

Luana Carina Benetti

**Desenvolvimento de nano-osciladores utilizando
litografia de máscaras duras de TiW**

Tese submetida ao Programa de Pós-Graduação em Física da Universidade Federal de Santa Catarina, como requisito para obtenção do título de Doutor em Física.

Orientador: Prof. Dr. Alexandre Da Cas Viegas

Co-orientador: Prof. Dr. André Avelino Pasa

Florianópolis – SC
2016

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor,
através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Universitária da UFSC.

Benetti, Luana Carina

Desenvolvimento de nano-osciladores utilizando
litoqrafia de máscaras duras de TiW / Luana Carina
Benetti ; orientador, Alexandre Da Cas Viegas ;
coorientador, André Avelino Pasa. - Florianópolis, SC, 2016.
118 p.

Tese (doutorado) - Universidade Federal de Santa
Catarina, Centro de Ciências Físicas e Matemáticas.
Programa de Pós-Graduação em Física.

Inclui referências

1. Física. 2. Nano-osciladores. 3. Nanofabricação. 4.
Transferência de torque de spin. 5. Magnetorresistencia
túnel . I. Da Cas Viegas, Alexandre . II. Pasa, André
Avelino. III. Universidade Federal de Santa Catarina.
Programa de Pós-Graduação em Física. IV. Título.

Desenvolvimento de nano-osciladores utilizando litografia de máscaras duras de TiW

Luana Carina Benetti

Esta Tese foi julgada adequada para a obtenção do título de **DOUTOR EM FÍSICA**, na área de concentração **Física da Matéria Condensada e Mecânica Estatística** e aprovada em sua forma final pelo Programa de Pós-Graduação em Física.



Prof. Dr. Alexandre da Cas Viegas
(UFSC - orientador)



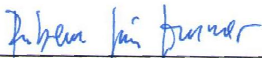
Ivan Helmuth Bechtold
(UFSC - Coordenador do Programa)



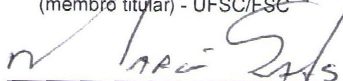
Prof. Dr. Alexandre da Cas Viegas
(UFSC - presidente)




Prof. Dr. Ivan Helmuth Bechtold
(membro titular) - UFSC/FSC



Dr. Rubem Luis Sommer
(membro externo) - CBPF/EXP



Prof. Dr. Márcio Santos
(membro titular) - UFSC/FSC



Prof. Dr. Giovanni Zangari
(membro externo) - University of Virginia



Dr. Rafael Domingues Della Pace
(membro titular) - UFSC/FSC

Prof. Dr. Milton Andre Tumelero
(membro suplente) - UFRGS/IF

Agradecimentos

Gostaria de agradecer a todos que contribuíram, direta ou indiretamente, para a realização deste trabalho, de maneira especial:

Ao Prof. Alexandre Da Cas Viegas, pela confiança, orientação, pelas discussões, infinita paciência e é claro, pela amizade.

Ao Prof. André Avelino Pasa, por ter me aceito em seu laboratório e principalmente por ter-me proporcionado a realização do estágio sanduíche em Braga, através de seu projeto. Pela confiança, paciência, discussões e orientações.

Ao Prof. Paulo Freitas, por ter-me aceito no INL e em seu grupo de pesquisa. Assim como ao pesquisador Dr. Ricardo Ferreira, que me acompanhou mais de perto durante minha estadia no INL, sempre a me ensinar, discutir e guiar-me.

Agradeço aos meus pais, Leoni e Vilmar, pelo carinho, amor e incentivo de sempre seguir em frente. Aos meus irmãos, Beatris e Vilmar, também responsáveis pelo o que sou hoje e que amo infinitamente.

Ao meu companheiro de coração Fabrício, amigo inevitável de todas as horas, não apenas pelo apoio emocional, constante incentivo, carinho e paciência. Mas também, que por ser físico, contribuiu com inúmeras discussões para este trabalho.

Ao colega e amigo de grupo do INL Diogo, que muito me ensinou, estando sempre presente e disposto a ajudar com bom humor. Assim como aos demais colegas e técnicos do INL: Tareq, Tim, Mariam, Elvira, Jérôme, Elder...

A todos os “brazucas”: Henrique, Daniel (compadre), Silvia (comadre), Grillo, Cássia, Roberta, Júnior... que tornaram meus dias em Braga muito mais alegres.

Aos colegas e amigos do LFFS, Milton, Cristiani, Kenia, Jeison, Sabrina, Bruna, Vinícius, Paloma, Cristian, Kleber, Silvia, e outros que estão ou que passaram por aqui, pelas discussões e auxílios, pelos cafês e muitas risadas.

Ao colega e amigo Iuri, que realizou alguns dos experimentos deste trabalho no INL, após o meu retorno de Portugal.

A coordenação e secretaria do Programa de Pós-Graduação em Física, pelos inúmeros auxílios.

À CAPES e CNPQ pelo suporte financeiro.

Resumo

Nano-osciladores de torque de spin (STNOs) são dispositivos baseados no fenômeno de transferência de torque de spin (STT), que consiste na transferência de momento para magnetização local de camadas magnéticas, a partir de uma corrente elétrica polarizada em spin. A geometria de nanopilar tem sido amplamente utilizada para estudos de STT, devido à sua pequena dimensão lateral e possibilidade de utilização da dimensão vertical para o transporte de elétrons. Normalmente, o processo de fabricação de nanopilares envolve litografia por feixe de elétrons e corrosão por *ion milling*, que gera redeposição do material ejetado da superfície da amostra e efeito de sombra devido ao ângulo de incidência do feixe de íons. Neste trabalho foram fabricados e caracterizados STNOs, com o uso de máscaras duras (MD) de TiW. Primeiramente, foram estabelecidas condições de corrosão por RIE para o TiW, que proporcionaram obter máscaras duras com bom perfil lateral e sem irregularidades na camada de referência para parar a corrosão (*stop layer*). As máscaras foram então incorporadas ao processo de fabricação dos STNOs, sendo fabricados dispositivos com dimensão lateral de 50 a 250 nm. As propriedades estruturais, estáticas e dinâmicas foram investigadas para os diferentes tamanhos. Foi possível obter razões de magnetoresistência túnel (TMR) superiores a 100%, com produto resistência x área (RA) entre 2,3 e 4 $\Omega \cdot \mu\text{m}^2$. Não foram observados padrões de redeposição nas medidas de TMR vs. RA ou nas imagens de STEM com perspectiva lateral dos nanopilares. Foi observada uma dependência da TMR e RA com o tamanho dos dispositivos, que foi relacionada a defeitos na estrutura cristalina do MgO, possivelmente causado pela difusão de boro e ou oxigênio. Defeitos na rede cristalina podem dificultar o tunelamento coerente dos elétrons, prejudicando a TMR e reduzindo a RA. A partir de micrografias de HRTEM, foi possível identificar a camada cristalina de MgO, mas não foi possível determinar a distância interplanar e o conseqüente plano cristalino. As geometrias circular de 150nm de diâmetro e a elíptica de dimensão 100 x 250 nm, foram as que melhor apresentaram emissão de sinal RF, com um único pico bem definido de emissão. A potência de emissão obtida foi na ordem de 23 nW e foi possível atingir valores de largura do pico a meia altura de 54 MHz. Os dispositivos também indicaram ter altos valores de tensão de ruptura de barreira (> 0,8 V).

Abstract

Spin-transfer nano-oscillators (STNOs) are devices based on spin transfer torque phenomenon (STT), which consists in momentum transfer to magnetic layers, from spin polarized currents. The nanopillar geometry has been widely used for STT studies, because of its reduced lateral dimension and possibility of having electron transport in the vertical dimension. Usually, the process of fabrication of nanopillars involves electron beam lithography and ion milling etching, that last process promote the re-deposition on side walls of ejected material from sample surface and shadow effect due to incidence angle of the beam. On the other hand, reactive ion etching (RIE) is anisotropic and the material ejected from surface sample react with gases present in chamber and is removed from it. In this work STNOs produced by TiW hard masks were characterized. Firstly, RIE etching conditions for TiW were established, allowing to have hard masks with good lateral profile and without irregularities in the reference stop layer for corrosion. The masks were then incorporated into the manufacturing process of STNOs and devices were produced with lateral dimension varying from 50 to 250 nm. The structural, static and dynamics properties were investigated for different sizes of the pillars. It was possible to obtain large values of tunnel magnetoresistance (TMR) higher than 100 %, with small resistance x area (RA) between 2.3 and 4 $\Omega \cdot \mu\text{m}^2$. No re-deposition patterns in TMR vs. RA measurements or in STEM cross-section images were observed. A dependence of TMR and RA on the size of devices was observed and assumed to be related to defects in MgO crystalline structure, possibly due to boron or oxygen diffusion. Defects on crystal lattice could difficult the coherent tunneling of electrons, damaging the TMR and reducing RA. From HRTEM micrographs was possible to identified that MgO layer is crystalline, but was not to determine the interplanar distance and consequently the crystal planes. The circular geometries with 150 nm diameter and elliptical with 100 x 250 nm size, were those that present the best results of radio frequency (RF) emission signal, with a single well defined peak with a linewidth of 54 MHz. The emitted output power was about 23 nW for devices with high values of rupture breakdown voltage ($> 0.8\text{V}$). These results were obtained without using synthetic antiferromagnetic layer.

Índice de figuras

- Figura 1: Mudança da resistência devido a aplicação de um campo magnético externo em multicamadas de Fe/Cr. (a) alinhamento paralelo das magnetizações das camadas FM, (b) alinhamento antiparalelo. Adaptado da referência [1]...... 28
- Figura 2: (a) Representação das bandas de energia para os orbitais s e d para um metal não magnético e em (b) para um ferromagnético. 29
- Figura 3: Esquema do efeito GMR em uma estrutura composta por duas camadas ferromagnéticas (FM) espaçadas por um metal não magnético (NM) para as configurações (a) paralela e (b) antiparalela. Os elétrons fluem da esquerda para a direita e uma representação do circuito equivalente é apresentada em cada caso..... 30
- Figura 4: (a) estrutura de uma SV composta por uma camada presa (azul) e uma camada livre (vermelha). (b) Curva de histerese e magnetorresistência para a SV FeMn/NiFe/Cu/NiFe, adaptado da referência [8]. As setas representam a magnetização de cada camada.. 31
- Figura 5: Tunelamento eletrônico através de uma barreira túnel, submetida a um campo elétrico (eV). t_b = espessura da barreira, E_f = energia no nível de Fermi. Adaptado da referência [10]...... 32
- Figura 6: Resultado experimental da variação de resistência em junções túneis de Fe/ Ge-oxidado/ Co a 4.2K. Adaptado da referência [12]...... 33
- Figura 7: Bandas de energia em uma estrutura FM/I/FM. Em (a) as magnetizações das camadas ferromagnéticas possuem alinhamento paralelo entre si e em (b) antiparalelo. 34
- Figura 8: Ilustração esquemática do tunelamento eletrônico através da barreira (a) amorfa de AlOx e (b) cristalina de MgO (100) [17]...... 36
- Figura 9: Evolução das densidades de estados de tunelamento para uma MTJ de Fe (100) / 8 ML MgO/ Fe (100) para os canais (a) majoritários e (b) minoritários [23]. 37
- Figura 10: (a) Figura esquemática do efeito de STT na estrutura FM₁/NM/FM₂. Os elétrons fluem da esquerda para a direita. (b) Esquema vetorial do momento transferido pelos elétrons sobre a magnetização local. 39
- Figura 11: Representação do torque atuando em uma camada magnética.

