612_20 seja devido a um comportamento médio do filme de NiFe, que pode ser dividido em regiões que se distinguem pelos sentidos opostos apresentados pelo viés magnético.

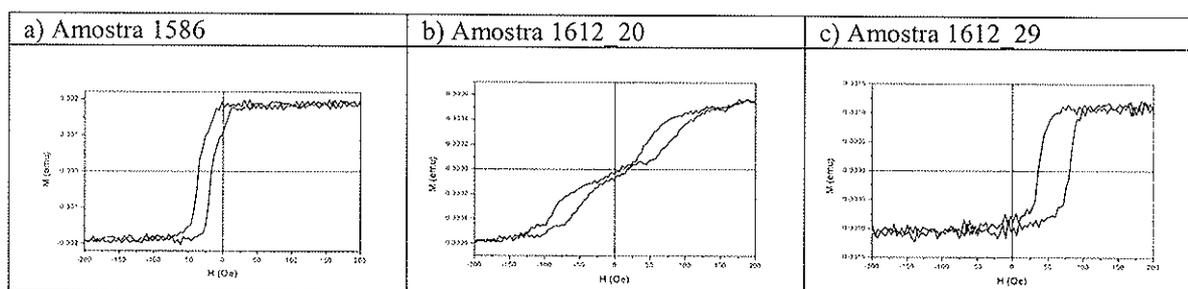


Figura 4.4.23: curvas de histerese obtidas por VSM para as 3 amostras estudadas.

A Fig. 4.4.24 apresenta uma imagem topográfica e sua correspondente óptica de cada amostra abordada nesse estudo. Cada par foi adquirido simultaneamente. As imagens referentes a amostra 1586 foram adquiridas com uma ponta distinta da utilizada para o imageamento das amostras 1612_20 e 1612_29. Porém, ambas foram produzidas pelo método que utiliza a solução 5:1:1 com camada protetora de Nujol. Queremos ressaltar aqui a ótima correlação apresentada entre o contraste topográfico e óptico em todos os casos. Esse fato evidencia a evolução alcançada na produção de pontas com a nova técnica. Em relação aos resultados magnetoópticos, somente a amostra 1612_20 apresentou variações de comportamento de acordo com a localização das medidas realizadas. Os resultados obtidos concordam com a hipótese de que a amostra é dividida em regiões que diferem em relação ao sentido do viés magnético resultante.

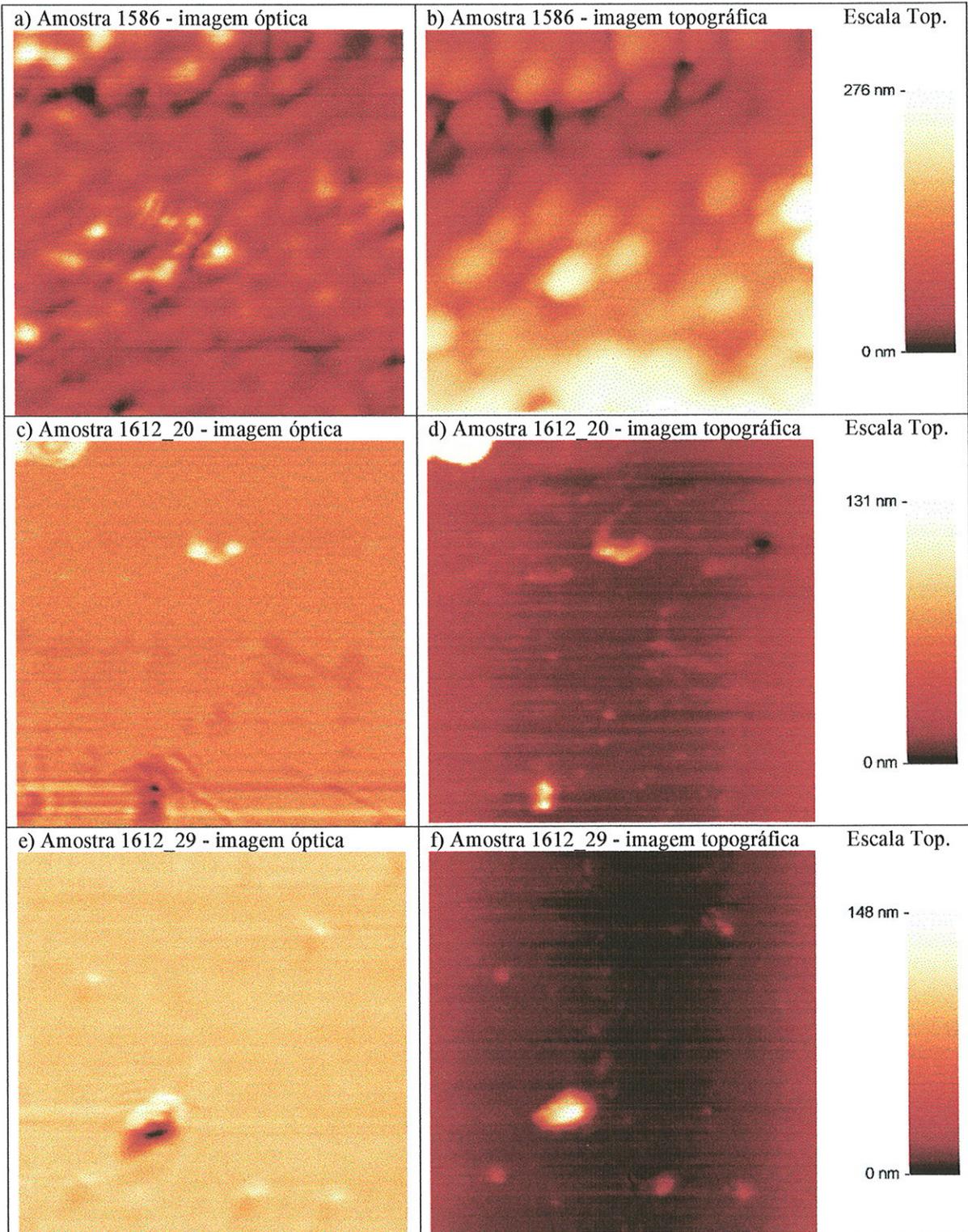


Figura 4.4.24: Imagens topográficas e ópticas obtidas por MO-SNOM de amostras de multicamadas com acoplamento de *exchange-bias*. Todas as imagens apresentam varredura de $16 \times 16 \mu\text{m}^2$.

Para ilustrar a distribuição dos campos de *exchange* na amostra 1612_20, apresentamos na Fig. 4.4.25 uma série de 4 curvas de histerese obtidas ao longo de uma reta. Cada medida foi obtida a uma distância de $1.4 \mu\text{m}$ em relação a anterior. Observe que, dentro da distância de $3 \mu\text{m}$ caracterizada, o campo de *exchange* (parâmetro que quantifica o viés magnético) varia de $H_{\text{exch}} = 40 \text{ Oe}$ (posição 1) a $H_{\text{exch}} = -40 \text{ Oe}$ (posição 4).

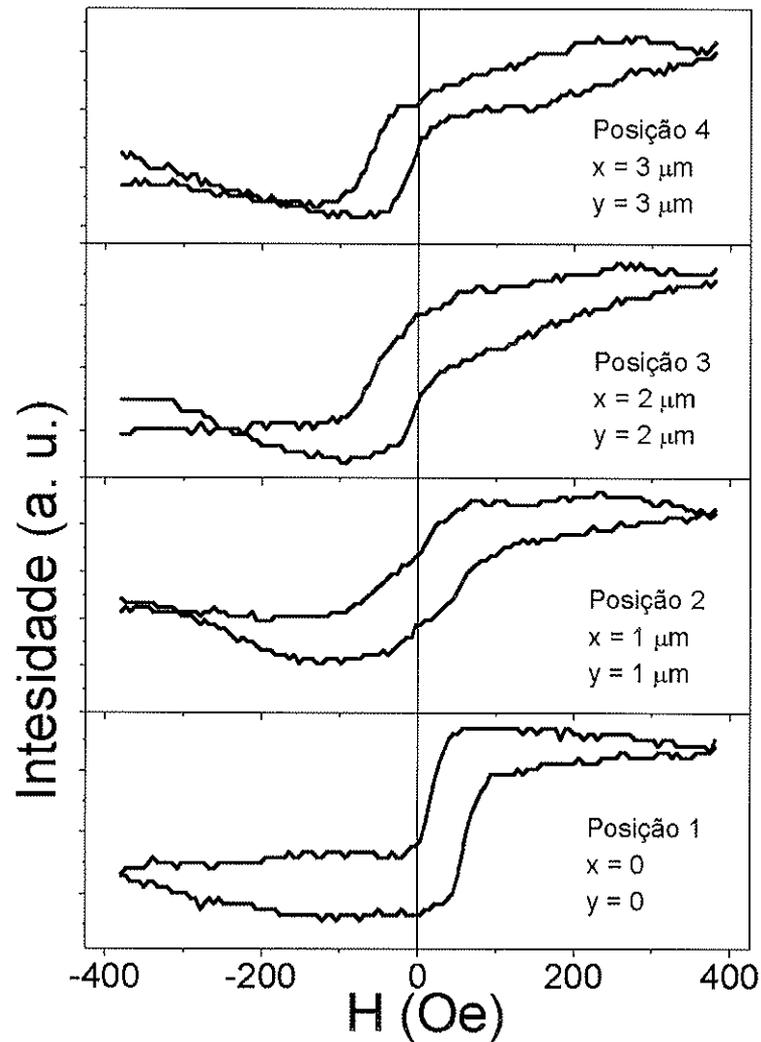


Figura 4.4.25: Seqüência de 4 curvas de histerese locais da amostra 1621_20. As curvas foram obtidas ao longo de uma linha reta em passos de $1.4 \mu\text{m}$.

