UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
Instituto de Física

**“Estudo das Propriedades Magnéticas de um Objeto
Microestruturado através do SNOM-MO”**

Mariana Pojar

Prof. Dr. Antonio Domingues dos Santos (orientador)

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

Comissão Examinadora:

Prof. Dr. Antonio Domingues dos Santos (IFUSP)

Prof. Dr. André Bohomoletz Henriques (IFUSP)

Prof. Dr. Flavio Garcia (LNLS)

Prof. Dr. Ado Jório de Vasconcelos (UFMG)

Prof. Dr. Luiz Fernando Schelp (UFSM)

São Paulo
2008

*Dedico este trabalho aos meus pais
e à minha família.*

Agradecimentos

Gostaria de agradecer as várias pessoas que contribuíram de forma direta ou indireta para a realização deste trabalho.

Em especial, ao Toninho, pela oportunidade e voto de confiança para a realização deste trabalho, pela orientação e dedicação, sugestões e conselhos sempre dados de modo preciso e sempre pacientes, e principalmente pela sua amizade;

Ao Seabra, pelos ensinamentos em sua área de pesquisa e principalmente pela paciência e insistência nas horas de dificuldade;

Ao Jeroen, eterno amigo, que ensinou todos os detalhes e procedimentos no manuseio do SNOM de forma precisa e carinhosa;

À Alessandro, Angela, Regina, Luiz, Narcizo, companheiros de trabalho que desde o início acompanharam os meus primeiros passos;

À Gabriel, Simone, Gilderlon e Erick, valeu pela companhia, amizade e brincadeiras que tornaram o convívio no Laboratório mais carinhoso e agradável;

Ao Sergio, Marcelo, Iran, Paulo e Marcos, obrigada pela predisposição e paciência por me ajudarem sempre;

Aos meus Pais, minha avó, e meus irmãos (Renata, Camila e Divino), pelo apoio incondicional durante todos esses anos, desde os meus primeiros passos e em todos os momentos bons e ruins; pela infinita paciência e compreensão nas várias vezes que estive ausente, por ser o que vocês são... Sem vocês seria impossível essa minha caminhada.

À CAPES pelo apoio financeiro;

A todos vocês, meu mais sincero

Obrigada!!!

Abstract

Nanoscience and nanotechnology have become keywords for scientific development in most areas of research, including magnetism. For this reason, there is a strong demand for tools devoted to nano-scale characterization. The Magneto-optical Scanning Near Field Optical Microscope (SNOM-MO) falls in this context due to be a technique of microscopy with high spatial resolution and magnetic sensitivity, estimated to be $\Delta M = 2 \times 10^{-12}$ emu. In contrast to traditional optical microscopes, SNOM deals with evanescent electromagnetic radiation and, consequently, the resolution is no longer limited by the Rayleigh criterion.

The SNOM-MO is a powerful tool to obtain local magnetic information through differential susceptibility and local hysteresis loops. Using this last technique, an experimental micromagnetic mapping was made for the magnetization vector on a square amorphous CoFeSiBNb object. The experimental results obtained provided information about the two chiralities existing in its closure magnetic domain structure, whose behavior is determined mainly by the shape anisotropy. The study also showed that pinnings generated by defects on surface's object exerted great influence on the dynamic of the magnetization vectors. Due to the large amount of local magnetic information, this kind of study becomes a potential background for the development of more accurate and complete theoretical models. The experimental results demonstrate resolution better than 125 nm. This study has allowed us to access intrinsic magnetic behaviors that motivated an interesting discussion about magnetic pinnings, rotation of magnetization, reversal magnetic fields and local anisotropy.

In addition, also special attention was given to the optimization of instrumental technique in order to make the SNOM-MO a measurement instrument with nanometer resolution. Among these efforts we emphasize the production of tips by FIB technique and the introduction of a new optical system which has significantly contributed to a better control of polarization of light.

Resumo

Nanociência e nanotecnologia se tornaram palavras-chaves para o desenvolvimento científico da maioria das áreas de pesquisa, inclusive a de magnetismo. Por esta razão, há forte demanda por instrumentos capazes de caracterizar sistemas em escalas nanométricas. O Microscópio Ótico de Varredura em Campo Próximo no Modo Magnetoótico (SNOM-MO) se insere neste contexto por ser uma técnica de microscopia com boa resolução espacial e alta sensibilidade magnética, estimada em $\Delta M = 2 \times 10^{-12}$ emu. Ao contrário da microscopia ótica tradicional, os SNOMs detetam a radiação eletromagnética evanescente e conseqüentemente, a resolução não é limitada pelo critério de Rayleigh.

O SNOM-MO demonstrou ser uma poderosa ferramenta para obter informações magnéticas locais através de medidas de susceptibilidade diferencial e de ciclos de histerese locais. Utilizando essa segunda ferramenta, foi feito um mapeamento micromagnético experimental do vetor magnetização sobre um objeto quadrado de $2\mu\text{m}$ de CoFeSiBNb amorfo. As medidas obtidas forneceram informações sobre as duas quiralidades existentes em uma estrutura de domínios magnéticos de fechamento, cujo comportamento é determinado pela anisotropia de forma. O estudo também evidenciou que *pinnings* gerados por defeitos na superfície do objeto exercem grande influência sobre a evolução dos vetores magnetização. Devido à grande quantidade de informações locais este estudo se torna uma potencial base de dados para o desenvolvimento de modelos teóricos mais precisos e completos. Os resultados experimentais obtidos apresentam resolução melhor que 125 nm. O mapeamento nos possibilitou acesso a comportamentos magnéticos intrinsecamente locais que motivaram uma interessante discussão sobre informações de *pinnings* magnéticos, rotações da magnetização, campos de reversão, processos de reversibilidade da magnetização e anisotropia local.

Além disso, atenção especial foi dada para a otimização instrumental dessa técnica com o objetivo de tornar o SNOM-MO um instrumento de medida com resolução nanométrica. Entre esses esforços destacamos a produção de pontas pela técnica do FIB e a introdução de um novo sistema ótico que contribuiu de forma significativa para um melhor controle da polarização da luz.

Índice

	Pag.
1. Introdução	1
2. Teoria	5
2.1 Ótica de Campo Próximo e o SNOM	5
2.1.1 Critério de Rayleigh e o Princípio da Incerteza de Heisenberg	6
2.1.2 A Ótica de Campo Próximo	10
2.2. Formalismo Teórico para o Microscópio Ótico de Varredura em Campo Próximo	15
2.2.1 A Distribuição do Campo Eletromagnético que sai da Ponta	15
2.2.2 Um Modelo Teórico para o Sistema Experimental em Campo Próximo	21
2.3. Os Efeitos Kerr Magnetoóticos	28
2.4. Paredes de Domínios Magnéticos	30
3. Arranjo Experimental	37
3.1. O Microscópio Ótico de Varredura em Campo Próximo no Modo Magnetoótico (SNOM-MO)	37
3.2. O Processo de Produção de Pontas por Ataque Químico	45
3.3. Processos de Litografia para obtenção de Amostras	48
4. Resultados Experimentais	55
4.1. Fatores que Influenciam na Obtenção de Resultados Magnetoóticos	55
4.1.1 Comportamento do Sinal Luminoso e Magnetoótico em função do Ângulo de Detecção	55
4.1.2 Confeção de Pontas Padrões através do FIB	63
4.2. Micromagnetismo Experimental em parte de um objeto litografado de 2 microns	76
4.3. Imagens de Susceptibilidade e de Domínios Magnéticos em um PAD	105
4.3.1 O estudo magnetoótico em um PAD	105
4.3.2 Visualização de Imagens de Domínios com o SNOM-MO	114
4.3.3 Análise da Estrutura de Domínios do PAD	115
5. A Evolução da Técnica do SNOM-MO e Perspectivas Futuras	121
5.1 A Evolução da Técnica do SNOM-MO	121
5.2 Perspectivas Futuras	123
6. Conclusões	125
Referências	127
Apêndice A: Teorema da Reciprocidade	133

1. Introdução

A busca por adentrar nas áreas de nanociência e nanotecnologia faz parte da meta de muitos pesquisadores pertencentes aos mais diversos campos da ciência. A área do magnetismo não é uma exceção a essa regra. O estudo do magnetismo em dimensões nanoscópicas tem sido alvo de muitas pesquisas nas últimas décadas, onde pode-se destacar assuntos tais como filmes magnéticos ultrafinos [Vaz08], spintrônica [Cha07], magnetorresistência-gigante [Tho08, Cou06], nanopartículas magnéticas [Lin06, Sko03], entre outros. A explicação para tanto interesse é que possíveis resultados tem aplicações diretas nas áreas de mídia de gravação magnética, sensores e transdutores.

Os progressos nas pesquisas de materiais magnéticos nesta escala reduzida têm sido possíveis pela conjunção de três fatores. O primeiro, o progresso nas técnicas de fabricação, tanto por técnicas de deposição (sputtering e eletrodeposição), bem como nas técnicas de litografia. O segundo, o crescimento considerável do poder computacional que permite o aumento da complexidade dos modelos envolvidos. Nos últimos anos, o uso de ferramentas de simulações têm se tornado um dos fatores proeminentes no rápido desenvolvimento de novos dispositivos bem como no conhecimento dos seus princípios físicos. O terceiro fator deve-se ao progresso nas técnicas de caracterização magnética entre as quais podemos destacar a evolução das microscopias magnéticas. Atualmente estes três fatores se cruzam numa escala de 5nm– 1micron.

Na literatura científica encontramos trabalhos que relacionam estes três fatores através do estudo de estruturas de domínios magnéticos encontrados em objetos microestruturados. Porém, na maior parte destes trabalhos, os estudos foram feitos em objetos de tamanho um pouco maiores do que alguns microns ignorando assim as paredes de domínios internas e os vórtices, que eram vistos como singularidades [Her05, Che05, Oku02]. Majoritariamente, a obtenção das estruturas de domínios é feita com a técnica de Microscopia de Força Magnética

Figura 1.1: Estrutura magnética de Fe litografada (600 x 300 x 60nm) onde se fez o estudo das estruturas de domínios com um MFM: a-) imagem do Microscópio de Força Atômica (AFM) em 3D; b-) Imagens experimentais obtidas com o MFM de duas estruturas de domínios diferentes: Landau (à esquerda) e diamante (à direita); c-) mapa de dH/dz simulado sobre o objeto litografado à uma distância de 30nm; d-) configurações simuladas para ambas as estruturas de fechamento de Landau e diamante. Tirado de [Jub03].

Figura 1.2: Estudo de vórtices magnéticos em um disco de permalloy de 700nm de diâmetro com um MFM: a-) estrutura do vórtice; b-) zoom no centro do vórtice com uma área de varredura de 140nm; c-) imagem obtida com um campo magnético aplicado de +23 Oe; d-) imagem obtida para um campo de -55 Oe; e-) simulação feita para um disco de permalloy de mesmo tamanho que o experimental; f-) componente magnética fora do plano obtida em uma área de varredura de 140nm. Tirado de [Zhu02].

(MFM). Nas Figuras 1.1 e 1.2 temos dois exemplos que caracterizam a forma como estes estudos são feitos. Sabe-se que para um objeto retangular sub-micrométrico a estrutura encontrada é de fechamento, enquanto que para um objeto circular ocorre a formação de

vórtices. Alguns parâmetros como a anisotropia cristalina do filme magnético depositado, o tamanho dos objetos litografados, bem como o seu formato influenciam diretamente na formação do padrão da estrutura de domínios [Fru05, Hub98]. Em geral, o procedimento realizado é verificar qual a estrutura que se forma e como esta evolui com a aplicação de um campo magnético externo. Também, com o intuito de embasar os resultados experimentais obtidos são feitas simulações computacionais, que permitem dizer se estes condizem com a teoria vigente [Bol04].

Porém, nestes estudos fica de fora um olhar mais cuidadoso e preciso sobre algumas propriedades magnéticas locais tais como movimento das paredes de domínio, rotação da magnetização, processos de reversibilidade da magnetização, campos de reversão e anisotropia local. Ter acesso experimental a essas propriedades tornaria possível o desenvolvimento de modelos teóricos mais precisos e completos. Em geral, os modelos aceitos são fenomenológicos, descrevendo apenas os comportamentos médios. Experimentalmente, para obter estas informações magnéticas localizadas são necessários tanto um objeto de estudo adequado (estruturas com dimensões reduzidas) bem como a utilização de uma microscopia magnética com uma boa resolução espacial e alta sensibilidade magnética que possibilite medir pequenas variações magnéticas. Outra qualidade importante na escolha da técnica de microscopia é que esta não deve introduzir alterações sobre as medições e resultados obtidos.

Assim, neste trabalho nos propomos a estudar estes comportamentos magnéticos locais que venham de alguma forma contribuir para a compreensão do magnetismo em escala nanoscópica. Para tanto, produzimos objetos magnéticos quadrados de dimensões sub-micrométricas confeccionados por litografia de feixe de elétrons que permitem aprisionar as paredes de domínio de forma controlada. Já para a caracterização das propriedades magnéticas locais utilizamos a técnica do Microscópio Ótico de Varredura de Campo

Próximo no Modo Magnetoótico (SNOM-MO). Esta é uma microscopia magnética que apresenta algumas vantagens quando comparada com a técnica do MFM, sendo que a principal delas é que sua sonda de varredura é não magnética e que portanto, não influencia na tomada dos resultados experimentais [Sch04]. O SNOM-MO se demonstrou nos últimos anos uma poderosa ferramenta para obter informações magnéticas locais tanto através de medidas de susceptibilidade diferencial [Sch06], como através de ciclos de histerese locais [Sch03, Sch05]. É justamente lançando mão dessa segunda ferramenta que foi possível fazer um mapeamento dos ciclos de histerese em um objeto microestruturado, onde o deslocamento entre cada ponto de medida foi de 125nm. A partir destes foi possível extrair informações de *pinnings* magnéticos, rotações da magnetização, campos de reversão, entre outros. Com a atual configuração do SNOM-MO podemos obter informações de duas componentes distintas da polarização da luz e conseqüentemente de duas componentes da magnetização (M_x e M_y). Esse fato nos possibilitou a construção do primeiro mapeamento micromagnético do vetor magnetização, que poderá ser uma das bases para o melhoramento das simulações computacionais atualmente encontradas.

2. Teoria

Neste Capítulo iniciaremos apresentando alguns conceitos teóricos necessários para a compreensão da técnica e dos resultados da tese onde destacamos: a teoria de Campo Próximo, a distribuição do campo eletromagnético que sai da ponta, um modelo teórico para o sistema experimental do SNOM-MO, os efeitos Kerr magnetoópticos e a teoria das paredes de domínios magnéticos.

2.1. A Teoria de Campo Próximo e o SNOM

A possibilidade de ver e estudar amostras sob ampliação sempre instigaram a curiosidade humana. Entretanto a limitação das técnicas óticas convencionais levaram ao desenvolvimento de técnicas com resoluções mais elevadas tais como o Microscópio Eletrônico de Varredura (SEM) e o Microscópio Eletrônico de Transmissão (TEM), junto com outras técnicas de ponta de prova tais como o Microscópio de Força Atômica (AFM) e do Microscópio de Tunelamento Eletrônico (STM).

Porém, muitas das técnicas de alta resolução citadas acima reduziram a flexibilidade dos ambientes de funcionamento possíveis. Por exemplo, as aplicações de SEM requerem que a amostra esteja em vácuo e na maioria dos casos, que também seja condutora dificultando assim o estudo de amostras biológicas. Já o AFM revela informação topográfica que pode ser de difícil interpretação para amostras com morfologia complicada. Idealmente, seria bom combinar a resolução destas técnicas com a sensibilidade e a flexibilidade obtida com recursos de técnicas óticas. Este problema objetivou o desenvolvimento do Microscópio Ótico de Varredura em Campo Próximo (SNOM) que pode ser usado para fazer medidas óticas com uma resolução espacial além do limite clássico de resolução.

Atualmente, há uma série de ramificações possíveis em cima do SNOM, onde cada uma delas analisa a informação ótica através de diferentes técnicas. As áreas de aplicações

vão desde a biologia até a física dos materiais. As informações que podem ser obtidas compreendem as técnicas da fluorescência [Fre04, Shu99], da espectroscopia Raman [Wan03, Sto00, Web98], magnetoótica [Sch06], entre outras.

2.1.1. Critério de Rayleigh e o Princípio da Incerteza de Heisenberg.

Para introduzir e discutir a Teoria de Campo Próximo tomaremos como ponto de partida dois assuntos já bem estabelecidos e conhecidos pela comunidade científica que são o princípio da incerteza de Heisenberg e o critério de Rayleigh que fornece a limitação da resolução de um sistema ótico convencional. Demonstraremos que há uma relação entre esses dois temas, relação esta em que o critério de Rayleigh é uma ilustração do princípio da incerteza.

Em 1927, Heisenberg demonstrou em seu trabalho [Hei27] a equação que descreve o princípio da incerteza. Como exemplificação realizou um experimento hipotético utilizando um microscópio ótico de raios γ com o intuito de observar a posição de um elétron sobre o qual incidia radiação γ . Considerando que o comprimento de onda desta radiação no vácuo é λ e que a abertura numérica (NA) do microscópio é $NA = \sin \theta$, onde θ é o semi-ângulo de abertura, temos através da teoria de microscopia que a resolução deste sistema é dada por:

$$\Delta x = \frac{\lambda}{2n NA} = \frac{\lambda}{2\sin \theta} \quad (2.1.1)$$

onde na última igualdade consideramos o índice de refração $n=1$. De acordo com a relação de De Broglie, o momento do fóton é $p = h/\lambda$ (onde h é a constante de Planck). Como a luz não é uma prova neutra, ela transfere momento para o elétron e é espalhada em todas as direções depois da interação. Apenas uma fração dos fótons espalhados dentro de uma região 2θ é captada pela lente do microscópio. Com esta delimitação, a componente x do momento do fóton pode variar de $-p\sin \theta$ à $+p\sin \theta$. A lei da conservação do momento exige que o

elétron receba um momento na direção x igual em módulo à variação da componente x do momento da luz neste intervalo, de modo que a sua incerteza depois do espalhamento é:

$$\Delta p = \frac{2h \sin \theta}{\lambda} \quad (2.1.2)$$

Fazendo a multiplicação das equações (2.1.1) e (2.1.2) obteremos a relação que ficou conhecida como o princípio da incerteza de Heisenberg.

$$\Delta x \cdot \Delta p = \frac{\lambda}{2 \sin \theta} \cdot \frac{2h \sin \theta}{\lambda} = h \quad (2.1.3)$$

Podemos chegar à mesma equação do princípio da incerteza ao tentarmos inferir qual é o limite de resolução de um microscópio ótico convencional. Em geral, o limite de difração no microscópio ótico surge do tamanho do ponto que um feixe luminoso pode ser focalizado com os elementos normais da lente. No ponto focal, o feixe dá forma a um padrão simétrico de anéis concêntricos conhecidos como os Discos de Airy. As dimensões do Disco de Airy foram descritas primeiramente em detalhe por Ernst Abbe em 1873 [Abb73] e por Rayleigh [Ray96]. De acordo com Rayleigh, a resolução do sistema ótico é obtida através da distância Δx do ponto com a maior intensidade ao primeiro mínimo na intensidade sendo dada por:

$$\Delta x = \frac{0,61 \lambda}{n \sin \theta} \quad (2.1.4)$$

onde λ é o comprimento de onda no vácuo, n é o índice de refração do meio em que a luz viaja e θ é o ângulo de convergência para o elemento focalizado. Na prática, as objetivas modernas que trabalham em meios de índices elevados tais como a água ou óleo têm valores de $n \sin \theta$ chegando a 1,3-1,4. Com isso, a equação (2.1.4) é simplificada para $\Delta x = \lambda / 2$. Assim a máxima resolução para um sistema ótico convencional é aproximadamente igual à metade do comprimento de onda da radiação utilizada. O módulo do vetor de onda da onda propagante é $\left| \frac{\mathbf{p}}{\hbar} \right| = n \omega / c = 2n\pi / \lambda$. Usando novamente a relação de De Broglie, $\mathbf{p} = \hbar \mathbf{k}$, teremos neste caso que Δp :

$$\Delta p = \eta \Delta k = \eta 2n \frac{2\pi}{\lambda} \sin \theta \quad (2.1.5)$$

Multiplicando (2.1.4) e (2.1.5) obtemos:

$$\Delta x \Delta p = \frac{0,61 \lambda}{n \sin \theta} \cdot \eta 2n \frac{2\pi}{\lambda} \sin \theta > h \quad (2.1.6)$$

Comparando as equações (2.1.3) e (2.1.6) podemos verificar que há uma equivalência matemática entre o princípio de incerteza de Heisenberg e a limitação de Rayleigh. A equivalência matemática dos dois sistemas se deve ao fato de ambos terem origens comuns. Na realidade, a mecânica de Heisenberg e o critério de Rayleigh originaram-se no mesmo método matemático estabelecido há muito tempo por Fourier. Ambas as demonstrações das equações (2.1.3) e (2.1.6) poderiam ter sido feitas no espaço de Fourier, onde se pode analisar os campos em termos do espectro angular. Neste caso o campo pode ser considerado como sendo uma superposição de ondas planas cujas direções são dadas pelos vetores de onda $\vec{k}$. Neste caso, as variáveis k e x são conjugadas através da relação $\Delta k = 2\pi/\Delta x$. Refazendo a demonstração obteríamos a seguinte relação final:

$$\Delta x \cdot \Delta k \geq 2\pi \quad (2.1.7)$$

Esses formalismos matemáticos das equações (2.1.3) e (2.1.6), bem como da equação (2.1.7), implicam que as grandezas físicas de posição e momento (vetor de onda) não podem ser determinadas precisamente e simultaneamente a menos de uma incerteza. Notemos também que o princípio de Heisenberg não impõe uma limitação na resolução de um sistema ótico convencional. Ele somente dá uma limitação na acurácia de Δx para um dado valor de Δp (Δk). Então se não há nada que limite a resolução ótica a partir do princípio da incerteza, por que não é isso o que se verifica na prática?

A causa da limitação na resolução ótica está no sistema de detecção que é em geral utilizado. Para o microscópio ótico convencional são coletadas somente as informações que

estão dentro do ângulo 2θ da abertura da lente objetiva. Assim fica claro que boa parte da informação inicial acaba não sendo coletada e é conseqüentemente perdida. Podemos entender melhor esta perda de informação relevante fazendo o raciocínio em termos do espectro angular. Da equação (2.1.7) verificamos que quanto menor for o objeto (em relação ao comprimento de onda da luz espalhada), maior será o número de componentes de Fourier de alta frequência espacial (maior Δk) necessárias para resolvermos o objeto, ou seja, mais largo será o seu espectro espacial. Fisicamente, isso significa que, quanto menor for o objeto maior será o ângulo de espalhamento da radiação incidente. Como o espalhamento é grande para objetos pequenos, apenas uma parte da informação relevante acaba ficando dentro do ângulo 2θ da objetiva do microscópio ótico. O mesmo raciocínio pode ser estabelecido para objetos maiores. Para um objeto grande temos associado um espectro de baixas frequências espaciais. Fisicamente, o que ocorre é que os campos da radiação incidentes têm um ângulo de espalhamento baixo após interagirem com o objeto. Conseqüentemente a maior parte da informação relevante acaba ficando dentro do ângulo 2θ da objetiva do microscópio.

Uma conclusão que podemos chegar aqui é que um sistema ótico, por mais perfeito que seja, é limitado espacialmente (abertura) e por isto funciona como um filtro “passa-baixas” de frequências espaciais dos *campos propagantes*, delimitando assim o espectro de informação provindo do objeto. Chamamos atenção na frase anterior para o fato de termos usado a expressão *campos propagantes*. Antes de 1920, acreditava-se que toda a informação provinda de um objeto seria feita univocamente pelos campos propagantes responsáveis pela transmissão da informação. Porém, na realidade sabemos que estes não são os únicos responsáveis pela transmissão da informação. Um novo método baseado no conceito de campo próximo mudou de forma radical a maneira de tentar inferir sobre a medida de um objeto e tem demonstrado que é possível romper com o limite clássico de resolução ótica.

2.1.2. A Ótica de Campo Próximo

Por volta de 1930, Synge publicou uma série de artigos visionários em que propunha um novo tipo de microscópio ótico projetado para evitar as limitações impostas pelo limite de difração. Apesar dos desafios técnicos da implementação, a idéia de Synge de como vencer o limite da difração era muito simples [Syn28, Syn31]. Synge propôs criar em um anteparo opaco uma abertura microscópica com dimensões muito menores do que o comprimento de onda. Incidindo radiação por essa submicrométrica abertura e posicionando a amostra próxima ao anteparo, a radiação emergente seria forçada a interagir com a abertura antes de difratar e degradar a resolução.

Somente em 1980 que o laboratório de Pohl na IBM de Zurique relatou as primeiras medidas óticas usando as idéias esboçadas por Synge meio século antes [Dun99, Poh84]. Este grupo e outro trabalhando independentemente na Universidade de Cornell superaram as barreiras técnicas significativas associadas com a imagem ótica limitada por subdifração e começaram as atividades de desenvolvimento que resultaram no atual SNOM.

Podemos nos perguntar a partir da idéia de Synge o que há de especial na radiação que sai da submicrométrica abertura e incide na amostra a uma distância muito próxima? Outra pergunta equivalente seria: qual a relação existente entre o campo (luz incidente) e a amostra? A resposta é dada pelas equações de Maxwell que ligam as correntes de elétrons e as densidades de carga dentro da matéria ao campo eletromagnético externo.

Na amostra, as cargas e as correntes oscilantes induzem algumas variações no campo eletromagnético que se propagam da superfície da amostra até o espaço. Aplicando o princípio da continuidade parece lógico admitir que a distribuição espacial do campo muito próximo a amostra irá reproduzir as distribuições de densidade e corrente na superfície do objeto. Por que então a resolução ótica tradicional diz que somente detalhes pequenos que são maiores que meio comprimento de onda é que podem ser detetados? A resposta é que a

discrepância ocorre porque nessas observações, as medidas são feitas longe do objeto (pelo menos alguns comprimentos de onda). Fica claro então que há duas regiões de campo a serem definidas:

- Região de campo próximo: esta região fica a alguns nanômetros a partir da superfície da amostra, ou seja, a distância a que nos referimos aqui é muito menor que o comprimento de onda λ da radiação incidente;
- Região de campo distante: esta região vai desde alguns comprimentos de onda até o infinito.

Na região de campo distante, a informação que provém do objeto até o detetor obedece as equações de propagação de ondas eletromagnéticas convencionais, ou seja, a informação se compõem basicamente de componentes propagativas. Já a estrutura de campo próximo não é tão simples [Cou94], pois ela contém componentes que se propagam e componentes que ficam confinadas próximas à superfície da amostra e que decaem exponencialmente quando se afastam desta. As componentes que ficam confinadas são ondas não-homogêneas cujas propriedades estão intimamente ligadas à amostra somente sobre a superfície e recebem o nome de ondas evanescentes. Nos campos evanescentes estão contidas todas as informações relacionadas a fina estrutura do objeto menor que $\lambda/2$, sendo este aspecto a chave para se obter a resolução abaixo do comprimento de onda da luz.

Com o intuito de entender melhor a questão da limitação ótica de um microscópio convencional e da não limitação do SNOM de uma maneira mais fundamental, iremos fazer uma descrição mais formal para o campo eletromagnético na superfície de um objeto e mostrar que obtemos as duas regiões de campo próximo e distante definidas acima. Para tanto essa abordagem será feita no espaço de Fourier. Assim, consideraremos que um campo elétrico no vácuo em um plano $z = z_0$ acima do ponto mais alto de uma superfície pode ser

representado por seu espectro angular, ou através de uma expansão de ondas planas conforme a descrição encontrada em [Wol85, Vog92]:

$$\mathbf{E}(\mathbf{r}_\parallel, z_0) = \int \mathbf{E}(\mathbf{k}_\parallel) e^{(i\mathbf{k}_\parallel \cdot \mathbf{r}_\parallel + i\gamma z_0)} d\mathbf{k}_\parallel \quad (2.1.8)$$

onde $\mathbf{r}_\parallel = (x, y)$, $\mathbf{k}_\parallel = (k_x, k_y)$, $k_0 = w/c$ e $\gamma = (k_0^2 - k_\parallel^2)^{1/2}$, com a imposição de que $\text{Re}(\gamma) > 0$, $\text{Im}(\gamma) > 0$. Cada onda plana é composta por uma amplitude complexa $\mathbf{E}(\mathbf{k}_\parallel)$ e por um vetor de onda $\mathbf{k} = (\mathbf{k}_\parallel, \gamma)$. Nesta equação também haveria um termo com a dependência temporal $e^{-i\omega t}$ que será omitido ao longo da discussão abaixo.