O torque devido ao campo aplicado causa a precessão. O amortecimento causa um movimento de espiral em direção ao campo aplicado. Dependendo do sinal da corrente, o torque devido a transferência de momento pode reforçar o amortecimento ou atuar na direção oposta. ..41

Figura 12: (a) Circuito RLC ressonante. Devido à resposta amortecida do oscilador, é acrescentada uma energia adicional (geralmente um amplificador), esquematizado aqui por uma resistência negativa, a fim de que a oscilação seja mantida. (b) Ilustração de um circuito de bloqueio de fase (PLL).....42

Figura 13: (a) Analogia entre VCO e STNO. (b) Geometrias mais comuns dos STNOs: nanocontato e nanopilar (c) alguns estados magnéticos possíveis: no plano, no plano-perpendicular e perpendicular.44

Figura 14: Esquema da configuração experimental de medida de STNOs. Uma corrente dc é injetada através do T de polarização. O sinal de saída é amplificado e registrado por um analisador de espectro [36].45

Figura 15: (a) figura esquemática das etapas do processo de litografia com resiste positivo e negativo. (b) diferença entre as máscaras positiva (*dark*) e negativa (*clear*), em um resiste positivo.....49

Figura 16: Ilustração das etapas de (a) *etching* e (b) *lift-off*.....50

Figura 17: Ilustração das etapas de corrosão utilizadas para definir o nanopilar. BC = *bottom contact*, MTJ = *magnetic tunnel junction*, CL = *capping layer* e ER = *e-beam resiste*. Adaptado da referência[44].....51

Figura 18: Acima micrografias de FESEM de diferentes etapas do processo de planarização (a) Após a deposição conformal do Al_2O_3 , (b) após 3770s de corrosão, diferença de contraste indica que o nanopilar foi atingido.53

Figura 19: Figura esquemática com perspectiva lateral das etapas do processo de fabricação dos STNOs. (a) 3ª litografia, definição do BC, (b) 4ª litografia, abertura de via para BC, (c) 5ª litografia, definição da camada sacrificial, (d) 6ª litografia, abertura de via para o nanopilar e (e) definição do TC.....54

Figura 20: Perfil gerado pelo processo de *soak*.55

Figura 21: Figura esquemática da definição de máscaras duras.61

Figura 22: Etapas de fabricação máscaras duras para nanopilares.	63
Figura 23: Esquema de montagem de um sistema de RIE com fonte ICP.	64
Figura 24: Micrografias de FESEM com ângulo de inclinação de 30° para máscaras duras com diâmetro nominal de 350 nm, preparadas com potência no porta amostra de 50W: a) tempo de corrosão $t = 30$ s, sem remoção do resiste, b) $t = 1$ min 23s, sem remoção do resiste e c) $t = 1$ min 23s, após a remoção do resiste. Devido ao ângulo de inclinação a espessura vertical não é real.	66
Figura 25: Micrografias de FESEM de máscaras duras com camada de referência de corrosão de AlSiCu, produzidas sob as condições 50W no porta amostra e $t = 1$ min 23s: a) máscara com diâmetro nominal de 350nm, inclinação de 30°, possível formação de polímero ao redor da máscara. b) imagem de baixa magnificação, onde se observa um padrão irregular de corrosão na superfície entorno das máscaras.	67
Figura 26: Micrografias de FESEM com ângulo de inclinação de 30° para máscaras duras com diâmetro nominal 450 nm, preparadas sob as condições da Tabela 3.	68
Figura 27: Micrografias de FESEM com ângulo de inclinação de 30° para máscaras duras com diâmetro nominal de 250 nm, preparadas sob as condições de 10 sccm SF6, 10 sccm He, potência da bobina de 1000 W, potência do porta amostra de 30 W e pressão de 1 mTorr, $t = 4$ min: a) sem remoção do resiste, b) após a remoção do resiste e em c) imagem de baixa magnificação das máscaras.	69
Figura 28: Representação esquemática da incorporação das máscaras duras no processo de fabricação dos nanopilares nas etapas iniciais da fabricação.	69
Figura 29: Figura esquemática (a) composição das camadas depositadas por sputtering e (b) resumo das etapas de corrosão para definição do nanopilar. MD = máscara dura; CL = <i>capping layer</i> ; AFM = camada antiferromagnética; MTJ = <i>magnetic tunnel junction</i> e BC = <i>bottom contact</i>	70
Figura 30: Micrografias de FESEM para um nanopilar circular de 75nm de diâmetro em diferentes etapas do processo de fabricação: a) após a litografia eletrônica, b) após a corrosão por RIE, c) após resiste <i>stripping</i> e d) após a corrosão da MTJ por <i>ion milling</i> . Devido ao ângulo de	

inclinação a espessura vertical não é real.....	72
Figura 31: Sinal SIMS obtido durante a corrosão da MTJ por <i>ion milling</i> a) condição de alta energia e b) condição de baixa energia. Setas indicam o ponto de parada em cada etapa.....	73
Figura 32: Micrografias de FESEM de nanopilares após 1500 s de limpeza lateral a) nanopilar circular com diâmetro nominal 75 nm, b) nanopilar elipsoidal com dimensão nominal de 150 x 200 nm e c) 100 x 300 nm.	74
Figura 33: Micrografias de FESEM de um nanopilar circular com diâmetro nominal de 100nm: a) após limpeza lateral do pilar, b) depois de 21ks de planarização e c) após 22ks de planarização.....	75
Figura 34: Imagens com perspectiva superior das etapas de fabricação do dispositivo. Imagens (a, c, e, g, i) são os desenhos das máscaras em cada uma das etapas de litografia e imagens (b, d, f, h, j) são as respectivas imagens ópticas do dispositivo após cada etapa.....	76
Figura 35: (a) Imagem da superfície do <i>canal</i> para o nanopilar (6ª litografia) sobre a qual está o nanopilar, obtida por FESEM. (b) Imagem de STEM-HAADF da seção transversal do nanopilar, obtida de lamela preparada por FIB.	78
Figura 36: Imagens de STEM-HAADF para nanopilares circulares com diâmetro nominal de 150nm e contato inferior de 50nm de Ta. (a) fabricado com o uso de máscara dura e (b) sem máscara dura.	79
Figura 37: (e) imagem HAADAF do nanopilar circular com diâmetro nominal de 150 nm, com os correspondentes (a, b, c, d, f, g, h, i) mapas químicos para elementos químicos indicados.	80
Figura 38: (a) Mapa de composição química para o Mg. (b) Espectro típico obtido para a região indicada em (a).....	82
Figura 39: (a) Imagem de FESEM com perspectiva lateral do nanopilar, preparada por FIB. (b) Imagem de HRTEM da base do nanopilar onde é identificada a camada de MgO.....	83
Figura 40: (a) Figura esquemática da composição das camadas com respectivo estado magnético. (b) Medida de magnetização em função do campo magnético aplicado no plano (círculos abertos) e fora do plano (círculos fechados). Em detalhe mesma medida mostrada para altos campos.	84

- Figura 41: Curvas típicas de TMR dos dispositivos fabricados. (a) nanopilar circular com diâmetro nominal de 200 nm e em (b) elipse com tamanho nominal de $x = 150$ e $y = 250$ nm. 85
- Figura 42: (a) TMR vs RA para todos os dispositivos medidos do desenho DC, em destaque dispositivos com TMR > 80%. O tamanho dos círculos na legenda refere-se ao diâmetro nominal enquanto que das elipses refere-se ao comprimento eixo X e Y. Histogramas de (b) TMR e (c) RA para todos os dispositivos medidos com respectivas curvas de distribuições. 86
- Figura 43: (a) TMR vs RA para todos os dispositivos medidos do desenho RF. O tamanho dos círculos na legenda refere-se ao diâmetro nominal enquanto que das elipses refere-se ao comprimento do eixo X e Y. Histogramas de (b) TMR e (c) RA para todos os dispositivos medidos com respectivas curvas de distribuições. 87
- Figura 44: (a) Máximo de distribuição de TMR e (b) RA_{min} em função do comprimento no eixo x para alguns tamanhos de círculos e elipses dos desenhos DC e RF (para elipses o eixo y foi fixado em 250 nm)... 89
- Figura 45: Resistência em função da corrente aplicada de um dispositivo circular de diâmetro nominal de 150 nm. No detalhe curva I x V da medida. 90
- Figura 46: (a) Curva de transferência de um dispositivo elipsoidal com dimensões nominais de 100 x 250 nm², RA ~ 2,18 Ω.μm² e TMR de 115%. (b) Espectro de sinal RF para diferentes valores de corrente e campo magnético aplicado no plano de 60 Oe. (c) Resistência, (d) frequência do pico, (e) FWHM e (f) potência de emissão em função da corrente para o mesmo valor de campo magnético. 92
- Figura 47: Medidas realizadas de um dispositivo elipsoidal com dimensões nominais de 100 x 250 nm², RA ~ 2,19 Ω.μm² e TMR de 100%. (a) Espectro de sinal RF medido, para corrente positiva e negativa, com campo magnético aplicado no plano de 200 Oe. (b) Resistência, (c) frequência do pico, (d) FWHM e (e) potência emitida em função da corrente para o mesmo valor de campo magnético..... 93
- Figura 48: Medidas realizadas de um dispositivo circular com diâmetro nominal de 150 nm, RA ~ 2,20 Ω.μm² e TMR de 112%. (a) Espectro de sinal RF para diferentes valores de corrente, com campo magnético aplicado no plano de 200 Oe. (b) Resistência, (c) frequência do pico, (d) FWHM e (e) potência emitida em função da corrente para o mesmo

valor de campo magnético.	94
Figura 49: Espectros de sinal RF para diferentes valores de corrente, com campo magnético aplicado no plano de um dispositivo circular com diâmetro nominal de 100 nm, RA ~ 1,77 $\Omega \cdot \mu\text{m}^2$, TMR de 115 % e H = -100 Oe.	95
Figura 50: Na parte inferior da imagem é apresentada figura esquemática da lâmina de Si que pode conter diversos moldes. Em ampliação no centro, o desenho do molde DC, composto por 3 colunas, em destaque na parte inferior do desenho está localizado circuitos de teste. Na parte superior da imagem, ampliação de um único dispositivo, indicando sua posição no molde, os contatos inferiores (BC) e superiores (TC) e a localização do nanopilar.	108
Figura 51: Desenho do molde RF, composto por 3 colunas, em destaque na parte inferior do desenho está localizado circuitos de teste. Em ampliação na parte superior na parte superior da imagem, ampliação de um único dispositivo, indicando sua posição no molde, os contatos inferiores (BC) e superiores (TC) e a localização do nanopilar.	109

Índice de tabelas

Tabela 1: Resumo das diferentes configurações e propriedades dos STNOs a partir da literatura.	58
Tabela 2: Taxas de corrosão e seletividade para diferentes potências da fonte no porta amostra.	65
Tabela 3: Taxas de corrosão e seletividade para diferentes condições de pressão.	67
Tabela 4: Principais linhas de emissão em keV de raios-X para os elementos da Figura 37 [65].	81
Tabela 5: Condições de deposição para cada material utilizado no empilhamento de camadas do nanopilar.	107
Tabela 6: Variação do tamanho e forma dos dispositivos de acordo com a posição no molde. A distribuição/posição é a mesma para os moldes DC e RF.	110

Lista de siglas e abreviações

AFM	Antiferromagnético
AP	Antiparalelo
BC	Contato inferior (do inglês, <i>bottom contact</i>)
CL	Camada de cobertura (do inglês, <i>capping layer</i>)
DC	Corrente contínua (do inglês, <i>direct current</i>)
EDS	Espectroscopia por dispersão em energia de raios-X (do inglês, <i>energy dispersive x-ray spectroscopy</i>)
ER	<i>e-beam</i> resiste
FESEM	Microscópio eletrônico de varredura por emissão de campo (do inglês, <i>field emission scanning electron microscope</i>)
FM	Ferromagnético
FWHM	Largura do pico a meia altura (do inglês, <i>full width at half maximum</i>)
GMR	Magnetorresistência gigante (do inglês, <i>giant magnetoresistance</i>)
HAADF	Campo escuro anular de alto ângulo (do inglês, <i>high angle annular dark field</i>)
HMDS	Hexametildissilazano
LLGS	Landau-Lifshitz-Gilbert-Slonczewski
MR	Magnetorresistência
MTJ	Junção túnel magnética (do inglês, <i>magnetic tunnel junction</i>)
NM	Não magnético
P	Paralelo
PLL	Malha de captura de fase (do inglês, <i>phase locked loop</i>)
RA	Resistência x Área
RF	Radiofrequência
RIE	Corrosão por íons reativos (do inglês, <i>reactive ion etch</i>)
RKKY	Ruderman-Kittel-Kasuya-Yosida
SAF	Camada sintética antiferromagnética (do inglês, <i>synthetic antiferromagnet layer</i>)
SIMS	Espectroscopia de massa de íons secundários (do inglês, <i>secondary ion mass spectroscopy</i>)
STEM	Microscopia eletrônica de varredura por

transmissão (do inglês, *scanning transmission electron microscopy*)
STNO Nano-oscilador de transferência de torque de spin (do inglês, *spin-transfer torque nano-oscillator*)
STT Transferência de torque de spin (do inglês, *spin-transfer torque*)
SV Válvula de spin (do inglês, *spin valve*)
TC Contato superior (do inglês, *top contact*)
TMAH Tetramethyl ammonium hydroxide
TMR Magnetorresistência túnel (do inglês, *tunnel magnetoresistance*)
VCO Oscilador controlado por tensão (do inglês, *voltage control oscillator*)