Além de reforçar a hipótese levantada para explicar o comportamento da histerese obtida pelo VSM, as medidas de histerese feitas nas amostras abordadas nessa seção

ajudam a avaliar as capacidades do MO-SNOM. Intrinsecamente, o contraste magnetoóptico de uma liga de NiFe (*permalloy*) é aproximadamente 20% do contraste apresentado por uma liga de CoFeSiB para o comprimento de onda $\lambda = 630$ nm. Observe que, no caso das amostras 1612_20 e 1612_29, a camada de NiFe é separada da superfície por uma camada de 10 nm de FeMn e uma camada de 3 nm de Ta. Ainda assim, os resultados mostram que o MO-SNOM é capaz de obter informações magnéticas em alta resolução da camada de 10 nm de NiFe.

4.4e – Medidas Realizadas com o Microscópio de Força Magnética (MFM)

Apresentamos imagens de MFM obtidas para partículas de $2 \times 2 \times 0.08 \mu\text{m}^3$, $1 \times 1 \times 0.08 \mu\text{m}^3$ e $0.5 \times 0.5 \times 0.08 \mu\text{m}^3$ da amostra estruturada. A verificação de comportamentos magnéticos nessa escala reforça algumas conclusões obtidas nas seções anteriores. O microscópio utilizado foi um Nanoscope, da Digital. O objetivo foi verificar a evolução dos domínios apresentados pelas partículas na remanência a medida que as dimensões vão se reduzindo. A Fig. 4.4.26 mostra o resultado obtido para os três casos.

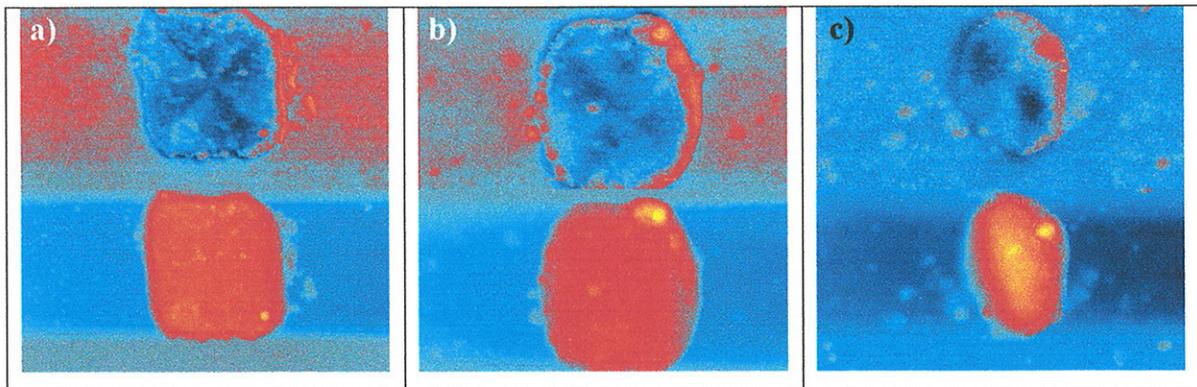


Figura 4.4.26: medidas com MFM em diferentes partículas da amostra estruturada. Nos três casos, a imagem superior apresenta o contraste magnético e a inferior o contraste topográfico. a) partícula de $2 \times 2 \times 0.08 \mu\text{m}^3$ – a largura da varredura é de $6 \mu\text{m}$. b) partícula de $1 \times 1 \times 0.08 \mu\text{m}^3$ – a largura da varredura é de $3 \mu\text{m}$. c) partícula de $0.5 \times 0.5 \times 0.08 \mu\text{m}^3$ – a largura da varredura é de $2 \mu\text{m}$.

A amostra estruturada foi produzida há mais de três anos e já foi submetida a vários procedimentos de medida em diferentes sistemas e por isso, apresenta uma degradação natural da superfície. Como consequência, o sinal magnético diminui e muitos elementos topográficos são adicionados, interferindo na qualidade da imagem magnética. Além disso, a espessura das partículas magnéticas (80 nm) é grande para as medidas de MFM, o que introduz um artefato topográfico nas imagens magnéticas. Isso é facilmente observado na Fig. 4.4.26. Note, nas respectivas imagens magnéticas, que existe uma faixa vermelha correspondente à borda do lado direito de cada partícula. Podemos também observar a limitação do processo litográfico utilizado. A partícula de $2 \times 2 \times 0.08 \mu\text{m}^3$ ainda se apresenta razoavelmente regular. Para a partícula de $1 \times 1 \times 0.08 \mu\text{m}^3$, e principalmente para a partícula de $0.5 \times 0.5 \times 0.08 \mu\text{m}^3$, vemos que o contorno é mais arredondado. O

aspecto alongado da partícula menor pode ser fruto de um artefato gerado pela deriva do sistema piezo-elétrico de varredura do MFM.

As imagens com contraste magnético indicam quatro domínios de fechamento para as partículas de $2 \times 2 \times 0.08 \mu\text{m}^3$ e $1 \times 1 \times 0.08 \mu\text{m}^3$ (Fig. 4.4.27a e 4.4.27b). Esse fato aliado a Fig. 4.3.1 indica que os quatro domínios de fechamento são observados para as partículas de $1 \times 1 \times 0.08 \mu\text{m}^3$ até $32 \times 32 \times 0.08 \mu\text{m}^3$, o que reforça a interpretação das imagens MODS obtidas para a partícula de $4 \times 4 \times 0.08 \mu\text{m}^3$. A partícula de $0.5 \times 0.5 \times 0.08 \mu\text{m}^3$ observamos um contraste magnético indicando apenas dois domínios. Nesse caso, é provável que a partícula seja pequena demais para suportar quatro domínios de fechamento. Além disso, o $\text{Co}_{70.4}\text{Fe}_{4.6}\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$ amorfo se caracteriza pela baixa anisotropia, o que normalmente leva a formação de domínios extensos.

5 – Discussão dos Resultados e Perspectivas Futuras

No Cap. 4 descrevemos detalhadamente os resultados mais significativos obtidos com o MO-SNOM. Esses resultados foram relacionados aos comportamentos revelados por microscopia Kerr longitudinal, simulações micromagnéticas e microscopia de força magnética. Apresentamos neste capítulo uma análise crítica dos resultados obtidos, incluindo sua relevância e as limitações da técnica de microscopia magnetoóptica de campo-próximo e de nosso aparato experimental. Na seqüência, resumimos as futuras possibilidades de aplicação do MO-SNOM.

5.1 – Discussão dos Resultados

Os resultados publicados envolvendo SNOM e magnetismo são poucos e esparsos. De fato, sendo uma disciplina que envolve efeitos Kerr e campos evanescentes (que decrescem exponencialmente com a distância), a microscopia de varredura magnetoóptica em campo-próximo inclui sutilezas técnicas que envolvem alto controle de polarização da luz utilizada e regulação fina da distância entre a sonda e a superfície da amostra. Deve se levar em conta ainda, que a nano-sonda coletora/emissora faz da relação entre a intensidade luminosa introduzida no sistema e a intensidade detectada, um limite intrínseco. Como consequência, problemas com ruído são comuns. Em geral, as publicações nessa área mostram imagens de domínios magnéticos com resolução superior ao critério de Rayleigh. Além da alta resolução, os resultados são notáveis devido à estabilidade do equipamento desenvolvido. Isso porque uma imagem obtida por varredura leva, em geral, minutos para ser obtida. Assim, para que a estrutura de domínios seja observada na imagem, é necessário que o contraste gerado pelo efeito magnetoóptico (em geral da ordem de 1%) seja significativamente maior do que outras fontes de variação do sinal. Entre estas últimas, podemos incluir o ruído e as variações provenientes de derivas térmicas ou relaxações estruturais. O MO-SNOM desenvolvido no LMM não apresenta ainda tal estabilidade. O sinal óptico detectado pelo MO-SNOM é ainda muito afetado por derivas térmicas e de relaxação. Por esse motivo, não temos ainda imagens de domínios magnéticos obtidas em campo-próximo. O grande mérito dos

trabalhos desenvolvidos no LMM se deve à originalidade da abordagem adotada em vários aspectos:

- É comum grupos de pesquisa na área experimental adotarem uma abordagem sofisticada, onde pretendem controlar todos os parâmetros envolvidos no experimento. A abordagem adotada no LMM se caracteriza pela simplicidade. Acreditamos que um elevado número de dispositivos adicionados a um sistema aumenta a probabilidade de se introduzir elementos que influenciam no sinal que se deseja medir. Por esse motivo, o aparato experimental desenvolvido no MO-SNOM do LMM, mostrado na Fig. 3.2, é significativamente mais simples do que sistemas normalmente propostos por grupos que pesquisam na área [Bet92, Bau99, Sil94]. Dessa maneira, torna-se mais fácil identificar os pontos problemáticos do sistema e melhorá-lo. Por esse motivo também, adotamos a configuração transversal para detecção de efeitos Kerr magnetoópticos.
- A iniciativa de medir contraste de susceptibilidade magnetoóptica diferencial ao invés de domínios magnéticos e dar especial atenção às curvas de histerese local. Para a obtenção das imagens MODS, medimos ponto a ponto a variação da magnetização devido a ação de um campo oscilante numa frequência de 155 Hz. Além disso, as curvas de histerese local envolvem ciclos de 2.5 segundos. Para estas escalas de tempo, as derivas do sistema não são significativas. No nosso caso, as curvas de histerese local e a Fig. 4.4.9 mostram que a relação sinal-ruído é boa em nosso aparato. Essa nova forma de abordagem permitiu que obtivéssemos uma quantidade de imagens impressionante para os padrões de microscopia em campo-próximo, haja visto a seqüência de 27 imagens para a partícula de $4 \times 4 \times 0.08 \mu\text{m}^3$. A proposta de aquisição de curvas de histerese local em sistemas magnéticos estruturados, como a partícula de $16 \times 16 \times 0.08 \mu\text{m}^3$, originou curvas de histerese com formatos não usuais e uma interessante discussão sobre medidas locais.
- Optamos por iniciar os estudos em sistemas simples. A amostra estruturada de CoFeSiB mostrou-se bastante versátil. Tendo objetos em escalas que variam de 32 até $0.5 \mu\text{m}$ foi possível escolher sistemas adequados aos primeiros estudos. Esses sistemas apresentaram estruturas observáveis em campo-distante e, ao

mesmo tempo, elementos que destacaram a alta resolução e a característica local das medidas do MO-SNOM. Grande parte da riqueza do estudo apresentado nesse manuscrito se deve à comparação entre os resultados obtidos em campo-próximo com medidas de microscopia magnetoóptica de campo-distante.

Todos estes fatores indicam um equilíbrio do grupo sobre a avaliação das capacidades e limitações do MO-SNOM bem como a abordagem correta para obtenção de resultados relevantes.

Partindo para uma análise mais direcionada, diversas conclusões podem ser feitas do estudo realizado sobre a partícula de $16 \times 16 \times 0.08 \mu\text{m}^3$. As seqüências de imagens MODS obtidas em diferentes condições de H_{dc} e H_{ac} representam um conjunto de resultados sistemáticos sem precedentes na área de microscopia magnetoóptica em campo-próximo. As imagens mostram, para uma configuração de quatro domínios de fechamento (resultante da baixa anisotropia magnética da partícula), diversas distribuições de susceptibilidade diferencial relacionadas com as respectivas condições de campo aplicado. Por meio das curvas de histerese local, verificamos diferentes valores de susceptibilidade e campos de reversão local para diferentes posições de medida na superfície da partícula. Pudemos inferir sobre mecanismos de reversão magnética local. Em certas regiões, os formatos das curvas de histerese local indicaram processos de reversão magnética por movimentos de paredes de domínios enquanto que outras regiões havia indicação de rotação coerente de *spins*. Levando-se em conta o processo de inversão da magnetização mostrado na Fig. 4.4.11 e o comportamento de H_r ao longo da linha vertical (Fig. 4.4.5) inferimos sobre a extensão do domínio reverso formado na região central da partícula, além da intensidade de H_{dc} envolvido no processo. Em outra forma de abordagem, as derivadas de imagens de histerese proporcionaram uma ferramenta para verificar comportamentos estatísticos apresentados pela partícula ao longo dos ciclos de magnetização envolvidos nas medidas de curvas de histerese local (Fig.4.4.17).

Os diferentes comportamentos apresentados pelas curvas de histerese local levaram a uma interessante discussão acerca de conceitos como “coercividade local” e “susceptibilidade local”. Não obstante o já mencionado, certas curvas apresentaram

formatos intrínsecos de comportamentos locais do processo de magnetização da partícula. Estes comportamentos locais puderam ser relacionados com seqüências de imagens obtidas por microscopia óptica sensível a efeito Kerr longitudinal (Fig. 4.4.14). Estas últimas por sua vez, tiveram a interpretação auxiliada por simulações micromagnéticas (OOMMF). Dessa forma, além do ineditismo dos resultados obtidos com o MO-SNOM, temos um conjunto coerente de dados envolvendo duas técnicas experimentais e uma teórica.

A seqüência de imagens MODS obtida para a partícula de $4 \times 4 \times 0.08 \mu\text{m}^3$ é, por si só um resultado notável (Fig. 4.4.19). Grande parte das imagens nela contida muito provavelmente estão relacionadas à estrutura de quatro domínios de fechamento. A seqüência mostra, em 27 imagens, a distribuição de susceptibilidade ao longo do processo de reversão da magnetização desde a nucleação até o limiar da saturação. Nas primeiras imagens, pudemos observar duas regiões de alta susceptibilidade (uma superior e a outra inferior), cada uma delas relacionada com a nucleação de uma quiralidade da estrutura de quatro domínios de fechamento. De forma análoga ao que é observado para a partícula de $16 \times 16 \times 0.08 \mu\text{m}^3$, a partícula apresenta uma transição na configuração de susceptibilidade. Entre as imagens referentes à $H_{dc} = 61$ e 66.5 Oe, notamos que, da primeira para a segunda, a região de alta susceptibilidade se divide em duas regiões que se deslocam para áreas mais próximas às bordas inferiores da partícula. Numa partícula com essas dimensões, métodos em campo-distante dificilmente retratariam o processo com tamanha riqueza de detalhes.

A interpretação das imagens MODS obtidas para a partícula de $4 \times 4 \times 0.08 \mu\text{m}^3$ foram auxiliadas por simulações micromagnéticas. O programa OOMMF foi desenvolvido e usado para simular configurações de domínio magnético. No caso da partícula de $4 \times 4 \times 0.08 \mu\text{m}^3$, utilizamos o programa para que os contrastes de susceptibilidade diferencial fossem destacados e boa correlação com os resultados experimentais foi obtida. Trata-se de uma nova abordagem de utilização do OOMMF.

Se considerarmos SNOMs simplesmente ópticos, normalmente é difícil discutir sobre resolução. Durante o processo de varredura sobre a superfície da amostra, contrastes ópticos e topográficos estão intimamente relacionados. Nesse caso é difícil diferenciar a resolução óptica de artefatos provenientes de elementos topográficos. Estes

últimos podem gerar alterações na regulação da distância sonda-amostra que se refletem no sinal óptico detectado. As imagens MODS obtidas com o MO-SNOM se referem a propriedades magnéticas. A independência entre o contraste magnético e o topográfico é clara. As imagens MODS indicam resolução melhor que 200 nm. Podemos considerar que, ao longo das experiências nas partículas de $4 \times 4 \times 0.08 \mu\text{m}^3$ e $16 \times 16 \times 0.08 \mu\text{m}^3$, o volume mínimo da partícula analisado pelo MO-SNOM foi de $200 \times 200 \times 80 \text{ nm}^3$. Assumindo que a liga CoFeSiB possui magnetização de saturação $M_s \cong 0,6 \times 10^3 \text{ emu/cm}^3$, temos que o MO-SNOM é sensível a $\Delta M \cong 2 \times 10^{-12} \text{ emu}$. A sensibilidade do MO-SNOM foi comprovada também nas curvas de histerese local obtidas na amostra de multicamadas acopladas por *exchange-bias* (Fig. 4.4.25). Nesse experimento, medimos o comportamento magnético do filme de NiFe (*permalloy*) com espessura de 10 nm. No comprimento de onda utilizado, o efeito magnetoóptico da liga *permalloy* é aproximadamente 20% do efeito apresentado por uma liga de CoFeSiB. Observe que, no caso das amostras 1612_20 a camada de NiFe é separada da superfície por uma camada de 10 nm de FeMn e uma camada de 3 nm de Ta. Ainda assim, as curvas de histerese local mostram que o MO-SNOM é sensível ao comportamento magnético da camada de NiFe. Considerando a resolução e a sensibilidade já obtida, e levando-se em conta o conjunto de resultados, fica evidente a possibilidade de se desenvolver estudos experimentais em micromagnetismo.