Como não há uma limitação imposta quanto aos valores de $\mathbf{k}$, verificamos que há duas situações possíveis para γ ao analisarmos a equação (2.1.8). As duas possibilidades existentes dependem da relação dos valores de $|\mathbf{k}_\parallel|$ e k_0 :

- Quando $|\mathbf{k}_\parallel| \leq k_0$, γ é real e a exponencial comporta-se como um fator de fase. As ondas planas correspondentes são homogêneas e se propagam para além da superfície na direção definida pelo vetor de onda $\mathbf{k}$. Como as ondas são propagantes estas podem chegar até a lente objetiva de um microscópio convencional. Com isso podemos dizer que esta situação corresponde a região de campo distante.
- Quando $|\mathbf{k}_\parallel| \geq k_0$, γ é puramente imaginário e conseqüentemente a equação (2.1.8) terá um decaimento exponencial na direção z. Fisicamente, isso quer dizer que as ondas planas não são homogêneas e se propagam somente ao longo do plano xy (superfície da amostra). Ou seja, as ondas correspondentes são evanescentes. Com isso elas desaparecem a grandes distâncias da superfície da amostra e não podem ser detetadas pela objetiva de um microscópio ótico convencional. Essa é a situação correspondente ao campo próximo definido anteriormente.

A título de completude vale a pena ressaltar que a região de campo próximo não é simplesmente a região onde a aproximação de campo distante não é válida. A região de campo próximo é a região onde as ondas evanescentes contribuem de forma significativa para o campo.

A última questão que surge seria: o que é necessário fazer para detetar tanto as componentes propagativas e não propagativas? Para isso devemos chegar o mais próximo possível do objeto a ser estudado. Uma maneira de fazer isso é utilizar uma ponta (sonda de varredura) que deve ser trazida a uma distância nanométrica da amostra, porém sem tocá-la.

O modo mais simples de entender o mecanismo de interação entre o objeto e o campo evanescente é assumindo que a ponta da sonda de varredura comporta-se como um dipolo. Quando o dipolo é colocado em um campo não-propagativo, ele é excitado e conseqüentemente transforma os campos evanescentes do objeto estudado em componentes não-propagativas e propagativas, onde estas últimas são guiadas até um detetor que permitirá a obtenção da imagem com alta resolução.

Sem a limitação da microscopia ótica convencional, na literatura científica é comum encontrar que a resolução de um microscópio ótico de campo próximo passa a ser determinado pelo tamanho da abertura de sua sonda (que em geral é uma fibra ótica afinada). Atualmente a nossa resolução no SNOM está em torno de 100nm, ou seja, uma resolução da ordem de $\lambda/6$. Esta resolução é obtida com pontas afinadas através de ataques químicos. Porém, as melhores resoluções óticas já obtidas por outros grupos foram da ordem de 10nm onde se utilizou da técnica de microscopia ótica de campo próximo confocal [And06, Nov06, Kar00]. Assim haveria sempre uma busca por uma sonda de tamanho menor para conseguir uma melhor resolução. Contudo no trabalho de Greffet e Carminatti [Gre97] há uma discussão diferente sobre o que define a resolução do sistema. Segundo eles para detetar um objeto com resolução d , a distância ponta amostra deve ser menor que $d/2\pi$. Em outras

palavras, poderíamos dizer que quanto menor for o tamanho da estrutura a ser resolvida menor terá que ser a distância ponta amostra. Por exemplo, para resolver uma estrutura de 100nm a distância ponta amostra deve ser de 16nm. Já para uma estrutura de 10nm a distância deve ser de 1,5nm. Pode-se compreender melhor esta argumentação tomando por base o processo que ocorre na interação da luz que sai da ponta e que é depois espalhada pela amostra. Quando a distância ponta-amostra é grande (algumas dezenas de nanômetros) a luz que incide sobre a amostra sofrerá um maior espalhamento. Já na outra situação em que a distância ponta-amostra é pequena (alguns nanômetros) é como se a luz ficasse mais localizada na região sob a ponta e com isso sofrendo um menor espalhamento, sendo possível obter uma melhor resolução. Assim, não se pode afirmar que a resolução da microscopia de campo próximo é somente definida pelo tamanho da abertura da sonda. Na realidade ela depende da correlação entre o tamanho desta e a distância ponta amostra.

2.2. Formalismo Teórico para o Microscópio Ótico de Varredura em Campo Próximo

Na secção anterior foi feita uma descrição da teoria do campo próximo e como essa técnica possibilita o rompimento com a limitação de resolução da microscopia ótica convencional. Apesar de já existir certo número de resultados baseados nessa técnica, não há ainda um modelo teórico que explique bem o seu funcionamento. A seguir será abordada essa questão de criar um possível formalismo que leve em conta todas as interações que ocorrem na região de campo próximo, onde se faz necessário entender o comportamento do campo eletromagnético na vizinhança da ponta, bem como a interação deste campo eletromagnético com a amostra. Considerar todas as interações que ocorrem simultaneamente tornam o problema complexo demais, fazendo-nos optar por dividi-lo em partes. Iniciaremos assim descrevendo a distribuição do campo eletromagnético que sai da ponta. Posteriormente discutiremos como este campo emitido interage com a amostra (interação que ocorre em campo próximo) e chega até o detetor (situado em campo distante).

2.2.1. A Distribuição do Campo Eletromagnético que sai da Ponta

Para qualquer microscópio de varredura, a sonda é um de seus principais componentes pois dela depende a qualidade da imagem. Para o caso do SNOM a ponta é uma fibra ótica monomodo onde uma de suas extremidades é afinada por ataque químico. Em seguida esta é recoberta por uma fina camada de metal a menos de um orifício em sua extremidade. Um fator que influencia na aquisição de boas imagens é a geometria da ponta, onde até mesmo a sua posterior metalização, pode por sua vez influenciar a sua geometria, e conseqüentemente alterar a qualidade da imagem.

No SNOM, a ponta pode ser utilizada em dois diferentes modos: de detecção e iluminação. No modo de detecção, a ponta tem o papel de coletar a radiação proveniente do campo próximo da amostra que é iluminada externamente por um laser. No modo de

iluminação a ponta é usada como fonte emissora de luz que depois de espalhada pela amostra é coletada por detetores em campo distante.

Na prática, verificamos a qualidade de uma ponta através de testes experimentais qualitativos, onde as que são consideradas de má qualidade por estes testes subjetivos são então descartadas. Assim, um controle direto das propriedades óticas das pontas se faz necessário. Para uma guia de onda, as propriedades óticas podem ser determinadas pelo estudo do padrão emitido. Contudo, o espectro espacial de uma nanofonte, que é muito menor que o comprimento de onda da radiação incidente, é composto principalmente de ondas evanescentes, onde o estudo do padrão emitido em campo distante não pode ser usado diretamente para a sua caracterização.

Pelas razões citadas acima, entender o comportamento da luz que sai da ponta se faz necessário. Porém, fazer um estudo teórico e rigoroso da emissão da radiação luminosa por uma nanosonda real é um problema difícil e que não foi resolvido ainda. Este problema é particularmente difícil porque a teoria clássica da difração falha para escalas de comprimento menores que o comprimento de onda do fóton, que é mais precisamente a região do campo próximo que foi discutido na secção 2.1.2.

Ao longo do tempo, vários modelos foram feitos, porém o mais utilizado tem sido o que ficou conhecido como modelo de Bethe-Bouwkamp [Bet44, Bou50]. Neste modelo, uma sonda real foi aproximada para uma abertura circular pequena em uma placa infinitamente fina e perfeitamente condutora, recaindo assim para o problema clássico da teoria de difração. Mais precisamente, o modelo de Bethe-Bouwkamp fornece a distribuição do campo elétrico produzido por uma abertura circular pequena (de raio a) em uma placa infinitamente fina e perfeitamente condutora em um plano $z = 0$, iluminado por uma onda plana polarizada. Nos papéis originais de Bouwkamp, o campo foi dado em coordenadas cilíndricas para um ângulo de incidência qualquer. Contudo, a maioria dos pesquisadores usa uma expressão mais

simples que é obtida com incidência normal. As componentes cartesianas do campo elétrico no plano $z = 0$ para este caso são:

$$E_x(x, y) = -\frac{4i\omega}{3\pi c} E_i \frac{2a^2 - x^2 - 2y^2}{\sqrt{a^2 - x^2 - y^2}} \quad (2.2.1)$$

$$E_y(x, y) = -\frac{4i\omega}{3\pi c} E_i \frac{xy}{\sqrt{a^2 - x^2 - y^2}} \quad (2.2.2)$$

onde a componente z do campo elétrico é zero na abertura e as componentes x e y são zero fora da abertura.

Para facilitar o cálculo da distribuição do campo elétrico que é produzido pela abertura ($z=0$), calculamos a Transformada de Fourier das equações (2.2.1) e (2.2.2) acima:

$$F_x = -\frac{4i\omega}{3\pi c} 2\pi E_i \left[\cos(ak) \left(\frac{3av^2}{k^4} \right) + \sin(ak) \left(\frac{3v^2 + a^2 u^2 k^2}{k^5} \right) \right] \quad (2.2.3)$$

$$F_y = -\frac{4i\omega}{3\pi c} 2\pi E_i \left[\cos(ak) \left(\frac{3auv}{k^4} \right) + \sin(ak) \left(\frac{uv(-3 + a^2 k^2)}{k^5} \right) \right] \quad (2.2.4)$$

onde $k = (u, v)$ é o vetor de onda da transformada acima, ou seja $k^2 = u^2 + v^2$.

Pode-se discutir a veracidade da aproximação feita neste modelo, onde uma sonda real foi aproximada para uma abertura circular pequena em uma placa infinitamente fina e perfeitamente condutora. Em relação a isso, outros modelos mais realísticos para a distribuição do campo eletromagnético que sai da ponta foram propostos. Entre eles podemos citar o trabalho de Roberts, que calculou a eficiência de uma ponta cônica com uma abertura pequena [Rob92, Rob87]. Já utilizando a localização de Green, Dereux et al. estudaram as propriedades de emissão de um modelo de pontas 2D [Mar94, Cas95]. Novotny, por outro lado, discute a mesma questão usando o método de múltiplos-multipolos onde descreve a propagação da luz em estruturas nanométricas 2D [Nov94]. Cabe ressaltar que alguns destes modelos têm sido tão citados quanto o cálculo feito pelo modelo de Bethe-Bouwkamp.

Porém, estes outros métodos são complicados e precisam de longos tempos de cálculos computacionais e, somente resultados numéricos são apresentados na literatura. Além disso, por causa do tempo e da limitação das memórias dos computadores, os estudos são restritos a 2D. Em contraste, o modelo de Bethe-Bouwkamp leva a um número relativamente direto de resultados analíticos, que explica porque esse modelo é extensamente usado nos cálculos de campo próximo.

Voltando à questão de calcular a distribuição do campo eletromagnético que sai da abertura pelo modelo de Bethe-Bouwkamp, podemos usar o fato que a propagação espacial adiciona uma fase no espaço de Fourier, para qual a expressão do campo no espaço recíproco fica:

$$\vec{E}(\vec{k}, z > 0) = \vec{E}(\vec{k}, z = 0) e^{i(k_z z)} \quad (2.2.5)$$

onde z denota a direção normal ao plano da amostra.

Se quiséssemos voltar ao espaço direto poderíamos fazê-lo fazendo a transformada inversa de Fourier:

$$\vec{E}(\vec{r}) = \frac{1}{4\pi} \iint \vec{E}(\vec{k}, z = 0) e^{i(u x + v y + k_z z)} du dv \quad (2.2.6)$$

Visando facilitar os cálculos vamos fazer uma mudança no sistema de referência inicial. Consideraremos a partir de agora que o sistema de coordenadas está localizado sobre o substrato. Conseqüentemente as coordenadas no centro da abertura serão $(\vec{k}_T, z_T)$, onde $\vec{k} = (x, y)$. Na Figura 2.2.1, há uma representação da nova referência utilizada, onde chamamos de $\vec{E}^{(0)}(\vec{k}, z)$ o campo inicial na abertura. Fazendo estas modificações temos que a equação (2.2.6) fica:

$$\vec{E}^{(0)}(\vec{r}) = \frac{1}{4\pi^2} \iint \vec{E}^{(0)}(\vec{k}, z = z_T) e^{i\vec{k}(\vec{r} - \vec{r}_T)} e^{-iq(\vec{k} - \vec{k}_T)} d^2 k \quad (2.2.7)$$

Figura 2.2.1: Representação do modelo de Bethe-Bouwkamp onde o centro do sistema de coordenadas foi fixado sobre o substrato.

onde a notação utilizada foi que $\mathbf{p} = (\mathbf{k}, z)$, $\mathbf{k} = (k, q)$, $\mathbf{k} = (u, v)$ e $|k| = k_0 = \frac{2\pi}{\lambda} = \frac{\omega}{c}$.

Assim a partir da equação (2.2.7) podemos obter o valor do campo eletromagnético que chega no substrato, ou seja, quando $z=0$:

$$\mathbf{E}^{(0)}(\mathbf{p}, z=0) = \frac{1}{4\pi^2} \iint \mathbf{E}^{(0)}(\mathbf{k}, z=z_T) e^{i\mathbf{k}(\mathbf{p}-\mathbf{p}_T)} e^{iqz_T} d^2k \quad (2.2.8)$$

Em seu trabalho, Alvarez-Prado et al. [Alv07] calcularam o formato do comportamento espacial das três componentes de $\mathbf{E}^{(0)}$ que podem ser observadas na Figura 2.2.2. Os campos foram representados para um plano situado a 20nm da superfície da amostra ($z = 20\text{nm}$). Os outros parâmetros (raio de abertura da nanosonda e o comprimento de onda da radiação incidente) por ele utilizados foram escolhidos de forma a condizerem com os valores encontrados em laboratório. Para o raio da abertura foi utilizado o valor de 100nm e para o comprimento de onda o valor de 633nm.

A Figura 2.2.2.a. mostra que a componente $\mathbf{E}^{(0)}_x$ tem uma secção transversal elíptica. O eixo maior é paralelo a direção de polarização e o tamanho da secção transversal é aproximadamente o diâmetro da abertura. Por outro lado, a componente $\mathbf{E}^{(0)}_y$, mostrada na Figura 2.2.2.b. apresenta uma estrutura quatro vezes equipartida, onde dois dos zeros estão ao

longo da direção de polarização de entrada. Já a componente $E_z^{(0)}$ tem uma estrutura de dois lóbulos, cujos picos estão ao longo dessa mesma direção de polarização.

Figura 2.2.2: Comportamento espacial da intensidade emitida por uma nanosonda a partir do modelo de Bethe-Bouwkamp à uma distância de 20nm da superfície da amostra e para uma abertura de raio de 100nm. Nas letras a, b e c estão cada uma das três componentes de $E^{(0)}$, que são as direções x, y e z, respectivamente. A barra em vermelho indica a direção da polarização de entrada. A área de plotagem para a -) e b-) é de 400^2 nm^2 e para c-) de 300^2 nm^2 .

Outro fato relevante vale a pena ser destacado neste modelo. Além da aproximação feita de considerar uma nanosonda real como sendo uma abertura circular pequena em uma placa infinitamente fina e perfeitamente condutora, outra aproximação também foi realizada. Consideramos que o campo eletromagnético que chega até a abertura da ponta seja constituído por ondas planas, o que não é verdadeiro.

Apesar de tudo isso, o modelo de Bethe-Bouwkamp é bem aceito pela comunidade científica como sendo um modelo que descreve aproximadamente bem a distribuição do campo eletromagnético emitido por uma ponta. Já tendo esta resposta em mãos, podemos voltar à questão inicial de descrever um formalismo teórico que leve em conta todas as interações que ocorrem na região de campo próximo, onde é necessário entender a interação deste campo eletromagnético com a amostra, bem como a sua posterior detecção em campo distante. Em contraste com o modelo de Bethe-Bouwkamp, o formalismo que discutiremos a seguir é uma das maneiras encontradas pela comunidade científica de conseguir abordar a questão. Com isso, esta abordagem é feita através de uma série de aproximações que ainda merecem atenção dos pesquisadores, ficando passível de sofrer correções ao longo do tempo.

2.2.2. Um Modelo Teórico para o Sistema Experimental em Campo Próximo

Vamos considerar uma configuração do SNOM conforme mostrada na Figura 2.2.3. Uma amostra não homogênea é depositada sobre um substrato plano e homogêneo. A amostra pode ser iluminada tanto pela luz que sai da ponta (modo iluminação) ou por um feixe proveniente de uma fonte externa (modo coletor). A luz incidente será difratada na amostra e posteriormente coletada por um detector pontual localizado em campo distante na posição $\vec{r}_{\text{det}}$. Assumiremos que um analisador é colocado na frente do detector, com uma direção de polarização definida pelo vetor unitário $\hat{p} = \hat{p}(x, y)$ [Wal02].

Figura 2.2.3: Configuração representativa de um possível SNOM.

Definiremos $\vec{E}_{\text{exp}}^{\text{fonte}}$ como sendo o campo elétrico que descreve a fonte de radiação e $\vec{E}_{\text{exp}}$ como sendo o campo espalhado pela ponta e pela amostra quando iluminadas por essa mesma fonte. Utilizando a Primeira Aproximação de Born [Bor02] podemos considerar os campos $\vec{E}_{\text{exp}}^{\text{fonte}}$ e $\vec{E}_{\text{exp}}$ como sendo iguais, pois segundo esta aproximação temos que o campo elétrico na amostra é aproximadamente o campo elétrico não perturbado correspondente à radiação incidente¹. Assim temos que:

¹ Isso significa que, se uma onda é expressa como sendo a soma de ondas incidentes e uma onda secundária difratada, o espalhamento da segunda onda é negligenciado. Esta aproximação feita, ao desconsiderar a onda secundária difratada, é usualmente conhecida como a Primeira Aproximação de Born, e tem várias aplicações tanto na teoria de espalhamento de raios X como na de elétrons.

$$\vec{E}_{\text{exp}} = \vec{E}_{\text{exp}}^{\text{fonte}} \quad (2.2.9)$$

e que na posição do detetor o campo elétrico será denotado por $\vec{E}_{\text{exp}}(\vec{p}_{\text{det}})$.

Na aproximação feita na equação (2.2.9), não estamos querendo dizer que estaremos desprezando a luz espalhada na amostra que chega ao detetor, pois com isso estaríamos perdendo informações relevantes da interação do campo eletromagnético com a amostra. Estamos dizendo nessa aproximação que o valor numérico do campo eletromagnético incidente é maior frente ao pequeno sinal que é espalhado na interação com a amostra. Mediante isso, podemos considerar que o sinal que chega ao detetor é aproximadamente o campo elétrico correspondente à radiação incidente.

Experimentalmente o que é medido pelo detetor é a intensidade do campo elétrico da luz difratada na amostra, que é descrita pelo módulo da amplitude do campo elétrico elevado ao quadrado. Chamando de A , a amplitude do campo elétrico que chega no detetor, podemos escrevê-la como:

$$A = \vec{E}_{\text{exp}}(\vec{p}_{\text{det}}) \cdot \hat{p} \quad (2.2.10)$$

Descrever o campo elétrico que chega ao detetor é uma questão bem complexa, pois aqui estão envolvidos conceitos, fenômenos e interações ainda não bem entendidas pela comunidade acadêmica. Para chegar a uma descrição exata teríamos que levar em conta o que ocorre com a distribuição do campo eletromagnético quando este sai pela abertura da ponta, que tem suas dimensões menores que o comprimento de onda da radiação incidente. Outra questão relevante seria quais alterações esse campo eletromagnético sofreria na região de campo próximo levando em conta a interação ponta-amostra, onde esta última poderia ser magnética ou não.

Uma das maneiras sugeridas para contornar essa complexidade, onde é necessário levar em conta todos os fatores citados acima, foi a de utilizar o Teorema da Reciprocidade

[Cou01, Gre97], que permite olhar a detecção de um campo eletromagnético emitido por uma estrutura qualquer. Este Teorema foi utilizado inicialmente na teoria de antenas e atualmente tem sido usado para modelizar a emissão da luz em um microscópio ótico de efeito túnel. Uma característica chave da utilização do Teorema da Reciprocidade, é que ele nos dá uma expressão exata para o sinal que leva em conta as propriedades da ponta.

A representação da situação experimental de detecção de um campo confinado utilizado por este Teorema é mostrada na Figura 2.2.4.a. Nela a estrutura emissora do campo a detetar é descrita por uma densidade de corrente volumétrica monocromática $\mathbf{j}_{\text{exp}}^{\nu}(\omega)$. Essa densidade de corrente representa uma fonte primária (descrevendo por exemplo a fluorescência de uma molécula com frequência ω) ou uma corrente induzida por uma fonte externa $\mathbf{j}_{\text{fonte}}^{\omega}(\omega)$, suposta pontual e localizada em campo distante. Este segundo caso, por exemplo, é o de uma ressonância plasmônica de uma partícula metálica excitada por um laser. Os campos irradiados pela densidade de corrente $\mathbf{j}_{\text{exp}}^{\nu}(\omega)$ são denotados $\mathbf{E}_{\text{exp}}^{\nu}$ (campo elétrico) e $\mathbf{H}_{\text{exp}}$ (campo magnético). Notemos que esses campos são emitidos em presença de uma ponta e de qualquer sistema de detecção-iluminação representados simbolicamente pelo retângulo com uma sonda dentro. Ou seja, aqui há uma menção que tanto faz se o modo de operação do SNOM é no modo de iluminação ou no modo detecção.

A fim de obter uma expressão explícita do campo $\mathbf{E}_{\text{det}}^{\nu}$ no detetor, é útil considerar a situação representada na Figura 2.2.4.b, chamada situação recíproca. Nesta situação, a ponta e o sistema de detecção-iluminação são iluminados por uma fonte pontual de densidade de corrente $\mathbf{j}_{\text{rec}}^{\nu}(\omega)$ localizada na posição do detetor. Nessa configuração pode-se considerar que, ficticiamente, haveria um dipolo de amplitude $\hat{p}$ localizado na posição do detetor $\mathbf{r}_{\text{det}}$ que produziria um campo elétrico $\mathbf{E}_{\text{rec}}^{\nu}$ na ausência da amostra. Os campos criados nessa situação

em um ponto qualquer de espaço são denominados $\vec{E}_{rec}$ e $\vec{H}_{rec}$. É importante reforçar que a situação recíproca contém a ponta/amostra e todo o sistema de iluminação-deteção.

Figura 2.2.4: Representação do Teorema da Reciprocidade. a-) representação de uma situação experimental de detecção de um campo confinado. b-) situação recíproca (fictícia), em que o sistema ponta+sistema ótico são “iluminados” por uma fonte pontual posicionada na posição do detector. Tirado de [Cou01].

No apêndice A foi feita toda a dedução da equação que descreve o Teorema da Reciprocidade, onde por analogia pode-se verificar que a equação (A13) para a nossa representação fica:

$$\int_V \vec{j}_{rec}(\vec{r}) \cdot \vec{E}_{exp}(\vec{r}) d\vec{r} = \int_V \vec{j}_{exp}(\vec{r}) \cdot \vec{E}_{rec}(\vec{r}) d\vec{r} \quad (2.2.11)$$

Na equação acima, podemos escrever $\vec{j}_{rec}$ como sendo um dipolo, onde para isso utilizamos a equação (A14) do Anexo. Integrando, em seguida, o lado esquerdo da equação obtemos:

$$\vec{E}_{exp} \cdot \hat{p} = \frac{1}{i\omega} \int_V \vec{E}_{rec} \cdot \vec{j}_{exp} d\vec{r} \quad (2.2.12)$$

Comparando o lado esquerdo da equação (2.2.12) com a equação (2.2.10), podemos verificar que é justamente a equação da nossa questão inicial [Cou01]. Ou seja, através do Teorema da Reciprocidade pudemos reescrever a problemática inicial de encontrar uma expressão para o campo elétrico que chega ao detector. Assim, reescrevendo a equação (2.2.10) usando a equação (2.2.12) temos:

$$A = \vec{E}_{\text{exp}} \cdot \vec{p} = \frac{1}{i\omega} \int_V \vec{E}_{\text{rec}} \cdot \vec{J}_{\text{exp}} d\vec{r} \quad (2.2.13)$$

Até aqui não havíamos feito nenhuma referência quanto à natureza da amostra. Passaremos a considerá-la como sendo magnética e com isso a densidade de corrente $\vec{J}_{\text{exp}}$ pode ser calculada pela equação (2.2.14) onde $\vec{\epsilon}(\vec{p}, \omega)$ é o tensor dielétrico dependente da frequência:

$$\vec{J}_{\text{exp}} = -i\omega\epsilon_0 [\vec{\epsilon}(\vec{p}, \omega) - 1] \vec{E}_{\text{exp}}(\vec{p}, \omega) \quad (2.2.14)$$

O tensor $\vec{\epsilon}(\vec{p}, \omega)$ pode ser descrito como a soma de um termo não magnético e outro magneticamente induzido, conforme mostrado na equação (2.2.15), onde $\vec{M} = M \hat{e}$ é a magnetização na amostra, $\hat{e}$ é o vetor unitário ao longo do eixo y, e f é uma constante de proporcionalidade do material. O primeiro termo de tensor corresponde à parte não magnética e o segundo termo a parte magnética.

$$\vec{\epsilon} = \begin{bmatrix} \epsilon_1 & 0 & 0 \\ 0 & \epsilon_1 & 0 \\ 0 & 0 & \epsilon_1 \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} 0 & 0 & -ifM \\ 0 & 0 & 0 \\ ifM & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad (2.2.15)$$

A seguir é feita a decomposição de $\vec{J}_{\text{exp}}$ nas três direções espaciais, para podermos depois reescrever a equação (2.2.13) em termos da dependência magnética ou não do material.

$$\vec{J}_{\text{exp}} = \begin{cases} J_x \approx (\epsilon_1 - 1)(E_{\text{exp}})_x - ifM(E_{\text{exp}})_z \\ J_y \approx (\epsilon_1 - 1)(E_{\text{exp}})_y \\ J_z \approx (\epsilon_1 - 1)(E_{\text{exp}})_z + ifM(E_{\text{exp}})_x \end{cases} \quad (2.2.16)$$

$$\vec{J}_{\text{exp}} \propto \underbrace{(\epsilon_1 - 1)\vec{E}_{\text{exp}}}_{\text{parte dielétrica}} - \underbrace{ifM(\hat{e} \times \vec{E}_{\text{exp}})}_{\text{parte magnética}} \quad (2.2.17)$$

Substituindo a equação (2.2.17) na equação (2.2.13), onde novamente separamos na parte dielétrica (A_{diel}) e magnética (A_{mag}), temos:

$$A = A_{diel} + A_{mag} = -i\epsilon_0(\epsilon_1 - 1) \int_V \vec{E}_{rec} \cdot \vec{E}_{exp} dr + i f \epsilon_0 M \int_V \vec{E}_{rec} \cdot (\hat{e} \times \vec{E}_{exp}) dr \quad (2.2.18)$$

A partir da equação (2.2.18) podemos fazer uma estimativa se o modelo utilizado até então condiz com o que é medido experimentalmente. Na prática o que nos interessa é a parte da equação (2.2.18) que tem a componente magnética. Rearranjando este termo com a seguinte identidade vetorial $a \cdot (b \times c) = b \cdot (c \times a)$, obtemos:

$$A_{mag} = i f \epsilon_0 M \int_V \hat{e} \cdot (\vec{E}_{exp} \times \vec{E}_{rec}) dr \quad (2.2.19)$$

A quantidade A que obtivemos aqui é a amplitude do campo na posição do detetor projetado ao longo do eixo do analisador. Na verdade não é essa a quantidade que é medida experimentalmente com o SNOM, e sim a intensidade que é proporcional ao $|A|^2$. Fazendo esta simples conta, podemos verificar que:

$$\begin{aligned} |A|^2 &= |A_{diel} + A_{mag}|^2 = (A_{diel} + A_{mag})(A_{diel} + A_{mag})^* = |A_{diel}|^2 + |A_{mag}|^2 + A_{diel} \cdot A_{mag}^* + A_{diel}^* \cdot A_{mag} \\ &= |A_{diel}|^2 + |A_{mag}|^2 + 2 \operatorname{Re}(A_{diel} \cdot A_{mag}^*) = |A_{diel}|^2 + |A_{mag}|^2 + 2 \operatorname{Re}(A_{diel}^* \cdot A_{mag}) \end{aligned}$$

A configuração do SNOM que temos está definida para a medida do efeito Kerr transversal magnetoóptico. Em campo distante, este efeito aparece como uma mudança na refletividade ΔR de uma superfície magnética quando o vetor magnetização, que é perpendicular ao plano de incidência, é invertido. A configuração usual consiste em alinhar paralelamente o polarizador e o analisador para que ΔR seja medido com o máximo de luz. Aplicando estes conceitos ao modelo, temos que quando a magnetização é invertida, A_{mag} torna-se $-A_{mag}$. Fazendo esta conta, podemos verificar que ΔR é proporcional a magnetização conforme mostra a equação (2.2.20):

$$\Delta R (M \rightarrow -M) \propto 4 \operatorname{Re}(A_{diel}^* A_{mag}) \quad (2.2.20)$$

No trabalho realizado por Alvarez-Prado et al. [Alv07], foi continuado o estudo a partir da equação (2.2.18), através do cálculo dos campos $\vec{E}_{\text{exp}}$ e o $\vec{E}_{\text{rec}}$. Para o campo $\vec{E}_{\text{exp}}$, eles utilizaram a distribuição de campo emitido por uma abertura em uma placa metálica infinitamente fina e perfeitamente condutora $\vec{E}^{(0)}(\vec{r})$, segundo o modelo de Bethe-Bouwkamp descrito na seção anterior.