Sumário

Agradecimentos	v
Resumo	vii
Abstract	ix
Índice de figuras	xi
Índice de tabelas	xvii
Lista de siglas e abreviações	xix
Sumário	xxi
1. Introdução	23
2. Nano-osciladores: conceitos físicos e processos de fabricação ...	27
2.1 Magnetorresistência gigante	27
2.2 Magnetorresistência túnel	32
2.2.1 Barreira túnel (Al_2O_3 e MgO)	35
2.3 Transferência de torque de spin	38
2.3.1 Dinâmica da magnetização	40
2.4 Osciladores	42
2.4.1 Nano-osciladores (STNOs)	43
1.4.1.1 Processos de fabricação de Nano-osciladores	46
3. O estado da Arte	57
4. Fabricação dos dispositivos	61
4.1 Máscaras duras	61
4.2 Desenvolvimento de máscaras duras para nanopilares	62
4.3 Incorporação das máscaras duras no processo de fabricação ..	69
4.4 Fabricação dos nanopilares com máscara dura	70
5. Resultados	77
5.1 Geometria do nanopilar	77

5.2	Mapeamento da composição química do nanopilar.....	79
5.3	Propriedades magnéticas estáticas dos dispositivos	83
5.4	Propriedades dinâmicas dos nanopilares	90
5.5	Discussão dos resultados	96
6.	Conclusões e perspectivas	99
7.	Referências bibliográficas.....	101
8.	Apêndices.....	107
	Apêndice A: Condições de deposição	107
	Apêndice B: Desenhos dos dispositivos	108
	Apêndice C: Run Sheet.....	111
	Apêndice D: Receitas	118

1. Introdução

O aprimoramento de técnicas de deposição de filmes finos, micro/nanofabricação e caracterização de materiais possibilitaram grandes avanços das pesquisas científicas e aplicações tecnológicas, levando ao surgimento de novos campos da ciência como a spintrônica. As pesquisas na área da spintrônica são rapidamente acompanhadas por necessidades tecnológicas. A descoberta dos efeitos magnetorresistência gigante e túnel foi um marco significativo para este campo de pesquisa, resultando na geração de sensores magnetorresistivos integrados em cabeças de leitura de discos rígidos que permitiram o aumento nas densidades de armazenamento de informações. Em 1996, com a previsão teórica do efeito de transferência de torque de spin, surge a possibilidade de alterar o estado magnético de um material a partir da passagem de uma corrente elétrica polarizada em spin. Com isso, foi despertado o interesse para aplicações como as memórias magnéticas sem necessidade de campo externo para gravação, que é atualmente objeto de muitos estudos.

Outra promissora aplicação decorrente do efeito de transferência de torque de spin (do inglês, *spin-transfer torque* – STT) são os osciladores de alta frequência. Em estruturas do tipo válvulas de spin ou junções túneis, a aplicação de uma corrente DC pode compensar via transferência de torque o amortecimento “natural” da magnetização, levando a um regime de oscilação estável na faixa de radiofrequência. Estes dispositivos são chamados de “nano-osciladores de transferência de torque de spin” (do inglês, *spin-transfer nano-oscillators* – STNOs) e despertam interesse tanto pela física quanto pelas aplicações tecnológicas. Do ponto de vista da física, a amplitude da oscilação induzida pela STT é maior que as induzidas por outros métodos de excitação, sendo um dos mais complexos sistemas dinâmicos não lineares. No que diz respeito às aplicações, os STNOs surgem como solução para o problema industrial de produção de osciladores de radiofrequência compactos e ajustáveis, já que são os menores osciladores de micro-ondas já desenvolvidos.

Os STNOs apresentam vantagens como a escala nanométrica, possibilidade de sintonização de frequências através de correntes elétricas ou campos magnéticos, operam em grandes faixas de temperatura e são relativamente compatíveis com a tecnologia CMOS (do inglês, *complementary metal-oxide semiconductor*), atualmente empregada na fabricação de circuitos integrados. No entanto, para que

os STNOs possam ser incorporados a tecnologia atual, ainda é necessário otimizar diversas características do sinal dos dispositivos como alta frequência de operação, alta potência de saída, estreita largura a meia altura do pico de emissão, entre outros. A otimização destes parâmetros envolve o estudo de diferentes configurações de camadas magnéticas, estados magnéticos e diferentes geometrias dos dispositivos. Para isso, os processos de micro e nanofabricação também precisam ser aprimorados, tais como sistemas de deposição, técnicas de litografia e de transferência de padrão.

Atualmente junções túneis magnéticas (MTJ) de MgO e CoFeB na geometria de nanopilares, têm sido amplamente investigadas para aplicações em nano-osciladores, devido à possibilidade de atingir altas variações de magnetorresistência túnel. Em geral o processo de fabricação de nanopilares envolve litografia por feixe de elétrons e corrosão por feixe iônico (do inglês, *ion milling*). Dois principais problemas são observados devido a utilização do feixe iônico: redeposição de material na parede lateral durante a corrosão e um efeito de sombra, dependente do ângulo de incidência do feixe iônico. A redeposição de material causa o aumento no tamanho final do dispositivo, além de causar curtos circuitos da barreira túnel, reduzindo a resistência e a TMR dos dispositivos. A fim de remover o material redepositado o feixe iônico é utilizado com baixos ângulos de incidência, após a corrosão em altos ângulos (vertical) do nanopilar. Por outro lado, baixos ângulos de incidência danificam a borda do dispositivo e também causam um efeito de sombra, que impossibilita a formação de nanopilares com paredes verticais e prejudica a uniformidade do processo.

Neste contexto, os estudos desenvolvidos durante o doutorado focaram-se no desenvolvimento de nano-osciladores usando litografia de máscaras duras de TiW. O uso de litografia de máscaras duras foi proposto aliado ao processo de corrosão por íons reativos, como solução para os problemas de redeposição e efeito de sombra. O trabalho foi realizado no Instituto Ibérico de Nanotecnologia – INL em Braga, Portugal, sob supervisão do Dr. Ricardo Ferreira e Prof. Paulo Peixeiro Freitas.

O objetivo principal desta tese foi desenvolver um novo processo de fabricação de nanopilares para osciladores utilizando processos de litografia para transferência de padrões com mascarás duras ao invés de padrões transferidos por litografia de feixe de elétrons e desbaste iônico.

Os objetivos específicos desta Tese foram:

- Estabelecer condições de corrosão pela técnica de íons reativos (RIE) do TiW, a fim de obter máscaras com perfil vertical e superfície regular;
- Incorporar as máscaras duras no processo de fabricação dos STNOs;
- Caracterizar a geometria dos nanopilares produzidos com máscaras duras em comparação ao processo convencional;
- Caracterizar as propriedades estáticas e dinâmicas dos dispositivos fabricados com máscaras duras;
- Avaliar vantagens e desvantagens do uso de máscaras duras no processo de fabricação, a partir das caracterizações realizadas.

2. Nano-osciladores: conceitos físicos e processos de fabricação

Neste capítulo serão abordados alguns conceitos fundamentais de magnetismo e spintrônica que ajudarão no entendimento dos nano-osciladores – STNO. Inicialmente serão introduzidos conceitos de transporte eletrônico dependente de spin, de modo a explicar os efeitos de magnetorresistência gigante (do inglês, *giant magnetoresistance* – GMR) e magnetorresistência túnel (do inglês, *tunnel magnetoresistance* – TMR), sendo o primeiro descoberto em 1988 pelos grupos de A. Fert [1] e P. Grünberg [2], ganhadores do Prêmio Nobel de 2007. Em seguida será apresentado o conceito de transferência de torque de spin (do inglês, *spin-transfer torque* – STT), previsto por Slonczewski [3] e Berger [4] em 1996, e a descrição da dinâmica da magnetização em uma camada ferromagnética a partir da equação de Landau-Lifshitz-Gilbert. Por fim, será discutido como a combinação destes diversos fenômenos físicos levou a propor dispositivos eletrônicos como os STNOs, como eles funcionam, quais as vantagens destes novos dispositivos e os processos de fabricação dos mesmos.

2.1 Magnetorresistência gigante

Magnetorresistência (MR) é o fenômeno no qual a resistência elétrica de um material ou sistema magnético é alterada devido à aplicação de um campo magnético. Multicamadas magnéticas alternadas por finas camadas de material não magnético apresentam um tipo específico de magnetoresistência, denominada magnetorresistência gigante (GMR).

A GMR foi descoberta em 1988 por Baibich *et al.* [1]. Foi observado que multicamadas Fe/Cr submetidas a um campo magnético externo apresentavam variações na resistividade de até 100%. A Figura 1 mostra os resultados experimentais para multicamadas de Fe/Cr. A resistência diminui com o aumento do campo magnético, devido ao alinhamento da magnetização das camadas de Fe. A resistência é alta para o alinhamento antiparalelo (AP) e, baixa quando o alinhamento é paralelo (P) [5].

A magnitude da MR é expressa pela chamada razão MR, definida como:

$$MR = \Delta R/R_0 = \frac{R(H) - R(H=0)}{R(H=0)}, \quad (1)$$

onde $R(H)$ é a resistência na presença de campo magnético e $R(H=0)$ é a resistência na ausência de campo.

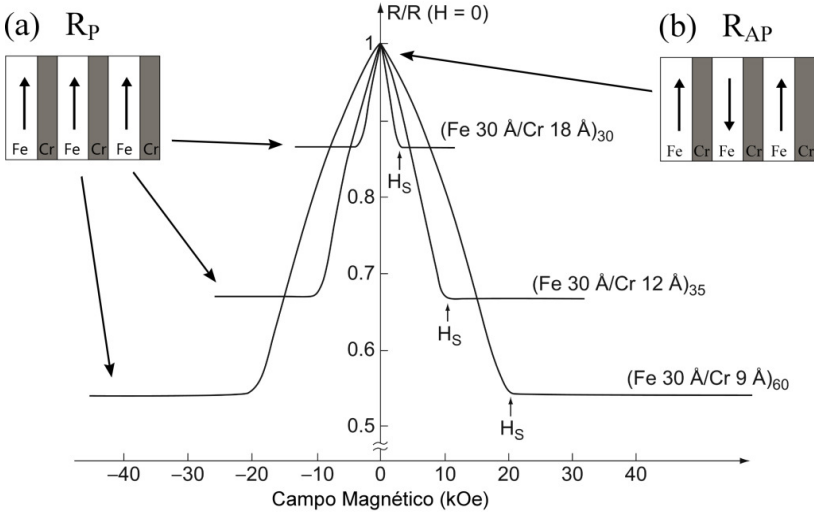


Figura 1: Mudança da resistência devido a aplicação de um campo magnético externo em multicamadas de Fe/Cr. (a) alinhamento paralelo das magnetizações das camadas FM, (b) alinhamento antiparalelo. Adaptado da referência [1].

O efeito GMR está relacionado com o espalhamento dependente de spin nas multicamadas magnéticas. Esta dependência surge do desequilíbrio das populações de spin no nível de Fermi nos materiais ferromagnéticos. Em um metal não magnético (NM) as bandas de energia são simétricas em relação à orientação de spin, conforme esquematizado na Figura 2(a). Já em um metal ferromagnético (FM) há uma assimetria das bandas de energia, Figura 2(b), fazendo com que haja mais elétrons em um estado de spin do que em outro.

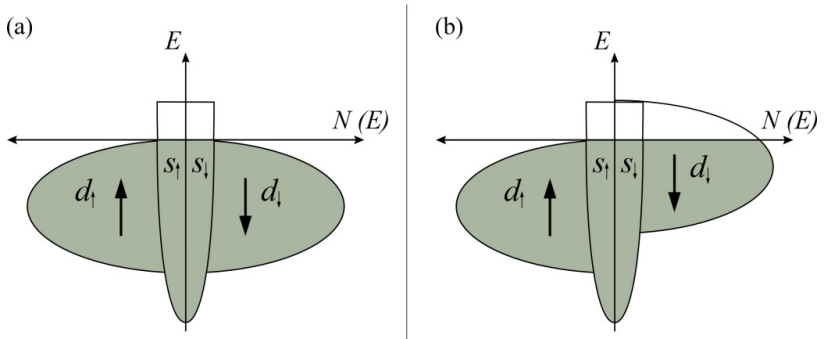


Figura 2: (a) Representação das bandas de energia para os orbitais s e d para um metal não magnético e em (b) para um ferromagnético.