Como descrito no Cap. 3, o MO-SNOM detecta o sinal magnetoóptico utilizando uma configuração semelhante ao efeito transversal. Como a luz é emitida em campo-próximo, é difícil definir a interação desta com a superfície da amostra. Porém se definirmos um plano que contém a ponta, o detetor e o ponto da superfície iluminada pela ponta, podemos considera-lo como “plano de reflexão”. Nesse caso, todos os resultados obtidos até agora indicam que o efeito Kerr magnetoóptico transversal em campo-próximo, é funcionalmente semelhante ao efeito em campo-distante, ou seja, a intensidade da luz detectada é proporcional à componente da magnetização ortogonal ao plano de reflexão.

Em toda a microscopia de sonda de varredura, o processamento e caracterização das sondas utilizadas é de alta relevância. Além disso, como mencionado na seção 4.1, a não coincidência das pontas óptica e topográfica representava um problema recorrente

das pontas produzidas por métodos usuais. Nesse contexto, evoluímos bastante com as técnicas de menisco interrompido e corrosão seletiva com camada protetora de Nujol. Desde então, as imagens óptica e topográfica apresentaram boa correlação. Porém um estudo sistemático do processo de metalização se faz necessário.

O MO-SNOM utiliza o efeito Kerr magnetoóptico para caracterização das amostras. Por isso, é desejável um controle fino da polarização da luz. Embora as “orelhas de Mickey” permitam uma rápida otimização da polarização, ainda estamos sujeitos a relaxações temporais da fibra óptica que acabam tendo reflexos na polarização.

Enfim, temos um trabalho voltado para a área de instrumentação, cujos resultados apresentados são relevantes do ponto de vista de física fundamental e também ajudam a estabelecer a microscopia magnetoóptica de campo-próximo.

Vale a pena ressaltar ainda, que o trabalho aqui apresentado é resultado de uma colaboração de diversos grupos de pesquisa. O LMM contou com a colaboração da Escola Politécnica da USP (Brasil), com o Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas (Brasil), *Laboratoire Louis Néel – CNRS* (França) e *Laboratoire de Physique des Solides – Université Paris-Sud XI* (França). As colaborações adicionaram riqueza e solidez ao trabalho.

5.2 - Perspectivas Futuras

A resolução e a sensibilidade do MO-SNOM faz dele um poderoso instrumento com numerosas possibilidades de utilização. Num futuro próximo, além das imagens de domínios, pretendemos caracterizar amostras detalhadamente por meio de curvas de histerese local. A partir destas curvas, podemos obter mapas de campo de reversão, anisotropia, susceptibilidade, magnetização remanente, etc.

Apesar dos bons resultados, as imagens de domínios magnéticos em campo-próximo permanecem entre os objetivos dos trabalhos com o MO-SNOM. Isso demanda controle das derivas que geram variações do sinal óptico em escalas de tempo de minutos. Há indícios de que, em nosso caso, as derivas são geradas principalmente por variações da condição de polarização da luz emitida. Muito têm sido feito para superar essa limitação. Dentre outros, as “orelhas de Mickey” demonstram esse esforço como um

dispositivo que já foi incorporado no sistema e têm dado resultado. Evoluímos bastante nos processos de produção de pontas, gerando mais eficiência. Os procedimentos de montagem das pontas e manuseio do microscópio também melhoraram. Trata-se de um conjunto aberto de parâmetros que envolve desde a cola utilizada para fixar a ponta no diapasão até a amplitude da voltagem de excitação do mesmo.

Apresentamos também resultados preliminares de estudo em objetos extensos. Saturando a amostra repetidamente e verificando os padrões de susceptibilidade diferencial após cada saturação, podemos verificar a repetição estatística de um dado padrão específico. De forma complementar, pode-se estudar as distribuições potenciais de *pinning* para as paredes de domínio, estudando as diferentes distribuições de susceptibilidade diferencial em função de H_{ac} .

Existem projetos em andamento visando a utilização do MO-SNOM com diferentes objetivos e configurações. Em colaboração com o Dr. Ivan Bechtold do grupo de Fluidos Complexos do IFUSP, estamos estudando a manipulação óptica local de polímeros sensíveis a condições específicas de radiação eletromagnética.

Em outro projeto, o Dr. Luiz G. C. Melo, em colaboração com a Doutoranda Mariana Pojar estão adaptando o MO-SNOM. O objetivo é fazer da ponta uma sonda que funcione como um nano-coletor. Pretende-se estudar, em campo-próximo, a exacerbação dos efeitos Kerr magnetoópticos presentes em condições de ressonância plasmon de superfície em filmes finos magnéticos. Nesse projeto está previsto a utilização das pontas produzidas pela técnica do menisco interrompido.

Também relacionado com a ressonância plasmon, estamos realizando outro projeto com a colaboração da Dr(a) Daniela Zanchet e o doutorando Túlio C. R. da Costa, ambos do Laboratório Nacional de Luz Síncrotron. Nesse projeto, a intenção é produzir partículas nanoscópicas de Au sobre um filme fino magnético. Assim, podemos estudar o acoplamento da ressonância plasmon apresentado pelas partículas com a superfície magnética.

Num futuro próximo, pretendemos implantar um sistema que permite que uma superfície seja analisada em meio líquido. Dessa forma, sistemas biológicos podem ser estudados.

6 – Conclusões

Após análise dos resultados obtidos concluímos que:

- O MO-SNOM foi capaz de obter imagens de contraste magnetoóptico com resolução estimada de $\Delta s < 200$ nm. Considerando-se esta resolução nas curvas de histerese local obtidas nas partículas de CoFeSiB, estimamos sua sensibilidade em $\Delta M \cong 2 \times 10^{-12}$ emu.
- O efeito Kerr magnetoóptico transversal em campo-próximo, é funcionalmente semelhante ao efeito em campo-distante, ou seja, a intensidade da luz detectada é proporcional à componente da magnetização ortogonal ao plano de reflexão.
- Considerando o conjunto de resultados, fica evidente a possibilidade de se desenvolver estudos experimentais em micromagnetismo com o MO-SNOM.
- As imagens MODS obtidas para as partículas de CoFeSiB revelaram um comportamento magnético das partículas determinado basicamente pela anisotropia de forma.
- As curvas de histerese local permitiram obter parâmetros locais como susceptibilidade, campo de reversão, além de auxiliarem na compreensão de processos de magnetização das partículas estudadas. Além disso, muitas curvas apresentaram um formato não usual, que evidenciaram comportamentos magnéticos intrinsecamente locais.
- As derivadas de imagens de histerese proporcionaram uma ferramenta para verificar comportamentos estatísticos apresentados pela partícula ao longo dos ciclos de magnetização envolvidos nas medidas de curvas de histerese local
- Os resultados obtidos com o MO-SNOM para as partículas de CoFeSiB são fortemente sustentados por medidas de microscopia magnetoóptica de campo-distante e simulações micromagnéticas
- As imagens MODS e as curvas de histerese local representam um conjunto de resultados sem precedentes na área de microscopia magnetoóptica em campo-próximo, dando um passo importante para o estabelecimento da técnica. Além

disso, o MO-SNOM se mostrou inigualável no que se refere à medidas realizadas sob a presença de campos magnéticos externos.

- O conjunto de resultados, especialmente os descritos na sessão 4.4c e no Apêndice 2 mostram que as medidas obtidas com o MO-SNOM são reprodutíveis.

7 – Referências (em ordem alfabética de primeiro autor)

- [Ade99] C. Adelman, J. Hetzler, G. Scheiber, T. Schimmel, M. Wegener, H. B. Weber, H. Löhneysen, “Experiments on the Depolarization Near-field Scanning Optical Microscope”, *Appl. Phys. Lett.* **74** (2) 179 (1999).
- [Aig98] T. Aign, P. Meyer, S. Lemerle, J. P. Jamet, J. Ferré, V. Mathet, C. Chappert, J. Gierak, C. Vieu, F. Rousseaux, H. Launois, H. Bernas, “Magnetization Reversal in Arrays of Perpendicularly Magnetized Ultrathin Dots Coupled by Dipolar Interaction”, *Phys. Rev. Lett.* **85** (25) 5656 (1998).
- [Aig99] L. Aigouy, S. Grésillon, A. Lahrech, A. C. Boccara, J. C. Rivoal, V. Mathet, C. Chappert, J. P. Jamet, “Apertureless Scanning Near-field Magneto-optical Microscopy of Magnetic Multilayers”, *J. Microscopy* **194** (2/3) 295 (1999).
- [All02] D. A. Allwood, G. Xiong, M. D. Cooke, C. C. Faulkner, D. Atkinson, N. Vernier, R. P. Cowburn, “Submicrometer Ferromagnetic NOT Gate and Shift Register”, *Science* **296** 2003 (2002).
- [Bau99] A. Bauer, B. L. Petersen, T. Crecelius, G. Meyer, D. Wegner, G. Kaindl, “Magnetic Domain Imaging with Scanning Near-field Optical Microscope using a modified SAGNAC interferometer”, *J. Microscopy* **194** (2/3) 507 (1999).
- [Ber98] P. Bertrand, L. Conin, C. Hermann, G. Lampel, J. Peretti, V. I. Safarov, “Imaging of Magnetic Domains with Scanning Tunneling Optical Microscopy”, *J. Appl. Phys.* **83** 11 6834 (1998).
- [Bet92] E. Betzig, J. K. Trautman, R. Wolfe, E. M. Gyorgy, P. L. Finn, M. H. Kryder, C. –H. Chang, “Near-field Magneto-optics and High Density Data Storage”, *Appl. Phys. Lett.* **61** (2) 142 (1992).