Já o campo recíproco $\vec{E}_{\text{rec}}$, conforme definido pelo Teorema da Reciprocidade, pode ser interpretado como sendo uma fonte pontual fictícia situada na posição do detetor $\vec{r}_{\text{det}}$. Como esta fonte está situada longe o bastante da amostra, podemos considerar que é gerado a partir dela ondas esféricas. Sendo $\hat{p}$ a direção em que foi configurado o analisador, temos que o campo recíproco pode ser descrito por:

$$\vec{E}_{\text{rec}}(\vec{r}) = \frac{1}{4\pi\epsilon_0} \kappa_0^2 \frac{e^{i\kappa_0(\vec{r}-\vec{r}_{\text{det}})}}{(\vec{r}-\vec{r}_{\text{det}})} \hat{p} \quad (2.2.21)$$

Assim as expressões obtidas para o $\vec{E}_{\text{rec}}$ e para o $\vec{E}_{\text{exp}}$ podem ser substituídas na equação (2.2.18). Como exemplo, temos na equação (2.2.22) o termo que descreve a parte dielétrica:

$$A_{\epsilon} = -\frac{i\epsilon_0(\epsilon_1-1)\kappa_0^2}{4\pi\epsilon_0} \int E^{(0)}(\vec{r}, \vec{r}_T) \frac{i\kappa_0(r-r_{\text{det}})}{(r-r_{\text{det}})} \hat{p} dr^3 \quad (2.2.22)$$

Aqui cabe uma ressalva importante que se ϵ_1 não for homogêneo ao longo da amostra o termo (ϵ_1-1) tem que ser incluído dentro da integral da equação (2.2.22). O mesmo processo poderia ser feito para a parte magnética.

2.3. Os Efeitos Kerr Magnetoópticos

Uma das maneiras de caracterizar as propriedades magnéticas de uma determinada amostra é através dos efeitos magnetoópticos. Estes efeitos estão relacionados com a interação da luz incidente com a superfície magnetizada de uma amostra magnética. Quando o efeito ocorre pela transmissão da luz por um meio magnetizado é conhecido como efeito Faraday. Quando ele ocorre pela reflexão da luz por uma superfície magnetizada é conhecido como efeito Kerr. Ambos os fenômenos envolvem uma alteração da polarização da luz incidente. Isso ocorre devido às interações entre o campo eletromagnético da luz incidente e os elétrons responsáveis pelo magnetismo do material onde o feixe se propaga [San98, Par86]. Como resultado dessa interação, temos a alteração na polarização da luz que emerge da amostra.

Na configuração do SNOM-MO do LMM trabalhamos exclusivamente com o efeito Kerr, que foi descoberto em 1875 pelo físico escocês John Kerr [Ker77]. O efeito Kerr pode ser estudado em três diferentes configurações dependendo da orientação da magnetização em relação ao plano de incidência da luz. As três configurações possíveis são: o efeito Kerr polar (Figura 2.3.1.a.), o efeito Kerr longitudinal (Figura 2.3.1.b.) e o efeito Kerr transversal (Figura 2.3.1.c.).

Figura 2.3.1: As três configurações possíveis do efeito Kerr: a-) efeito Kerr polar, b-) efeito Kerr longitudinal, c-) efeito Kerr transversal.

O efeito Kerr polar é sensível à componente da magnetização $\vec{M}^P$, que é normal ao plano da superfície refletora. Já o efeito Kerr longitudinal é sensível à componente da magnetização $\vec{M}^P$, que é paralela à superfície refletora e ao plano de incidência da luz. No efeito Kerr transversal, a magnetização $\vec{M}^P$ é paralela à superfície refletora e perpendicular ao plano de incidência da luz. Neste último caso, o efeito envolve uma mudança na refletividade da luz polarizada paralelamente ao plano de incidência da luz. Essa mudança na refletividade depende da componente da magnetização perpendicular ao plano de incidência da luz.

Atualmente com o SNOM-MO podemos obter informações em duas configurações do efeito Kerr que são os efeitos Kerr transversal e longitudinal. Porém, aqui cabe a discussão de que toda a descrição desses fenômenos é bem estabelecida e aceita para a ótica de campo distante. Sendo o SNOM um equipamento que trabalha na região de campo próximo não se pode afirmar que esta descrição seja a mesma para as duas regiões. Porém, experimentalmente temos que o fenômeno se comporta na região de campo próximo de forma análoga a região de campo distante, nos dando base para podermos assumir que o fenômeno pode ser interpretado e analisado de forma semelhante nas duas situações.

2.4. Paredes de Domínios Magnéticos

A estrutura de transição entre domínios ferromagnéticos adjacentes foi investigada inicialmente por F. Bloch em 1932 [Chi84]. Esta transição recebe o nome de parede de domínio magnética e pode ser referida como parede de Bloch. Na parede a magnetização deve mudar a sua direção. A forma como ocorre essa transição depende em geral da competição entre duas energias magnéticas: a energia de troca (*exchange*) e a energia de anisotropia.

Antes de fazer uma abordagem mais geral, iniciaremos fazendo uma discussão mais qualitativa sobre como o equilíbrio entre essas energias faz com que a parede de domínio tenha uma espessura finita. O caso mais simples possível de uma transição entre domínios é quando a mudança ocorre de forma abrupta, ocorrendo de um átomo para o próximo como o mostrado na Figura 2.4.1. Sabe-se que a energia de troca (*exchange*) em um sistema ferromagnético é mínima somente quando os spins adjacentes estão paralelos. Assim, a parede mostrada na Figura 2.4.1 deve ter uma alta energia de troca associada pois os spins adjacentes na parede estão antiparalelos formando uma parede de 180° . Esta energia de troca poderia ser diminuída se fosse permitido que a mudança na direção dos spins na parede de 180° ocorresse gradualmente sobre N átomos, onde ϕ seria o ângulo entre dois spins adjacentes. Por outro lado, os spins dos átomos da parede podem estar apontando em direções diferentes daquela do eixo fácil da amostra, de tal maneira que a energia de anisotropia cristalina dentro da parede é maior do que a energia nos domínios. Assim, enquanto a energia de troca tenta fazer com que a parede seja o mais larga possível, minimizando o ângulo ϕ entre dois spins adjacentes, a energia de anisotropia tende a diminuir a largura da parede reduzindo o número de spins apontando para a direção do eixo difícil da amostra. Como resultado dessa competição temos uma parede de domínio com um comprimento finito [Cul94].

Pode-se fazer uma estimativa sobre a ordem de grandeza de uma parede de domínios para esta abordagem mais simples. Para a energia de troca, quando os momentos dos spins magnéticos de dois átomos adjacentes i e j fazem um ângulo ϕ_{ij} , temos que ela pode ser expressa pela equação abaixo:

Figura 2.4.1: Hipotética parede de domínios de 180° infinitamente fina.

$$E_{ex} = -2JS^2 \cos \phi_{ij} \quad (2.4.1)$$

onde J é a integral de exchange e S o número quântico total de spin para cada átomo.

Usando a expansão em série do $\cos \phi$ temos que a equação (2.4.1) fica:

$$E_{ex} = JS^2 \phi^2 - 2JS^2 \quad (2.4.2)$$

O segundo termo é independente do ângulo e tem o mesmo valor dentro do domínio assim como na parede, podendo ser então desconsiderado. A energia de troca “extra” existente dentro da parede é dada somente pelo primeiro termo, por par de spins. Para encontrar a energia de troca por unidade de área, deve-se fazer uma suposição sobre a rede cristalina. Assumiremos por simplicidade uma estrutura cúbica simples com constante de rede a , com um átomo em cada canto da célula unitária onde o plano da parede é paralelo a face $\{100\}$ do cubo. Considerando que a espessura da parede é composta por N átomos, teremos que a energia de troca por unidade de área da parede é dada por

$$\gamma_{ex} = (JS^2 \phi^2)(N)(1/a^2) \quad (2.4.3)$$

No caso de uma parede de 180° temos que $\phi = \pi/N$ que faz com que a equação (2.4.3) fique

$$\gamma_{ex} = \frac{JS^2\pi^2}{Na^2} . \quad (2.4.4)$$

A partir da equação (2.4.4) verificamos que a energia de troca armazenada em uma parede de domínio diminui com o aumento do número de átomos ao longo da mesma, levando um sistema a aumentar ao máximo a espessura da sua parede. Já a energia de anisotropia é da ordem da constante de anisotropia K vezes o volume na parede. Se for calculado a sua energia por área de parede temos que

$$\gamma_{an} = KNa . \quad (2.4.5)$$

A energia total da parede por unidade de área, para uma parede de espessura $\delta = Na$, é dada pela soma das energias de troca e de anisotropia, ou seja,

$$\gamma = \gamma_{ex} + \gamma_{ani} = \frac{JS^2\pi^2}{\delta a} + K\delta . \quad (2.4.6)$$

A parede de domínio terá seu tamanho definido quando a energia magnética do sistema for minimizada, o que ocorre quando o valor da energia de troca é igual ao valor da energia de anisotropia. Assim a energia mínima pode ser obtida fazendo

$$\frac{d\gamma}{d\delta} = -\frac{JS^2\pi^2}{\delta^2 a} + K = 0 \quad (2.4.7)$$

e portanto,

$$\delta = \sqrt{\frac{JS^2\pi^2}{Ka}} . \quad (2.4.8)$$

Fazendo uma estimativa para o ferro, usando $J = 2,16 \times 10^{-21}$ J, $a = 2,86 \times 10^{-10}$ m, $K = 4,2 \times 10^{+4}$ ergs/cm³ e $S = 1$ tem-se que $\delta = 30$ nm.

A seguir, será feito basicamente o mesmo raciocínio acima, porém generalizaremos a forma como pode ocorrer a transição entre os spins dentro da parede de domínio. Consideraremos que a transição na parede possa ocorrer de forma não homogênea, ou seja, que possa haver uma variação angular entre cada spin. Para tanto assumiremos um sistema onde o eixo z é normal ao plano da parede de domínio com sua origem no meio da sua

espessura. A direção do spin muda de $-\pi/2$ em $z = -\infty$ à $+\pi/2$ em $z = \infty$ conforme mostrado na Figura 2.4.2. Sendo $(\partial\theta/\partial z)a$, o ângulo entre dois spins vizinhos, a energia de troca por par de spin é obtida mediante $JS^2a^2(\partial\theta/\partial z)^2$. A energia total de exchange armazenada na parede pode então ser obtida fazendo a integração em z , ou seja,

Figura 2.4.2: Generalização de uma transição possível na parede de domínio.

$$\gamma_{ex} = \frac{JS^2}{a} \int_{-\infty}^{\infty} \left(\frac{\partial\theta}{\partial z} \right)^2 dz . \quad (2.4.9)$$

Por outro lado, podemos generalizar a energia de anisotropia expressando seu comportamento como $g(\theta)$, onde a energia de anisotropia total é dada por

$$\gamma_{ani} = \int_{-\infty}^{\infty} g(\theta) dz . \quad (2.4.10)$$

onde $g(\theta)$ é definido como sendo zero em $z = \pm\infty$ ou quando o spin está paralelo a direção do eixo fácil da magnetização. Assim, a energia total é obtida fazendo

$$\gamma = \gamma_{ex} + \gamma_{ani} = \int_{-\infty}^{\infty} \left[g(\theta) + A \left(\frac{\partial\theta}{\partial z} \right)^2 \right] dz . \quad (2.4.11)$$

onde A é o coeficiente relacionado com a energia de troca e tem sua equação dependente da orientação cristalográfica do material.

A parede de domínio terá seu tamanho definido quando a energia magnética do sistema for minimizada. Objetivando facilitar os próximos cálculos faremos na equação (2.4.11) uma diferenciação em θ que modifica a equação da energia total para

$$\delta\gamma = \int_{-\infty}^{\infty} \left[\frac{\partial g(\theta)}{\partial \theta} \delta\theta + 2A \left(\frac{\partial \theta}{\partial z} \right) \left(\frac{\partial \delta\theta}{\partial z} \right) \right] dz . \quad (2.4.12)$$

O segundo termo da equação (2.4.12) pode ser reescrito utilizando integração por partes, ou seja,

$$\int_{-\infty}^{\infty} \left[2A \left(\frac{\partial \theta}{\partial z} \right) \left(\frac{\partial \delta\theta}{\partial z} \right) \right] dz = 2A \left(\frac{\partial \theta}{\partial z} \right) \delta\theta \Big|_{-\infty}^{\infty} - \int_{-\infty}^{\infty} 2A \left(\frac{\partial^2 \theta}{\partial z^2} \right) \delta\theta dz = - \int_{-\infty}^{\infty} 2A \left(\frac{\partial^2 \theta}{\partial z^2} \right) \delta\theta dz \quad (2.4.13)$$

Da equação (2.4.13), temos que o seu primeiro termo desaparece pois $\delta\theta = 0$ em $z = \infty$ ou $-\infty$. Substituindo então (2.4.13) em (2.4.12):

$$\int_{-\infty}^{\infty} \left[\frac{\partial g(\theta)}{\partial \theta} - 2A \left(\frac{\partial^2 \theta}{\partial z^2} \right) \right] \delta\theta dz = 0 \quad (2.4.14)$$

Na condição de equilíbrio temos que $\delta\gamma = 0$. Para que esta condição seja satisfeita para qualquer escolha de $\delta\theta(z)$, o integrando deve ser sempre zero, ou seja:

$$\frac{\partial g(\theta)}{\partial \theta} - 2A \left(\frac{\partial^2 \theta}{\partial z^2} \right) = 0 \quad (2.4.15)$$

Multiplicando a equação (2.4.15) por $\partial\theta/\partial z$ e fazendo a integração em z indo de $(-\infty, z)$, onde no segundo termo utiliza-se novamente integração por partes, obtem-se:

$$g(\theta) = A \left(\frac{\partial \theta}{\partial z} \right)^2 \quad (2.4.16)$$

que pode ser reescrita como:

$$dz = \sqrt{A} \frac{d\theta}{\sqrt{g(\theta)}} \quad (2.4.17)$$

Substituindo a equação (2.4.17) em (2.4.11) temos a energia de superfície total de uma parede de domínio:

$$\gamma = 2\sqrt{A} \int_{\frac{\pi}{2}}^{\pi} \sqrt{g(\theta)} d\theta \quad (2.4.18)$$

Em geral, a anisotropia de um sistema pode ser representada pela sua anisotropia magnetocristalina ou por uma anisotropia induzida no sistema. A seguir, assumiremos o caso

mais comum em que uma anisotropia uniaxial dada pela equação (2.4.19) governa um determinado sistema:

$$g(\theta) = K_u \cos^2 \theta \quad (2.4.19)$$

Substituindo (2.4.19) em (2.4.18) temos:

$$z = \sqrt{\frac{A}{K_u}} \int_0^\theta \frac{d\theta}{\cos \theta} = \sqrt{\frac{A}{K_u}} \log \tan\left(\frac{\theta}{2} + \frac{\pi}{4}\right) \quad (2.4.20)$$

A espessura da parede pode ser obtida ao analisarmos a variação de z em função de θ . Se traçarmos o gráfico da função acima verificamos que a maior variação ocorre próximo ao valor de $z=0$ e que ao mesmo tempo a função tem um comportamento significativo no intervalo de $-1,5$ a $+1,5$, que aproximaremos para π . Fazendo esse processo descrito acima obtemos o valor de δ que é a espessura da parede de domínio:

$$\left(\frac{\partial z}{\partial \theta}\right)_{z=0} = \frac{1}{2} \sqrt{\frac{A}{K_u}} \left[\frac{\sec^2(\theta/2 + \pi/4)}{\tan(\theta/2 + \pi/4)} \right]_{\theta=0} = \sqrt{\frac{A}{K_u}} \quad (2.4.21)$$

$$\delta = \pi \left(\frac{\partial z}{\partial \theta}\right)_{z=0} = \pi \sqrt{\frac{A}{K_u}} \quad (2.4.22)$$

cujo resultado concorda bem com a estimativa feita para um caso mais simples de uma transição abrupta em uma parede de domínios de 180° dada pela equação (2.4.8).

Apesar da discussão acima ter sido feita baseando-se num sistema governado apenas por uma anisotropia uniaxial, podemos encontrar outras situações reais que apresentam uma maior complexidade em seus modelos analíticos. Para o estudo feito neste trabalho, o objeto de estudo têm suas dimensões delimitadas fisicamente (objeto microestruturado). Isso significa que o sistema apresenta além da energia magnetocristalina, dependendo do material magnético depositado, mais outras duas energias de anisotropia magnética. Uma energia de anisotropia de forma que depende da geometria do objeto e uma energia de anisotropia induzida gerada pela configuração dos ímãs do equipamento de *sputtering* durante a deposição do filme fino. Para essa configuração não há como fazer uma previsão quantitativa exata de qual seria a espessura da parede de domínios. No caso de um material magnético

amorfo e com baixa magnetostricção não haverá uma energia de anisotropia cristalina propriamente dita, vinculada a ele. Neste caso a energia de anisotropia predominante no sistema será a anisotropia de forma. Se considerarmos ainda o material sendo magneticamente mole temos que a sua respectiva energia de troca deve ser grande, porém não alta o suficiente para predominar sobre a energia de anisotropia de forma do sistema conduzindo a uma parede de domínios de espessura fina. Assim, o que pode-se fazer é estabelecer uma relação entre a energia de anisotropia do objeto e a energia de troca do material e como esta influencia a espessura da parede de domínios.

3. Arranjo Experimental

Nesta secção serão descritas a base do funcionamento do SNOM e as melhorias instrumentais feitas no microscópio durante o desenvolvimento desse trabalho. Uma descrição mais detalhada da estrutura física do mesmo pode ser encontrada na tese de doutorado do Dr. Jeroen Schoenmaker [Sch05], em cujo período foi desenvolvida a maior parte do equipamento. Quanto às melhorias instrumentais realizadas, parte do objetivo deste trabalho era contribuir para o aperfeiçoamento do funcionamento do SNOM-MO. Assim ao longo da descrição do seu funcionamento assinalaremos as principais mudanças feitas. Em seguida, descreveremos os processos de produção de pontas por ataque químico e os processos de obtenção das amostras por litografia de feixe de elétrons.

3.1. O Microscópio Ótico de Varredura em Campo Próximo no Modo Magnetoótico (SNOM-MO)

Na Figura 3.1.1 temos o diagrama de blocos do SNOM-MO com a sua configuração atual. O SNOM é basicamente um Microscópio de Força Atômica (AFM) operado no modo *shear force* no qual a ponta é substituída por uma fibra ótica monomodo afinada quimicamente. Esta ponta é colada em um cristal de quartzo em forma de diapasão e posteriormente fixada no bloco metálico que compõem a cabeça do SNOM. Se toda esta colagem for bem feita, todo o conjunto ponta/diapasão é colocado para vibrar em sua frequência de ressonância característica ($f \sim 32768$ Hz) com a ajuda de um cristal piezoelétrico (*piezostack*) localizado na outra extremidade da peça de fixação da cabeça do SNOM. Um gerador de sinal (Modelo 33120A da Hewlet Packard) é ajustado na frequência de ressonância do conjunto diapasão/ponta aplicando uma tensão senoidal no *piezostack*. A vibração do bloco estimula a vibração do conjunto diapasão/ponta cuja amplitude é monitorada por um

Figura 3.1.1: Diagrama de blocos da configuração atual do SNOM-MO.

amplificador *Lock-in* (modelo 7265 da EG&G Instruments) completando o circuito de detecção.

Para atingir distâncias nanométricas da amostra sem tocá-la, aproximamos lentamente o conjunto ponta/diapasão do microscópio em direção à amostra. Quando a ponta está a uma distância da ordem de algumas dezenas de nanômetros, começam a ocorrer forças de interação entre os átomos da ponta da fibra e os da superfície da amostra. Essa força altera a amplitude de vibração do cristal de quartzo, ou seja, ocorre uma alteração no valor da frequência de ressonância. Alimentando-se o movimento no eixo Z com um sinal proporcional à mudança na amplitude de vibração da ponta podemos garantir que a ponta e a superfície fiquem a uma distância constante durante a varredura efetuada pelo sistema em uma determinada região da amostra.

Todo o processo de aproximação é feito por meio de um software específico, que também é usado no processo de aquisição de dados. A eletrônica de controle de AFM e o software WSxM, ambos da NanoTec, permitem o controle completo da Unidade de Controle

Digital (DCU), da aquisição de dados/imagens e o pós-processamento de dados/imagem. Todo esse controle permite a obtenção de uma imagem topográfica desta região da amostra.

Durante a varredura, quando a precisão de nanômetros é requerida, esse controle é feito por um sistema piezoelétrico. Esse sistema de varredura foi uma das partes instrumentais que passou por um aperfeiçoamento. Antes da troca desse sistema observávamos que as imagens topográficas que vinham sendo obtidas com o SNOM apresentavam artefatos que eram causados pelo fato do sistema piezoelétrico de posicionamento estar descalibrado. A deterioração do sistema piezoelétrico é comum devido ao aparecimento de micro-fissuras em sua estrutura, que acarretam em flutuações com o passar do tempo. Como exemplo, podemos citar o fato que havia uma distorção na varredura, onde partículas que eram quadradas apareciam com forma retangular e também o tamanho destas durante a varredura não condizia com o tamanho real dos objetos. Devido a esse problema, um novo sistema piezoelétrico de posicionamento foi confeccionado. No novo sistema, o scanner é movido por bi-lâminas piezoelétricas. A varredura agora cobre uma área total de $63 \times 63 \mu\text{m}^2$ que é bem maior que a área anterior que era de $17 \times 17 \mu\text{m}^2$.

Simultaneamente a obtenção da imagem topográfica é possível obter imagens óticas e magnetoóticas pela injeção da luz de um laser (diodo laser de comprimento de onda $\lambda = 670\text{nm}$) pela outra extremidade da fibra ótica. Para isso utilizamos como referência a frequência de modulação do laser cujo feixe é inicialmente polarizado. Essa frequência pode ser ajustada ao valor que desejarmos por meio do segundo gerador de sinal de mesmo modelo que o utilizado no sistema de varredura. Em geral, utilizamos uma frequência 10 vezes menor do que a frequência de ressonância do conjunto diapasão/ponta, para evitar efeitos de batimento resultantes do acoplamento entre estas duas frequências. A luz ao sair da ponta da fibra ótica incide sobre a superfície da amostra onde é espalhada pelos padrões de relevo presentes na superfície desta. Podemos supor que o fenômeno é basicamente difrativo porque

a ponta trabalha na região de campo próximo, onde parte das ondas resultantes são não propagativas. Os resultados da interação da luz emitida pela ponta com a superfície da amostra são selecionados em polarização por um cristal de calcita (que permite obter duas componentes distintas da polarização da luz), captados e amplificados pelos fotodetetores e posteriormente enviados a dois amplificadores *Lock-in* (modelo 7260 da EG&G *Instruments* e modelo analógico 5210 da EG&G *Princeton Applied Research*).

Possivelmente a modificação instrumental mais significativa realizada no SNOM-MO foi a introdução de um novo sistema de detecção ótico. Esse sistema nos possibilitou a obtenção de informações provenientes de duas componentes distintas da polarização da luz, permitindo obter resultados magnetoóticos tanto para o efeito Kerr transversal como para o efeito Kerr longitudinal. As obtenções de duas configurações diferentes do efeito Kerr eram imprescindíveis para a análise do vetor magnetização no mapeamento micromagnético de um objeto litografado. No sistema antigo a única componente do efeito Kerr que era obtida era a do efeito Kerr transversal. Para tanto era utilizado um detetor com um analisador posicionado paralelo a direção do campo magnético aplicado na amostra.

Um novo sistema de coleta de luz foi feito para garantir que o sinal coletado para as duas configurações do efeito Kerr viessem do mesmo ponto. Para tanto utilizamos um cristal de calcita, que baseado no princípio físico da birrefringência, decompõe a polarização da luz em suas duas componentes. Esse fenômeno ocorre em alguns materiais cristalinos, sendo a calcita um deles, onde a velocidade da luz não é a mesma para todas as direções. Tais materiais são caracterizados por possuírem dois índices de refração diferentes e usualmente são referidos como sendo birrefringentes ou por duplamente-refrativos. Quando uma luz não polarizada entra em um cristal de calcita, esta se divide em duas ondas que atravessam o cristal com velocidades diferentes correspondendo a dois ângulos de refração. Estes dois feixes são polarizados em duas direções perpendiculares entre si.

Com a implementação do novo sistema de coleta da luz houve uma melhora na confiabilidade dos resultados obtidos. Pelo fenômeno da birrefringência cada um desses feixes conterá a informação de uma componente da polarização da luz. Quando a componente da polarização estiver paralela ao campo magnético aplicado estaremos na configuração do efeito Kerr longitudinal. Já quando a componente da polarização estiver perpendicular ao campo aplicado estaremos na configuração do efeito Kerr transversal.

Na prática, o sistema ótico é ajustado de maneira que o máximo do sinal luminoso coincida com o máximo do sinal do Kerr transversal. Conseqüentemente o sinal luminoso do efeito Kerr longitudinal fica bem baixo, pois o par polarizador/analizador nesta configuração está cruzado entre si. Outro fato que demonstrou uma melhora significativa com o novo sistema foi a melhora no controle de polarização da luz. Antes as melhores taxas de extinção eram da ordem de 1:10. Atualmente já alcançamos com certa facilidade valores na ordem de 1:20.

No caminho ótico do SNOM, além do polarizador de entrada e do cristal de calcita temos mais um dispositivo que nos permite controlar e compensar possíveis alterações na polarização de entrada que ocorrem ao longo do mesmo. Sabemos que para obter boas medidas magnetoópticas se faz necessário ter um controle preciso da polarização da luz. Na prática verifica-se que a existência de pequenas tensões, torções e curvaturas ao longo da extensão da fibra ótica, acaba gerando birrefringências, que alteram o estado de polarização da luz. De acordo com o trabalho de Adelman et al. [Ade99, Fre99], essas tensões podem ser resultantes de “pressões” elásticas induzidas durante o processo de fabricação. Para contornar esses fenômenos indesejados e inevitáveis foi acrescentado à parte ótica do SNOM um dispositivo compensador ótico, também conhecido como “Orelhas de Mickey”, que tem como objetivo produzir estes mesmos efeitos só que de forma controlada.