A diferença de população entre os estados eletrônicos de spin up e $down$ gera diferenças na condutividade elétrica. Estados eletrônicos com spins distintos possuem diferentes condutividades no material ferromagnético, dependendo do estado de spin ser majoritário (aqueles em maior quantidade e orientação de spin paralela a magnetização) ou minoritário (orientação de spin antiparalela a magnetização e em menor quantidade) [6]. É possível associar dois canais diferentes de condução, um para cada estado de spin, como descreve o modelo de duas correntes proposto por Mott. Assume-se que a direção do spin é conservada e que os eventos de espalhamento não causam a reversão do spin (*spin-flip*), já que há um custo energético para tal, assim o comprimento de difusão de spin (distância média percorrida por um elétron antes de sofrer uma inversão de spin) é muito maior que o livre caminho médio eletrônico (distância média percorrida entre duas colisões sucessivas) [7].

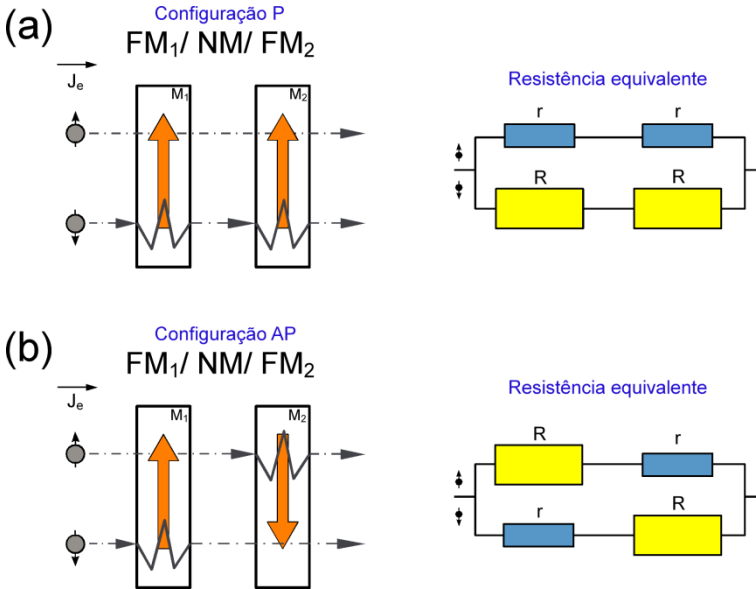


Figura 3: Esquema do efeito GMR em uma estrutura composta por duas camadas ferromagnéticas (FM) espaçadas por um metal não magnético (NM) para as configurações (a) paralela e (b) antiparalela. Os elétrons fluem da esquerda para a direita e uma representação do circuito equivalente é apresentada em cada caso.

A Figura 3 mostra uma representação esquemática de uma estrutura do tipo FM/ NM/ FM, onde a corrente flui através de uma multicamada magnética. Em (a) as magnetizações de ambas as camadas FM estão orientadas na mesma direção, configuração P, e em (b) as magnetizações possuem uma configuração AP. Consideramos que cada tipo de elétron usará um canal diferente para atravessar a estrutura (modelo de Mott, citado anteriormente). Para a configuração P os elétrons com projeção de spin (\uparrow) são majoritários em ambas as camadas FM e são fracamente espalhados, correspondendo a uma baixa resistência (r). Já os elétrons com projeção de spin (\downarrow) são minoritários em ambas as camadas e sofrem maior espalhamento, correspondendo a uma maior resistência (R). No caso AP, ambos os elétrons com projeção de spin (\uparrow, \downarrow) serão majoritários em uma camada (fraco espalhamento) e minoritários na outra cama (forte espalhamento). A resistência equivalente para as configuração paralela será $2Rr/(R + r)$ e para configuração antiparalela $(R + r)/2$, onde a resistência no estado AP é maior que no estado P.

A GMR aparece quando o alinhamento AP das magnetizações muda para o alinhamento P, devido ao campo externo. Portanto, o alinhamento AP em baixos campos magnéticos é fundamental para a GMR. O acoplamento existente entre as camadas magnéticas pode definir um alinhamento P ou AP, mesmo na ausência de campo magnético. Este acoplamento chamado de acoplamento de troca entre camadas é dependente da espessura da camada não magnética. A energia de acoplamento oscila em função da espessura da camada NM e o período decresce com o aumento da espessura, de modo similar a interação RKKY (*Ruderman-Kittel-Kasuya-Yosida*) entre impurezas magnéticas em metais [5].

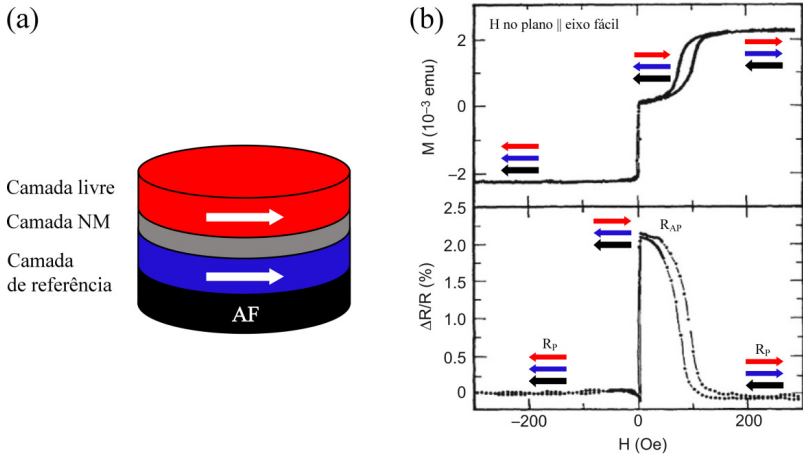


Figura 4: (a) estrutura de uma SV composta por uma camada presa (azul) e uma camada livre (vermelha). (b) Curva de histerese e magnetorresistência para a SV FeMn/NiFe/Cu/NiFe, adaptado da referência [8]. As setas representam a magnetização de cada camada.

O efeito GMR tem sido amplamente estudado e ganhou aplicações graças a uma estrutura chamada de válvula de spin (SV – do inglês, *spin valve*), proposta por Dieny em 1991 [8]. A SV é composta por uma camada antiferromagnética (AF) e duas camadas ferromagnéticas (FM) espaçadas por um filme fino de um metal não magnético (NM). Uma das camadas FM é “presa” magneticamente, através de interações de troca com a camada AF (*exchange bias*) e é chamada de *camada de referência*, enquanto que a outra camada FM é considerada “livre”, pois pode mudar facilmente de direção a partir da aplicação de um campo magnético externo, esta é chamada de *camada*

livre. Na Figura 4, são apresentadas curvas de histerese e magnetoresistência para este tipo de SV. Essa configuração das camadas permite uma resposta rápida da mudança da direção da magnetização com uso de baixos campos magnéticos [5].

2.2 Magnetoresistência túnel

Estruturas compostas por dois eletrodos ferromagnéticos (FM) espaçados por um material isolante (I) são denominadas junções túneis magnéticas (do inglês, *magnetic tunnel junctions* – MTJ). O material isolante é muito fino ($\sim 1\text{nm}$) e não possui elétrons na banda de condução, de modo que os elétrons devem passar de um eletrodo FM para outro por efeito túnel. A explicação do efeito túnel requer uma abordagem quântica de transporte de elétrons, em que um elétron é representado por sua função de onda. Na interface metal/isolante, a função de onda diminui exponencialmente na forma de uma onda evanescente. Se a barreira for fina o suficiente a amplitude da onda evanescente não será completamente nula. Existe, portanto, uma probabilidade da onda ser transmitida através da barreira, propagando-se com uma amplitude residual (ver Figura 5) [9, 10]. Esta probabilidade depende da espessura da barreira física, da altura em energia e da diferença de potencial aplicada [11].

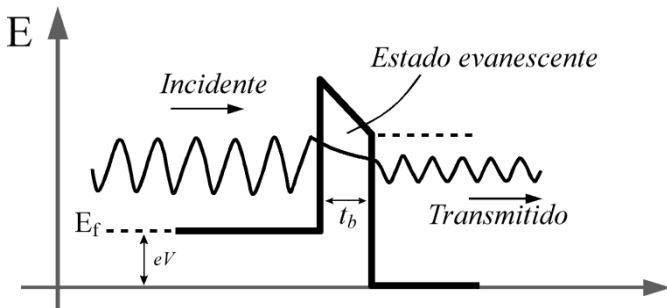


Figura 5: Tunelamento eletrônico através de uma barreira túnel, submetida a um campo elétrico (eV). t_b = espessura da barreira, E_f = energia no nível de Fermi. Adaptado da referência [10].

A variação de resistência em MTJ foi relatada pela primeira vez antes mesmo do descobrimento da GMR, em 1975 por Jullière [12]. Jullière observou em medidas realizadas a baixa temperatura em filmes de Fe/ Ge/ Co, variações na condutância na ordem de 14%, consideradas

muito pequenas na época. Em 1995, razões na ordem de 20% medidas a temperatura ambiente foram relatadas [13, 14], estas sim despertando interesse da comunidade científica. A Figura 6, mostra um dos resultados experimentais obtidos por Jullière. Nota-se que a curva é muito semelhante à GMR, neste caso o efeito é denominado magnetorresistência túnel (TMR). A variação magnetorresistiva também é dependente da orientação relativa das magnetizações dos eletrodos ferromagnéticos e uma equação equivalente à (1) pode ser definida:

$$TMR = \frac{R_{AP} - R_P}{R_P}, \quad (2)$$

onde R_{AP} é a resistência da MTJ na configuração antiparalela (AP) e R_P na configuração paralela (P). Contudo, existem diferenças importantes entre estes dois efeitos.

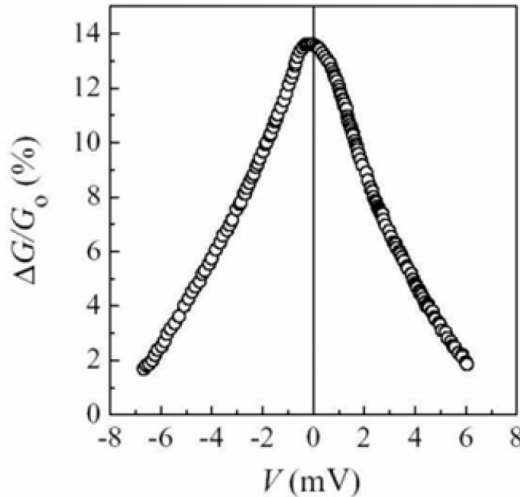


Figura 6: Resultado experimental da variação de resistência em junções túneis de Fe/ Ge-oxidado/ Co a 4.2K. Adaptado da referência [12].

Jullière propôs uma explicação fenomenológica para os resultados experimentais, onde a taxa de tunelamento, ou condutância G , é dependente de spin. Em uma estrutura do tipo $FM_1 / I / FM_2$, a condutância através da barreira túnel é proporcional ao produto das densidades de estados no nível de Fermi $D(E_F)$ dos eletrodos FM_1 e FM_2 , ou seja,

$$G \propto \sum D_{1s}(E_F) D_{2s}(E_F), \quad (3)$$

onde s representa o tipo de spin ($up \uparrow$ ou $down \downarrow$) e os índices 1 e 2 os eletrodos FM_1 e FM_2 , respectivamente [5]. Quando as magnetizações estão em uma configuração P, como na representação da Figura 7(a), os elétrons com spins majoritários em FM_1 (\uparrow , neste caso) tunelam para o estado majoritário em FM_2 , enquanto que os spins minoritários (\downarrow) em FM_1 tunelam para o estado minoritário em FM_2 . Contudo, quando a configuração é AP, exemplificado na Figura 7(b), os elétrons com spins \uparrow majoritários em FM_1 devem tunelar para o estado minoritário em FM_2 , assim como elétrons minoritários em FM_1 devem tunelar para o estado majoritário em FM_2 .