- [Bou04] A. Bouhelier, M. R. Beverluis, L. Novotny, “Applications of field-enhanced Optical Microscopy”, *Ultramicroscopy* **100** 413 (2004).
- [Cho02] S. B. Choe, S. C. Shin, “Direct Observation of non-Gaussian Distribution of Local Magnetic Properties in Ferromagnetic Thin Films”, *Phys. Rev. B.* **65** 224424 (2002).
- [Cou94] D. Courjon, C. Bainier, “Near Field Microscopy and Near Field Optics” *Rep. Prog. Phys.* **57** 989 (1994).
- [Dür86] U. Dürig, D. W. Pohl, F. Rohrer, “Near-field Optical-scanning Microscopy”, *J. Appl. Phys.* **59** (10) 3318 (1986).
- [For00] F. de Fornel “Evanescent Waves From Newtonian Optics to Atomic Optics”, *Springer* page 223 (2000).
- [Fre68] M. J. Freiser, “A Survey of Magneto-optic Effects” *IEEE Trans. Magn.*, **MAG-4**, 152 (1968).
- [Fum98] P. Fumagalli, A. Rosemberger, G. Eggers, A. Münnemann, N. Held, G. Güntherodt, “Quantitative Determination of the Local Kerr Rotation by Scanning Near-field Magneto-optic Microscopy”, *Appl. Phys. Lett.* **72** (22) 2803 (1998).
- [Gra04] P. Grabiec, J. Radojewski, M. Zaborowski, K. Domanski, T. Schenkel, I. W. Rangelow, “Batch fabricated scanning near field optical microscope/atomic force microscopy microprobe integrated with piezoresistive cantilever beam with highly reproducible focused ion beam micromachined aperture” *J. Vac. Sci. Technol. B* **22** (1) 16 (2004).

- [Har03] A. Hartschuh, E. J. Sánchez, X. S. Xie, L. Novotny, “High-Resolution Near-Field Raman Microscopy of Single-Walled Carbon Nanotubes”, *Phys. Rev. Lett.* **90** (9) 095503-1 (2003).
- [Hec97] B. Hecht, H. Bielefeldt, Y. Inouye, D. W. Pohl, L. Novotny, “Facts and artifacts in near-field optical microscopy” *J. Appl. Phys.* **81** (6) 2492 (1997).
- [Hei99] H. Heinzelmann, J. M. Freyland, R. Eckert, Th. Huser, G. Schürmann, W. Noell, U. Staufer, N. F. De Rooij, “Towards better scanning near-field optical microscopy probes – progress and new developments”, *J. Microscopy* **194** (2/3) 365 (1999).
- [Her99] M. K. Herndon, “Near field scanning optical microscopy of polycrystalline semiconductors”, PhD Thesis – Colorado School of Mines (1999).
- [Hig02] D. A. Higgins, “Optics Up Close and Personal” *Nature Materials* **1** 83 (2002).
- [Hua94] S. Huard, “Polarisation de la Lumière”, *Masson*, p281, (1994).
- [Hub98] A. Hubert, R. Schäfer, “Magnetic Domains – The Analysis of Magnetic Microstructures”, *Springer*, p240, (1998).
- [Hun67] R. P. Hunt “Magneto-Optic Scattering From Thin Solid Films” *J. Appl. Phys.* **38**, 1652 (1967).
- [Imh03] J. M. Imhof, E. Kwak, D. A. V. Bout, “Standard sample probes for characterizing optical apertures in near-field scanning optical microscopy”, *Rev. Sci. Instr.* **74** (4) 2424 (2003).

- [Ish99] T. Ishibashi, T. Yoshida, A. Iijima, K. Sato, Y. Mitsuoka, K. Nakajima, "Polarization properties of bent-type optical fibre probe for magneto-optical imaging", *J. Microscopy* **194** (2/3) 374 (1999).
- [Jub03] P. O. Jubert, J. C. Toussaint, O. Fruchart, C. Meyer, Y. Samson, "Flux-Closure-Domain States and Demagnetizing Energy Determination in Sub-micron Sized Magnetic Dots", *Europhys. Lett.* **63** (1) 132 (2003).
- [Kal01] T. Kalkbrenner, M. Ramstein, J. Mlynek, V. Sandoghdar, "A Single Gold Particle as a Probe for Apertureless Scanning Near-Field Optical Microscopy", *J. Microscopy* **202** (1) 72 (2001).
- [Kot97] V. Kottler, N. Essaidi, N. Ronarch, C. Chappert, and Y. Chen, "Dichroic imaging of magnetic domains with a scanning near-field optical microscope", *J. Magn. Mater.*, **165** 398400 (1997).
- [Kot98] V. Kottler, C. Chappert, N. Essaidi, Y. Chen, "Imagnig of Magnetic Domains in Thin Co/Pt and CoNi/Pt Multilayers by Near-Field Magneto-optical Circular Dichroism", *IEEE Trans. Magn.* **34** (4) 2012 (1998).
- [Kot99] V. Kottler, N. Essaidi, Y. Chen and C. Chappert, "Magnetic domain imaging with scanning near-field optical microscopy", *J. Magn. Soc. Jpn.* **23** (1-2) (1999).
- [Lei99] T. Leinhos, O. Rudow, M. Stopka, A. Vollkopf, E. Oesterschulze, "Coaxial probes for scanning near-field microscopy", *J. Microscopy* **194** (2/3) 349 (1999).
- [Lu03] N. H. Lu, C. W. Huang, C. Y. Chen, C. F. Yu, T. S. Kao, Y. H. Fu, D. P. Tsai, "Implementation of a short-tip tapping-mode tuning fork near-field scanning optical microscope", *J. Microscopy* **209** (3) 205 (2003).

- [Mar03] J. I. Martín, J. Nogués, K. Liu, J. L. Vicent, I. K. Schuller, “Ordered Magnetic Nanostructures: Fabrication and Properties”, *J. Magn. Magn. Mater.* **256** 449 (2003).
- [Met65] G. Metzger, P. Pluvinage, R. Torguet, “Termes Linéaires at Quadratiques dans l’Effect Magnéto-Optique de Kerr”, *Ann. Phys.* **10** 5 (1965).
- [Mey03] G. Meyer, T. Crecelius, A. Bauer, D. Wegner, I. Mauch, G. Kaindl, “Magneto-optical Near-field Microscopy of Ultrathin Films in Ultrahigh Vacuum”, *J. Microscopy* **210** (3) 209 (2003).
- [Mil02] J. Miltat, A. Thiaville, “Vortex Cores – Smaller Than Small”, *Science* **298** 555 (2002).
- [Mon96] S. Mononobe, M. Ohtsu, “Fabrication of a pencil-shaped fiber probe for near-field Optics by selective chemical etching”, *J. Light. Tech.* **14** (10) 2231 (1996).
- [Mur99] H. Muramatsu, K. Homma, N. Chiba, N. Yamamoto, A. Egawa, “Dynamic etching method for fabricating a variety of tip shapes in the optical fibre probe of a scanning near-field optical microscope”, *J. Microscopy*, **194** (2/3) 383 (1999).
- [Nab02] S. Naberhuis, “Probe-based Recording Technology” *J. of Magn. and Magn. Mater.* **249** 447 (2002).
- [Nov03] V. Novosad, M. Grimsditch, J. Darrouzet, J. Person, S. D. Bader, V. Metlushko, K. Guslienko, Y. Otani, H. Shima, K. Fukamichi, “Shape effect on magnetization reversal in chains of interacting ferromagnetic elements”, *Appl. Phys. Lett.* **82** (21) 3716 (2003).
- [Oka01] T. Okamoto, I. Yamaguchi, “Photocatalytic Deposition of a Gold Nanoparticle onto the Top of a SiN Cantelever Tip”, *J. Microscopy* **202** (1) 100 (2001).