O dispositivo "Orelhas de Mickey" é composto de um sistema de anéis aplicados a fibra ótica para criar uma birrefringência induzida por tensão. A curvatura de uma fibra no formato de um anel gera uma birrefringência com eixos óticos radial e perpendicular ao plano da fibra. O arranjo conhecido como "Orelhas de Mickey" é constituído de três anéis: o primeiro gera uma birrefringência que cria uma diferença de fase de $\pi/2$ (um quarto de onda) entre as duas componentes de polarização da luz, o segundo anel corresponde a uma diferença de fase de π (meia onda), e o terceiro é novamente um dispositivo quarto de onda. Para melhor entender o que foi exposto acima consideremos o caso de uma luz linearmente polarizada sendo injetada na fibra antes de passar pelo loop que tem um raio R. Quando a luz passar pelo loop as suas componentes irão se dividir, pois a birrefringência, que é gerada pela tensão, faz com que haja um índice de refração diferente para cada uma das componentes. Como a velocidade de propagação é dependente do índice de refração do meio, ao final do loop, as duas componentes apresentarão uma diferença de fase. Se o plano do "loop" fizer um ângulo de 45° em relação ao plano de polarização da luz incidente na fibra as duas componentes serão plano-polarizadas ortogonalmente entre si e terão amplitudes iguais. Se o raio R do loop for tal que depois das ondas se propagarem por ele a defasagem for de 90° , diz-se que o loop é um disco de um quarto de onda. Com isso, para um ângulo de 45° , a luz emergente será circularmente polarizada. Nestas mesmas condições, se o loop apresentar uma defasagem de 180° , temos que disco de meia onda produzirá em uma das componentes uma defasagem de 180° e com isso o plano de polarização final terá sido girado e a luz emergente continuará sendo linearmente polarizada. Assim com a ajuda deste dispositivo podem ser compensadas pequenas alterações sofridas na polarização de entrada causadas pelas curvaturas, torções e tensões ao longo da fibra. O sistema das "Orelhas de Mickey" está posicionado logo após a injeção da luz do laser na fibra ótica. Este sistema permite compensar as possíveis mudanças de condição de polarização da luz ocorridas ao longo do caminho ótico

do SNOM, porém não há como evitar possíveis despolarizações ocasionadas pela dispersão da luz ao passar pela ponta. Neste caso seria necessário colocar um filtro de polarização entre a ponta e a amostra.

Além da troca do sistema de detecção ótica e do sistema de varredura, mais uma série de pequenos aperfeiçoamentos foram realizados com o intuito de tornar o SNOM mais funcional e estável no processo de aquisição de medidas. Uma das dificuldades da obtenção de resultados é que as fontes de ruídos, tanto de origem mecânica quanto ótica, em geral mascaram o sinal dos contrastes magnetópticos, cujos sinais são inferiores a 1% do valor da intensidade luminosa. Assim estas fontes de ruídos têm que ser minimizadas ao máximo para garantir a visualização e a qualidade dos resultados.

Iniciou-se assim uma procura minuciosa de possíveis causas de instabilidades tanto mecânicas como eletrônicas do SNOM-MO. Começamos por rearranjar as posições dos equipamentos (*Lock-ins*, geradores de sinais e a unidade de controle digital) dentro do rack. Todo esse remanejamento foi feito com o intuito de que houvesse uma otimização do sistema como um todo e que seus cabos pudessem ser encurtados o máximo possível. Assim seriam evitadas possíveis atenuações e desbalanceamento de sinais. Uma atenção especial também foi dada ao cabo do *Lock-in* que controla a resposta do sistema de ressonância. Para tanto foi feito nele um aterramento externo para reduzir o ruído ambiental sobre o sinal.

Como resultado destas mudanças, foi possível obter uma melhora considerável na estabilidade mecânica e um aumento no fator de qualidade do sistema ressonante (diapásio-ponta). Este fator de qualidade que era da ordem de 400 passou para 800. Sabe-se que quanto maior for o fator de qualidade maior é a sensibilidade do sistema no controle da distância ponta/amostra [Mor05, Mar87, Alb91]. Com o aumento do fator de qualidade o pico da ressonância fica mais estreito e bem definido e qualquer variação da temperatura local faz com que o sistema saia dessa frequência. Verificamos experimentalmente que como

consequência o sistema volta a ficar instável mecanicamente devido a pequenas flutuações térmicas. Para resolver este fato estamos agora trabalhando com a temperatura da sala bem controlada. Como o aterramento externo do cabo coaxial que controlava o sinal de resposta do sistema de ressonância trouxe melhorias para a tomada de medidas, fizemos o mesmo procedimento com o cabo que sai do fotodetector e vai para os lock-ins que recebem os sinais óticos. Passamos assim a observar também melhorias nesta parte do sistema.

Antes, uma parcela dos ruídos existentes na parte mecânica do controle da distância ponta/amostra acabava sendo transmitida para a parte ótica do sistema, que conseqüentemente mascarava a percepção dos resultados magnetoóticos. Predominantemente os ruídos observados eram de alta frequência que desapareceram com as modificações realizadas. Passamos a observar então um ruído de baixa frequência que não conseguíamos ver anteriormente. Em geral, ruídos de alta frequência têm origem eletrônica enquanto ruídos de baixa frequência tem origem mecânica. Para eliminar esta nova fonte de ruído de baixa frequência colocamos em todas as laterais do rack do SNOM uma manta com o intuito de absorver as vibrações acústicas.

Já a análise magnetoótica consiste na obtenção de algumas propriedades magnéticas importantes das amostras a partir dos efeitos Kerr transversal e longitudinal. Dependendo do tipo de medida de contraste magnetoótico, utilizamos a modulação do laser ou a modulação do campo magnético aplicado sobre a amostra. A partir da primeira condição podemos obter os ciclos de histerese locais ou as imagens de domínio e a partir da segunda podemos obter as imagens de susceptibilidade. Para a aplicação de um campo magnético na amostra, foi acoplado no SNOM-MO um pequeno eletroímã que fornece até 380 Oe. Uma descrição mais detalhada do processo de aquisição das medidas magnetoóticas será feita junto com os resultados experimentais.

3.2. O Processo de Produção de Pontas por Ataque Químico.

Um aprofundado estudo foi feito pelo Dr. Jeroen Schoenmaker durante a sua tese de doutorado [Sch05] de como deveria ser o procedimento para a obtenção de uma ponta de melhor qualidade. Em seu estudo verificou que o tradicional ataque de HF não era o método mais apropriado por causa da diferente taxa de corrosão entre o “core” e o “cladding” da fibra ótica. O ataque de HF demonstrou corroer com uma taxa maior o vidro dopado com Ge do “core” fazendo com que a maioria das pontas tivesse a ponta mecânica não coincidente com a ponta ótica.

Assim, foi proposto outro método baseado em um ataque químico seletivo de ácido fluorídrico e de fluoreto de amônia (NH_4F (40%): HF (48%): H_2O – 5:1:1) com uma camada protetora de Nujol. O Nujol é imiscível com a solução ácida formando assim duas fases. A ponta se afina graças à ação do menisco (Figura 3.2.1) que se forma em volta da extremidade da fibra dentro do frasco. O Nujol além de contribuir na formação do ângulo do menisco também serve como proteção contra a evaporação do ácido. Antes de começar o processo de corrosão é feito um processo de clivagem nas fibras óticas (corte na seção transversal desta) para que todas tenham um mesmo formato inicial. O tempo do processo de corrosão química como um todo é de 8 horas, onde este tem se mostrado bem reprodutivo com índice de aproveitamento de 80%.

Figura 3.2.1: Esquema do ataque químico pela formação de menisco.

O dispositivo utilizado na produção das pontas está mostrado na Figura 3.2.2. Foi verificado que a qualidade da fabricação depende também da estabilidade mecânica, e por

causa disso, o dispositivo fica em cima de uma bancada pesada para evitar vibrações. As fibras óticas utilizadas são monomodos com diâmetro externo de 125 μm e diâmetro interno do "core" de 4 μm .

Figura 3.2.2: Dispositivo utilizado na produção de pontas.

Após o ataque químico, o diâmetro da ponta mecânica fica em torno de 100 - 200nm. Como o diâmetro do "core" da fibra por onde passa a luz é de 4 μm , se faz necessário metalizar a sua lateral com o objetivo de garantir que a luz injetada saia somente pela extremidade da ponta e não por vazamentos laterais. Através deste procedimento também garantimos que a ponta mecânica e a ponta ótica coincidam diminuindo a probabilidade de obtermos imagens com artefatos de varredura. A metalização é feita depositando por *magnetron sputtering* um filme fino de 5nm de espessura de Ta (potência de 30W durante 35 segundos com pressão de base de 5 mTorr e fluxo de Argônio de 20sccm) e depois outra camada de Au de 40nm (potência de 85W durante 45 segundos com pressão de base de 5 mTorr e fluxo de Argônio de 20sccm). Comumente encontramos na literatura científica que o material utilizado no processo de metalização é Al ou Cr [Ant07]. No nosso caso, depositamos Au com a intenção de que este filme possa gerar efeitos de ressonância plasmônica, efeitos esses que poderiam aumentar o sinal eletromagnético da luz que é emitida pela sonda [Jan05, Bou03]. Já a deposição do filme de Ta é feita para dar aderência ao filme de Au. Na Figura 3.2.3 temos imagens da ponta após o ataque químico (sem processo de metalização) obtidas com um microscópio ótico. Na Figura 3.2.4 temos imagens obtidas pelo

microscópio eletrônico de varredura (FEG) para uma ponta que passou pelo processo de metalização lateral.

Figura 3.2.3: Imagens obtidas pelo microscópio ótico de uma fibra de diâmetro 125 μm que foi afinada por processo químico.

Figura 3.2.4: Imagens obtida por microscopia eletrônica de varredura (FEG) de uma ponta após o processo de metalização.

3.3. Processos de Litografia para Obtenção de Amostras.

As técnicas utilizadas para a confecção das amostras foram litografia por feixe de elétrons e deposição de filmes finos por sputtering. A deposição dos filmes foi feita no Laboratório de Materiais Magnéticos no IFUSP com o sistema de sputtering AJA modelo ATC 2000. Já todo o processo de litografia foi desenvolvido no Laboratório de Sistemas Integráveis (LSI) da Escola Politécnica da USP sob a supervisão do professor Dr. Antônio Carlos Seabra. Para tanto foi utilizado um novo microscópio eletrônico de varredura com fonte de emissão de campo (FEG) com resolução nominal de 1,5 nm, modelo NanoSEM 400 da empresa FEI Company.

Desde o início do desenvolvimento da tese, o objetivo sempre foi obter objetos quadrados de 1 micron, na qual sua superfície deveria ser o mais plana possível para poder oferecer estabilidade mecânica para o seu mapeamento magnético. Em geral, as estruturas litografadas consistiam de uma moldura externa de 200 μ m (que serve de guia para o posicionamento da ponta do SNOM) dentro da qual eram litografados os vários objetos desejados. Na Figura 3.3.1, temos a imagem de uma das amostras finais obtidas onde o espaçamento entre cada objeto litografado era da ordem de 7 μ m.

Figura 3.3.1: Imagem tirada com o FEG dos objetos de 1 μ m obtidos por litografia de feixe de elétron.

A seguir será descrito o procedimento adotado para a produção das amostras magnéticas estruturadas por litografia de feixe de elétrons.

Qualquer procedimento de litografia requer que a superfície do substrato esteja o mais limpa possível, evitando que possíveis contaminações influenciem as etapas seguintes do processo litográfico. Assim, inicialmente é feita uma limpeza no substrato (lâmina de carbono ou silício cortada em $15 \times 15 \text{ mm}^2$) na sala limpa da Poli. Este é deixado por 5 minutos em água deionizada sendo depois colocado por 10 minutos à temperatura de 80°C em uma solução de $4 \text{ H}_2\text{O} + 1 \text{ H}_2\text{O}_2 + 1 \text{ NH}_4\text{OH}$. Esta solução química garante que qualquer elemento químico que tenha aderido à superfície do substrato seja eliminado. Para finalizar essa etapa de limpeza, o substrato fica mais 5 minutos na água deionizada e em seguida é secado com um jato de nitrogênio.

A próxima etapa é a deposição do filme fino magnético que é feito utilizando *Magnetron Sputtering* no LMM. Depositado em temperatura de N_2 líquido, o filme apresenta estrutura amorfa, alta susceptibilidade magnética, alta resposta magnetoótica e baixa coercividade ($H_c < 10 \text{ Oe}$). No início do desenvolvimento da tese, todas as amostras magnéticas que eram utilizadas para o estudo com o SNOM-MO tinham uma composição nominal de $\text{Co}_{70.4}\text{Fe}_{4.6}\text{Si}_{15}\text{B}_{10}$ que apresentavam um campo coercivo aproximado de 50Oe . Este valor da coercividade é considerado muito alto para a atual configuração do sistema de medida, pois tornavam mais difíceis o processo de visualização das estruturas de domínios. Para obter uma coercividade mais baixa, baseado no artigo de Baolog [Bao04, Pon03, Ino03], foram feitos alguns testes mudando a composição dos filmes magnéticos, onde além do CoFeSiB foi adicionado em sua composição Nb em pequenas proporções. Na Figura 3.3.2 temos os gráficos das curvas de histereses referentes as duas deposições feitas, onde foram depositados 3% e 5% de Nb respectivamente, sendo que o restante da composição era de CoFeSiB amorfo. Pode-se verificar que o campo coercivo fica da ordem de 6Oe , havendo

uma pequena variação entre as duas amostras. Como procedimento padrão foi adotado a composição de 3% de Nb e 97% de CoFeSiB. Depois do filme magnético depositamos uma fina camada de Si_3N_4 de aproximadamente 4 nm de espessura, que tem duas finalidades: proteger a liga CoFeSiBNb de uma possível oxidação e também para servir como uma pré-máscara para o CoFeSiBNb durante o processo de confecção dos objetos microestruturados.

Figura 3.3.2: Curvas de histerese referentes as duas deposições com diferentes composições de Nb.

No LMM, o substrato é colocado no interior da câmara do *Magnetron Sputtering*, onde o filme magnético de CoFeSiB e de Nb são depositados simultaneamente. As condições de deposição foram: potência de 200W para o CoFeSiB e 14W para o Nb, com pressão de 3mTorr e fluxo de Argônio de 14,0 sccm. O filme depositado tem espessura de 15nm. O filme fino de Si_3N_4 foi depositado utilizando o equipamento de sputtering no modo RF onde a potência era de 100W com pressão de 10mTorr e fluxo de Argônio de 20,0 sccm.

Voltando para a sala limpa da Poli, primeiramente o substrato passa por um aquecimento para a eliminação da umidade, sendo colocado numa placa aquecedora a uma temperatura de 150°C durante 10 minutos. Em seguida, com a ajuda de um equipamento que submete o substrato à rotações com velocidades controladas (*spinner*), colocamos uma camada de resiste sensível ao feixe de elétrons produzido pelo microscópio eletrônico. Para isso é colocado o resiste SNR 200 com diluição de 1:3 a uma rotação de 2000rpm durante 30

segundos. Esta camada fica com uma espessura de 150 nm. O substrato é então levado à placa aquecedora a uma temperatura de 105°C durante 60 segundos.

A etapa seguinte é o processo de exposição. A estrutura desejada é desenhada sobre a camada de resiste com o feixe de elétrons produzido pelo microscópio eletrônico. Nas áreas atingidas pelo feixe as propriedades dos resistes são alteradas.

Em seguida a amostra é submetida a um processo de aquecimento pós-exposição e de revelação. O processo de pós-aquecimento tem por objetivo catalisar certas reações químicas que endurecem o resiste que foi exposto pelo feixe de elétrons para que ele endureça e fique mais resistente para o seu manuseio. Para que seu efeito de catalisação seja potencializado este processo deve ser feito logo após a etapa da exposição. Para isso o substrato é então novamente aquecido a uma temperatura de 100°C durante 60 segundos.

No processo de revelação, o solvente utilizado eliminará toda a porção do resiste que não foi atingido pelo feixe eletrônico. Como resultado, temos uma amostra que não está coberta de resiste, com exceção das áreas ocupadas pela estrutura. A revelação da camada de SNR é feita utilizando como revelador o MIF312 com diluição de 1:2 num banho térmico a 25°C durante 2 minutos. Imediatamente ele passa por um banho de água deionizada (que bloqueará a ação do revelador) e depois a amostra é secada com o jato de nitrogênio.

O próximo passo é uma corrosão por plasma utilizando o gás SF₆. Neste processo o SF₆ reage com o Si₃N₄ formando um produto volátil que é removido posteriormente pelo sistema de vácuo. Como resultado, temos que toda a camada de Si₃N₄ que está sobre a amostra é removida, menos a parte que está protegida pelo resiste. O resiste também reage com o SF₆, porém com uma taxa bem menor que a do Si₃N₄, tendo a sua espessura um pouco diminuída ao final desse processo. A corrosão por plasma é feita utilizando o gás SF₆ a uma potência de 100W durante 35 segundos com um fluxo de 200sccm e pressão mínima de 45 mTorr com a temperatura do eletrodo a 25°C.

Figura 3.3.3: Etapas do processo de litografia: a-) deposição dos filmes finos de CoFeSiBNb e Si_3N_4 ; b-) colocação do resiste SNR 1:3; c-) sensibilização do resiste pelo feixe de elétrons da estrutura desejada; d-) revelação da parte do resiste não exposta pelo SEM; e-) plasma etching de SF_6 para remoção da camada de Si_3N_4 ; f-) corrosão química que remove o filme fino magnético de CoFeSiBNb ; g-) plasma etching de O_2 para que o resiste residual seja removido.

Colocando a amostra em um microscópio, após a etapa de corrosão por plasma, verificamos que aparece em toda a região onde foi removido o Si_3N_4 uma série de pontinhos que podem ser observados na Figura 3.3.4. Duas hipóteses foram levantadas para explicar esse fato. A primeira é que durante a deposição da fina camada de Si_3N_4 , ocorre a formação de grãos com fases diferentes que não são visíveis nessa etapa. Cada fase do Si_3N_4 pode ter uma diferente taxa de corrosão que acaba evidenciando os contornos dos mesmos ao final da etapa de corrosão por plasma. Assim poderíamos dizer que a granulosidade aparece por causa das fases diferentes que compõem o Si_3N_4 . A segunda hipótese é que toda a camada de Si_3N_4 já teria sido removida e a granulosidade seria fruto da reatividade do gás SF_6 com o filme magnético. Isso porque o Nb é reativo ao SF_6 enquanto o CoFeSiB não. Portanto uma parcela de Nb que está na superfície da amostra e que faz parte da liga CoFeSiBNb poderia estar reagindo durante a corrosão por plasma.

Para obter as estruturas micrométricas desejadas ainda falta remover o filme magnético de CoFeSiBNb . Infelizmente não há nenhum processo de corrosão por plasma que remove este filme. Para resolver esta questão passamos a fazer uma corrosão úmida, ou seja, um ataque químico que ataca qualquer tipo de metal. Só que antes desse ataque químico é feito

Figura 3.3.4: Granulosidade que aparece sobre o substrato após a etapa de corrosão por plasma de SF₆.

novamente mais uma etapa de aquecimento da amostra para endurecer um pouco mais o resiste para que ele não seja removido durante a corrosão química. O novo aquecimento é feito colocando a amostra a 120°C durante 3 minutos.

A etapa de corrosão úmida é feita em dois estágios sendo a primeira um ataque químico e a segunda um ataque eletrolítico. O ataque químico é feito com uma solução de 1HCl : 2H₂O onde a amostra é imersa na solução durante 15 segundos. Imediatamente a amostra passa por um banho de água deionizada para bloquear a ação do ácido e depois é secada por um jato de nitrogênio. Este primeiro ataque não remove o filme magnético de CoFeSiBNb. A relevância dele é que após este processo são removidos todos os pontinhos que apareceram sobre a amostra depois do processo de corrosão por plasma.

Já o banho eletrolítico é feito usando a mesma solução de 1HCl : 2H₂O onde é aplicada uma diferença de potencial (tensão de 15V) entre dois eletrodos, sendo que um deles é a amostra litografada. O tempo de corrosão do material magnético é de 15 segundos. A amostra passa novamente por um banho de água deionizada para cessar as reações químicas e por fim é secada com um jato de nitrogênio.

A etapa final restante é a remoção do resiste SNR 200 (1:3) que está sobre as microestruturas magnéticas. Já a camada de Si₃N₄ que está sobre as estruturas não tem a necessidade de ser removida. Como sua espessura é muito fina ela não influencia na tomada das medidas magnetoópticas. Para a remoção desse resiste residual em cima das

microestruturas é feita uma corrosão por plasma de oxigênio. Para isso é utilizada uma potência de 100W com fluxo de 100 sccm durante 30 segundos.

Figura 3.3.5: Imagens obtidas pelo microscópio eletrônico de varredura e pelo AFM/SNOM dos objetos de 1micron produzidos por litografia.

Nas figuras 3.3.5 e 3.3.6 temos as imagens obtidas pelo microscópio de varredura por feixe de elétrons e pelo AFM/SNOM para objetos de 1 micron e de 500nm. Nelas é possível observar que a superfície em cima dos objetos é bem plana e que as bordas das estruturas são bem pronunciadas. Essa planicidade em cima do objeto faz com que este possibilite uma boa estabilidade mecânica para o mapeamento das propriedades magneóóticas.

Figura 3.3.6: Imagens de objetos magnéticos de 500nm feitos por litografia obtidas pelo FEG.

4. Resultados Experimentais

Grande parte das atividades de pesquisa no âmbito desse projeto se baseiam 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. Dessa maneira, a seção 4.1 se dedica ao estudo de dois fatores que influenciam de forma direta na obtenção de resultados magnetoópticos. Já as seções 4.2 e 4.3 apresentam os resultados obtidos com medidas do SNOM-MO em um objeto microestruturado e um PAD magnético, respectivamente. Os resultados envolvem curvas de histerese locais, imagens de susceptibilidade diferencial obtidas em campo próximo e suas interpretações. 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-microscópica.

4.1. Fatores que Influenciam na Obtenção de Resultados Magnetoópticos

Atualmente, sabe-se que um controle preciso da polarização da luz exerce grande influência na obtenção de boas medidas magnetoópticas. Porém, ao longo desse trabalho, verificamos que há mais dois fatores que também influenciam de forma direta a obtenção dos mesmos que são: o ângulo do detetor e o controle do tamanho e formato da abertura luminosa da ponta.

4.1.1. Comportamento do Sinal Luminoso e Magnetoóptico em Função do Ângulo de Detecção

No estudo que será descrito a seguir pudemos verificar que quando o detetor está em certos ângulos, estes favorecem a obtenção de medidas magnetoópticas. Essa dependência angular do sistema de detecção foi inicialmente notada fazendo visualmente uma varredura nas diferentes posições do detetor. Através desse simples procedimento foi possível verificar que

existem ângulos de máximos e mínimos na intensidade da luz. Observamos também que estes ângulos de máximos e mínimos sofriam alterações quando era mudada a polarização de entrada da luz mexendo nas orelhas de mickey.

Com a ponta na região de campo próximo, já observávamos na prática que quando o detetor era posicionado em certos ângulos, o contraste do sinal magnetoótico ficava mais pronunciado e que este por sua vez não tinha uma relação direta com a quantidade de luz naquele ponto necessariamente. Claro que quanto maior for o nível de luz melhor será a relação sinal/ruído. Para certas posições em que o detetor é colocado o sinal da intensidade da luz é alto, porém o sinal magnetoótico é quase inexistente. Na ótica de campo distante sabe-se que o sinal magnetoótico do efeito Kerr transversal tem um máximo por volta do ângulo de 70° . Essa característica é bem conhecida através da figura de mérito que mostra a relação da variação da intensidade luminosa em função do ângulo de detecção [Bor02]. Apesar deste fenômeno ser bem conhecido em campo distante, não se pode afirmar que o mesmo fenômeno ocorra na ótica de campo próximo.

Essa mesma dependência angular foi observada novamente ao realizarmos o estudo dos objetos litografados de 1 e de 2 microns. Durante a varredura da amostra observávamos sempre interferências óticas nas bordas dos objetos e que estas interferências sofriam alterações significativas dependendo do ângulo em que se posicionava o detetor. Na Figura 4.1.1 temos algumas das imagens topográficas e óticas obtidas para diferentes posições do sistema de detecção para objetos de $1\mu\text{m}$. Uma informação relevante é que estas mesmas interferências foram observadas com várias pontas diferentes demonstrando que não se tratava de um artefato de varredura e sim de um fenômeno até então não estudado. Na Figura 4.1.1, quanto menor for o valor do ângulo mais próximos da normal este estará (notação esta que será seguida até o final da secção).

Analisando as imagens da Figura 4.1.1 verificamos que quando o detetor está nos ângulos de 31.85° e 89.18° (Figuras 4.1.1.a. e 4.1.1.f.) as interferências se minimizam sendo possível fazer uma boa correlação entre as imagens topográficas e óticas. Estas posições correspondem às situações de quando o detetor está o mais próximo da normal e mais próximo ao ângulo rasante da amostra, respectivamente. Nas posições intermediárias (Figuras 4.1.1.b, 4.1.1.c. e 4.1.1.d.) as interferências ficam mais pronunciadas dando a impressão de se tratar de uma ponta ótica dupla. Ao longo de todas as imagens óticas mostradas, podemos notar que há dois tipos de padrões de interferências. O primeiro padrão é composto por franjas que se espalham pela amostra como um todo, como se este pudesse formar um reticulado que interligasse óticamente todos os objetos entre si. Já o segundo padrão é representado por uma mancha mais clara que sai pelo lado direito do objeto litografado. Aqui cabe esclarecer que esta direção corresponde a direção do posicionamento do detetor.

Analisando ainda as imagens topográficas da Figura 4.1.1, pode-se observar que a superfície da amostra é rugosa (rugosidade de aproximadamente 5nm gerada pelo ataque químico do processo de litografia) e que isto poderia ser uma das fontes de interferência. Com o intuito de esclarecer esta questão foi refeito todo o mapeamento angular para objetos litografados de 2 microns. Para estes, temos duas amostras obtidas por processos de litografia diferentes onde uma resulta com a superfície rugosa e a outra não (processo litográfico de *lift-off*). Dos estudos pudemos verificar que a rugosidade não tem influência direta nas interferências, pois estas também aparecem mesmo para a amostra com a superfície perfeitamente lisa, conforme podemos observar na Figura 4.1.2.

A existência dessas interferências óticas em si não atrapalham a obtenção dos resultados magnetoóticos. A única dificuldade que pode ocorrer é uma variação local na relação sinal/ruído dependendo da região em que se estiver medindo (regiões de máximo ou de mínimo de interferência).

Figura 4.1.1:Imagens topográfica e óticas obtidas com o detetor nas seguintes posições: a-) 31,85°; b-) 44,59°; c-) 57,33°; d-) 70,07°; e-) 82,81°; f-) 89,18°.

Figura 4.1.2: Imagens topográfica e óticas obtidas com o detector na posição $63,7^\circ$ para objetos litografados de 2 microns: a-) amostra com superfície não rugosa obtida por lift-off; b-) amostra com superfície rugosa obtida por ataque químico.

Estas mesmas interferências óticas não foram observadas durante a varredura de objetos um pouco maiores tais como objetos de 4 microns ou mesmo para os PADs (retângulos de tamanho de $10\ \mu\text{m} \times 20\ \mu\text{m}$). Assim surge a questão de até que ponto o fato do tamanho dos objetos litografados passarem a se aproximar da ordem de grandeza do comprimento de onda da luz incidente, contribui para a formação destas interferências.