Usando a expressão (3), temos que condutância para o alinhamento P é $G_P \propto D_{1\uparrow}D_{2\uparrow} + D_{1\downarrow}D_{2\downarrow}$, e para o alinhamento AP é $G_{AP} \propto D_{1\uparrow}D_{2\downarrow} + D_{1\downarrow}D_{2\uparrow}$. Sendo P_1 a polarização de spin no eletrodo FM_1 e P_2 em FM_2 , definimos a polarização como:

$$P_{1,2} = \frac{D_{1,2\uparrow} - D_{1,2\downarrow}}{D_{1,2\uparrow} + D_{1,2\downarrow}}. \quad (4)$$

A partir das condutâncias G_P e G_{AP} , e sabendo que $R = G^{-1}$ na expressão (2), pode-se relacionar a magnetorresistência túnel com as polarizações dos eletrodos:

$$TMR = \frac{G_{AP}^{-1} - G_P^{-1}}{G_P^{-1}} = \frac{2P_1P_2}{1 - P_1P_2}. \quad (5)$$

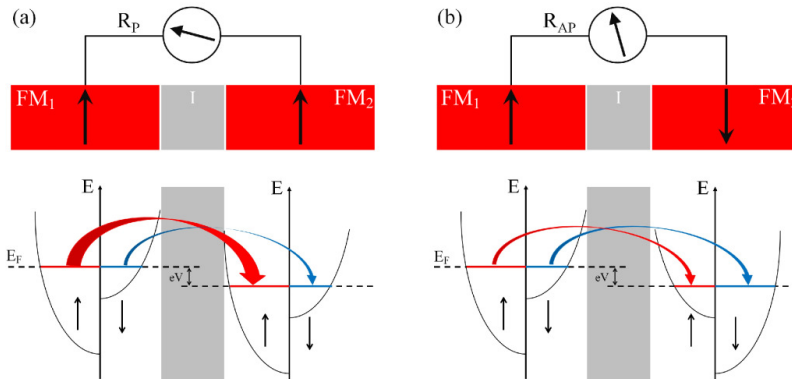


Figura 7: Bandas de energia em uma estrutura FM/I/FM. Em (a) as magnetizações das camadas ferromagnéticas possuem alinhamento paralelo entre si e em (b) antiparalelo.

Este modelo é capaz de explicar alguns resultados experimentais

e que devido à sua simplicidade torna-se limitado. Considera a altura de barreira túnel infinita e tem em conta apenas a densidade de estados no nível de Fermi e não a estrutura de banda completa. Existem outros modelos mais abrangentes que buscam descrever estruturas eletrônicas mais realísticas, conforme descrito em detalhe na referência [15].

2.2.1 Barreira túnel (Al_2O_3 e MgO)

Após os resultados de TMR obtidos em 1995, as pesquisas com óxido de alumínio se intensificaram e houve um aumento nas razões de MR juntamente com o desenvolvimento dos procedimentos de deposição, melhorando a qualidade da barreira e encontrando eletrodos com maior eficiência de polarização [10]. Em 2004, razões de MR na ordem de 70% foram obtidas em junções de $\text{CoFeB}/\text{AlO}_x/\text{CoFeB}$ [16]. Em 2001, cálculos teóricos previram que MTJs compostas por barreiras de óxido de magnésio cristalino (MgO) poderiam alcançar razões de MR superiores a 1000%. Em 2004, razões na ordem de 200% foram obtidas a temperatura ambiente em MTJ com barreira cristalina de MgO (100) [17]. Essa alta TMR é atribuída ao tunelamento coerente no $\text{MgO}(100)$ que é diferente da barreira amorfa de AlO_x .

O fato é que o transporte dependente de spin está relacionado com as propriedades eletrônicas dos materiais cristalinos. Os elétrons transportados pela corrente de tunelamento são descritos por funções de onda e classificados de acordo com suas simetrias, também chamadas de estados de Bloch. As simetrias dependem da estrutura atômica cristalina e podem ser descritas pelas possíveis combinações dos orbitais s , p e d . A barreira, por sua vez, possui uma complexa estrutura de bandas, o que significa que existem estados cujas funções de ondas decaem exponencialmente, chamados de estados evanescentes [18]. Quando a barreira é amorfa (AlO_x) não há simetria cristalina para que o transporte ocorra de forma coerente, assim, os diferentes estados do material FM poderão acoplar-se com estados evanescentes do AlO_x , possuindo probabilidades finitas de tunelamento (tunelamento incoerente exemplificado na Figura 8(a)) [19].

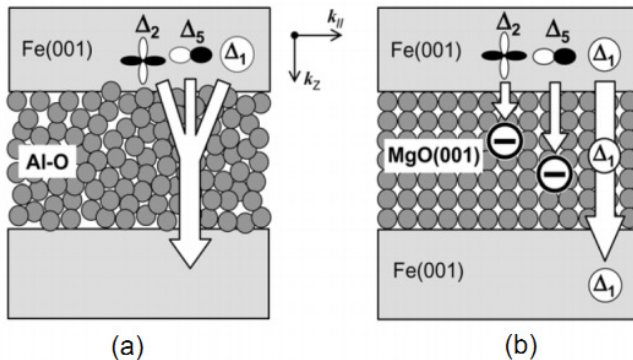


Figura 8: Ilustração esquemática do tunelamento eletrônico através da barreira (a) amorfa de AlO_x e (b) cristalina de MgO (100) [17].

Para um tunelamento coerente, cada simetria de Bloch é associada a um canal de transporte independente que é descrito pela polarização de spin, simetria e atenuação dentro da barreira. Os estados denominados Δ_1 (hibridização *spd*) possuem alta polarização de spin e têm maior probabilidade de tunelar do que os outros estados denominados Δ_2 (*d*) e Δ_5 (*pd*) [20]. Quando a simetria das funções de onda é conservada (periodicidade da rede preservada), os estados da camada FM acoplam-se com estados evanescentes do MgO de mesma simetria, ou seja, $\text{Fe } \Delta_1$ acopla-se com os estados evanescentes Δ_1 do MgO, como esquematizado na Figura 8 (b). Assumindo que os estados evanescentes do MgO possuem taxas de decaimento diferentes para cada simetria, a probabilidade de tunelamento também será diferente para os estados de Bloch do material FM. As Figura 9(a) e (b), mostram a densidade de estados calculada em uma MTJ do tipo $\text{Fe}/\text{MgO}/\text{Fe}$ para canais majoritários e minoritários, respectivamente. Para o canal majoritário, a simetria Δ_1 decai muito lentamente através da barreira, quando comparado com as outras simetrias majoritárias (Δ_5 e Δ_2) e todas as outras simetrias minoritárias da Figura 9(b). Assim, pode-se interpretar de forma simplificada, que a corrente é dominada por elétrons com simetria Δ_1 [21, 22].

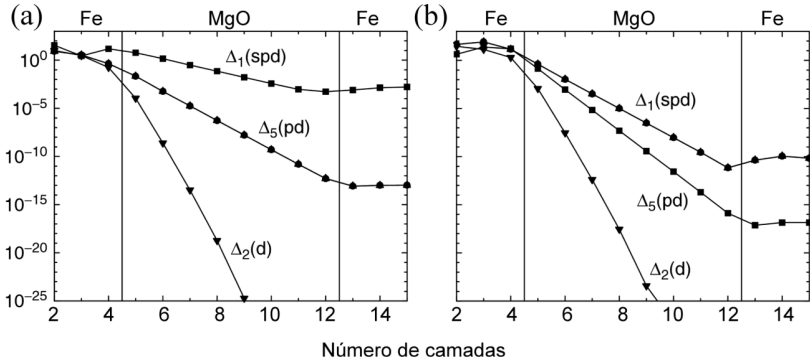


Figura 9: Evolução das densidades de estados de tunelamento para uma MTJ de Fe (100) / 8 ML MgO/ Fe (100) para os canais (a) majoritários e (b) minoritários [23].

A partir dos cálculos teóricos de teoria funcional da densidade (do inglês, *density functional theory* - DFT), junções túneis de Fe (100)/MgO(100)/ Fe(100) foram amplamente investigadas, exibindo altos valores de TMR [23, 24]. Contudo, o tunelamento coerente ocorre não somente para o Fe, mas também para outros metais ferromagnéticos e em ligas baseadas em Fe e Co, que possuem estrutura cristalina *bcc* (do inglês, *body center cubic*) [17]. Estruturas com simetria cristalográfica exigem técnicas de crescimento epitaxial, o que dificulta a fabricação em larga escala e encarece o processo. Além disso, a deposição de camadas antiferromagnéticas (IrMn ou PtMn) induz o crescimento cristalográfico de estruturas *fcc* (do inglês, *face center cubic*) com orientação (111), causando o descasamento dos parâmetros de rede com o MgO(100). Uma solução encontrada, são estruturas de CoFeB/ MgO/ CoFeB depositadas por pulverização catódica (do inglês, *sputtering*).

O CoFeB cresce na forma amorfa sobre as camadas antiferromagnéticas. O MgO (100) cristalino pode ser crescido sobre o CoFeB amorfo por *sputtering* a temperatura ambiente. Assim, a estrutura CoFeB_(amorfo)/MgO(100)/CoFeB_(amorfo) pode ser depositada facilmente por este método de deposição. Para obter o CoFeB cristalino na orientação *bcc* (100), o filme depositado é submetido a tratamento térmico de 250°C-340°C por pelo menos uma hora [25]. A cristalização do CoFeB ocorre a partir da interface MgO/CoFeB, de modo que o MgO (100) atua como um “semente” para a cristalização do CoFeB (100), proporcionando um bom casamento dos parâmetros de rede. Um grande problema enfrentado pelo uso do CoFeB é a difusão do Boro para dentro do da camada de MgO [26]. Uma solução tem sido o uso de

camadas finas de CoFe (~0.5nm) na interface com o MgO. Resultados mostram que esta estratégia pode aumentar em cerca de 80% a TMR [27].

Em junções túneis a resistividade é muito maior que em válvulas de spin. A caracterização desta resistividade tem sido feita a partir de resistência de superfície (produto RA, expressa em $\text{Ohm}\cdot\mu\text{m}^2$). O produto RA quantifica a resistência independentemente das dimensões laterais do dispositivo. Se o a junção possui uma alta resistividade, quando a corrente atravessa a estrutura, ocorre uma queda de tensão através da junção, dando origem a um intenso campo elétrico local, que pode causar o colapso da junção. Por isso, é importante saber a tensão de ruptura da barreira (denominada *breakdown*), que determina o limite de operação do dispositivo. Para aplicação de junções túnel em osciladores de transferência de spin é importante ter um baixo RA (na ordem de $1\text{Ohm}\cdot\mu\text{m}^2$). Em geral, reduzir o produto RA envolve a redução da espessura da barreira túnel, o que reduz a TMR [28]. A vantagem das MTJ em relação às SV é que elas têm uma elevada variação de resistência entre o estado paralelo e antiparalelo, o que aumenta o sinal elétrico gerado pelos dispositivos magnetorresistivos (cabeças HDD, MRAM magnética ou osciladores de transferência de spin).

2.3 Transferência de torque de spin

Os efeitos magnetorresistivos podem ser entendidos como o controle do fluxo elétrico a partir da configuração magnética dos eletrodos. O efeito contrário, em que o estado magnético dos eletrodos pode ser controlado a partir de uma corrente polarizada em spin, é chamado de efeito de transferência de torque de spin. Este efeito foi previsto teoricamente em 1996, por Slonczewski [3] e Berger [4], sendo que as evidências experimentais surgiram em 1998 [29, 30].

Para exemplificação do fenômeno de transferência de torque de spin, tomamos uma estrutura do tipo válvula de spin, formada por uma tricamada $\text{FM}_1 / \text{NM} / \text{FM}_2$, semelhante à Figura 10 (a). A corrente é injetada no sistema em uma configuração perpendicular ao plano (do inglês, *current perpendicular of plane* – CPP), da esquerda para a direita. Ao passar por FM_1 a corrente torna-se polarizada em spin, transportando um momento magnético $\vec{\mu}_1$ alinhado com \vec{M}_1 . A corrente atravessa o espaçador NM e é re-polarizada em FM_2 , com momento $\vec{\mu}_2$ na direção de \vec{M}_2 . Assume-se que a camada NM não destrói a

informação de spin transportada pela corrente e que a espessura desta camada é menor que o comprimento de difusão de spin λ_{spin} . A conservação do momento angular implica que, quando os elétrons atravessam a estrutura um momento é transferido para a magnetização local, daí o termo transferência de torque de spin, Figura 10 (b). Os momentos $\vec{\mu}_{T1}$ e $\vec{\mu}_{T2}$ atuam sobre as magnetizações \vec{M}_1 e \vec{M}_2 , respectivamente.