- [OOM99] M.J. Donahue and D.G. Porter – OOMMF User's Guide, Version 1.0 – Interagency Report NISTIR 6376 – National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, MD - <http://math.nist.gov/oommf> - (1999).
- [Par86] O. Paroli, “An Introduction to Magneto-optics” In: V. Tognetti, F. Borsa, Magnetic Properties of Mater, Turin, *World Scientific*, 335 (1986).
- [Pla02] T. Plake, M. Ramsteiner, H. T. Grahn, “Monolayer Topography Resolution Achieved in a Scanning Near-field Optical Microscope”, *Rev. Sci. Instr.* **73** (12) 4250 (2002).
- [Puy00] B. A. F. Puygranier, P. Dawson, “Chemical etching of optical fibre tips – experiment and model” *Ultramicroscopy* **85** 235 (2000).
- [Puy01] B. A. F. Puygranier, S. Montgomery, J. Ashe, R. J. Turner, P. Dawson, “Imaging tip formation in single-mode optical fibers”, *Ultramicroscopy* **86** 233 (2001).
- [Saf95] V. I. Safarov, V. A. Kosobukin, C. Hermann, G. Lampel, C. Marlière, J. Peretti, “Near-field Magneto-optics with Polarization Sensitive STOM”, *Ultramicroscopy* **57** 270 (1995).
- [Sai96] T. Saiki, S. Mononobe, M. Ohtsu, N. Saito, J. Kusano, “Tailoring a high-transmission fiber probe for photon scanning tunneling microscope”, *Appl. Phys. Lett.* **68** (19) 2612 (1996).
- [Sch04] J. Schoenmaker, M. S. Lancarotte, A.C. Seabra, Y. Souche and A.D. Santos, “Magnetic Characterization of Microscopic Particles by MO-SNOM”, *J. Microscopy*. **214**, pp 22-26 Part 1 APR (2004).

- [See01] S. Seebacher, W. Osten, V. P. Veiko, N. B. Voznessenski, “Inspection of nano-sized SNOM-tips by optical far-field evaluation” *Optics and Lasers Eng.* **36** 451 (2001).
- [Sil94] T. J. Silva, S. Schultz, D. Weller, “Scanning Near-Field Optical Microscope for the Imaging of Magnetic Domains in Optically Opaque Materials”, *Appl. Phys. Lett.* **65** (6) 658 (1994).
- [Sou99] Y. Souche, M. Schlenker, R. Raphel, L. Alvarez-Prado, “Near-field Optics and Magnetism”, *Mat. Sci. Forum* **302-303** 105 (1999).
- [Stö99] R. Stöckle, C. Fokas, V. Deckert, R. Zenobi, B. Sick, B. Hecht, U. Wild, “High-quality near-field optical probes by tube etching”, *Appl. Phys. Lett.* **75** (2) 160 (1999).
- [Sto04] H. Stoll, A. Puzic, B. Wayenberge, P. Fischer, J. Raabe, M. Buess, T. Haug, R. Höllinger, C. Back, D. Weiss, G. Denbeaux, “High Resolution Imaging of Fast Magnetization Dynamics in Magnetic Nanostructures”, *Appl. Phys. Lett.* **84** (17) 3328 (2004).
- [Tak04] S. Takahashi, W. Dickson, R. Pollard, A. Zayats, “Near-Field Magneto-optical Analysis in Reflection Mode SNOM”, *Ultramicroscopy* **100** 443 (2004).
- [Tuf96] A. P. Tufaile, “O Magnetômetro a Efeito Kerr em Baixas Temperaturas e o Filme Amorfo de Dy-Co” Dissertação de Mestrado – IFUSP (1996).
- [Tur84] D. R. Turner, U. S. Patent nº 4,469,554 (1984).
- [Wac02] A. Wachowiak, J. Wiebe, M. Bode, O. Peitzsch, M. Morgenstern, R. Wiesendanger, “Direct Observation of Internal Spin Structure of Magnetic Vortex Cores”, *Science* **298** 577 (2002).

- [Wal02] J. N. Walford, J. A. Porto, R. Carminati, J. J. Greffet, “Theory of Near-field Magneto-optical Imaging”, *J. Opt. Soc. Am.* **19** (3) (2002).
- [Wer95] W. Wernsdorfer, K. Hasselbach, A. Benoit, G. Cernicchiaro, D. Mailly, B. Barbara, L. Thomas, “Measurements of the Dynamics of the Magnetization Reversal in Individual Single-Domain Co Particles”, *J. Magn. Magn. Mat.* **151** 38 (1995).
- [Zhu02] X. Zhu, P. Grütter, V. Metlushko, B. Ilic, “Magnetization Reversal and Configuration Anisotropy of Dense Permalloy Dot Arrays”, *Appl. Phys. Lett.* **80** (25) 4789 (2002).
- [Zhu04] X. Zhu, P. Grütter, “Imaging, Manipulation and Spectroscopic Measurements of Nanomagnets by Magnetic Force Microscopy”, *MRS Bull*, July 457 (2004).

Apêndice 1: Programa de modelização das orelhas de Mickey

Programa em linguagem *Lab-talk* para modelização do sistema orelhas de Mickey:

```

AA=1.0;
FF=90.0*pi/180.0;
ABS=0.6;

create elip -w 200 A B;
create funcao -w 200 A B C D E;
create angulo -w 200 A B;

for (l=1;l<181;l+=1)
  {
    PP=l*pi/180;

    for (j=1;j<185;j+=1)
      {
        funcao_A[j]=j*pi/180;
        funcao_B[j]=(AA*ABS*cos(PP)*sin(funcao_A[j]+FF));
        funcao_C[j]=(AA*sin(PP)*sin(funcao_A[j]));
        funcao_D[j]=(((funcao_B[j])^2)+(funcao_C[j])^2);
      };
    copy funcao_D funcao_E;

    der -p funcao_E;

    for (j=1;j<181;j+=1)
      {
        if (funcao_E[j]==0)
          {
            VV1=funcao_D[j];
          }
      }
  }

```

```

        VV2=funcao_D[j+90];
        VV3=funcao_B[j];
        VV4=funcao_C[j];
        VV5=funcao_B[j+90];
        VV6=funcao_C[j+90];

        break;

    };
};

if((VV1/VV2)>=1)
    {
    elip_B[l]=(VV2/VV1);
    angulo_B[l]= atan(VV4/VV3);
    };
else
    {
    elip_B[l]=(VV1/VV2);
    angulo_B[l]= atan(VV6/VV5);
    };

elip_A[l]=PP;
angulo_A[l]=PP;
};

```

Os parâmetros de entrada são:

- AA – representa o módulo inicial do vetor campo elétrico (\vec{A}). Em última instância, representa um fator proporcional a intensidade do laser. Esse fator foi introduzido com o objetivo de utilizar o programa para um procedimento de ajuste dos dados experimentais. Como veremos adiante, devido a diferença

entre os comportamentos simulados e medidos, esse parâmetro não chegou a ser utilizado.

- FF – Representa a diferença de fase F gerada pelo laço. É dado em graus (no programa o valor *default* é 90°) e convertido em radianos, unidade utilizada pelo *Origin*.
- ABS – Representa a diferença de absorção óptica I_{abs} entre os eixos x e y do sistema. De acordo com o valor *default*, o eixo x apresenta uma absorção 40% superior ao eixo y.

Apêndice 2: A partícula de $1 \times 1 \times 0.08 \mu\text{m}^3$

Apesar do espaço considerável que este sessão ocupa na tese, achamos que os resultados apresentados são relevantes apesar de apresentarem problemas (os problemas serão esclarecidos no decorrer do texto). Os resultados demonstram a reprodutibilidade das medidas do MO-SNOM, além de indicar a nossa tendência de estudarmos sistemas cada vez menores, testando os limites do MO-SNOM.

Obtivemos imagens topográficas e ópticas de uma partícula de $1 \times 1 \times 0.08 \mu\text{m}^3$ (Fig. A2.1). Realizamos também curvas de histerese em determinadas posições da superfície desta partícula.

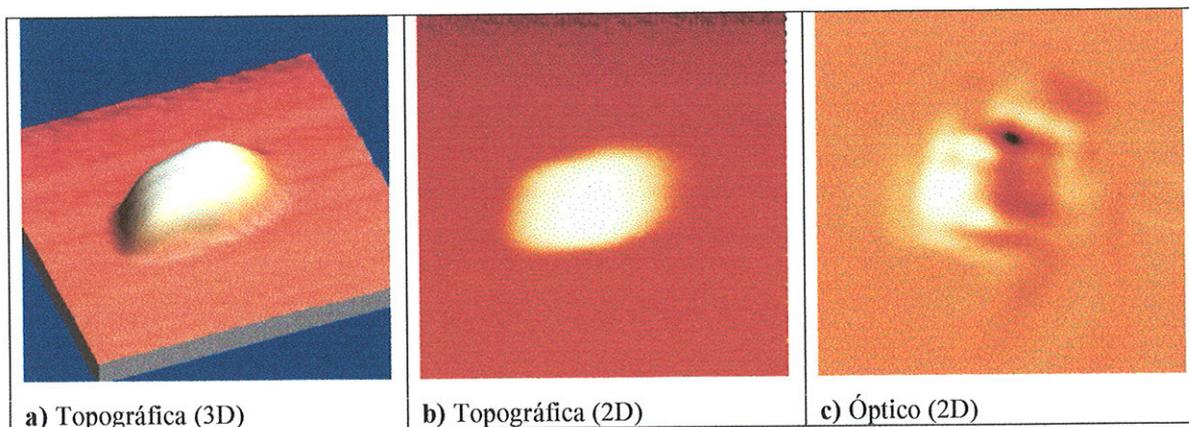


Figura A2.1: Imagens topográfica 3D e 2D e óptica 2D obtidas com o MO-SNOM de uma partícula de $\text{Co}_{70.4}\text{Fe}_{4.6}\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$ amorfo com dimensões $1 \times 1 \times 0.08 \mu\text{m}^3$.