A partir de toda a discussão acima, iniciamos o estudo da variação da intensidade luminosa em função do ângulo do detector com a ponta estando em campo próximo ou não, bem como o estudo da relação do sinal magnetoótico da componente da polarização paralela e perpendicular ao campo magnético aplicado. As medições foram realizadas em quatro amostras diferentes onde o tamanho das estruturas litografadas variavam. Para entender a razão das interferências aparecerem apenas para objetos pequenos foram estudadas estruturas de $1\ \mu\text{m}$, $2\ \mu\text{m}$, $4\ \mu\text{m}$ e PADs. Para todas as medidas foi tomado o cuidado de garantir que a polarização de entrada estava bem linear com uma razão melhor do que 1:15. Durante a análise dos resultados provenientes das diferentes amostras fizemos uma normalização dos dados para que estes pudessem ser comparados entre si, pois a quantidade de luz injetada no sistema ótico variava de uma amostra para a outra.

Na Figura 4.1.3 temos o gráfico de como a intensidade luminosa varia em função do ângulo do detetor com a ponta estando em campo distante. Observando o formato das curvas podemos ver que indiferentemente da amostra que está sendo analisada, o decaimento da luz em função da posição do detetor é uniforme. Porém, quando as dimensões dos objetos vão diminuindo começam a aparecer algumas pequenas flutuações (máximos e mínimos) nas mesmas.

Figura 4.1.3: Intensidade luminosa espalhada na amostra em função do ângulo do detetor com a ponta em campo distante.

Já na Figura 4.1.4 temos as mesmas curvas da Figura 4.1.3 só que com a ponta em campo próximo. Apesar dos dados apresentados estarem normalizados, em geral sempre que a ponta entra em regulação o valor da intensidade cai para um valor em média de 0,1 do valor da intensidade em campo distante. As Figuras 4.1.4.a. e 4.1.4.b. correspondem a duas componentes diferentes da polarização da luz. A primeira corresponde a componente p (paralela ao plano de incidência da luz) e a segunda corresponde a componente s (perpendicular ao plano de incidência). Ao contrário do decaimento uniforme da luz que ocorre com a ponta fora de regulação, com a ponta na região de campo próximo há mais flutuações ao longo mapeamento angular do detetor. Para a componente p da polarização este fato não fica tão bem evidenciado. Já para a componente s, os máximos e mínimos de intensidade são mais pronunciados. Em relação ao tamanho das estruturas podemos verificar que há uma grande diferença no comportamento da intensidade. Comparando os resultados do

PAD e dos objetos de 1 micron, verificamos que para o PAD não existem grandes variações para ambas componentes de polarização da luz. Já para os objetos de 1 micron estas flutuações ficam bem mais evidenciadas. Este resultado corrobora com o fato de só observarmos as interferências óticas em objetos pequenos (1 e 2 μm) e não em objetos maiores (objetos de 4 μm e PADs).

Figura 4.1.4: Intensidade luminosa espalhada na amostra em função do ângulo do detetor com a ponta em campo próximo: a-) componente p da polarização da luz, b-) componente s da polarização da luz.

Conforme dito no início desta secção, experimentalmente com a ponta na região de campo próximo já observávamos que quando o detetor era posicionado em certos ângulos, o contraste do sinal magnetoótico ficava mais pronunciado e que este por sua vez não tinha uma relação direta com a quantidade de luz naquele ponto necessariamente. Assim foi medido para a amostra dos PADs e para os objetos de 4 microns os sinais magnetoóticos para cada um dos ângulos do detetor. Para cada ângulo foram obtidas duas curvas de histerese distintas (Kerr Transversal e Kerr Longitudinal). Através dessas curvas pudemos calcular as suas respectivas variações de refletividade (ΔR) que estão mostradas na Figura 4.1.5.

Na Figura 4.1.5.a. e 4.1.5.b temos os ΔR obtidos para as configurações do Kerr Transversal e Longitudinal, respectivamente. Na configuração do Kerr Transversal pode-se observar que as medidas obtidas para o PAD tem um máximo por volta de 65°. Já para os objetos de 4 micron as medidas mostraram a existência de máximos e mínimos, dependendo da posição do ângulo do detetor. Fisicamente isso significa que se colocássemos por exemplo

o detector no ângulo de 63.7° (que é um dos máximos obtidos pelas medidas experimentais) poderíamos obter um contraste magnetoótico com maior facilidade. O mesmo fato pode ser observado para a configuração do Kerr Longitudinal, porém neste caso os máximos e mínimos estão menos evidenciados.

Figura 4.1.5: Variação do sinal magnetoótico para as componentes da polarização da luz paralela e perpendicular ao campo magnético aplicado.

Novamente surge a questão do motivo para estes máximos e mínimos só aparecerem, ou serem evidenciados, quando é diminuído o tamanho das estruturas que estão sendo estudadas. Ou mesmo fica a questão de até que ponto as interferências na intensidade do sinal ótico é que contribuem para a existência desses máximos e mínimos ao medirmos o sinal magnetoópico. Outra questão mais fundamental ainda seria como evitar estas interferências, ou mesmo se há uma possibilidade de evitá-las. Apesar deste fenômeno ter nos chamado a atenção e de termos iniciado o seu estudo, ainda faltam elementos que nos permitam dar uma resposta mais assertiva sobre a sua causa.

4.1.2. Confecção de Pontas Padrões através do FIB

Durante a tentativa de obter resultados de micromagnetismo experimental em objetos de dimensões de 1 micron (ou menores) passamos a perceber que além da influência da posição do detetor havia mais um fator que influenciava de forma direta a obtenção do mesmo. Experimentalmente, observávamos que apesar de todos os esforços para otimizar a polarização da luz em todo o sistema ótico, percebíamos que a otimização muitas vezes não era alcançada como se houvesse algum fator intrínseco ao sistema que introduzia despolarizações. Este fator era a qualidade da sonda utilizada. Grande parte das pontas que eram colocadas em operação no SNOM-MO não apresentava uma alta taxa de extinção da polarização, inviabilizando a separação das duas componentes do efeito Kerr entre si.

Uma das hipóteses cogitadas foi que durante o processo de metalização lateral das pontas, poderia estar sendo criado na sua extremidade algum defeito ou alguma protuberância que ocasionava a despolarização da luz emitida. Conforme já discutido anteriormente, ao produzi-las sempre foi feita uma seleção qualitativa das mesmas, descartando as que consideramos de baixa qualidade por meio de uma inspeção com um microscópio ótico convencional. Porém, não há como afirmar se as que passam por todo o processo de confecção possibilitarão a tomada de boas medidas magnetoópticas, a menos que as coloquemos em operação no SNOM e verifiquemos as suas características na prática.

Como não é possível até agora, estabelecer critérios prévios de análise da qualidade das pontas, passamos a buscar métodos de confecção que nos permitissem ter acesso controlado tanto a forma, como ao tamanho da abertura luminosa que sai pela extremidade da sonda. Conhecendo exatamente estes dois parâmetros poderíamos comparar futuros resultados com os até então obtidos, permitindo verificar se realmente a confecção de pontas padrões nos conduziria a um novo patamar de qualidade e reprodutibilidade de medidas. Para tanto, foi necessário mudar o processo de confecção das pontas após essas serem afinadas pelo ataque

químico. Ao invés de metalizarmos a ponta lateralmente com Au, passamos a fazer esse processo frontalmente com o objetivo de que toda a ponta fosse recoberta com a camada de metal, impossibilitando a emissão de qualquer luz após esse processo. Foram depositados 15nm de Ta e 70nm de Au. Para gerar o furo de tamanho e formato controlado na extremidade da sonda utilizamos a técnica do Feixe de Íons Focalizados (FIB - *Focused Ion Beam*), cujo processo foi realizado em colaboração com a Dr. Suzana Peripolle do Instituto Nacional de Metrologia Normalizações e Qualidade Industrial (INMETRO) situado no Rio de Janeiro.

O FIB foi uma técnica desenvolvida durante as décadas de 1970 e 1980, e que se tornou corrente nos laboratórios de processamento de materiais na década de 90. Esta tecnologia permite a corrosão e a deposição localizadas, tanto de metais como de isolantes, com alta precisão. A sua estrutura de funcionamento é muito parecida com a de um microscópio eletrônico de varredura, onde sua principal diferença é que além do feixe de elétrons, ele possui uma segunda coluna com feixe de íons de gálio (Ga^+). No equipamento utilizado, a resolução do feixe de íons está em torno de 30nm. O efeito físico mais importante da incidência do feixe de íons sobre uma amostra é o *sputtering* de átomos neutros e ionizados de sua superfície [Rey01, Mel07]. Além da corrosão localizada (*sputtering*), ocorre a emissão de elétrons que possibilitam a obtenção de imagens também por feixe de íons. Inevitavelmente, se for feita uma imagem com o feixe de íons isso ocasionará danos à amostra, pois a maior parte dos íons de Ga^+ que chega na superfície da amostra é implantada em sua superfície. A profundidade dessa implantação dependerá da energia inicial do íon e do ângulo de incidência. Este valor também sofre modificações dependendo do material que se estiver trabalhando.

A qualidade da confecção das pontas depende de alguns fatores preliminares aos processos de focalização e alinhamento do feixe de íons. É de suma importância que o suporte

onde a fibra ótica esteja presa tenha bom contato elétrico com esta, garantindo que não haja o acúmulo de cargas na extremidade da ponta durante a realização dos processos. O acúmulo de cargas faz com que a imagem da ponta sofra pequenos deslocamentos, impossibilitando o perfeito alinhamento da extremidade desta com o feixe de íons do microscópio. A fim de evitar esse carregamento foram projetados dois porta-amostras, que além de fornecer um bom contato elétrico, também garantiam uma boa estabilidade mecânica. Mais do que isso, estas peças possibilitavam a montagem e desmontagem da fibra sobre estes suportes de maneira prática, evitando que as pontas utilizadas se quebrassem durante o manuseio.

A seguir temos a descrição do processo mais simples de confecção de uma ponta padrão que pode ser feito com o FIB. O feixe de íons é alinhado frontalmente com a ponta e em seguida é feito um furo em sua extremidade. Um desenho esquemático representativo do formato da abertura produzida por esse processo pode ser visualizado na Figura 4.1.6. Alguns parâmetros definidos no microscópio tais como o valor da corrente do feixe de íons, parâmetros do material a ser removido, o tempo que o feixe incidirá em cada ponto, a profundidade da corrosão, entre outros; definem o tamanho do diâmetro do furo produzido.

Figura 4.1.6: Desenho esquemático de uma ponta ao ser produzido um furo em sua extremidade quando o feixe de íons é incidido frontalmente.

Na Figura 4.1.7 temos imagens de uma ponta metalizada frontalmente com sucessivos aumentos de magnificação até a completa visualização da extremidade da sonda. Observando a Figura 4.1.7.d vemos que como a camada de Au depositada não é muito fina, esta acaba gerando certa rugosidade na extremidade da ponta. Essa mesma característica será visualizada

Figura 4.1.7: Ponta metalizada frontalmente com Au antes de ser irradiada com o feixe de íons.

Figura 4.1.8: Furo com diâmetro de $\sim 130\text{nm}$ produzido com a técnica do FIB com o feixe incidindo frontalmente à fibra.

Figura 4.1.9: Ponta metalizada frontalmente com Au antes de ser irradiada com o feixe de íons.

Figura 4.1.10: Furo com diâmetro de ~60nm produzido com a técnica do FIB com o feixe incidindo frontalmente com a fibra.

em todas as pontas mostradas nesta secção, demonstrando que se trata realmente de um fato vinculado ao processo de deposição do filme fino. Na Figura 4.1.8 temos as imagens dessa mesma ponta, após o feixe de íons ter sido irradiado frontalmente, produzindo um furo de aproximadamente 130nm. Para este processo os parâmetros utilizados foram corrente de 0,1nA, 50nm de profundidade, diâmetro do furo desejado 100nm, tensão de aceleração de 30kV, tempo de exposição em cada ponto de 3,12ms. Observa-se que o tamanho do furo diferiu em aproximadamente 30% do tamanho previsto inicialmente, fator que pode ser melhorado mediante a otimização dos parâmetros utilizados no processo.

Nas Figuras 4.1.9 e 4.1.10, temos imagens de outra ponta que passou pelo mesmo processo descrito anteriormente onde foi produzido um furo de aproximadamente 65nm. As imagens correspondem a momentos antes e depois da incidência do feixe de íons. Na Figura 4.1.9 verificamos a formação de uma protuberância na extremidade da ponta durante o processo de deposição, que foi removida após a incidência do feixe de íons. Para a obtenção de um furo com menor diâmetro foi usada uma corrente mais baixa permitindo melhorar a resolução do feixe de íons. Os parâmetros utilizados foram: corrente de 30pA, 200nm de profundidade, diâmetro do furo desejado 100nm, tensão de aceleração de 30kV, tempo de exposição em cada ponto de 3,12ms.

Figura 4.1.11: Desenho esquemático da ponta ao ser produzido um furo na sua extremidade quando o feixe de íons é incidido perpendicularmente. O feixe de íons faz sucessivos cortes no filme de Au até chegar no vidro que compõem a fibra.

Outra possibilidade que a técnica do FIB permite, é produzir uma abertura incidindo o feixe de íons na direção perpendicular a fibra conforme está mostrado na Figura 4.1.11.a. O feixe de íons faz sucessivos cortes a partir da extremidade da fibra inicialmente metalizada, fatiando a camada de Au depositada. Este processo é repetido até que se chegue no vidro que compõem a fibra ótica gerando um furo em sua extremidade (Figuras 4.1.11.b e 4.1.11.c). O recurso técnico do FIB utilizado nesse processo foi o *Cleaning Cross Section*. O feixe de íons percorre a região que se pretende corroer linha a linha, fazendo pequenos deslocamento entre cada uma destas. Na Figura 4.1.12 temos a visualização deste recurso.

Figura 4.1.12: Recurso *Cleaning Cross Section* utilizado para fatiar a extremidade da ponta.

Até chegar ao vidro da fibra ótica foi necessário repetir o processo de *Cleaning Cross Section* 4 vezes. Entre cada uma dessas passagens era verificado se já havia sido feito um furo na extremidade da sonda. Os parâmetros utilizados foram: corrente de 10pA, 50nm de profundidade, 230nm de largura, 1μm de profundidade, tensão de aceleração de 30kV, tempo de exposição em cada ponto de 1ms, tempo total do processo 10 segundos. Na Figura 4.1.13 temos imagens da extremidade da fibra ótica antes e ao longo das etapas de corte, até ser obtido um furo de aproximadamente $100 \times 150 \text{ nm}^2$. Provavelmente na Figura 4.1.13.d. já havia sido produzido um furo de dimensão bem menor, porém como era necessário garantir a real existência desse foi feita mais uma etapa de corte.

Figura 4.1.13: Furo com diâmetro de $\sim 100 \times 150 \text{ nm}^2$ produzido com a técnica do FIB com o feixe de íons incidindo perpendicularmente com a fibra ótica.

Figura 4.1.14: Visualização da contínua remoção do filme de Au ao longo das quatro etapas de Cleaning Cross Section.

Além da obtenção das imagens da extremidade da ponta durante todo o processo também foi possível capturar imagens da sua vista lateral, mostradas na Figura 4.1.14. Na realidade, obteve-se mais de uma imagem ao longo de cada uma das etapas de corte, totalizando no final uma sequência de 11 imagens que permitem visualizar a contínua remoção da camada de Au. Na Figura 4.1.14 selecionamos apenas uma imagem que caracterizava a evolução da remoção do material ao longo de cada etapa de corte. Porém, a sequência completa (filme gerado a partir da evolução das imagens) encontra-se no CD anexado na contra-capa desta tese.

O terceiro processo de confecção de uma ponta padrão tem seu procedimento muito parecido com o primeiro descrito nesta seção. O feixe de íons é incidido frontalmente na extremidade da fibra ótica, só que dessa vez com o valor da corrente do feixe de íons alta o suficiente para remover o filme de Au de uma região maior. Na Figura 4.1.15 temos imagens obtidas desta ponta. Trata-se de uma ponta especial pois esta apresenta resolução ótica na escala de 150nm enquanto que a resolução mecânica é da ordem de 50nm. Além disso, uma ponta como essa tende a proporcionar um melhor controle da polarização da luz em relação as outras pontas produzidas. Como na sua extremidade não há mais filme de Au, conseqüentemente haveria uma diminuição na reflexão da luz que vem da amostra e que é posteriormente re-espalhada pelo filme de Au da ponta, fenômeno este que em geral introduz despolarizações no sistema ótico.

Também observando as imagens referentes a vista lateral das pontas da Figura 4.1.15 verifica-se que a espessura do filme de Au depositado não é a mesma para ambos os lados da ponta, diferença esta ocasionada durante o processo de deposição. Para este processo os parâmetros utilizados foram corrente de 0,3nA, 100nm de profundidade, tensão de aceleração de 30kV, tempo de exposição em cada ponto de 3,12ms.

Figura 4.1.15: Ponta produzida pela técnica do FIB onde o valor da corrente do feixe de íons é alta o suficiente para remover o filme de Au de uma região maior.

Apesar de não ter havido tempo para a obtenção de resultados sistemáticos com as pontas produzidas com a técnica do FIB, alguns testes iniciais foram feitos e forneceram indicações de um melhor controle na parte ótica do SNOM. Um dos métodos de caracterização usado foi de refazer o estudo da variação da intensidade luminosa em função do ângulo do detetor para a ponta mostrada na Figura 4.1.8, cujo furo de $\sim 130\text{nm}$ foi produzido frontalmente pelo feixe de íons. Na Figura 4.1.16 estão mostrados nas curvas cor laranja os resultados obtidos em objetos de $1\mu\text{m}$. Foram feitas medidas com a ponta em campo distante (Figura 4.1.16.a.) e em campo próximo para as componentes p (Figura 4.1.16.b) e s (Figura 4.1.16.c) da polarização da luz. As outras curvas encontradas nos gráficos foram obtidas com uma ponta confeccionada pelo processo usual de metalização lateral, já discutidas na seção anterior deste capítulo. Todos os resultados foram colocados no mesmo gráfico com o intuito de facilitar a comparação entre eles. Observando a Figura

4.1.16.a temos que a curva referente a ponta produzida pelo FIB apresenta um decaimento da intensidade luminosa mais homogêneo e suave quando comparado com todas as outras curvas obtidas com a ponta metalizada lateralmente. Ressalta-se ainda a não existência de flutuações (máximos e mínimos) ao longo da curva, apesar do estudo ter sido feito em objetos de 1micron evidenciando a diminuição dos efeitos de interferência ótica. Apesar deste

Figura 4.1.16: Estudo da intensidade luminosa espalhada na amostra em função do ângulo do detector por uma ponta produzida pelo FIB: a-) campo distante, b-) campo próximo para a componente p da polarização da luz, c-) campo próximo para a componente s da polarização da luz.

resultado não se confirmar simultaneamente para ambas as componentes da polarização da luz quando a ponta está em regulação, temos que a curva obtida para componente s, gerada pela ponta produzida pelo FIB, sempre se mostra constante independentemente do ângulo do detetor conforme pode ser observado na Figura 4.1.16.c.

Outra característica interessante dessa ponta de 130nm de diâmetro foi o nível extremamente baixo da intensidade da luz emitida pela sonda. Em campo distante o nível de luz era da ordem de 153 μ V enquanto que em campo próximo de 61 μ V. Para pontas metalizadas lateralmente em geral os níveis são da ordem de 1mV e 200 μ V quando esta está em campo distante e próximo, respectivamente. Poder-se-ia discutir se este nível de luz extremamente baixo é proveniente do fato da abertura luminosa ser bem menor do que temos usualmente ou se o furo feito pelo feixe de íons não foi profundo o suficiente para remover toda a camada de Au e chegar até o vidro. Se este último fato foi o que realmente aconteceu, o filme restante de Au ficou fino o suficiente para se tornar translúcido e permitir a passagem da luz do laser por ele.

Apesar do baixo nível da intensidade luminosa que era emitida pela sonda, o controle da polarização da luz se mostrou muito mais preciso com uma taxa de extinção da ordem de 1:20 onde os sinais de máximos e mínimos provenientes dos efeitos Kerr transversal e longitudinal estavam cruzados entre si conforme esperado teoricamente. Além disso, o sinal ótico apresentou uma melhor estabilidade onde eram vistas variações somente na escala de 0,1 μ V! Conseqüentemente pode-se obter um bom contraste magnetoótico para a componente transversal do efeito Kerr com a ponta parada em um PAD. Na Figura 4.1.17 temos uma curva de histerese obtida com o detetor posicionado no ângulo de 63,7° onde o nível de luz era da ordem de 48,4 μ V. Mesmo com o nível de luz baixo a estabilidade ótica permitiu obter medidas com uma boa relação sinal/ruído.

Outros testes menos detalhados que o mostrado acima também foram feitos para a ponta de $\sim 100\text{nm} \times 150\text{nm}$ produzida pelo FIB mostrada na Figura 4.1.13, na qual o feixe de íons foi fatiando sucessivamente a camada de Au até chegar ao vidro da fibra ótica. Para esta ponta os níveis de luz se apresentaram mais razoáveis sendo da ordem de $520\text{ }\mu\text{V}$ em campo distante e $125\text{ }\mu\text{V}$ em regulação. A polarização da luz apresentava uma taxa de extinção de 1:7 e os sinais de máximos e mínimos provenientes dos efeitos Kerr transversal e longitudinal também estavam cruzados entre si.

Figura 4.1.17: Curva de histerese obtida com uma ponta padrão confeccionada pelo FIB para a configuração transversal do efeito Kerr com o detetor a 64° .

4.2. Micromagnetismo Experimental em parte de um Objeto Litografado de 2 Microns

Na área de magnetismo, em geral, os modelos são fenomenológicos descrevendo apenas os comportamentos médios. Desses modelos ficam de fora alguns fenômenos mais complexos e realistas que ocorrem na escala nanoscópica, tais como processos de reversibilidade/irreversibilidade da magnetização e aprisionamento de paredes de domínios, entre outros. Assim, a obtenção de resultados experimentais nesta escala serviria de base para que modelos mais completos pudessem ser desenvolvidos. Nos propusemos então neste trabalho, obter estas informações magnéticas utilizando o SNOM-MO como meio de medida, sendo o principal objetivo obter no final um mapeamento das propriedades magnéticas locais de um objeto magnético litografado micrométrico.

A tomada das medidas para a obtenção desse mapeamento foi realizada em um quarto de um objeto quadrado de 2 microns de CoFeSiBNb amorfo com 20nm de espessura, onde o deslocamento entre cada ponto de medida foi de 125 nm. Aqui cabe esclarecer que o mapeamento foi realizado só para uma parte de um objeto de 2 microns por causa da viabilidade temporal da tomada de dados. Para a obtenção desse mapeamento foram necessárias 10 horas de medição continuada. Ressaltamos que esta é uma escala temporal razoavelmente grande e relevante para o SNOM-MO, pois com o tempo o microscópio vai perdendo a sua regulação por causa de variações de temperatura ou mesmo por alguma instabilidade eletrônica. Na Figura 4.2.1 temos a imagem topográfica do objeto de 2 microns, bem como a especificação da localização de cada ponto de medida feita durante o mapeamento. Ainda a partir da Figura 4.2.1, verificamos que o objeto de estudo apresentava uma série de imperfeições em sua superfície devido ao método de litografia por feixe de elétrons que vinha sendo utilizado até aquela época. No caso, o método de litografia utilizado foi o "lift-off", que é um método que não se mostra muito adequado para a produção de

objetos de dimensões sub-micrométricas. Outra limitação desta técnica de confecção é que as bordas do objeto litografado ficam arredondadas.

A obtenção das medidas magnetoópticas do mapeamento foi feita usando uma das grandes potencialidades do SNOM-MO que é parar a ponta mecânica/ótica em um ponto da amostra de interesse e obter ciclos de histerese locais, sendo a resolução da medida magnética determinada pelo tamanho da abertura luminosa na extremidade da ponta. Antes de discorrer sobre como foram realizadas as medidas magnetoópticas, vamos apresentar o critério de deslocamento feito entre os vários pontos de medidas. O canto superior esquerdo do objeto de 2 microns foi escolhido por duas razões: por ter a sua borda menos arredondada e por apresentar em sua superfície menos defeitos topográficos quando comparado com o resto do objeto. Assim, teríamos que varrer efetivamente uma área de $1 \mu\text{m}^2$. Estimando na época que a resolução ótica do SNOM era da ordem de 100-200 nm, optamos por fazer para cada uma das direções de varredura 8 pontos de medidas, ou seja, ao final do mapeamento obtivemos uma matriz de 8 x 8 pontos de medidas magnetoópticas com um deslocamento de 125 nm entre cada uma delas, conforme mostra a Figura 4.2.1. O critério adotado para percorrer todos os pontos de medida foi de fazer um *zigue-zague* entre cada coluna de pontos na direção Y. Consideramos que este critério foi o mais razoável possível, pois nos permitiu iniciar as medidas no ponto central do objeto de estudo e ao mesmo tempo percorrer todos os pontos de interesse sem ser necessário retroceder em momento algum para um ponto anteriormente medido. Isso era de extrema importância para a confiabilidade dos resultados obtidos. Se tivesse sido necessário, por exemplo, voltar para a posição inicial de medida em algum momento do mapeamento isso poderia implicar numa “perda de precisão do ponto de medida” devido à histerese dos scanners. Conforme já mencionado, o ponto 1 de medida foi a posição central do objeto para o qual foi esperado inicialmente um tempo bastante longo para

Figura 4.2.1: Imagem topográfica do objeto de 2 microns que foi semi mapeado.

que o "scanner" se estabilizasse nessa posição, garantindo assim que o mapeamento realmente se iniciou neste ponto.

As medidas magnetoópticas para cada ponto do mapeamento foram feitas usando o modo de histerese do SNOM-MO. Para a obtenção das curvas de histerese local, a varredura da ponta é interrompida, sendo então deslocada para a posição de interesse e mantida em regulação sobre esse ponto. Para cada uma das 64 posições obtivemos medidas em duas configurações magnetoópticas distintas: a do Kerr Transversal e a do Kerr Longitudinal. A configuração transversal dá a componente horizontal do vetor magnetização (M_x) enquanto que a configuração longitudinal dá a componente vertical (M_y). Na época da realização do mapeamento o sistema ótico de detecção ainda não havia sido modificado, com a inclusão do separador de polarização. O sistema ótico utilizado era composto por dois detetores distintos, onde cada um deles tinha um analisador de saída ajustado para a direção da polarização desejada. O sistema ótico como um todo foi ajustado de maneira que o máximo do sinal

luminoso coincidissem com o máximo do sinal Kerr transversal. Conseqüentemente o sinal luminoso do efeito Kerr longitudinal ficou baixo, pois o par polarizador/analizador nesta configuração está cruzado entre si.

A aquisição do sinal magnetoóptico é possível através do procedimento descrito a seguir. Da mesma forma que na imagem ótica, a luz do laser é modulada para a detecção síncrona do sinal ótico. 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 de 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 0.3 Hz. Para o mapeamento, o campo máximo aplicado foi de 380 Oe.

No mapeamento realizado, as curvas de histerese locais apresentadas são médias de curvas obtidas ao longo de 64 ciclos, ou seja, para cada ponto de medida foram obtidas 64 curvas de histerese para a configuração do Kerr Transversal e 64 curvas para o Kerr Longitudinal. Todo o mapeamento magnético (curvas de histerese) obtido para cada ponto está mostrado nas Figuras 4.2.2 a 4.2.5. Dividimos as informações dos resultados obtidos em quatro figuras diferentes com o intuito que a fragmentação dos mesmos possa facilitar a posterior discussão e análise. As Figuras 4.2.2 e 4.2.3 correspondem às medidas obtidas na configuração do Kerr Transversal nas varreduras de ida e volta do campo magnético, respectivamente. Analogamente, as Figuras 4.2.4 e 4.2.5 correspondem às medidas obtidas na configuração do Kerr Longitudinal.