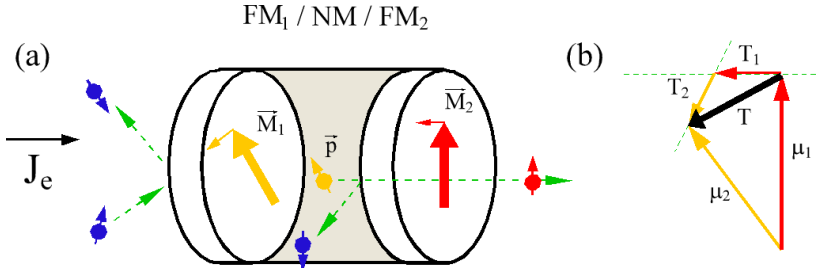


Figura 10: (a) Figura esquemática do efeito de STT na estrutura FM₁/NM/FM₂. Os elétrons fluem da esquerda para a direita. (b) Esquema vetorial do momento transferido pelos elétrons sobre a magnetização local.

A camada FM₂ é considerada “livre”, assim a transferência de torque de spin ($\vec{\mu}_{T2}$) pode mudar a configuração magnética. Já a camada FM₁ possui magnetização “fixa”, de modo que, o momento $\vec{\mu}_{T1}$ não é suficiente para alterar seu estado magnético. Para prender magneticamente FM1, utilizam-se espessuras e/ou materiais diferentes da camada FM₂, ou uma camada antiferromagnética antes de FM₁. Dessa forma, pode-se assumir que FM₁ é um polarizador fixo que impõe uma direção de polarização \vec{p} a corrente. O torque que age sobre a FM₂ foi descrito matematicamente por Slonczewski e é dado por [3]:

$$\vec{T}_{\parallel} = \gamma_0 \frac{a_j}{M_s t} \vec{M}_2 \times (\vec{M}_2 \times \vec{p}) \quad (6)$$

e,

$$a_j = \frac{\hbar g(\theta)}{2e M_s t} J \quad (7)$$

onde \vec{M}_2 e \vec{p} são os vetores unitários da orientação da magnetização da camada FM₂ e da corrente polarizada em spin, respectivamente, $\gamma_0 = -\mu_0 \gamma$ e γ é a constante giromagnética de Gilbert, $\hbar = h/2\pi$ e h é a constante de Planck, M_s é a magnetização de saturação, t é a espessura

da camada livre e o índice 2 faz referência a camada livre FM₂. O símbolo \parallel indica que o torque está no plano de \vec{M}_1 e \vec{M}_2 . O fator a_j demonstra a eficiência de torque no plano, é dependente da intensidade da corrente aplicada e também do ângulo entre a magnetização da camada livre e a direção da corrente polarizada em spin. A dependência $g(\theta)$ é expressa por:

$$g(\theta) = \left[-4 + \frac{(1+\eta)^3}{\eta^{3/2}} \left(3 + \vec{p} \cdot \frac{\vec{M}}{M_s} \right) \right]^{-1}, \quad (8)$$

onde η é a eficiência de polarização, compreendida entre 0 e 1. Outro componente do torque aparece fora do plano e é denominado “torque tipo campo” (*field-like torque*):

$$\vec{T}_\perp = \gamma_0 b_j \vec{M}_2 \times \vec{p}, \quad (9)$$

onde \perp denota que o torque é fora do plano e b_j é o fator de eficiência de torque perpendicular. De modo que o torque total pode ser escrito pela soma das duas componentes, $\vec{T} = \vec{T}_\parallel + \vec{T}_\perp$. As previsões de Slonczewski e Berger negligenciavam a componente perpendicular de torque, considerando apenas o fator a_j . De fato, a maioria dos experimentos com SV mostram que a componente \vec{T}_\parallel exerce maior contribuição para o torque, podendo o termo perpendicular ser negligenciado. No entanto, para MTJs alguns autores demonstraram que o fator b_j pode exercer grande influência no torque e deveria ser quantificado. Ainda não existe uma descrição analítica para b_j e nem sua dependência com a densidade de corrente ou tipo de estrutura (em termos de configurações das camadas magnéticas) é muito clara [5, 9, 31].

2.3.1 Dinâmica da magnetização

Os efeitos da transferência de torque de spin na dinâmica da magnetização podem ser descritos por uma aproximação de *macrospin*, em que se considera a magnetização das camadas como um único domínio. Acrescentando o termo de torque \vec{T} , descrito por Slonczewski, a equação de Landau-Lifshitz-Gilbert (LLG) é possível descrever a dinâmica da magnetização da camada livre:

$$\frac{d\vec{M}}{dt} = \overbrace{-\gamma_0 \vec{M} \times \vec{H}_{eff}}^{\text{Precessão}} + \overbrace{\frac{\alpha}{M_s} \vec{M} \times \frac{d\vec{M}}{dt}}^{\text{Amortecimento}} + \overbrace{\gamma_0 \frac{a_j}{M_s} \vec{M} \times (\vec{M} \times \vec{p}) + \gamma_0 b_j \vec{M} \times \vec{p}}^{\text{Spin-Transfer-Torque}}, \quad (10)$$

onde α é o parâmetro fenomenológico de amortecimento, \vec{H}_{eff} o campo efetivo, \vec{M} a magnetização da camada livre com magnetização de saturação M_s [31, 32].

O primeiro termo da eq. (10) descreve a precessão da magnetização em torno de um campo efetivo \vec{H}_{eff} , que é derivado da energia total. Como esquematizado na Figura 11, a magnetização é afetada por um torque de amortecimento, de modo que, a precessão não permanece constante ao longo do tempo, relaxando gradualmente para o estado de equilíbrio. O amortecimento é descrito pelo segundo termo da eq. (10), onde α é o parâmetro fenomenológico de amortecimento de Gilbert e é dependente do material [33]. Os dois últimos termos da equação são os de torque de transferência no plano e perpendicular, respectivamente. O termo de “torque tipo campo” auxilia na determinação do movimento de precessão. Enquanto que o termo de paralelo age influenciando o amortecimento, podendo fortalecê-lo (levando a magnetização mais rapidamente à saturação), inverter a magnetização (reversão) ou anular o amortecimento (causando a precessão estável), dependendo da intensidade e sentido da corrente, como mostra a Figura 11.

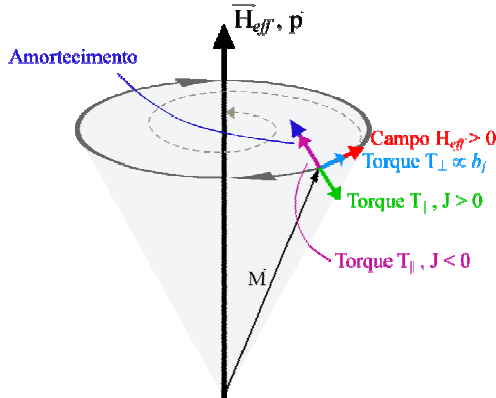


Figura 11: Representação do torque atuando em uma camada magnética. O torque devido ao campo aplicado causa a precessão. O amortecimento causa um movimento de espiral em direção ao campo aplicado. Dependendo do sinal da corrente, o torque devido a transferência de momento pode reforçar o amortecimento ou atuar na direção oposta.

2.4 Osciladores

Antes de abordar os nano-osciladores (STNO), será feita uma introdução aos osciladores convencionais, suas utilidades e necessidades tecnológicas. Fazendo um paralelo entre os osciladores clássicos e os STNOs, será mostrado por que este último parece ser uma boa solução para as barreiras tecnológicas enfrentadas pelos osciladores atuais.

O termo “oscilador” representa um sistema físico no qual uma das suas propriedades varia periodicamente com o tempo. Existem osciladores mecânicos (pêndulos, molas), elétricos (circuito RLC ressonante, oscilador em anel) e osciladores quânticos (partícula em um poço de potencial).

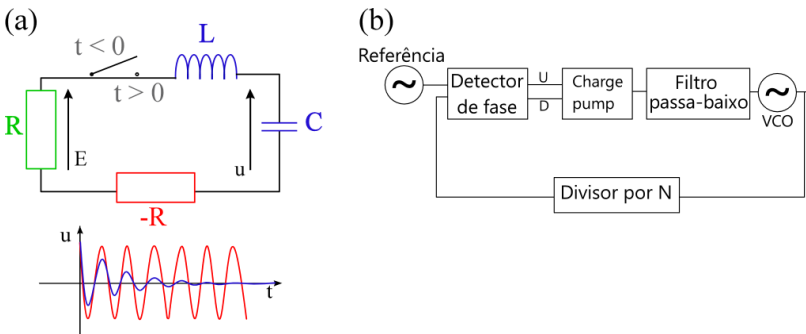


Figura 12: (a) Circuito RLC ressonante. Devido à resposta amortecida do oscilador, é acrescentada uma energia adicional (geralmente um amplificador), esquematizado aqui por uma resistência negativa, a fim de que a oscilação seja mantida. (b) Ilustração de um circuito de bloqueio de fase (PLL).

Um exemplo de oscilador elétrico convencional é o chamado oscilador controlado por tensão (do inglês, *voltage control oscillator* – VCO). Estes dispositivos baseiam-se em um circuito eletrônico do tipo RLC (R – resistor, L – indutor, C – capacitor), como mostrado na Figura 12(a). O capacitor é carregado, a partir de uma tensão inicial. A energia é então transferida entre o capacitor e o indutor, gerando uma tensão alternada periódica com frequência f_0 . Devido à resistência do circuito, a energia é dissipada gradualmente e uma fonte de energia adicional é necessária. Isto é feito adicionando um amplificador que atua como uma resistência negativa no circuito (Figura 12 (a)) [34]. Ainda assim, instabilidades em componentes, como capacitores e indutores, causam flutuações nas frequências de oscilação, inviabilizando aplicações

práticas destes dispositivos. A fim de torná-lo estável, o oscilador é inserido em uma malha de captura de fase (do inglês, *phase locked loop* – PLL). O PLL utiliza um segundo oscilador (quartzo) mais estável, para corrigir as flutuações (Figura 12 (b)). Basicamente, um oscilador deste tipo pode ser separado em 3 partes: (i) um ressonador (L+C); (ii) uma fonte compensatória de perdas; e (iii) um PLL para estabilizar a frequência.

Em geral os osciladores do tipo VCO, podem alterar a frequência f_0 de transmissão na ordem de $\pm 10\%$ de f_0 [9]. Na área de telecomunicação a transferência de sinal é numa faixa de frequência na ordem de GHz. Dentro desta faixa a informação é transferida através de “canais” com frequências específicas. A tendência é aumentar o número de canais, de modo a expandir as possibilidades de transferência de informação. Com esta demanda tecnológica, aliada às restrições de tamanho e consumo energético dos dispositivos, é exigido que um único oscilador cubra uma ampla faixa de frequências ou o uso de vários osciladores. Um único VCO tem capacidade de sintonização muito baixa ($\sim 10\%$), exigindo o uso de vários osciladores em série para atender a esta demanda. O uso de vários VCOs resulta em dispositivos com tamanho elevado, que impede a miniaturização dos mesmos. Assim, os osciladores de transferência de spin (STNOs), surgem como uma alternativa à essa demanda tecnológica.

2.4.1 Nano-osciladores (STNOs)

Os STNOs são dispositivos baseados no efeito GMR e de transferência de spin, descritos anteriormente. Em estruturas do tipo válvulas de spin, o efeito de STT é utilizado para induzir a precessão da magnetização da camada livre, a partir de uma corrente contínua. A precessão resulta em uma variação periódica da resistência, devido ao efeito GMR, e uma tensão alternada é criada na válvula de spin.

Uma analogia com o circuito elétrico dos VCOs é feita na Figura 13(a). A camada livre atua como um ressonador, onde a resposta da magnetização à uma perturbação fora do seu ponto de equilíbrio é amortecida para trazê-la novamente ao equilíbrio. A fonte de energia para compensar as perdas é a transferência de spin. Além da compensação, a corrente também define a trajetória da magnetização, que determina a frequência e a potência transmitida pelo oscilador [9].