Na Fig. A2.1 apresentamos a imagem topográfica da partícula em duas e três dimensões. As imagens óptica e topográfica foram obtidas simultaneamente. Notamos que a imagem óptica se apresenta mais regular, indicando que a discrepância entre a imagem topográfica e uma suposta partícula quadrada regular são conseqüências das qualidades mecânicas da ponta já deteriorada. Nesse caso, trata-se de uma artefato comum em imagens de microscopia por sonda de varredura. Por isso, achamos que a imagem óptica da partícula é mais adequada para indicar as posições em que foram realizadas curvas de histerese.

A Fig. A2.2 apresenta a parte central da imagem da Fig. A2.1c juntamente com a indicação das posições das medidas efetuadas. A distância entre as posições 0 e 10 é de 1

μm . Os números que representam as posições de medida representam também a seqüência de aquisição. Observe na imagem que a distribuição da perturbação óptica devido a presença da partícula ocupa uma área de aproximadamente $2 \times 2 \mu\text{m}^2$. Levando-se em conta que não obtivemos contraste magnetoóptico nas posições 1 e 12, as curvas foram obtidas dentro de uma área menor. Esse fato levanta questões sobre as diferenças entre os contrastes ópticos e magnetoópticos, mas que necessitam de estudos mais específicos afim de obtermos as respostas.

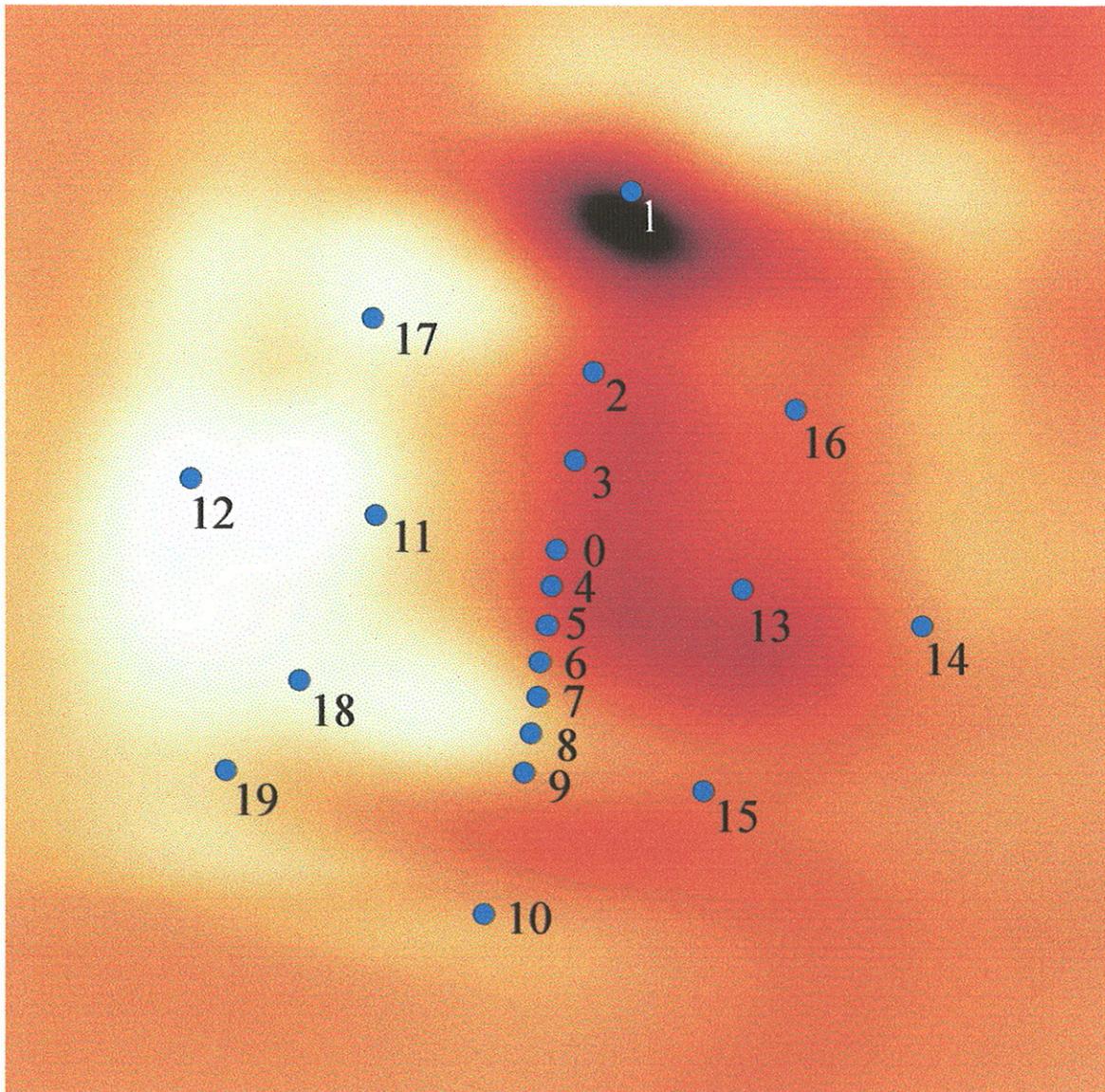


Figura A2.2: Imagem óptica da partícula de $1 \times 1 \times 0,08 \mu\text{m}^3$ com as indicações das posições das curvas de histerese obtidas.

A Fig. A2.3 apresenta curvas de histerese local obtidas na posição 0 com diferentes campos máximos. Um aspecto importante a ser notado, e que vale para todas as curvas obtidas para esta partícula, é o comportamento não usual do efeito magnetoóptico em função do campo aplicado. Dentre as hipóteses levantadas, destacamos que a polarização da luz ao longo do caminho óptico (a partir do laser, passando pela ponta da fibra até a interação com a amostra) não é bem controlada pelo MO-SNOM. As medidas foram realizadas antes da introdução do sistema de orelhas de Mickey. Assim, o formato das curvas pode ser fruto da soma dos efeitos Kerr magnetoóptico longitudinal e transversal. Outra possibilidade (menos provável) seria um fator intrínseco do sistema estudado. Neste caso, processo de magnetização é dependente dos altos campos desmagnetizantes presentes em estruturas nessa escala.

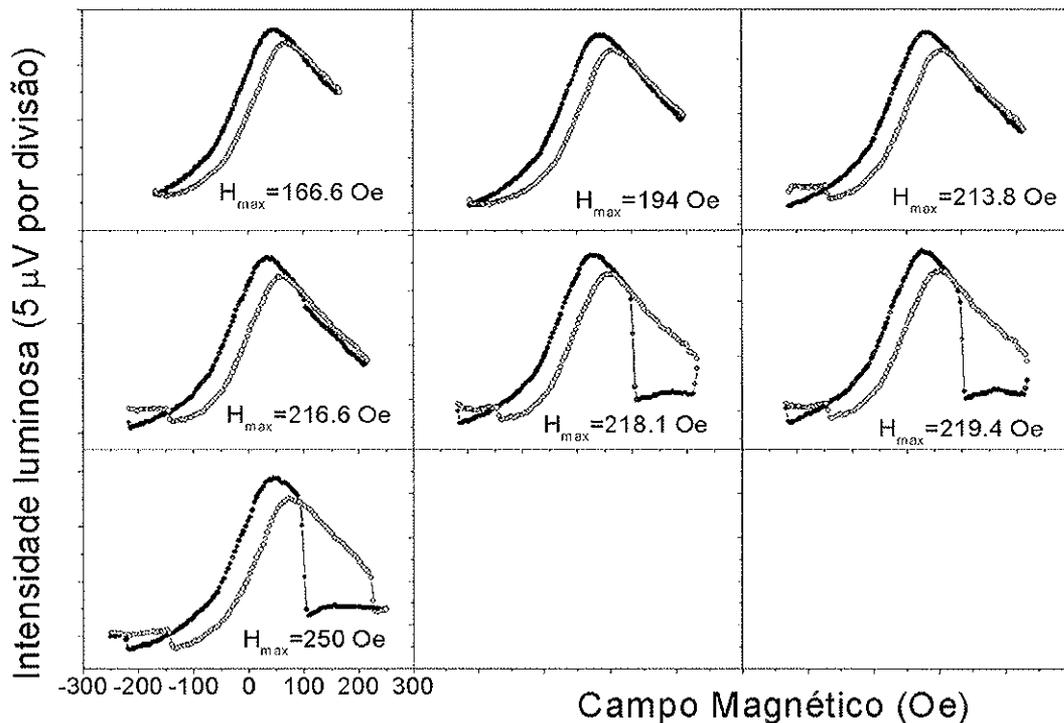


Figura A2.3: Curvas de histerese locais obtidas na posição 0 para diferentes valores de H_{\max} .