Observando as Figuras 4.2.2 e 4.2.3 pode-se notar que para a maioria dos pontos do mapeamento realizado, cada posição de medida do efeito Kerr transversal apresentava mais de uma curva de histerese característica. Exemplificando melhor, temos na Figura 4.2.6, as

Figura 4.2.2: Kerr Transversal _ Análise Estatística_Backward

borda

centro objeto

borda

Figura 4.2.3: Kerr Transversal _ Análise Estatística _ Forward

borda

centro do objeto

borda

Figura 4.2.4: Kerr Longitudinal_Análise Estatística_Backward

Figura 4.2.5: Kerr Longitudinal_Análise Estatística_Foward

borda

centro do objeto

curvas dos ciclos de histerese obtidas para as posições 4 e 16 do mapeamento, apenas para o sentido decrescente do campo magnético. A posição 4 apresenta três comportamentos magnéticos distintos (curvas em vermelho, verde e preto), enquanto que a posição 16 apresenta duas (curvas em preto e vermelho). Veremos nas discussões posteriores que os diferentes comportamentos podem ser entendidos quando leva-se em consideração a história magnética da partícula e o sentido da quiralidade da estrutura de domínios característica do objeto estudado. Para a melhor compreensão destes comportamentos fizemos para todos os pontos um levantamento estatístico de cada uma dessas ocorrências, com o objetivo de verificar se haveria algum padrão que pudesse nos ajudar a compreender o significado físico de cada uma das diferentes curvas, ou mesmo, que nos fornecesse um critério de análise para a posterior confecção do mapeamento do vetor magnetização. Em todas as Figuras 4.2.2 a 4.2.5, temos a contagem estatística obtida para cada posição de medida. Na Figura 4.2.6 temos que para a posição 4, a curva em vermelho ocorreu em 48 das 64 medições. Já as curvas preta e verde ocorreram 10 e 3 vezes das 64 medições, respectivamente. Para facilitar a visualização dessa contagem estatística criamos um padrão de cor que pode ser seguido em todas as imagens mostradas. As curvas em vermelho sempre corresponderão às curvas com maior incidência estatística, ou seja, são as mais frequentes. As curvas em preto são as curvas com a segunda maior incidência estatística e por fim as curvas em verde com menor incidência.

Figura 4.2.6: Diferentes curvas de histerese obtidas para um mesmo ponto de medida na configuração do Kerr Transversal.

Embora seja difícil extrair alguma informação apenas olhando os ciclos de histereses das Figuras 4.2.2 e 4.2.3, pode-se verificar que há certos comportamentos magnéticos que estão ocorrendo e que se propagam entre alguns pontos vizinhos, dando a impressão de que alguma estrutura magnética estaria evoluindo naquela região. Esse fato pode ser observado olhando as curvas de histerese em vermelho das posições 30, 19, 14 e 3 da Figura 4.2.2. Nelas há um pico bem pronunciado na posição 3 que vai continuamente diminuindo em tamanho nas posições 14 e 19, até quase desaparecer na posição 30. Na realidade, estruturas magnéticas propagando-se ao longo de uma certa região da amostra podem ser vistas em várias posições diferentes (observando tanto em linhas como em colunas as Figuras 4.2.2 e 4.2.3), corroborando que realmente há informações que caracterizam um micromagnetismo experimental rico em informações magnéticas locais. A partir dessa última discussão, também temos a comprovação da eficácia da metodologia utilizada para a obtenção desses resultados. Como dito no início dessa secção, o percurso percorrido com a ponta sobre o objeto litografado para obter os ciclos de histerese nas 64 posições, foi de fazer a varredura em *zigue-zague* de colunas. Assim, a visualização de estruturas magnéticas evoluindo principalmente em “linha” comprova que houve uma boa precisão espacial dos deslocamentos dos piezos entre os sucessivos deslocamentos de 125nm para as direções X e Y.

Contudo, olhando simultaneamente as informações provenientes tanto do efeito Kerr transversal bem como as do efeito Kerr longitudinal, encontramos evidências de misturas indesejadas desses dois efeitos nas medidas obtidas. Isso ocorreu devido ao sistema ótico de detecção utilizado na época. Conforme já detalhado no início desta secção, o sistema de detecção era composto por dois detetores distintos que tinham analisadores de qualidade “medianas” direcionados para a direção da polarização desejada. Como os analisadores utilizados estavam longe de serem considerados ideais, acabou acarretando uma mistura dos sinais magnetoóticos obtidos. Essa evidência de mistura das polarizações pode ser

comprovada observando a forma das curvas de histerese do efeito Kerr transversal mostradas, por exemplo, na Figura 4.2.6. Tanto para a posição 4 bem como a posição 16, temos uma protuberância do sinal da magnetização bem acima do valor obtido na saturação na região da remanência. Essa protuberância não deveria existir na realidade, mostrando-nos que se trata de uma mistura dos efeitos magnetoópticos.

Antes de iniciarmos os cálculos das componentes da magnetização tivemos que optar, para uma determinada posição de medida, qual das curvas de histereses seria utilizada. Porém, como escolher apenas uma das curvas, sendo que a existência de mais outra(s) também nos indicava que outros possíveis dados significativos estariam sendo desconsiderados? O critério adotado por nós para que as perdas de informações relevantes fossem as mínimas possíveis foi a de fazer duas análises simultâneas. A primeira dessas análises consistiu em fazer os cálculos com as curvas de histerese com maior incidência estatística (curvas de histerese em vermelho), que chamaremos daqui por diante de análise mais freqüente. Já a segunda análise foi realizada com as curvas de histerese com a segunda maior incidência estatística (curvas de histerese em preto), que chamaremos de análise menos freqüente. Ainda assim ficariam de fora as terceiras curvas, quando existentes, que seriam as curvas de histerese de cor verde. Porém, argumentamos que estes casos são em menor número estatístico e acreditamos que se trate de situações de transição entre as duas configurações que foram levadas em conta na nossa análise.

O passo seguinte foi o cálculo das componentes da magnetização M_x e M_y a partir dos dados obtidos nos ciclos de histereses. A componente M_x da magnetização é obtida a partir do efeito Kerr transversal enquanto que a componente M_y é obtida a partir do efeito Kerr longitudinal. A magnetização total pode ser então obtida fazendo $M = \sqrt{M_x^2 + M_y^2}$. Cabe aqui ressaltar uma dificuldade de nossa análise, que é o fato da componente da magnetização do efeito kerr longitudinal ter o seu sinal extremamente baixo e ao mesmo tempo muito ruidoso.

Na Figura 4.2.7 temos para algumas posições do mapeamento, gráficos da magnetização bem como de suas componentes M_x e M_y , calculados a partir do procedimento descrito acima obtidos a partir da análise mais freqüente. Como se tratam de dados estatisticamente mais frequentes, eles fornecem uma boa representação do que acontece também no geral com as outras curvas. A magnetização está representada pela curva em vermelho, e as componentes M_x e M_y pelas curvas em preto e azul, respectivamente. Aproveitaremos para comparar a magnitude e a forma dos sinais magnetoópticos obtidos pelos dois efeitos Kerr e como estes variaram entre si dependendo da região do mapeamento. Todos os gráficos foram normalizados com a raiz quadrada do valor médio obtido [Tuf96]. Como já era de se esperar a contribuição da componente M_x para a magnetização é bem maior que a contribuição da componente M_y , fato que pode ser explicado pela maximização do sinal magnetoóptico na componente do Kerr transversal. Isso pode ser comprovado comparando a magnitude das curvas em preto e em azul, respectivamente. Os únicos pontos onde a componente da magnetização M_y passa a ser mais significativa é nas regiões das bordas do objeto litografado onde os efeitos de despolarização passam a ficar mais pronunciados e conseqüentemente aumentam o sinal proveniente do efeito Kerr longitudinal. Outro fato importante é que, exceto nas regiões das bordas, todas as curvas da magnetização apresentam amplitudes aproximadamente iguais, certificando-nos assim que o campo magnético aplicado para saturar a amostra foi suficiente para saturá-la ao longo de todo o objeto litografado.

Figura 4.2.7: Análise conjunta da magnetização a partir dos efeitos Kerr transversal e longitudinal.

Então, através das componentes M_x e M_y foi obtida a direção da magnetização no plano da amostra mediante o cálculo de $\arctan(M_y/M_x)$ para ambas as análises: mais freqüente e menos freqüente. Para facilitar a análise dos resultados, fizemos um filme que mostra a evolução simultânea da direção dos vetores de magnetização em cada ponto em função do campo magnético aplicado para as duas análises. Para tanto, o campo magnético inicial era de -380Oe sendo levado até +380Oe, e posteriormente revertido até -380Oe. O passo do campo magnético aplicado entre duas imagens consecutivas foi de 6Oe. O filme foi gerado a partir de uma adaptação da rotina do programa OOMMF (*Object Oriented Micromagnetic Framework*) [Oom99], que é um software desenvolvido pelo NIST geralmente utilizado para fazer simulações micromagnéticas. O uso dele no nosso caso foi diferente do usual, aqui apenas usamos os seus recursos gráficos para a visualização do mapeamento do vetor magnetização baseados nos nossos dados experimentais. Como ficaria inviável apresentar todas as 256 imagens para cada uma das análises, selecionamos nas Figuras 4.2.8 e 4.2.9 algumas imagens consideradas mais significativas do filme gerado a partir da análise mais freqüente e menos freqüente, respectivamente. A sequência completa obtida encontra-se no CD anexado na contra-capa deste trabalho. Note que se pode acompanhar a evolução do vetor magnetização mediante a aplicação do campo magnético tanto observando a rotação dos vetores, ou através das cores dos quadrados que contém cada um deles.

Antes de iniciar a análise dos dois filmes gerados, se faz necessário discutir a estrutura de domínios esperada em nosso objeto de estudo. O CoFeSiBNb amorfo apresenta alta susceptibilidade magnética e as anisotropias magnetocristalina e magnetostrictiva praticamente nulas. Assim, o comportamento magnético do objeto é regido basicamente pela anisotropia de forma e esperaríamos encontrar a estrutura de quatro domínios de fechamento que seria determinada pelo formato quadrado do objeto. Na literatura de magnetismo, sabe-se que uma estrutura de fechamento pode apresentar duas quiralidades, que nada mais é do

Figura 4.2.10: Representação das duas quiralidades possíveis em uma estrutura de domínios de fechamento e sua evolução com a aplicação de um campo magnético DC.

quiralidades, que nada mais é do que o sentido com que vetores de magnetização se dispõem para fechar a estrutura. Na Figura 4.2.10 temos uma representação ideal das duas quiralidades existentes. A primeira gira no sentido horário (Figura 4.2.10.a) e a segunda no sentido anti-horário (Figura 4.2.10.b). Para ambas, representamos o que aconteceria com as estruturas de domínio caso fosse aplicado um campo magnético que tendesse a saturar os vetores da magnetização para a direita. No caso da quiralidade com sentido horário veríamos que a parede de 180° existente no meio do objeto se deslocaria de cima para baixo. Já para a quiralidade com sentido anti-horário ocorreria o contrário, ou seja, a parede de 180° se deslocaria de baixo para cima. Toda essa discussão da quiralidade no sentido horário e anti-horário se faz necessária, pois encontramos a correspondência de cada uma delas nos filmes obtidos através da análise mais e menos freqüente, respectivamente. Lembramos porém, que o mapeamento foi feito em apenas um quarto do objeto litografado. Assim temos que considerar apenas o que ocorre com o quadrante superior esquerdo da representação mostrada na Figura 4.2.10, região destacada com um quadrado vermelho.

Analisando a sequência das imagens do filme mais freqüente mostradas na Figura 4.2.8, pode-se verificar que com a aplicação de um campo magnético crescente, os primeiros vetores de magnetização a sentirem o efeito do campo são os que ficam na borda do objeto de estudo (imagens referentes aos campos de -122Oe e -104Oe). Quando o valor do campo é de -81Oe, inicia-se a nucleação de uma estrutura de domínios na parte superior à direita do objeto, que vai continuamente crescendo e se propagando de cima para baixo, ou seja, da borda do objeto para a parte central deste (imagens referentes aos campos de -63Oe a -21Oe). A explicação para esta nucleação que se inicia na borda superior e que se desloca de cima para baixo quando o campo magnético está sendo saturado para a direita, corresponde a nucleação de uma estrutura de domínios com a quiralidade no sentido horário, conforme foi discutido um pouco acima no texto. Em seguida, verifica-se que para um campo de +9Oe, parte da estrutura de domínios que vinha crescendo de cima para baixo recua um pouco e ao mesmo tempo surge uma outra estrutura de domínios de baixo para cima que passa a predominar em relação à primeira. Como tivemos acesso às informações correspondentes à um quarto do objeto de estudo através do mapeamento realizado, não temos argumentos para explicar a origem e a causa dessa “nova” nucleação. Porém, a consequência desse evento foi que a parede de domínio que vinha de baixo para cima, “ganhou” em relação a nucleação correspondente a quiralidade com sentido horário. O posterior contínuo aumento do valor do campo magnético aplicado faz com que estas duas nucleações se unam (+51Oe e +63Oe), restando ainda desalinhados alguns vetores de magnetização na região da borda do objeto. Estes por sua vez, necessitam de um campo magnético aplicado relativamente alto comparado com o resto do objeto (+164Oe) para chegarem até a saturação. Este último fato ocorre devido a existência de *pinnings* magnéticos gerados por algumas imperfeições existentes nesta região do objeto litografado.

A parte do filme correspondente à inversão do campo magnético de -380Oe à + 380 Oe gerado da análise mais freqüente, se mostrou mais “confusa” do que a parte anterior. Pode-se comprovar este fato assistindo ao filme e verificando que quando o campo magnético aplicado começa a ser alto o suficiente para começar a inverter os vetores da magnetização, as paredes de domínios que se propagam parecem sofrer transições mais abruptas (para intervalos de campo magnéticos menores) entre diferentes estruturas de domínios. Porém, neste trecho do campo magnético aplicado, também encontramos fatos que confirmam que o filme gerado a partir da análise mais freqüente traz informações de uma estrutura de domínios de fechamento com quiralidade no sentido horário. Isto pode ser observado a partir da nucleação de uma estrutura de domínios na parte central do objeto à direita que vai crescendo e se propagando de baixo para cima com o contínuo aumento do campo magnético (imagens referentes aos campos +99Oe a +63Oe) quando o campo magnético está sendo saturado para esquerda. Assim, a principal conclusão que tiramos da análise mais freqüente é que ela traz informações de uma estrutura de domínios de fechamento com a quiralidade desta girando no sentido horário.

Intuitivamente, já poderíamos esperar que se a análise mais freqüente nos trouxe informações de uma estrutura de domínios girando no sentido horário, provavelmente a análise menos freqüente nos trará informações da estrutura de domínios girando no sentido inverso, ou seja, no sentido anti-horário. Isso é confirmado realmente analisando o filme obtido, onde verificamos que quando o campo magnético aplicado está sendo saturado à direita, ocorre a nucleação de uma estrutura de domínios na parte inferior à direita, que vai continuamente crescendo e se propagando de baixo para cima, ou seja, do centro do objeto para a a borda. O contrário ocorre quando o campo magnético está sendo saturado à esquerda, onde ocorre a nucleação de uma estrutura de domínios na parte superior à direita, que vai continuamente crescendo e se propagando de cima para baixo. Estas duas situações podem ser

ANÁLISE MAIS FREQUENTE

Figura 4.2.8: Mapeamento do vetor magnetização em parte de um objeto de 2 microns a partir da análise mais frequente.

ANÁLISE MENOS FREQUENTE

Figura 4.2.9: Mapeamento do vetor magnetização em parte de um objeto de 2 microns a partir da análise menos freqüente.

verificadas observando as sequências de imagens da Figura 4.2.9 correspondentes aos campos de -87Oe à +33Oe e +87Oe à +27Oe, respectivamente. Também nesta evolução do vetor magnetização verificamos alguns comportamentos similares aos encontrados no filme gerado da análise mais freqüente tais como que os primeiros vetores de magnetização a sentirem os efeitos do campo aplicado são os situados na borda do objeto e ao mesmo tempo, estes são os últimos a se alinharem com o restante da amostra devido a existência de *pinnings* magnéticos gerados por defeitos na superfície do objeto.

Uma questão interessante seria o motivo da preponderância de uma das quiralidades vista nestes resultados experimentais. No nosso caso a quiralidade com sentido horário se mostrou muito mais provável do que a do sentido anti-horário. Idealmente, espera-se que ambas as quiralidades tivessem a mesma probabilidade de ocorrência. A justificativa mais plausível é que os defeitos existentes no objeto de estudo geram alguns *pinnings* magnéticos que por sua vez acabam privilegiando um dos sentidos da quiralidade.

Um dos resultados diretos que é possível de ser extraído das curvas de histerese é o mapeamento dos campos de reversão ao longo da região medida do objeto. Note que aqui usamos o termo de campo de reversão, ao invés de campo coercivo, por este último se tratar de uma característica global da amostra e não de uma característica magnética local. Com isso, não seria correto usar a mesma nomenclatura para ambos, porém o significado físico é o mesmo mudando apenas o fato que um se trata de uma característica média e o outro de uma característica magnética local da amostra. Nas Figuras 4.2.11 e 4.2.12 temos os mapas dos campos de reversão obtidos tanto para quando o campo magnético está indo da saturação negativa para a positiva, bem como da saturação positiva para negativa, para as análises mais e menos freqüentes, respectivamente. Os gráficos foram feitos em 3D para que possibilitem a visualização e a compreensão de como essa característica magnética variava ao longo da região mapeada do objeto microestruturado. Os eixos x e y correspondem a região de 1 micron

mapeada enquanto o eixo z fornece o valor do campo de reversão. Analisando os gráficos verificamos que os pontos de mínimos correspondem à região da amostra onde se inicia a nucleação das estruturas de domínios magnéticas e que há uma correlação entre estes gráficos e a evolução do vetor magnetização mostrada nos filmes gerados a partir das análises mais e menos freqüentes. Por exemplo, já compreendemos da discussão feita neste texto que o filme obtido para o vetor magnetização a partir da análise mais freqüente corresponde a evolução de uma estrutura de domínios de fechamento com a quiralidade no sentido horário, e que conseqüentemente têm a sua nucleação iniciada na parte superior direita quando o campo magnético está indo da saturação negativa para a positiva. Essa é exatamente a região de mínimo que encontramos na Figura 4.2.11.a., evidenciando a correlação entre o filme do vetor magnetização e o mapeamento dos campos de reversão. Na Figura 4.2.11.b, encontramos uma correlação semelhante no caso em que o campo magnético aplicado é invertido (indo da saturação positiva para negativa). Neste caso a nucleação do vetor magnetização ocorre à direita da parte central do objeto de estudo, que novamente coincide com a região de mínimo encontrada no gráfico do campo de reversão correspondente. Uma discussão análoga poderia ser feita nos gráficos dos campos de reversão referentes à análise menos freqüente, mostrados na Figura 4.2.12.

Em toda discussão realizada até esse ponto, ainda não ressaltamos que a nucleação que se origina na parte superior à direita do objeto de estudo com a quiralidade no sentido horário indo da saturação negativa para positiva é análoga a nucleação que ocorre com a quiralidade no sentido anti-horário com o campo magnético indo da saturação positiva para a negativa. Da mesma forma, a nucleação que ocorre quando a quiralidade está no sentido anti-horário com o campo indo da saturação negativa para a positiva é análoga a nucleação que ocorre para a quiralidade com sentido horário com o campo magnético indo da saturação positiva para a

Figura 4.2.11: Mapeamento dos campos de reversão obtido da análise mais freqüente ao longo do objeto de estudo: a-) Campo de saturação indo da esquerda para a direita e b-) campo de saturação indo da direita para a esquerda.

Figura 4.2.12: Mapeamento dos campos de reversão obtido da análise menos freqüente ao longo do objeto de estudo: a-) Campo de saturação indo da esquerda para a direita e b-) campo de saturação indo da direita para a esquerda.

negativa. Essas correlações cruzadas entre si podem ser comprovadas observando simultaneamente os gráficos das Figuras 4.2.11.a e 4.2.12.b ou das Figuras 4.2.11.b e 4.2.12.a. Analisando, por exemplo, as Figuras 4.2.11.b e 4.2.12.a temos que em ambos os gráficos as regiões de mínimos coincidem sendo situadas na parte central à direita do objeto de estudo.

Um dos recursos disponíveis no OOMMF é a possibilidade de calcular as energias magnéticas (de troca, Zeeman, desmagnetizante, de anisotropia e a energia total) vinculadas a uma determinada imagem dos vetores de magnetização pertencentes a uma simulação micromagnética. Para o cálculo de cada uma dessas energias, o OOMMF leva em consideração a interação de cada um dos vetores de magnetização e como estes se correlacionam entre si.

Assim, todas as energias obtidas acabam tendo um significado físico similar ao concebido/calculado em uma análise magnética convencional, porém trazem informações sobre características magnéticas locais dos vetores de magnetização, bem como estas interagem entre si. Em geral, sabe-se que o balanço dessas energias determina a forma das estruturas de domínios de um objeto.

Aproveitamos esse recurso do OOMMF para obter os gráficos das energias magnéticas geradas com o micromagnetismo experimental para ambas as análises (mais e menos frequentes) que estão mostradas nas Figuras 4.2.13 e 4.2.14. As curvas em vermelho correspondem ao campo magnético vindo da saturação negativa para a positiva, enquanto que as curvas em preto correspondem ao campo magnético vindo da saturação positiva para a negativa. Uma primeira análise nos gráficos já nos mostra que os processos vinculados com a saturação vindo do positivo para o negativo, e vice-versa, são diferentes entre si. Observando também o formato das curvas geradas, verificamos que a maior parte dos gráficos apresenta muitos picos, porém em alguns momentos, ocorrem transições de forma mais abruptas, podendo nos fornecer informações relacionadas as mudanças que ocorriam ao longo do filme obtido para os vetores magnetização entre diferentes estruturas de domínios.

Como o processo de obtenção do valor de cada uma das energias levou em consideração as correlações entre todos os vetores de magnetização, isso faz com que analisemos a forma das curvas de uma maneira mais cuidadosa e talvez convenha discorrer sobre o significado/interpretação dessas energias no caso do micromagnetismo experimental. A energia total é a soma de todas as outras energias obtidas: de troca, de anisotropia, de desmagnetização e Zeeman. A energia Zeeman está correlacionada com campo magnético externo aplicado sendo calculada a partir do acoplamento entre a magnetização de saturação (M_S) e o campo externo aplicado através da equação $E_{H_{ext}} = -M_S H_{ext} \cos \theta$, onde θ é o ângulo

Figura 4.2.13: Gráficos das energias magnéticas (zeeman, de anisotropia, de troca, desmagnetizante e total) obtidas a partir da análise mais frequente.

entre o campo externo aplicado e a magnetização de saturação. Já a interação de troca (energia de *exchange*) têm sua origem na natureza eletrostática encontrada entre os spins eletrônicos de átomos. De acordo com o modelo de Heisenberg de spins localizados, esta energia pode ser escrita como $E_{Troca} = 2JS^2 \cos \phi_{ij}$, onde J é a integral de troca e ϕ_{ij} é o ângulo dos momentos magnéticos de dois spins vizinhos. Consequentemente, ela possui uma ação a curtas distâncias, e no caso deste micromagnetismo define o comportamento entre primeiros vetores de magnetização vizinhos. Já a energia desmagnetizante possui efeitos de longo alcance por se

tratar de um efeito dipolar. Esta energia é vista como sendo o campo gerado pela descompensação entre regiões com diferentes direções de magnetização onde a estrutura de domínios não evoluiu para um estado de mínima energia e para a situação de saturação magnética geralmente é expressa pela equação $E_{Desmg} = 1/2 N_d M_s^2$, onde N_d é o fator desmagnetizante dependente exclusivamente da geometria da amostra. Fora da condição de saturação em geral, este termo de energia deve ser calculado numericamente.

Compreender o significado e a contribuição de cada uma das energias em relação ao mapeamento realizado e tentar correlacionar estas com a evolução das estruturas de domínios magnéticas, não é um processo fácil para o nosso caso. Em geral, espera-se que os gráficos forneçam informações sobre o estado de mínima energia para o qual um sistema de domínios de fechamento converge. Porém, no nosso caso, os gráficos foram gerados a partir de informações obtidas em apenas um quarto de um objeto microestruturado e não para um objeto inteiro. Isso inviabiliza qualquer discussão mais aprofundada e completa sobre a contribuição de cada energia ao longo da evolução dos vetores de magnetização com a aplicação do campo magnético.

Apesar da limitação discutida acima, pode-se mostrar que algumas transições abruptas encontradas nos gráficos das energias têm uma correlação direta com a forma e a maneira como ocorreu a evolução dos vetores de magnetização nos filmes obtidos para ambas as análises. Para não tornar a explicação longa e exaustiva nos ateremos apenas para o caso das energias obtidas para a análise mais freqüente no caso do campo vindo da saturação negativa para a positiva (curvas em vermelho). Verificamos que no gráfico da energia total da Figura 4.2.13 há uma única transição abrupta que mais se evidencia em sua curva (indicada com uma seta azul) quando os valores dos campos magnéticos aplicados são +3Oe e +15Oe. A consequência dessa transição é um decréscimo no valor de sua energia e quando procuramos a sua origem nas outras curvas obtidas, observamos que a causa dessa transição vem da energia

desmagnetizante. A ocorrência de um decréscimo no valor da energia desmagnetizante implica que houve uma diminuição no campo gerado por descompensações entre regiões com diferentes direções de magnetização. Esse fato pode ser verificado observando as duas imagens correspondentes aos campos +30e +150e mostradas na Figura 4.2.8, que foram reinseridas na Figura 4.2.15, com o intuito de facilitar a discussão. Na imagem referente ao campo de +30e verificamos que ocorre uma nucleação de uma estrutura de domínios na parte superior à direita correspondente à uma estrutura de domínios de fechamento com quiralidade no sentido horário; e que duas imagens depois, para o campo de +150e, ocorreu um recuo desta

Figura 4.2.14: Gráficos das energias magnéticas (zeeman, de anisotropia, de troca, desmagnetizante e total) obtidas a partir da análise menos frequente.

primeira estrutura, bem como o surgimento de outra estrutura de domínios de baixo para cima que passou a predominar na posterior evolução dos vetores de magnetização. Aqui já observamos que no intervalo entre duas imagens, ocorreu uma mudança na forma como as estruturas de domínios vinham evoluindo, evidenciando e corroborando a existência de uma transição abrupta nos gráficos de energia nesta região. O que falta agora compreender e discutir é o motivo dessa mudança ser evidenciada na curva da energia desmagnetizante. Na imagem referente ao campo de +150e podemos notar que com o surgimento de uma nova nucleação vindo de baixo para cima, ocorreu o favorecimento da formação de duas regiões com magnetização locais opostas entre si (regiões identificadas com flechas na Figura 4.2.15), que por sua vez acabou minimizando a energia desmagnetizante do sistema localmente. Essa mesma compensação/minimização não pode ser encontrada na imagem referente ao campo de +30e, que conseqüentemente acaba tendo um fator desmagnetizante maior em relação à imagem referente ao campo de +150e.

Figura 4.2.15: Imagem dos vetores magnetização obtidas a partir da análise mais freqüente para os campos de +30e e +150e.

Outra transição abrupta encontrada nos gráficos da energia obtidos a partir da análise mais freqüente, porém que contribui de forma menos significativa para o gráfico da energia total, é a transição encontrada no gráfico da energia de troca para os campos de +450e e +510e. A conseqüência dessa transição também é um decréscimo no valor de sua energia. Observando as duas imagens correspondentes aos campos +450e +510e mostradas na Figura 4.2.8 vemos que neste trecho ocorreu a junção das duas estruturas de domínios que vinham

evoluindo com a aplicação do campo magnético. Essa junção fez com que a maior parte dos vetores de magnetização ficassem alinhados com a direção do campo magnético, diminuindo conseqüentemente a energia de troca entre eles.

Outras discussões e correlações similares poderiam ter sido feitas a partir da análise menos freqüente, bem como a partir da direção do campo vindo do positivo para o negativo para a análise mais freqüente. Ainda nesse contexto, poder-se-ia discutir a veracidade dos gráficos das energias calculados acima, onde para tanto foi considerado um tamanho de pixel de 125nm no programa OOMMF. Este valor é considerado superestimado para condizer com interações magnéticas que ocorrem na realidade. Contudo, quando um novo mapeamento for realizado com menor espaçamento entre dois pontos consecutivos de medidas serão obtidas informações de interações magnéticas que condizirão mais com a realidade.