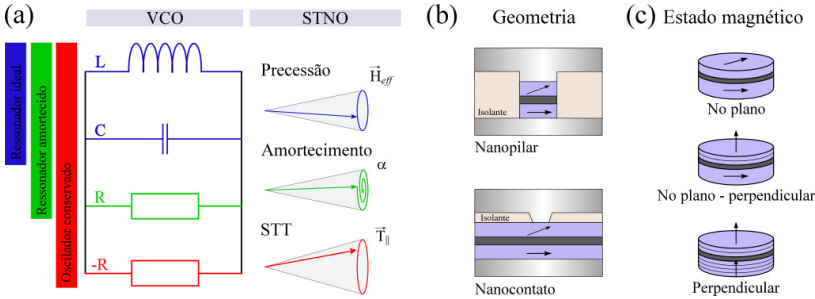


Figura 13: (a) Analogia entre VCO e STNO. (b) Geometrias mais comuns dos STNOs: nanocontato e nanopilar (c) alguns estados magnéticos possíveis: no plano, no plano-perpendicular e perpendicular.

O efeito de STT só é observado para altas densidades de corrente ($\sim 10^6$ a 10^8 A/cm²), por consequência apenas dispositivos nanométricos têm manifestado tal fenômeno. Muitas configurações diferentes para os STNOs têm sido exploradas e podem ser classificadas de acordo com o tipo de espaçador, geometria e configuração magnética. No que diz respeito à geometria do dispositivo, dois padrões são frequentemente utilizados: um no formato de um “nanopilar” e outro na forma de um “nanocontato”, ver Figura 13(b). Ambos, nanopilar e nanocontato devem possuir dimensões na ordem de 100nm, a fim de atingir as densidades de corrente necessárias [35].

Cada uma destas geometrias pode ter diferentes configurações magnéticas das camadas livre e fixa Figura 13 (c). A mais comum delas é a configuração “no plano”, em que ambas as camadas magnéticas são desenhadas para ter o eixo de fácil magnetização no plano, devido ao campo magnetoestático. Em outra configuração, a camada livre possui magnetização perpendicular, enquanto que a camada fixa continua com magnetização no plano (configuração no plano-perpendicular). Esta configuração têm se mostrado uma configuração eficiente, uma vez que a precessão da camada livre atinge grandes ângulos, resultando em uma alta MR. A Figura 13 (c) mostra ainda uma terceira configuração em que ambas as camadas estão perpendiculares ao plano. Outras estruturas podem ainda ser consideradas, utilizando diferentes materiais ferromagnéticos, com diferentes espessuras e um conjunto diverso de camadas.

Independentemente da configuração escolhida para fabricação dos STNOs, a caracterização do sinal RF gerado é feita basicamente por medidas de transporte usando um analisador de espectro, com ou sem campo magnético aplicado. Uma representação do circuito de medida

dos STNOs é apresentada na Figura 14. O STNO está conectado através de um “T de polarização” à resistência de carga R_L . Uma corrente dc flui perpendicular as camadas do STNO excitando oscilações na magnetização da camada livre. Essas oscilações dão origem a uma variação temporal da resistência devido ao efeito GMR. A mudança alternada da resistência no STNO dirige a corrente através do STNO quando a resistência é baixa ou através da R_L , quando a resistência é alta [36]. O sinal de saída é amplificado e registrado por um analisador de espectro.

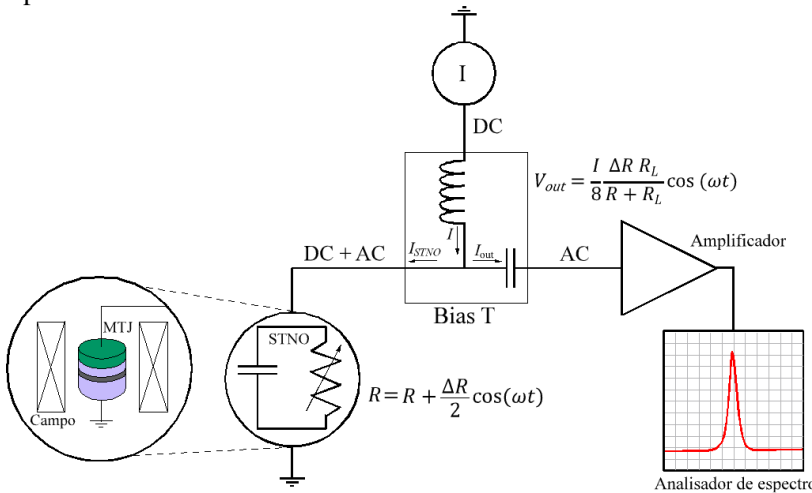


Figura 14: Esquema da configuração experimental de medida de STNOs. Uma corrente dc é injetada através do T de polarização. O sinal de saída é amplificado e registrado por um analisador de espectro [36].

O STNO pode ser considerado um resistor dependente do tempo, cuja resistência depende da amplitude das oscilações e da variação de resistência ΔR :

$$R(t) = R + \frac{\Delta R}{2} (\vec{M} \cdot \vec{p}) = R + \frac{\Delta R}{2} \cos(\omega t) \quad (11)$$

A variação temporal da resistência gera uma voltagem, V_{out} , também dependente do tempo e da resistência. Esta variação é medida na forma de um espectro $V(f)$ para certo valor de corrente e campo. A potência emitida é obtida a partir da integração do sinal em toda faixa de frequência. A partir de uma análise simplificada do circuito da Figura 14, pode-se definir que a potência média do STNO, entregue pelo circuito, é aproximadamente [36]:

$$P_{out} = \frac{V_{out}^2}{2R_L} = \frac{I^2 \Delta R^2 R_L}{8 (R+R_L)^2} \quad (12)$$

Embora diversos experimentos provem as vantagens e a potencialidade dos STNOs em relação aos VCOs, muito ainda há que se avançar no desenvolvimento do dispositivo para aplicações práticas. A potência de saída (do inglês, *output power*) é um importante parâmetro em um STNO e para aplicações é necessário atingir valores ainda maiores do que os obtidos atualmente (para aproximadamente 1 μ W). A partir da equação (12), é possível perceber que para maximizar a potência de saída é necessário maximizar os valores de ΔR . Para maximizar ΔR é necessária uma grande magnetorresistência e uma grande amplitude de oscilação. Em função disso, os estudos em STNOs têm feito o uso de MTJ baseadas em MgO que fornecem uma grande razão MR, em comparação às SV, e é também um dos motivos para pesquisar materiais e geometrias que forneçam valores de MR ainda maiores [35].

Outro importante parâmetro é a informação da largura do pico a meia altura com relação à frequência (do inglês, *full width at half maximum* - FWHM). A largura de linha espectral está relacionada com o ruído de fase. Experimentalmente tem-se observado que o FWHM diminui com a diminuição temperatura, flutuações térmicas causam, portanto, perturbações na amplitude. A largura de linha também pode ser afetada por efeitos micromagnéticos causados pela borda do dispositivo, defeitos, inhomogeneidades da corrente, entre outros, levando a um aumento da largura de linha. Em geral, a largura de linha é menor para nanocontados do que para nanopilares. O desafio, porém é obter, ao mesmo tempo, larguras de linha estreitas e grande potência de saída para aplicações práticas.

1.4.1.1 Processos de fabricação de Nano-osciladores

A fabricação de STNOs é um processo complexo que envolve o uso de diferentes técnicas em várias etapas de litografia. Nesta seção é apresentado o processo de fabricação de STNOs desenvolvido pelo Instituto Ibérico de Nanotecnologia (INL), onde os dispositivos desta tese foram fabricados, utilizando uma geometria de nanopilar.

Sala limpa

A fabricação de dispositivos nanoscópicos requer ambientes com

controle de pressão, umidade e transporte de ar. Uma vez que, o tamanho das partículas existentes no ar é comparável ao tamanho dos dispositivos. Estas áreas são chamadas de sala limpa e possuem uma classificação de acordo com o número e tamanho de partículas por metro cúbico de ar [37]. O INL possui duas diferentes áreas: a primeira com classificação 100 (menos que 832 partículas com diâmetro $\geq 1\mu\text{m}$, por m^3) possui sete salas, totalizando uma área de 150m^2 . Nesta área, estão localizados todos os sistemas de deposição, litografia óptica e eletrônica, além de sistemas de corrosão e metrologia. Em outra área denominada área cinza, com classificação 1000 (menos que 8.320 partículas com diâmetro $\geq 1\mu\text{m}$, por m^3) e serve de apoio à sala limpa, onde está localizado o sistema de bombas de vácuo e equipamentos que liberam muitas partículas para o ar [38].

Deposição dos filmes

A fabricação inicia-se com a deposição dos materiais que irão compor o pilar, denominado de pilha ou *stack* (do inglês). O sistema de multicamadas é depositado via pulverização catódica em lâminas de silício de 200 mm de diâmetro. A técnica de pulverização catódica consiste em aplicar uma diferença de potencial entre o alvo (material que se deseja depositar) e o substrato (onde o filme será depositado). O processo é feito em uma câmara de alto vácuo, sendo depois preenchida com um gás inerte (argônio). Ao aplicar uma diferença de potencial o gás é ionizado, criando um plasma de elétrons e íons de alta energia. Os íons do plasma são acelerados para o alvo, chocando-se com o mesmo e arrancando átomos do material, que são ejetados em direção ao substrato, formando o filme. Existem diferentes configurações de pulverização catódica, o leitor interessado pode encontrar mais informações na referência [39].

No INL são utilizados dois sistemas de deposição, ambos da empresa Singulus: o módulo Timaris Multi-Target (MTM) para deposição das MTJ e o módulo Timaris Four-Target (FTM) para deposição das camadas de metalização e passivação. Estes sistemas utilizam a tecnologia conhecida como deposição dinâmica linear (*Linear Dynamic Deposition – LDD*). Nesta tecnologia, o substrato move-se numa trajetória linear sob o alvo, durante a deposição. Com isso, o substrato fica muito próximo do alvo, proporcionando uma melhor uniformidade e deposição mais conformal. Ao contrário dos sistemas comuns de deposição, neste a taxa de deposição não é definida pelo tempo e sim pela velocidade e número de passagens da lâmina sob o

alvo [40, 41].

Após a deposição dos diferentes materiais, a lâmina é submetida a tratamento térmico em 330°C e campo magnético de 1T por duas horas. Como discutido na seção 2.2.1, o objetivo deste tratamento é promover a cristalização do CoFeB (100) e atribuir anisotropia magnética ao filme.

Litografia

A litografia é o processo no qual um padrão geométrico é transferido para a superfície de um substrato. Na microfabricação, essa transferência ocorre a partir da sensibilização de um filme polimérico. Na chamada litografia óptica ou fotolitografia o filme polimérico, denominado de fotoresiste, é sensibilizado a partir de fótons (com comprimentos de onda no ultravioleta). Esta é a técnica mais utilizada na indústria de circuitos integrados. Um feixe de elétrons também pode ser utilizado para sensibilizar o filme, neste caso o polímero é denominado *e-beam* resiste e a técnica é chamada litografia eletrônica. A litografia eletrônica apresenta maior resolução do que a litografia óptica, no entanto o custo de produção também é maior.

Na Figura 15(a) é apresentado um resumo simples do processo de litografia. As principais etapas consistem na deposição do polímero (*coating*); exposição da máscara (sensibilização do polímero); revelação; transferência do padrão (corrosão ou *lift-off*) e remoção do polímero residual (*stripping*). Existem dois tipos de resiste: positivo e negativo que reagem de forma diferente quando expostos à luz ultravioleta. Quando o é resiste positivo, a área exposta é removida após a revelação, conforme observado na Figura 15(a)-esquerda, isso por que a luz altera a sua estrutura química tornando-o mais solúvel ao revelador. Já com o resiste negativo, a área não exposta a luz é removida após a revelação (Figura 15(a)-direita). Neste caso, a exposição faz com que ocorra a polimerização ou reticulação das cadeias poliméricas, tornando-o mais difícil de dissolver. Como esquematizado na Figura 15(a), a partir de uma mesma máscara, dois padrões diferentes podem ser obtidos, apenas utilizando resistes diferentes [37].

As máscaras são os padrões que se deseja transferir para o substrato, geralmente desenhados em softwares específicos, como o AutoCAD. Assim como os resistes, as máscaras também podem ser positivas ou negativas. A máscara positiva ou *dark field* é aquela em que o padrão é claro com fundo escuro. Enquanto que a máscara negativa ou *clear field*, possui o padrão escuro e o fundo claro, conforme mostrado na Figura 15(b). Sendo que a luz passa pela região clara [37].