De maneira mais específica, podemos destacar a transição do comportamento da magnetização em função do campo aplicado. Para o perfil de campo crescente (representado na Fig. A2.3 pelos círculos abertos), podemos perceber o aparecimento de

um degrau na magnetização nas curvas correspondentes a $H_{\text{máx}} \geq 213.8$ Oe. Nestes casos, o degrau ocorre para $H = -143 \pm 2$ Oe. Um fenômeno semelhante ocorre para a curva de magnetização correspondente ao campo decrescente (círculos cheios) onde podemos observar um degrau na magnetização para $H = 102 \pm 2$ Oe para todas as curvas obtidas com $H_{\text{máx}}$ superior a 218.1 Oe. Note que para $H_{\text{máx}} = 216.6$ o degrau não aparece, sendo o mesmo observado para o campo máximo acrescido de apenas 1.5 Oe. Essa forte dependência do comportamento da magnetização em função do campo máximo aplicado se mostrou reprodutível.

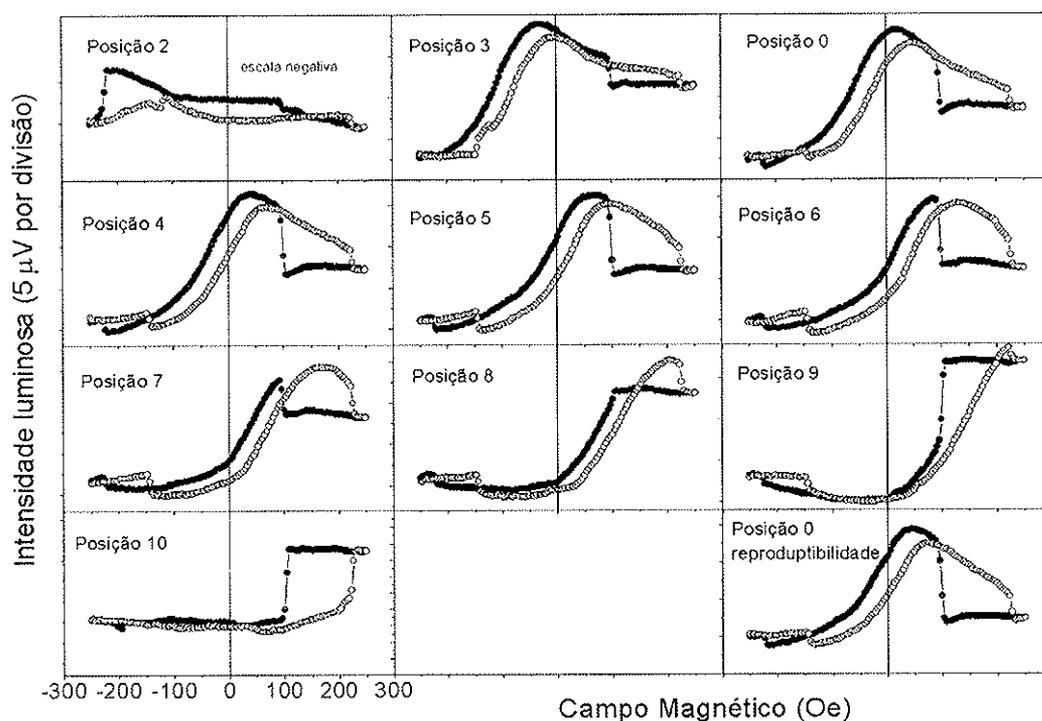


Figura A2.4: Curvas de histerese locais obtidas em diferentes pontos da partícula. A posição de cada medida se encontra indicada sobre a imagem óptica da partícula (Fig. A2.2).

A Fig. A2.4 apresenta as curvas de histerese obtidas ao longo da linha vertical que vai da posição 2 até a posição 10. Novamente, o comportamento não usual da magnetização pode ser destacado. Podemos destacar a variação sistemática do comportamento da magnetização na medida em que a posição de medida varia ao longo da linha vertical. Assim, mesmo que o comportamento não usual da magnetização seja fruto de um artefato, observamos um comportamento que é função da posição de medida,

caracterizando uma medida local. Devemos levar em conta que a separação entre as sucessivas medidas, desde a posição 0 até a posição 9, é de apenas 100 nm (Fig. A2.4). Note a diferença entre os comportamentos apresentados pelas posições 7 e 9. Essa distinção de comportamentos entre pontos de medidas separados por apenas 200 nm gera indicações sobre a resolução magnetoóptica do MO-SNOM.

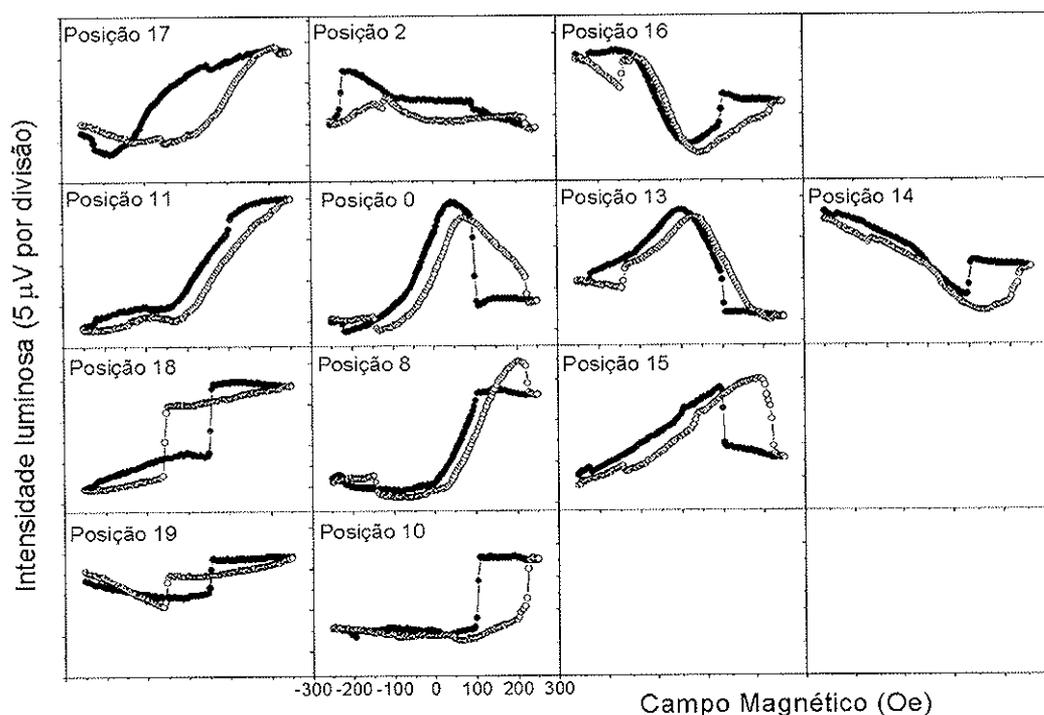


Figura A2.5: Curvas de histerese locais obtidas em diferentes pontos da partícula. A posição de cada medida se encontra indicada sobre a imagem óptica da partícula (Fig. A2.2).

Na Fig. A2.5 podemos observar curvas de histerese local obtidas em diferentes posições na superfície da partícula. A disposição das curvas na figura está relacionada com a disposição das posições de medida na partícula. Podemos observar comportamentos bem distintos para as diferentes posições. Apesar disso, todas as curvas de histerese obtidas para a partícula, exceto para as posições 17, 18 e 19, apresentam uma transição no comportamento magnético para $H = -143 \pm 2$ Oe e $H = 102 \pm 2$ Oe. Esse fato é um indício de que para esses valores de campo aplicado ocorre uma alteração significativa das propriedades magnéticas da partícula como um todo. Como exemplo, podemos relacionar essas transições a eliminação (ou surgimento) de paredes de domínio.

As medidas realizadas na partícula de $1 \times 1 \times 0.08 \mu\text{m}^3$ demonstram também a reprodutibilidade do MO-SNOM. Após a obtenção de curvas de histerese local nas 19 posições, a sonda foi reposicionada em regulação na posição 0 e nova curva de histerese local foi adquirida. O resultado está identificado na Fig. A2.4 como “posição 0 reprodutibilidade”. Observe que a curva é muito semelhante à curva obtida inicialmente para a posição 0.