Para título de completeza, se o estudo tivesse sido realizado em um objeto inteiro mais outro recurso do OOMMF poderia ter sido utilizado. O OOMMF possibilita que se pegue uma determinada imagem dos vetores de magnetização obtidos experimentalmente e que se considere esta como sendo o ponto de partida para a execução de uma simulação micromagnética. Em seguida, poderia-se deixar esta imagem evoluir para o próximo valor de campo magnético aplicado onde o OOMMF executaria os cálculos de modo a minimizar o torque sobre o vetor magnetização em cada célula de cálculo. Tendo essa informação em mãos, seria feita a comparação entre a imagem obtida experimentalmente com a simulada sendo possível assim discriminar os fenômenos reversíveis e irreversíveis da magnetização.

Outro fato que podemos observar através desse primeiro estudo de micromagnetismo experimental foi a comprovação de que a resolução magnética obtida se mostrou melhor que 125nm. Esse fato pode ser verificado observando o mapa dos ciclos de histerese. Pegando dois ciclos de histerese obtidos em posições vizinhas observa-se que há diferenças em seus comportamentos, evidenciando que a resolução de medida do SNOM-MO é melhor do que

125nm, ou seja, a resolução ótica esperada inicialmente foi subestimada. Além disso, também comprovamos que é possível realizar um estudo de irregularidades locais dinamicamente, comprovando assim o grande potencial do SNOM-MO para o estudo das propriedades magnéticas locais tais como movimento das paredes de domínio, rotação da magnetização, processos de reversibilidade da magnetização, campos de reversão e anisotropia local.

4.3. Imagens de Susceptibilidade e de Domínios Magnéticos em um PAD

Os resultados obtidos para o micromagnetismo experimental discutido na secção anterior se mostraram promissores como meio de extrair informações magnéticas locais que podem de alguma forma acrescentar no desenvolvimento de modelos magnéticos mais completos. Porém, verificamos ao analisar o mapeamento dos ciclos de histerese que havia uma mistura nas componentes das polarizações referentes aos efeitos Kerr transversal e longitudinal, fazendo-se necessário aperfeiçoar o sistema ótico de coleta de luz. Durante a descrição da estrutura física do SNOM descrevemos a implementação e o princípio físico de funcionamento de um novo sistema de análise da polarização que demonstrou uma melhora significativa na confiabilidade dos resultados óticos e magnetoóticos obtidos. Isso porque o cristal de calcita possibilita um controle mais preciso da polarização da luz. Com o sistema ótico antigo as melhores taxas de extinção eram da ordem de 1:10. Atualmente já alcançamos com certa facilidade valores na ordem de 1:20. Os contrastes magnetoóticos ficaram mais bem pronunciados permitindo que obtivéssemos além das imagens de susceptibilidade diferencial, imagens de domínios. Estas por sua vez ajudam na análise e compreensão dos resultados obtidos, pois mostra os domínios existentes na amostra. A seguir apresentamos alguns resultados obtidos do estudo magnetoótico realizado em um PAD magnético para as duas configurações distintas do efeito Kerr (transversal e longitudinal) que nos possibilitam verificar as melhorias obtidas no controle de polarização da luz.

4.3.1 O estudo magnetoótico em um PAD

Na Figura 4.3.1 temos as imagens topográficas e óticas (para ambas as configurações do efeito Kerr) de um PAD magnético para o qual foi feito o estudo de suas propriedades magnéticas. O PAD é uma estrutura magnética de CoFeSiBNb litografada que tem o formato de um retângulo de dimensões $10 \times 30 \mu\text{m}^2$ com 15nm de espessura. A área de varredura onde

foi realizado o estudo era de $20 \times 20 \mu\text{m}^2$. Pode-se verificar uma boa concordância entre as imagens óticas e a topográfica. Uma ressalva que pode ser feita é quanto às franjas de interferência (uma é clara e a outra é escura) que aparecem nas bordas horizontais das imagens óticas. Estas interferências são comuns em imagens óticas e até agora, pouco podemos esclarecer sobre o assunto.

Figura 4.3.1: Imagens topográfica e óticas da parte central de um PAD magnético.

Na Figura 4.3.2, temos curvas de histerese e de susceptibilidade diferencial obtidas em um ponto central do PAD magnético para ambas as configurações do efeito Kerr. Com o antigo sistema ótico de detecção, em geral o nível de ruído na componente do efeito Kerr longitudinal era excessivamente alto, inviabilizando a medida. Já com o novo sistema verificamos que foi possível obter também informações a partir desta componente durante a realização desta tomada de medidas comprovando a otimização do sistema ótico de coleta. Na Figura 4.3.2.a, as curvas de histerese mostradas representam bem o comportamento teórico esperado tanto para a componente transversal do efeito Kerr (curvas em preto) como para a componente do efeito Kerr longitudinal (curvas em azul), comprovando a separação dessas duas componentes da polarização da luz. Como complementação, também foram obtidas curvas de susceptibilidade para ambas as componentes (Figura 4.3.2.b). Novamente é possível evidenciar que a relação sinal/ruído estava baixa indicando a otimização do sistema ótico

como um todo, tornando possível a obtenção de imagens de susceptibilidade diferencial com contrastes magnetoóticos de boa qualidade.

A possibilidade de obter imagens de susceptibilidade magnética é uma das grandes vantagens da técnica do SNOM-MO, que permite detetar o movimento de paredes de domínio e rotações de spins dentro de domínios magnéticos, bem como a evolução destes mediante aplicação de um campo magnético externo. A imagem de susceptibilidade diferencial merece uma descrição mais detalhada, pois sua compreensão é útil para a discussão dos resultados. Podemos obter esse tipo de imagem simultaneamente com uma imagem topográfica. O contraste da susceptibilidade é obtido analisando-se o sinal ótico (detetado pelo fotodiodo de avalanche e levado ao amplificador Lock-in) sincronizadamente à frequência de oscilação de um campo magnético AC (H_{AC}) aplicado à partícula. Na medida em que a ponta varre a amostra, o sinal magnetoótico obtido em cada ponto da superfície é proporcional a variação da magnetização devido à H_{AC} . Como resultado, o maior contraste será observado nas regiões da partícula que apresentam maior susceptibilidade magnética.

Figura 4.3.2: Curvas de histerese e de susceptibilidade diferencial obtidas para ambas configurações do efeito Kerr em um ponto central de um PAD magnético.

Com a introdução da calcita no processo de coleta de luz, passamos a obter informações para o efeito Kerr transversal tanto na fase como através da amplitude do sinal. Essas duas informações obtidas podem nos ajudar a entender o comportamento magnético,

pois a partir de cada uma delas podemos eventualmente tirar informações diferentes e ao mesmo tempo complementares. A imagem construída com a amplitude do sinal ótico depende tanto de processos de deslocamento de paredes de domínios, quanto de rotação de spins, enquanto que a imagem obtida a partir da fase do sinal pode nos oferecer informações sobre as paredes de domínios. Isso ocorre porque o movimento da parede de domínio é responsável pelas perdas histeréticas, o que pode ser traduzido por uma certa “inércia” que é verificada pelo atraso da fase do sinal magnetoótico em relação ao campo magnético aplicado. Esse atraso é visto pela permeabilidade magnética que tem componentes complexas em sua estrutura. Com isso, o deslocamento das paredes de domínios seria visto com mais facilidade na imagem de susceptibilidade construída a partir da fase. Já a rotação de spins, por não ser histerética, poderia ser visto apenas na amplitude do sinal ótico. Em contrapartida, devido à limitação no número de canais de aquisição de dados do SNOM, para o efeito Kerr longitudinal registramos apenas para a fase do sinal.

A seguir na Figura 4.3.3, temos todo o estudo feito para o PAD variando o campo AC desde 100mV até 600mV para ambas as configurações do efeito Kerr onde todas as imagens foram normalizadas. Em todos os casos, o campo AC é aplicado no plano da amostra (cuja direção em relação à partícula está indicada na própria figura com uma seta na cor verde) e a sua frequência é de 155Hz. Analisando as imagens pode-se verificar que o contraste magnetoótico é bastante evidente para a amplitude e a fase do efeito Kerr transversal, enquanto que o contraste do Kerr longitudinal é mais sutil. Isso ocorre porque na prática, o sistema ótico é ajustado de maneira que o máximo do sinal luminoso coincida com o máximo do sinal do Kerr transversal. Conseqüentemente o sinal luminoso do efeito Kerr longitudinal fica muito baixo, pois se trata da componente de polarização perpendicular à polarização de entrada, sendo esta razoavelmente linearmente polarizada.

a-) AMPLITUDE DO SINAL DO EFEITO KERR TRANSVERSAL	b-) FASE DO SINAL DO EFEITO KERR TRANSVERSAL	c-) FASE DO SINAL DO EFEITO KERR LONGITUDINAL
<p>Campo AC: 600mV</p>
<p>Campo AC: 500mV</p>
<p>Campo AC: 450mV</p>
<p>Campo AC: 400mV</p>
<p>Campo AC: 350mV</p>

Figura 4.3.3: Estudo de susceptibilidade magnética realizado em um PAD magnético para as componentes transversal e longitudinal do efeito Kerr.

Analisando a sequência de imagens obtidas na Figura 4.3.3, observamos que a estrutura de domínios evidenciada pelo movimento das paredes de domínios poderia se tratar, num primeiro olhar mais superficial, de uma estrutura do tipo diamante. A principal diferença encontrada entre uma estrutura do tipo diamante e a obtida experimentalmente não se dá apenas pela diferença do formato entre as estruturas de fechamento, mas também pela presença de duas linhas paralelas ao comprimento do PAD, encontradas bem no meio das paredes de domínios.

Provavelmente, a origem dessas linhas devem ser *pinnings* magnéticos originados ou por defeitos na superfície do PAD ou por algum defeito gerado em sua estrutura atômica durante o processo de deposição do filme magnético. Apesar de não termos como explicar a origem exata desse comportamento, isso não o torna menos curioso. É interessante verificar que um *pinning* possa se preservar apesar da grande amplitude de deslocamento da parede de domínios diante da aplicação de campos magnéticos AC muito altos. Por outro lado, esses mesmos *pinnings* acabam segurando a parte central da estrutura do tipo “diamante”, fazendo com que esta quase não se modifique mediante a aplicação dos campos magnéticos AC. Com o intuito de facilitar a visualização e compreensão destas últimas afirmações, foram traçadas curvas de perfis em três diferentes regiões do PAD a partir das imagens de susceptibilidade de fase do efeito Kerr transversal para todos os valores de H_{AC} medidos. Cabe esclarecer, que esses perfis foram feitos sobre as imagens correspondentes ao sinal da fase, pois estas não mostraram em uma análise prévia apresentar diferenças significativas de informações em relação as imagens obtidas com a amplitude do sinal. As regiões onde foram traçados os perfis estão mostradas na imagem de susceptibilidade de fase para o campo AC de 600mV, identificadas por linhas nas cores vermelho, verde e azul. Na Figura 4.3.4 temos as curvas obtidas para cada um desses perfis, onde para todos os gráficos mostrados foi usada a mesma legenda.

A Figura 4.3.4.a corresponde ao perfil da região traçada em cor azul, que pode ser dividida basicamente em três partes: uma central, correspondente à região da estrutura de domínios semelhante ao tipo diamante; e dois picos situados à esquerda e à direita dessa parte central, correspondentes ao movimento das paredes de domínios magnéticos que delimitam essa estrutura. Focando a discussão sobre esses picos, sabe-se que quanto maior for o campo magnético H_{AC} aplicado na amostra, maior será o deslocamento das paredes de domínios. Essa dependência pode ser verificada observando mais atentamente os dois picos existentes nas curvas, onde estes vão progressivamente se alargando com o aumento sucessivo do campo magnético H_{AC} . Para valores de campo suficientemente altos os picos deixam de existir, tornando-se constantes em seus valores máximos, mostrando que o campo magnético aplicado foi suficiente para saturar a amostra. No nosso caso esta situação corresponde ao campo de ~650mV (curva em vermelho). Um fato curioso observado, é que mesmo para esses valores altos de campo H_{AC} , temos que a parte central da estrutura de domínios fica praticamente intacta. O esperado seria que com o aumento progressivo do campo aplicado parte da parede de domínios que limita a região central iria sofrer pequenos deslocamentos. Observamos esse fenômeno ocorrer nos picos da parte esquerda das curvas mostradas na Figura 4.3.4.a, enquanto que para os picos situados na parte direita nenhum deslocamento é verificado. Esse comportamento não usual ocorre pela influência de dois *pinnings* magnéticos que se situam nessa região, funcionando como um bloqueio a qualquer modificação da estrutura central de domínios.

Como a existência desses *pinnings* bloqueia a evolução da parte central da estrutura do tipo “diamante” além de ocasionar uma segmentação nas paredes de domínios, torna-se interessante traçar curvas de perfis para a região das imagens de susceptibilidade onde se encontra cada um deles. Nas Figuras 4.3.4.b e 4.3.4.c temos os gráficos obtidos para as regiões identificadas pela cor verde e vermelha traçadas na Figura 4.3.3, respectivamente. Os

Figura 4.3.4: Perfis obtidos a partir das imagens de susceptibilidade, correspondentes à fase do efeito Kerr Transversal, para as linhas traçadas na Figura 4.3.3 para o campo AC de 600mV nas cores: azul, vermelho e verde.

pontos de mínimos existentes nos dois gráficos correspondem aos *pinnings* magnéticos que não têm os seus formatos modificados mesmo mediante a aplicação de H_{AC} altos. Conforme já dito anteriormente neste texto, apesar de não ser possível afirmar nada sobre a origem desse

pinning magnético, verifica-se a forte influência que este exerce no comportamento da estrutura de domínios como um todo. Ainda nesse sentido, nas Figuras 4.3.5.a e 4.3.5.b. temos as imagens de susceptibilidade de amplitude e de fase do efeito Kerr transversal, bem como na Figura 4.3.5.c. a respectiva fase do efeito Kerr longitudinal, obtidas para uma varredura de $22 \times 22 \mu\text{m}^2$ em cima do mesmo PAD estudado. Com a varredura um pouco maior e deslocada para a direita, nela verificamos que no PAD há três segmentações no meio das paredes de domínios geradas por esses *pinnings*, levantando a hipótese dessas linhas poderem ser geradas por defeitos na estrutura como um risco, apesar deste não ter nenhuma correspondência na parte topográfica da mesma.

Figura 4.3.5: Imagens de susceptibilidade obtidas em cima do mesmo PAD mapeado magneticamente para uma varredura de $22 \times 22 \mu\text{m}^2$ com H_{AC} de 600mV, para as quais nota-se a existência de três linhas geradas pelos pinnings magnéticos ao longo do objeto estudado: a-) e b-) amplitude e fase do efeito Kerr transversal, c-) fase do efeito Kerr Longitudinal.

4.3.2. Visualização de Imagens de Domínios com o SNOM-MO

Com a melhora significativa no controle de polarização da luz após a implementação do novo sistema ótico de medida, foi possível obter para o PAD imagens de domínios magnéticos para o sinal coletado pela configuração do Kerr transversal. Ao contrário das imagens de susceptibilidade que precisam sincronizar o sinal ótico com o campo H_{AC} aplicado, as imagens de domínios são obtidas em uma imagem ótica convencional. A obtenção dessas imagens pode ser feita fazendo uma subtração entre duas imagens óticas: uma onde o campo H_{DC} aplicado já saturou a amostra e a outra na qual o valor do campo H_{DC} foi escolhido adequadamente para que houvesse uma estrutura de domínios no PAD. Na Figura 4.3.6.a. temos uma imagem de domínios obtida pela subtração de duas imagens (uma

imagem obtida na remanência e outra com campo suficiente para saturar amostra). No entanto, devido ao fato do sistema ótico estar tão otimizado pode-se observar as imagens de domínio na própria imagem ótica obtida com o campo na remanência, sem ser necessário fazer a subtração entre duas imagens, conforme mostra a Figura 4.3.6.b. Porém, com a subtração os efeitos de bordas ficam menos pronunciados fornecendo uma visão mais detalhada da estrutura de domínios.

Figura 4.3.6: a-) Imagens de domínios magnéticos obtidas através de imagens óticas convencionais: a-) subtração de duas imagens, a primeira na remanência e na segunda com campo suficiente para saturar a amostra; b-) sem subtração, onde esta era imagem obtida na remanência; c-) imagem de susceptibilidade diferencial de fase do efeito Kerr Transversal para um H_{AC} de 150mV.

Comparando as imagens de domínios (Figuras 4.3.6.a e 4.3.6.b) com a imagem de susceptibilidade diferencial de fase do efeito Kerr transversal para um H_{AC} de 150mV (Figura 4.3.6.c), verificamos que há uma boa correspondência entre as informações obtidas com esses dois sistemas. Porém, o método de susceptibilidade ainda se mostra mais rico em informações quando comparado com a tomada de imagens óticas. Isso decorre da relação sinal/ruído e dos efeitos de borda que são uma característica predominante nas imagens óticas convencionais, que acabam dificultando a visualização das imagens de domínios. A compreensão da causa desses efeitos se fará importante quando medidas similares forem realizadas em objetos de dimensões menores, pois esses poderão inviabilizar a obtenção das imagens de domínios.

4.3.3. Análise da Estrutura de Domínios do PAD

Outra análise que pode ser feita a partir das imagens de susceptibilidade e da imagem de domínios, é inferir como seria a estrutura de domínios do PAD mapeado. Porém, por se

tratar de uma estrutura de domínios que não é predominantemente definida pela anisotropia de forma, é difícil se estabelecer hipóteses para esta estrutura. Ainda assim pode-se tentar inferir aproximadamente como é seu formato se baseando principalmente na imagem de domínios. Na Figura 4.3.7.a. temos a imagem de domínios obtida a partir da subtração de duas imagens óticas descrita na secção anterior. As paredes de domínios que delimitam a sua estrutura central têm formato de dois S deitados na horizontal e tomaremos esse formato como base para desenvolver uma análise mais detalhada da estrutura de domínios magnéticos de fechamento, bem como a sua correspondente visualização nas imagens de susceptibilidade. Traçamos então na Figura 4.3.7.b, o formato da estrutura de domínios com seus respectivos vetores magnetização (setas na cor azul) que acreditamos melhor representar o comportamento magnético do PAD. A estrutura central tem o seu vetor magnetização na direção horizontal e possui como vizinhança mais duas regiões com direções de magnetização opostas à sua, acarretando na formação de duas paredes de 180° que delimitam essas regiões. Apesar de não ser visível na própria imagem de domínios obtida experimentalmente, deve haver mais dois domínios onde a direção da magnetização está a cerca de 90° do vetor magnetização da estrutura central do PAD, garantindo o fechamento da estrutura de domínios magnéticos e a minimização da energia do sistema como um todo.

Na Figura 4.3.8.a. temos diagramas correspondentes do que seria esperado numa imagem de susceptibilidade com a aplicação de um campo magnético AC na direção transversal ao comprimento do PAD. Para facilitar a discussão foi criada uma representação gráfica para diferentes comportamentos magnéticos que ocorrem na estrutura de domínios com a aplicação do H_{AC} . As setas simples na cor azul indicam a direção do vetor magnetização em um determinado domínio magnético, as setas com duplo sentido na cor vermelha indicam deslocamentos de paredes de domínios de 180° e as setas na cor preta/cinza indicam rotações de spins. Aproveitamos os diagramas para discutir as informações contidas

Figura 4.3.7: Estrutura de domínios do PAD: a-) imagem de domínios obtida pela subtração de duas imagens óticas convencionais com sua estrutura central do tipo “S”; b-) Diagrama da estrutura de domínios que provavelmente melhor representa os resultados obtidos para o PAD.

nas imagens de susceptibilidade de fase do efeito Kerr transversal para dois valores de H_{AC} (200mV e 400mV) mostradas na Figura 4.3.8.b, onde o contraste do sinal obtido é proporcional a variação do vetor magnetização mediante a aplicação de um campo AC. Um contraste máximo é esperado devido ao movimento da parede de domínios de 180° , enquanto que para as paredes de 90° geram um contraste intermediário.

A aplicação de um campo magnético de pequena intensidade (consideravelmente menor que o campo de saturação da partícula) na direção transversal ao PAD introduz energia no sistema capaz de deslocar as paredes de domínios da estrutura central na direção em que este foi aplicado. O deslocamento dessa parede será proporcional ao valor do campo fornecido. Porém, se este campo for um campo magnético AC, o deslocamento acontecerá em ambos os sentidos. O que é visualizado nas imagens de susceptibilidade não são as paredes de 180° propriamente ditas, mas sim o deslocamento destas mediante a aplicação de um campo magnético AC. Na Figura 4.3.8.b podemos verificar que para o campo de H_{ac} de 400mV o deslocamento da parede é bem maior quando comparado com o campo aplicado de 200mV. Cabe ressaltar, que no nosso caso, o deslocamento das paredes de 180° só ocorre para um dos lados, pois o *pinning* magnético existente na parte central da estrutura impede o seu movimento nesta direção.

Figura 4.3.8:a-) Diagramas correspondentes ao que seria esperado numa imagem de susceptibilidade com a aplicação de um campo magnético AC na direção transversal ao comprimento do PAD; b-) Imagens de susceptibilidade obtidas para a fase do efeito Kerr transversal (H_{AC} de 200mV e 400mV) e longitudinal (H_{AC} de 400mV).

Discussão análoga poderia ser feita para os dois domínios onde a direção da magnetização está a 90° do vetor magnetização da estrutura central do PAD. Consideramos que o comportamento magnético nesta região se dê basicamente pela rotação de spins, pois o contraste magnetoótico se mostrou bem homogêneo nestes domínios. Porém, aproveitaremos essa região para evidenciar que houve captura de informações diferentes e ao mesmo tempo complementares pelas duas configurações distintas do efeito Kerr. Na Figura 4.3.8.b também temos a imagem de susceptibilidade de fase obtida a partir do efeito Kerr longitudinal para o campo AC de 400mV. Observando nesta imagem o domínio referente à rotação de spins citada acima, verificamos que quase não há contraste nesta região evidenciando que o vetor magnetização deve realmente estar paralelo a direção do comprimento do PAD. Esse fato concorda com a direção do vetor magnetização pressuposto inicialmente e que está mostrado no diagrama da Figura 4.3.7.b. Infelizmente, pelo fato da estrutura de domínios do PAD ser complexa, não é possível ir além de uma discussão qualitativa. Contudo foi possível verificar

que informações de ambos os canais do efeito Kerr foram obtidas demonstrando a otimização do sistema ótico de medida com a introdução do cristal de calcita.

Um cálculo interessante de ser feito a partir das imagens obtidas seria a estimativa da espessura da parede de domínio de 180° . Teoricamente a espessura de uma parede é definida pelo equilíbrio entre as energias de troca (exchange) e a energia de anisotropia. A energia de troca tende a ser mínima quando a transição entre as direções dos spins de diferentes domínios ocorre da forma mais suave possível. Para tanto, as variações entre os diferentes ângulos dos spins deve ser a menor possível em uma dada região da amostra, tornando-se necessário que a parede de domínios seja a mais larga possível para que a transição seja bem suave. Por outro lado, temos que os spins pertencentes à parede podem estar apontando para o eixo difícil da amostra “custando” muita energia para o sistema devido a energia de anisotropia. Assim, enquanto a energia de troca tende a fazer a parede ficar mais larga possível, a energia de anisotropia tende a fazer a parede ficar mais fina possível com o intuito de reduzir ao máximo o número de spins apontando para a direção do eixo difícil da amostra.

No nosso caso, devido ao fato do material magnético que compõe o PAD ser extremamente mole, por ser amorfo e de baixa magnetostricção, esperar-se-ia que a parede tivesse a espessura de algumas centenas de nanômetros, sendo o seu comportamento regido basicamente pela energia de troca. Porém, observando a Figura 4.3.7.a, vemos que a espessura da parede é muito pequena sendo até mesmo difícil precisar a sua dimensão exata. Temos aqui um pequeno paradoxo, pois a imagem nos evidencia que a energia que governa a espessura da parede é a energia de anisotropia. Porém, o filme magnético depositado é amorfo e conseqüentemente não têm uma energia de anisotropia cristalina propriamente dita vinculada a ele. O que ele pode apresentar é uma pequena energia de anisotropia induzida gerada durante a deposição do filme fino pela configuração dos ímãs da *sputtering*. Contudo, como o objeto de estudo têm suas dimensões delimitadas fisicamente, ele apresenta uma

energia de anisotropia de forma que deve predominar sobre todas as outras energias magnéticas do sistema e que como consequência reduz a previsão para a espessura da parede.

5. A Evolução da Técnica do SNOM-MO e Perspectivas Futuras

Nas secções 4.2 e 4.3 descrevemos detalhadamente os resultados mais significativos obtidos com o SNOM-MO. Apresentamos neste capítulo uma descrição da evolução desta técnica ao longo dos últimos anos e na sequência, resumimos as futuras perspectivas de seu aprimoramento.

5.1. A Evolução da Técnica do SNOM-MO

A obtenção de resultados a partir da técnica do SNOM-MO requer cuidado, persistência e atenção especiais por se tratar de uma técnica com sutilezas tanto na parte da instrumentação, produção das pontas, montagem do sistema ponta/diapasão, regulação fina da distância entre a ponta e a superfície da amostra, além do controle da polarização da luz no sistema ótico. Cada uma dessas partes contribui de forma significativa para a obtenção dos resultados, sendo difícil dizer qual delas seria menos importante. Ainda assim, apesar dos cuidados despendidos ao longo da montagem do sistema como um todo, não é sempre que se consegue observar os efeitos magnetoóticos desejados. Assim, a existência e a influência de um elevado número de fatores intrínsecos na técnica do SNOM-MO fazem com que seja na maioria das vezes difícil a identificação dos pontos que necessitam de otimização.

Não é a intenção passar a idéia de que é impossível obter resultados. Pelo contrário, podemos aqui fazer uma comparação da evolução que o sistema de medida do SNOM passou ao longo dos últimos 8 anos. Contando com este trabalho, esta é a segunda tese de doutorado que é feita nesta técnica. O primeiro trabalho desenvolvido pelo Dr. Jeroen Schoenmaker [Sch05] se concentrou mais na parte de construção e desenvolvimento do próprio equipamento, onde também foram estabelecidos os métodos de produção de pontas de boa qualidade por ataque químico e os processos de litografia por feixe de elétrons para a obtenção das amostras. Seus principais resultados foram obtidos a partir de imagens de

susceptibilidade diferencial sobre objetos quadrados de $16 \times 16 \mu\text{m}^2$ e $4 \times 4 \mu\text{m}^2$, que apresentaram adequada concordância com simulações micromagnéticas feitas com o programa OOMMF. Em particular, sobre o objeto de $16 \mu\text{m}$ alguns ciclos de histerese locais foram medidos fornecendo, naquela época, evidências de propriedades magnéticas locais tais como movimento de paredes de domínios e rotação de spins. A resolução magnética do sistema era da ordem de 200nm . Porém, o sistema como um todo apresentava muitos ruídos tanto de origem mecânica como eletrônica que tornavam difícil a reprodutibilidade dos resultados até então obtidos.

Com o início desse projeto, não havia razão para continuar a estudar objetos de mesmas dimensões já realizadas pelo Dr. Jeroen Schoenmaker. O novo desafio passou a ser estudar objetos de dimensões menores que $2 \mu\text{m}$, objetivando trazer o SNOM-MO para a escala nanométrica. Nesse novo contexto, novas dificuldades surgiram. Aparentemente quanto menor o tamanho do objeto a ser estudado mais difícil é a tomada de medidas. A existência de uma menor quantidade de material magnético sobre a amostra ou o surgimento de fenômenos de interferência na parte ótica do sistema (descrito na secção 4.1.1) contribuem para esta dificuldade. O contraste magnetoóptico se tornou mais sutil fazendo primordial a otimização do sistema na relação sinal/ruído.

A obtenção do primeiro mapeamento micromagnético experimental em parte de um objeto de $2 \mu\text{m}$, com resolução melhor do que 125nm , demonstra a evolução instrumental e o patamar de domínio da técnica em que nos encontramos atualmente com o SNOM-MO. A realização deste representa um conjunto de resultados sistemáticos sem precedentes na área de microscopia magnetoóptica em campo próximo e na área de magnetismo como um todo. O principal resultado verificado foi a constatação da existência das duas quiralidades existentes em uma estrutura de domínios de fechamento e a estatística por detrás de seu mecanismo de funcionamento. Verificamos que essa estatística tem uma forte dependência do histórico

magnético do objeto, bem como é influenciado por *pinnings* existentes no objeto de análise. Desse estudo também foi introduzida uma interessante discussão acerca de alguns conceitos como campos de reversão locais, que teriam o mesmo significado físico da “coercividade local”.

Outro resultado que corrobora a evolução da técnica do SNOM foi a visualização de imagens de domínios a partir de imagens óticas convencionais em estruturas de algumas dezenas de micrometros, resultados estes possíveis somente pelo melhor controle no sistema de polarização da luz

5.2 - Perspectivas Futuras

A resolução e a sensibilidade do SNOM-MO faz dele um poderoso instrumento com numerosas possibilidades de utilização. Porém, para que esta técnica entre definitivamente na escala nanoscópica se faz necessário melhorar a sua resolução, ou seja, tem-se que diminuir o tamanho da abertura ótica na extremidade da sonda. Contudo, a diminuição da abertura luminosa implicaria na diminuição da quantidade de luz que seria emitida pela ponta, que por sua vez tornariam os níveis de sinais da parte ótica mais baixos e mais próximos dos níveis de ruído do sistema. Com o objetivo de contornar essa questão, seria interessante incorporar ao modo de operação do sistema ótico do SNOM-MO efeitos de ressonâncias plasmônicas na sua ponta que aumentariam o sinal eletromagnético da luz que é emitido pela sonda [Jan05, Bou03]. Uma forma de incorporar esses efeitos na parte ótica seria através da criação de uma estrutura “*bow-tie*” [Cub06, Mus07, Wan07] na extremidade da ponta. Esta estrutura é composta por dois triângulos laterais com dimensões entre 100 e 200nm e com um espaçamento central entre os triângulos de aproximadamente 30nm. Esta construção, corresponde a uma nanoantena que pode ser sintonizada na região vermelha do espectro. Por ser uma antena, este dispositivo além de concentrar os campos eletromagnéticos da onda na sua região central, também funcionaria como um filtro de polarização para a luz emitida pela

ponta, em campo próximo. A confecção desta seria feita, após a metalização com Au em toda a extremidade da sonda, utilizando os recursos do FIB que criaria uma abertura na camada metálica no formato de uma antena "bow-tie". Assim, esperaríamos obter uma melhora resolução magnética do sistema, além do aumento do nível de sinal e um melhor controle da polarização da luz.

Ainda este ano, estará sendo montada uma nova unidade do SNOM-MO cujo sistema de controle contará com mais canais de entrada para a obtenção de medidas. Além disso, por se tratar de uma instrumentação nova, os níveis de ruídos deverão ser menores, proporcionando uma maior estabilidade de aquisição de dados. O grupo aproveitará o *know-how* adquirido durante os últimos anos para o aperfeiçoamento da montagem do mesmo.

6. Conclusões

Após análise dos resultados obtidos concluímos que:

- Neste trabalho houve um melhor domínio nas técnicas litográficas para a preparação de objetos magnéticos com dimensões sub-microscópicas, objetivando que estes não apresentassem bordas arredondadas. Para tanto foi desenvolvido um novo procedimento de litografia por feixe de elétrons com resiste negativo e por corrosão química.
- Todos os resultados obtidos foram possíveis após a otimização instrumental do SNOM tanto na parte ótica, eletrônica e mecânica. Essa necessidade surgiu a partir da diminuição do tamanho do objeto de estudo que fez com que o contraste magnetoóptico se tornasse mais sutil tornando primordial a otimização do sistema na relação sinal/ruído.
- O SNOM-MO demonstrou ser uma técnica eficiente na obtenção de um mapa de ciclos de histerese locais sobre um objeto litografado com resolução melhor que 125nm, que foi o espaçamento entre cada posição de medida. Desse mapeamento verificou-se que para cada ponto, em geral, havia mais de um ciclo de histerese que caracterizava o comportamento magnético naquela posição, para os quais se pode levantar uma análise estatística para cada um desses comportamentos.
- Da análise estatística, verificamos que para a amostra analisada, as curvas de histerese que ocorrem com maior frequência nos trazem informações de uma estrutura de domínios de fechamento com quiralidade no sentido horário. Já as curvas de histerese menos frequentes corresponderam a uma estrutura de fechamento com sentido anti-horário.
- A atual configuração do SNOM-MO permitiu a obtenção de informações de duas componentes distintas da polarização da luz e conseqüentemente de duas componentes da magnetização (M_x e M_y). Esse fato nos possibilitou a primeira análise micromagnética absolutamente experimental. Além do filme do vetor magnetização construiu-se um mapa

das características magnéticas locais tais como dos campos de reversão referentes à região medida.

- A troca do sistema ótico de medida possibilitou um controle mais preciso da polarização da luz do sistema, possibilitando a visualização das primeiras imagens de domínios a partir das imagens óticas convencionais com a técnica do SNOM-MO.
- As pontas produzidas pelo FIB apresentaram um controle mais preciso da polarização da luz, além de mostrarem uma maior estabilidade nos sinais óticos. Isso demonstra a potencialidade da obtenção de bons resultados com maior frequência a partir de sondas produzidas por essa técnica.

Referências (em ordem alfabética do primeiro autor)

- [Abb73] E. ABBE, *Betrage sur Theorie der Microscope und der Microscopischen Wahrnehmung*, **Arch. Mikrosk. Anat.** 9 (1873) 413-468.
- [Ade99] Ch. ADELMANN, J. HETZLER, G. SCHEIBER, Th. SHIMMEL, and M. WEGENER, *Experiments on the depolarization near-field scanning optical microscope*, **Appl. Phys. Lett.**, 74 (1999) 179.
- [Alb91] T.R. ALBRECHT, P. GRUTTER, D. HORNE, D. RUGAR, **Appl. Phys. Lett.** 69 (1991) 668.
- [Alv07] L. M. ALVARES PRADO, Y. SOUCHE, R. CARMINATI, *Probing the transverse magneto-optical Kerr effect at the nanoscale*, **Phys. Stat. Sol. (a)**, 6, 1956 –1961 (2007).
- [And06] N. ANDERSON, P. ANGER, A. HARTSCHUH, L. NOVOTNY, *Subsurface Raman imaging with nanoscale resolution*, **Nano Lett.**, 8 (2006).
- [Ant07] T. ANTOSIEICZ, T. SZOPLIK, *Description of near- and far- field light emitted from a metal-coated tapered fiber tip*, **Optics Express**, 15 (12), 2007.
- [Bao04] S. BAOLONG, A. INOUE, C. CHANG, *Superhigh streng and good soft-magnetic properties of (Fe, Co)-B-Si- Nb bulk glassy alloys with high glass-forming ability*, **Appl. Phys. Lett.** 85 (2004) 179.
- [Bet44] H.A. BETHE, **Phys. Rev.**, 66, 163 (1944).
- [Bol04] M.B.W. BOLTE, G. MEIER, *Simulation of Micromagnetic Phenomena*, **Proceedings 18th European Simulation Multiconference**, 2004.
- [Bou03] A. BOUHELIER, J. RENGIER, M.R. BEVERSLUIS, L. NOVOTNY, *Plasmon-coupled tip-enhanced near-field optical microscopy*, **Journal of microscopy**, 210, (2003) 220-224.
- [Bou50] C.J. BOUWKAMP, **Philips Research Reports** 5, 321 (1950).
- [Bor02] M. BORN, E. WOLF, *Principles of Optics, Electromagnetic Theory of Propagation Interference and Diffraction of Light*, 6^a edição, Editora Pergamon Press, 453.
- [Car98] R. CARMINATI, M.N. VESPERINAS, J.J. GREFFET, *Recopcity of evanescent eletromagnetic waves*, **J. Opt. Soc. Am. A**, 15(3), mar 1998.

- [Cas95] A. CASTIAUX, A. DEREUX, J.P. VIGNERON, C. GIRARD, O.J.F. MARTIN, *Electromagnetic fields in two-dimensional models of near-field optical microscope tips*, **Ultramicroscopy**, 60(1) 1995, 1-9.
- [Cha07] C. CHAPPERT, A. FERT, F. NGUYEN, *The emergence of spin electronics in data storage*, **Nature Materials**, 6 (2007) 813-824.
- [Che05] S. CHERIFI, R. HERTEL, H. ANG, R. BELKHOU, A. LOCATELLI, S. HEUN, A. PAVLOVSKA, E. BAUER. *Virgin domain structures in mesoscopic Co patterns: Comparison between simulation and experiments*, **J. Appl. Phys.**, 98 (2005).
- [Chi84] S. CHIKAZUMI, *Physics of Ferromagnetism*, Tokyo, Magnetic Characteristics and Engineering Application, Syokabo, Tokyo, 1984.
- [Cou94] D.COURJON, C. BAINIER, *Near Field Microscopy and near field optics*, **Rep. Pro. Phys.**, 57 (1994) 989-1028.
- [Cou01] D. COURJON, C. BAINIER, *Le champ proche optique – Théorie et applications*- Editora Springer.
- [Cou06] H. COUFAL, L. DHAR, C.D.MEE, *Materials for magnetic data storage: The ongoing quest for superior magnetic materials*, **Mat. Research**, 31 (5) 2006.
- [Cub06] E. CUBKCU, E. A. KORT, K. B. CROZIER, F. CAPASSO, **Appl. Phys. Lett.**, 89 (2006), 93120.
- [Cul94] B.D. CULLITY, *Introduction to Magnetic Materials*, Addison Wesley Publishing Company, 1994, pg 287.
- [Dun99] R.C. DUNN, *Near-Field Scanning Optical Microscopy*, **Chem. Rev**, 99 (1999) 2891-2927.
- [Fre99] G.V. FREYMAN, Ch. ADELMANN, G. SCHEIBER, Th. SCHIMMEL, M. WEGENER, *The depolarization near-field scanning optical microscope: comparison of experiment and theory*, **J.Microscopy** 194 (1999) 491.
- [Fre04] H. G. FREY, S. WITT, K. FELDERER, R. GUCKENBERGER, *High-Resolution Imaging of Single Fluorescent Molecules ith the Optical Near-Field of a Metal tip*. **Phys. Rev. Lett.**, 93 (20) nov 2004.
- [Fru05] O. FRUCHAR, A. THIAVILLE, *Magnetism in reduced dimensions*, **C. R. Physique**, 6 (2005), 921-933.

- [Gre97] J. J. GREFFET, R. CARMINATI, *Image Formation in Near-Field Optics*, **Progress in Surface Science**, 56 (3), 133-237, 1997.
- [Hei27] W. H. HEISENBERG, **Z. Phys.** 43, (1927)172-199.
- [Her05] R. HERTEL, *Magnetic domains in mesoscopic ferromagnets: simulations and experiments*, **IFF Scientific Report**, 66 (2005).
- [Hub98] A. HUBERT, R. SCHÄFER, *Magnetic Domains: The Analysis of Magnetic Microstructures*, Springer-Verlag, Berlin, 1998.
- [Ino03] A. INOUE, B. L. SHEN, H. KOSHIBA, H. KATO, A. R. TAVARI, **Nat. Mater.**, 2, 661 (2003).
- [Jan05] N.A. JANUNTS, K.S. BAGHDASRYAN, Kh. V. NERKARARYAN, B. HECHT, *Excitation and superfocusing of surface Plasmon polaritons on a silver-coated fiber tip*, **Optics Communications**, 253 (2005) 118-124.
- [Jub03] P.O. JUBERT, J.C. TOUSSAINT, O. FRUCHART, C. MEYER, Y. SAMSON, *Flux-closure-domain states and demagnetizing energy determination in su-micron size magnetic dots*, **Europhys. Lett.**, 63 (1), 2003, 132-138.
- [Ker77] J. KERR, **Phil. Mag.**, 339 (1877).
- [Lan85] LANDAU, LIFSHITZ, *Electrodynamics of Continuous Media*, 2ª edição, Course of theoretical Physics , 308 a 309.
- [Lin06] X.M. LIN, A.C.S. SAMIA, *Synthesis, assembly and physical properties of magnetic nanoparticles*,. **J. Magnetism and Magnetic Materials**, 305 (2006).
- [Kar00] K. KARRAI, X. LORENZ, L.NOVOTNY, *Enhanced reflectivity contrast in confocal solid immersion lens microscopy*. **Appl. Phys. Lett.**, 77 (21) nov 2000, 3459.
- [Mar87] Y. MARTIN, C.C. WILLIAMS, H.H. WICKRAMASINGHE, **Appl. Phys. Lett.**, 61 (1987)4723.
- [Mar94] O. MARTIN, A. DEREUX, Ch. GIRARD, *Interactive scheme for computing exactly the total field propagating in dielectric structures of arbitrary forms*, **J. Opt. Soc. Am A**, 11 (1994) 1073-1080.
- [Mel07] J. MELNGAILIS, *Critical Review: focused ion beam technology and applications*, **J. Vac. Sci. Technol. B**, 5 (2007) 469.

- [Mor05] J. MORVILLE, J. LIU, A. CALLEGARI, M. CHERGUI, *Q-factor optimization of a tuning-fork/fiber sensor for shear force detection*, **Appl. Phys. Lett.**, 86 (2005) 64103.
- [Mus07] O. L. MUSKENS, V. GIANNINI, J. A. SANCHEZ-GIL, J. G. RIVAS, **NanoLett.**, 7-9 (2007) 2871.
- [Nov94] L. NOVOTNY, D.W. POHL, P. REGLI, *Light propagation through nanometer-sized structures: the two-dimensional aperture scanning near-field optical microscope*, **J. opt. Soc. Am. A**, 11, 1768-1779 (1994).
- [Nov06] L. NOVOTNY, S. STRANICK, *Near-Field Optical Microscopy and Spectroscopy with pointed probes*. **Annu. Rev. Phys. Chem.**, 57 (2006) 303-331.
- [Oku02] T. OKUNO, *MFM study of magnetic vortex cores in circular permalloy dots: behavior in external field*, **Journal of Magnetism and Magnetic Materials**, 240 (2002) 1-6.
- [Oom99] M.J. DONAHUE, 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*, Magnetic Properties of Mater, Turin, World Scientific, (1986) 335.
- [Poh84] D.W. POHL, W. DENK, M. LANZ, *Optical stethoscopy: image recording with a resolution $\lambda/20$* . **Appl. Phys. Lett.**, 44, 651-653 (1984).
- [Pon03] V. PONNAMBALAM, S.J. PONN, G.J. SHIFLET, V.M. KAPPENS, R. TAYLOR, G. PETCULESCU, **Appl. Phys. Lett.**, 83 (2003) 1131.
- [Ray96] L. RAYLEIGH, *On the theory of optical images with special reference to the microscope*. **Philos. Mag.**, 5 (42) 167-195 (1896).
- [Rey01] S. REYNTJENS, R. PUERS, *A review of focused ion beam applications in microsystem technology*. **J. Micromech. Microeng.**, 11 (2001) 287-300.
- [Rob87] A. ROBERTS, *Electromagnetic theory of diffraction by a circular aperture in a thick perfectly conducting screen*, **J. Opt. Am. Soc. A**, 4, 1970-1983 (1987).
- [Rob92] A. ROBERTS, *Small hole coupling of radiation into a near-field probe*, **J. Appl. Phys.** 70, 4045-4049 (1992).

- [San98] A. D. SANTOS, A.P.B. TUFAILE, L.G.C. MELO, C.E.Santi, *Técnicas Magnetoópticas em Magnetometria*, Apostila da 1ª Escola de Magnetismo, Parte 10, IFUSP.
- [Sch03] J. SCHOENMAKER, M.S. LANCAROTTE, A.C. SEABRA, L.C. SAMPAIO, Y. SOUCHE, A.D. SANTOS, *Local magnetic study through magneto-optics and scanning near-field optical microscopy*. **Acta Microscopica**, 12A(2003) 66.
- [Sch04] J. SCHOENMAKER, M.S. LANCAROTTE, A.C. SEABRA, Y. SOUCHE, A.D. SANTOS, *Magnetic Characterization of Microscopic Particles by MO-SNOM*. **J. Microscopy**, 214-1(2004) 22.
- [Sch05] J. SCHOENMAKER, A.C. SEABRA, Y. SOUCHE, A. THIIVILLE, J. FERRÉ, A.D. SANTOS, *Local hysteresis loop measurements by magneto-optical scanning near-field optical microscope*. **J. Appl. Phys.**, 98(2005).
- [Sch05] J. SCHOENMAKER, TESE DOUTORADO, FAPESP, Desenvolvimento de um Microscópio Ótico e Magnetoótico de Varredura em Campo Próximo, IFUSP, 26/04/2005.
- [Sch06] J. SCHOENMAKER, A.D. SANTOS, Y. SOUCHE, A.C. SEABRA, L.C. SAMPAIO, *Imaging of domain wall motion in small magnetic particles through near-field microscopy*. **Applied Physics Letters**, 88(6):062506, 2006
- [Shu99] G.T. SHUBEITA, S.K. SEKATSKII, M. CHERGUI, G. DIETLER, V.X. LETOKHOV, *Investigation of nanolocal fluorescence resonance energy transfer for scanning probe microscopy*. **Appl. Phys. Lett.**, 74 (23) jun 1999, 3453.
- [Sko03] R. SKOMSKI, *Nanomagnetic*, **Journal of Physics Cond. Matter**, 15 (2003) 841-896.
- [Sto00] R.M. STOCKLE, V. DECKERT, C. FOKAR, D. ZEISEL, R. ZENOBI, *Sub-wavelength Raman spectroscopy on isolated silver islands*. **Vibrational Spectroscopy**, 22 (2000) 39-48.
- [Syn28] E. H. SYNGE, *A suggested model for extending microscopic resolution into ultra- microscopic region*. **Philos. Mag.**, 6 356-362 (1928).
- [Syn31] E. H. SYNGE, **Philos. Mag.**, 11 (1931) 65-80.
- [Tho08] S.M. THOMPSON, *The discovery, development and future of GMR: The Nobel Prize 2007*, **J. Phys. D** 41 (9) 2008.
- [Tuf96] A. P. B. TUFAILE, DISSERTAÇÃO DE MESTRADO, FAPESP, O Magnetômetro A Efeito Kerr Em Baixas Temperaturas e O Filme Amorfo de Dy-Co, IFUSP, 1996.

-
- [Vaz08] C.A.F. VAZ, J. A.C.BLAND, G. LAUHOFF, *Magnetism in ultrathin film structure*, **Rep. Prog. Phys.**, 71 (2008).
- [Vog92] J. M. VOGOREUX, D. COURJON, *Detection of nonradiative fields in light of the Heisenberg uncertainty principle and the Rayleigh criterion*, **Appl. Opt.**, 31(16), 1 june 1992.
- [Wal02] J.WALFORD, J.A. PORTO, R. CARMINATI, J.J. GREFFET, *Theory of near-field magneto-optical imaging*, **J. Opt. Soc. Am. A**, 19(3), 2002, 572-583.
- [Wan03] J.J. WANG, D.A. SMITH, D. N. BATCHELDER, Y. SAITO, J. KIRKHAM, C. ROBINSON, K. BALDIN. G. LI, B. BENNETT, *Apertureless near-field Raman spectroscopy*. **J. Microscopy**, 210 (3) jun 2003, 330-333.
- [Wan07] L. WANG, X. XU, **Appl. Phys. A**, 89 (2007) 293.
- [Web98] S. WEBSTER, D.N. BATCHELDER, D.A. SMITH, *Submicron resolution measurement of stress in silicon by near-fiel raman spectroscopy*. **Appl. Phys. Lett.**, 72 (12) mar 1998, 1478.
- [Wol85] E. WOLF, M.N. VESPERINAS, *Analyticity of the angular spectrum amplitude of scattered fields and some of its consequences*. **J. Opt. Soc. Am. A.**, 2(6), 1985.
- [Zhu02] X. ZHU, P. GRUTTER, V. METLUSHKO, B. ILIC, *Magnetization reversal and configurational anisotropy of dense permalloy dot arrays*. **J Appl. Phys. Lett.**, 80(25), 2002.

Apêndice A: Teorema da Reciprocidade

Demonstramos nesse apêndice todo o desenvolvimento do Teorema da Reciprocidade que foi utilizado como base para descrever o processo de interação ponta/amostra descrito na secção 2.2.2. Porém este mesmo teorema pode ser enunciado de formas diferentes [Car98, Lan85] mas equivalente ao que será descrito aqui.

Na situação 1, seja V_1 uma fonte volumétrica com densidade de corrente $\mathbf{J}_1(\mathbf{r})$ que irradia com uma frequência ω . Vamos chamar $\mathbf{E}_1(\mathbf{r})$ e $\mathbf{H}_1(\mathbf{r})$ os campos criados por esta fonte em presença de um difusor descrito por seus tensores constitutivos $\mathbf{\epsilon}(\mathbf{r}, \omega)$ e $\mathbf{\mu}(\mathbf{r}, \omega)$. Na situação 2, seja V_2 uma fonte volumétrica de densidade de corrente $\mathbf{J}_2(\mathbf{r})$ irradiando na mesma frequência ω . Chamaremos $\mathbf{E}_2(\mathbf{r})$ e $\mathbf{H}_2(\mathbf{r})$ os campos criados por esta fonte na presença do mesmo difusor.

Os campos em cada situação satisfazem as equações de Maxwell, onde para $k = 1, 2$ temos:

$$\nabla \times \mathbf{E}_k = i\omega \mathbf{B}_k \quad (\text{A1}_k)$$

$$\nabla \times \mathbf{H}_k = \mathbf{J}_k - i\omega \mathbf{D}_k \quad (\text{A2}_k)$$

que juntamente com as relações abaixo e as propriedades que descrevem qualquer material :

$$\mathbf{D}_k(\mathbf{r}) = \epsilon_0 \mathbf{\epsilon}(\mathbf{r}, \omega) \mathbf{E}_k(\mathbf{r}) \quad (\text{A3}_k)$$

$$\mathbf{B}_k(\mathbf{r}) = \mu_0 \mathbf{\mu}(\mathbf{r}, \omega) \mathbf{H}_k(\mathbf{r}) \quad (\text{A4}_k)$$

Fazendo $\mathbf{H}_2 \cdot (\text{A1}_1) - \mathbf{E}_1 \cdot (\text{A2}_2)$, temos:

$$\mathbf{H}_2 \cdot \nabla \times \mathbf{E}_1 - \mathbf{E}_1 \cdot \nabla \times \mathbf{H}_2 = i\omega \mathbf{H}_2 \cdot \mathbf{B}_1 - \mathbf{E}_1 \cdot \mathbf{J}_2 + i\omega \mathbf{E}_1 \cdot \mathbf{D}_2 \quad (\text{A5})$$

Por outro lado, fazendo $\mathbf{E}_2 \cdot (\text{A2}_1) - \mathbf{H}_1 \cdot (\text{A1}_2)$ obtemos:

$$\mathbf{E}_2 \cdot \nabla \times \mathbf{H}_1 - \mathbf{H}_1 \cdot \nabla \times \mathbf{E}_2 = \mathbf{E}_2 \cdot \mathbf{J}_1 - i\omega \mathbf{E}_2 \cdot \mathbf{D}_1 - i\omega \mathbf{H}_1 \cdot \mathbf{B}_2 \quad (\text{A6})$$

Agora fazendo (A5) + (A6), temos a seguinte igualdade para cada ponto $\mathbf{r}$:

$$\begin{aligned} (\mathbf{H}_2 \cdot \nabla \times \mathbf{E}_1 - \mathbf{E}_1 \cdot \nabla \times \mathbf{H}_2) + (\mathbf{E}_2 \cdot \nabla \times \mathbf{H}_1 - \mathbf{H}_1 \cdot \nabla \times \mathbf{E}_2) &= i\omega (\mathbf{B}_1 \cdot \mathbf{H}_2 - \mathbf{H}_1 \cdot \mathbf{B}_2) \\ &\quad - i\omega (\mathbf{D}_1 \cdot \mathbf{E}_2 - \mathbf{E}_1 \cdot \mathbf{D}_2) + \mathbf{J}_1 \cdot \mathbf{E}_2 - \mathbf{J}_2 \cdot \mathbf{E}_1 \end{aligned} \quad (\text{A7})$$

Usando a seguinte identidade vetorial $\nabla \cdot (\mathbf{u} \times \mathbf{v}) = \mathbf{v} \cdot \nabla \times \mathbf{u} - \mathbf{u} \cdot \nabla \times \mathbf{v}$, podemos reescrever o lado esquerdo da equação (A7) como:

$$\nabla \cdot (\vec{E}_1 \times \vec{H}_2 - \vec{E}_2 \times \vec{H}_1) \quad (A8)$$

Também podemos notar que parte do lado direito da equação (A7) pode ser reescrito usando as equações (A3_k) e (A4_k):

$$\begin{aligned} \vec{B}_1 \cdot \vec{H}_2 - \vec{H}_1 \cdot \vec{B}_2 - \vec{D}_1 \cdot \vec{E}_2 + \vec{E}_1 \cdot \vec{D}_2 &= \mu_0 \vec{\mu} \vec{H}_1 \cdot \vec{H}_2 - \vec{H}_1 \cdot \mu_0 \vec{\mu} \vec{H}_2 - \epsilon_0 \vec{\epsilon} \vec{E}_1 \cdot \vec{E}_2 + \vec{E}_1 \cdot \epsilon_0 \vec{\epsilon} \vec{E}_2 = \\ &= \mu_0 \vec{\mu} (\vec{H}_1 \cdot \vec{H}_2 - \vec{H}_1 \cdot \vec{H}_2) + \epsilon_0 \vec{\epsilon} (\vec{E}_1 \cdot \vec{E}_2 - \vec{E}_1 \cdot \vec{E}_2) = 0 \end{aligned}$$

onde na penúltima passagem foi usado que os tensores $\vec{\mu}$ e $\vec{\epsilon}$ são simétricos e na última passagem que o produto escalar é comutativo. Assim, substituindo a equação acima e (A8) em (A7) teremos:

$$\nabla \cdot (\vec{E}_1 \times \vec{H}_2 - \vec{E}_2 \times \vec{H}_1) = \vec{E}_2 \cdot \vec{J}_1 - \vec{E}_1 \cdot \vec{J}_2 \quad (A9)$$

Integrando (A9) num volume V esférico de raio R obtemos:

$$\int_V \nabla \cdot (\vec{E}_1 \times \vec{H}_2 - \vec{E}_2 \times \vec{H}_1) dV = \int_V (\vec{E}_2 \cdot \vec{J}_1 - \vec{E}_1 \cdot \vec{J}_2) dV \quad (A10)$$

Usando o teorema de Gauss no lado esquerdo de (A10) obtemos:

$$\int_{\partial V} (\vec{E}_1 \times \vec{H}_2 - \vec{E}_2 \times \vec{H}_1) \cdot \hat{n} dA = \int_V (\vec{E}_2 \cdot \vec{J}_1 - \vec{E}_1 \cdot \vec{J}_2) dV \quad (A11)$$

Fazendo $R \rightarrow \infty$, temos que tanto $|\vec{E}|_h$ quanto $|\vec{H}|_k$ é da ordem de r^{-1} e portanto

$|\vec{E} \times \vec{H}| = r^{-2}$, logo fazendo $r \rightarrow \infty$ o lado esquerdo de (A11) se anula, logo:

$$0 = \int_V (\vec{E}_2 \cdot \vec{J}_1 - \vec{E}_1 \cdot \vec{J}_2) dV \quad (A12)$$

Notando que $\vec{J}_1 = 0$ fora de V_1 e que $\vec{J}_2 = 0$ fora de V_2 , obtemos a equação final que é referida quando se cita o Teorema da Reciprocidade:

$$\int_{V_1} \vec{E}_2 \cdot \vec{J}_1 dV = \int_{V_2} \vec{E}_1 \cdot \vec{J}_2 dV \quad (A13)$$

No caso de pontos dipolares podemos reescrever a densidade de corrente $\vec{J}_k(\vec{r})$ por:

$$\vec{J}_k(\vec{r}) = -i\omega \vec{p}_k \delta(\vec{r} - \vec{r}_k) \quad (A14)$$

e portanto (A13) por ser escrita como:

$$\vec{p}_1 \cdot \vec{E}_2(\vec{r}_1) = \vec{p}_2 \cdot \vec{E}_1(\vec{r}_2) \quad (A15)$$