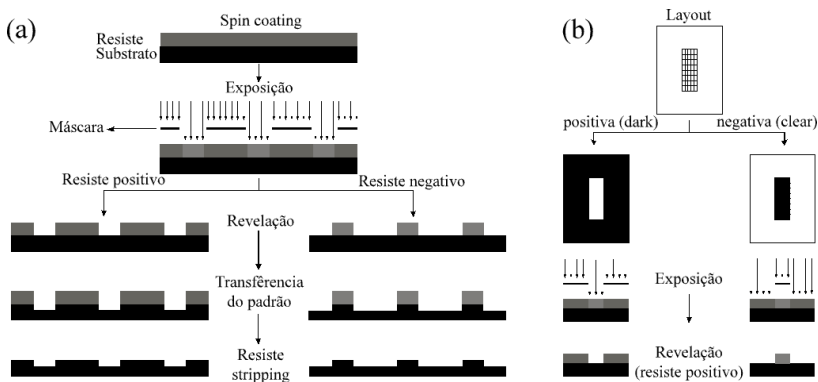


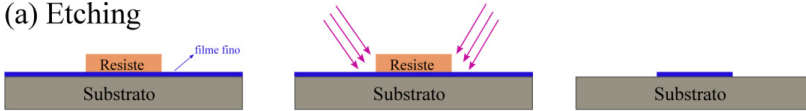
Figura 15: (a) figura esquemática das etapas do processo de litografia com resiste positivo e negativo. (b) diferença entre as máscaras positiva (*dark*) e negativa (*clear*), em um resiste positivo.

Antes da deposição do resiste, a lâmina de Si é submetida a um processo denominado *vapor prime*, para melhorar a adesão do resiste. Por este processo, a lâmina é colocada em uma câmara onde, primeiramente, é aquecida para eliminar a água adsorvida na superfície e em seguida a câmara é preenchida por vapor de um surfactante (HMDS: hexametildissilazano), que torna a superfície hidrofóbica [42, 43]. O resiste é então depositado por *spin coating*, a lâmina é então rotacionada e o resiste é despejado em cima da lâmina. A alta velocidade de rotação faz com que o resiste espalhe uniformemente. Depois a lâmina é submetida a um rápido tratamento térmico (*soft-bake*), para remoção dos solventes existentes no resiste e promover melhor adesão da camada de resiste ao substrato. Esta sequência de procedimentos (*vapor prime*, *coating* e *soft-bake*) repete-se antes de cada exposição de litografia. Após a exposição a lâmina é revelada, ou seja, submetida a um banho de solvente que irá remover as áreas de interesse, conforme o tipo de resiste e máscara utilizada.

A transferência do padrão do resiste para a lâmina de Si, pode ser feita basicamente de duas maneiras: por corrosão (*etching*) ou *lift-off*. A Figura 16(a) exemplifica o processo de corrosão ou *etching*, o material da lâmina que não está protegida com o resiste é submetido a um ataque químico ou físico, sendo removido. Enquanto que pelo processo de *lift-off*, uma nova camada metálica é depositada sobre a lâmina, de modo a aderir nas regiões não protegidas com o resiste. O resiste é removido quimicamente e o material sobre ele é removido (*lifted-off*), obtendo o padrão desejado, conforme mostrado na Figura 16(b). Após a

transferência do padrão, o resiste residual é removido através de um plasma de oxigênio, esse processo é denominado *strip*. Em seguida a lâmina pode ser submetida a uma nova etapa de litografia [37].

(a) Etching



(b) Lift-off



Figura 16: Ilustração das etapas de (a) *etching* e (b) *lift-off*.

O processo de fabricação dos STNOs desenvolvido no INL envolve um total de sete etapas de litografias, sendo seis delas realizadas por litografia óptica ($\lambda = 375 \text{ nm}$) e uma por litografia eletrônica. A primeira litografia do processo de fabricação dos STNOs é uma litografia óptica para a abertura de “trinchinhas” que irão isolar um molde de outro. O molde é um padrão desenhado com determinada dimensão e que pode ser repetido na lâmina de Si quantas vezes forem possíveis, sendo cada molde constituído por uma matriz de nanopilares. Nesta etapa, a transferência de padrão é feita por corrosão física, através da técnica chamada de *ion milling*. Nessa técnica, íons de Ar são acelerados a partir de uma fonte para a superfície do substrato, removendo o material. Para melhor uniformidade o porta substrato mantém-se girando e o ângulo de inclinação também pode ser alterado. A taxa de corrosão depende de cada material, mas pode ser controlada a partir da energia cinética dos íons que colidem no material. Na prática isto é feito ajustando diferenças de potencias de aceleração dos íons. Com o auxílio da técnica de espectroscopia de massa de íons secundários (do inglês, *secondary ion mass spectroscopy* - SIMS), pode-se verificar *in situ* a camada que está sendo corroída e assim determinar o “ponto de parada” do *etching*.

Definição do nanopilar

É nesta etapa da fabricação que a estrutura ganha a forma de um nanopilar. Obter nanopilares bem definidos com perfil lateral de $\sim 90^\circ$ é muito difícil. Os efeitos de sombra e redeposição de material se intensificam em estruturas nanométricas, tornando esta, uma etapa crítica no processo. Para fabricar nanopilares de 50 a 300 nm de

diâmetro, é utilizada a litografia eletrônica com o uso de *e-beam* resiste e máscara negativos. Após a litografia e revelação, o processo de transferência do padrão é feito por *ion milling* em três passos, conforme ilustrados na Figura 17:

- (1) As camadas superiores do nanopilar (*capping layer*) são gravadas com condições de alta energia e ângulo de incidência de 50° . O perfil do nanopilar é fortemente influenciado pelo ângulo de incidência dos íons e dois efeitos são mais evidenciados: a redeposição de material na parede lateral do nanopilar e o efeito de sombra.
- (2) A parte sensível do nanopilar, onde se encontra a junção túnel é corroída com íons de baixa energia e incidência normal (90°). Assim a diferença da taxa de corrosão entre camadas de materiais diferentes é minimizada, preservando o perfil do nanopilar.
- (3) Os passos (1) e (2) causam redeposição do material ejetado na parede lateral do nanopilar. Por isso este último passo usa condições de baixa energia e incidência rasante do feixe de íon de 10° , para promover a limpeza lateral do nanopilar (*sidewall cleaning*).

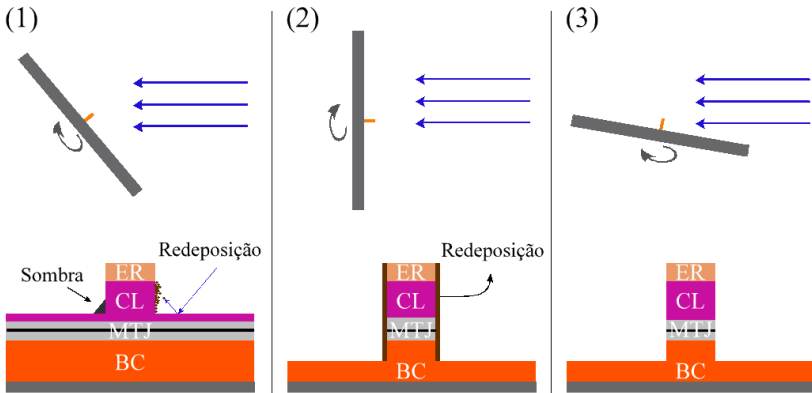


Figura 17: Ilustração das etapas de corrosão utilizadas para definir o nanopilar. BC = *bottom contact*, MTJ = *magnetic tunnel junction*, CL = *capping layer* e ER = *e-beam resiste*. Adaptado da referência[44].

Nos dois primeiros passos, a corrosão pode ser monitorada usando o SIMS para definir o ponto de parada. Em (1) escolhe-se parar na primeira camada que inicia a MTJ. Enquanto que em (2) o ponto de parada é na metade da espessura da camada de contato inferior (do

inglês, *bottom contact* – BC). Esta camada é utilizada posteriormente para realizar o contato inferior e se for totalmente desbastada, isso não será possível, inviabilizando a caracterização elétrica do dispositivo. O passo (3) não pode ser monitorado pelo SIMS, porque o sinal é muito baixo, além disso, trata-se de uma etapa de limpeza do material que foi redepositado, que é uma mistura dos diversos materiais que compõem a amostra [44]. Sendo assim, nesta etapa o processo é controlado através do tempo, e a cada período de tempo o nanopilar é verificado usando microscopia eletrônica de varredura por emissão de campo (do inglês, *field emission scanning electron microscope* - FESEM). Realizar a limpeza lateral do pilar é extremamente importante, pois a redeposição de material gera curtos-circuitos entre as camadas, diminuindo a TMR da junção túnel. Quando todo o material é removido, observamos uma diferença nas dimensões do nanopilar ao longo da altura, causada pela diferença da taxa de corrosão para os diferentes materiais que compõem o nanopilar.

Após a definição do nanopilar há resiste, utilizado na litografia, no topo do pilar. Este resiste pode dificultar o contato elétrico entre o contato superior (do inglês, *top contact* – TC) e a junção túnel. O resiste exposto não pode ser removido por um processo usual de *stripping* utilizando acetona e ultrassom. Uma solução seria submeter os pilares ao plasma de oxigênio (*plasma asher*). No entanto, o plasma afeta fortemente as camadas metálicas do nanopilar, oxidando-as e interferindo tanto no perfil do nanopilar quanto nas propriedades elétricas da MTJ. Devido a isso, esta etapa não é realizada durante o processo de fabricação dos STNOs.

Uma vez definidos os nanopilares, uma camada espessa de Al_2O_3 é depositada para conferir a estrutura estabilidade física e elétrica, protegendo as paredes laterais da MTJ e isolando os contatos superiores e inferiores. A deposição do Al_2O_3 é conformal e segue o perfil do nanopilar, em geral deposita-se 200 nm a mais que a altura do nanopilar, como mostrado na Figura 18(a). Para atingir o nanopilar é feito um processo de planarização, reduzindo a espessura e removendo a camada isolante. Esta etapa também é feita por *ion milling*, agora com condições de alta energia e ângulo de incidência rasante (10°) [44]. O ponto de parada nesta etapa é no meio da espessura da camada de cobertura e não é possível utilizar o sinal do SIMS. Para determinar o ponto de parada, são utilizadas as “trincheiras” abertas na primeira litografia. Nas trincheiras há apenas silício e Al_2O_3 depositado, de modo que é possível medir a espessura do Al_2O_3 usando um perfilômetro óptico. Também se

faz o uso de imagens de FESEM para verificar o processo de planarização e observar quando o nanopilar é atingido, como mostra a Figura 18(b).

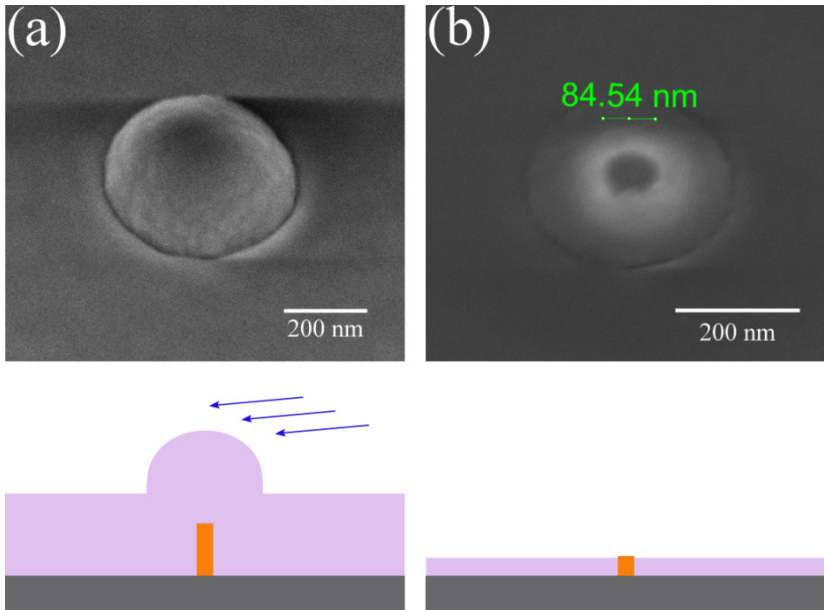


Figura 18: Acima micrografias de FESEM de diferentes etapas do processo de planarização (a) Após a deposição conformal do Al_2O_3 , (b) após 3770s de corrosão, diferença de contraste indica que o nanopilar foi atingido.

Após o nanopilar ser atingido, é depositada uma camada de passivação de 15 nm de TiWN. Além de proteger a área superior do nanopilar essa camada também protege toda a estrutura para a realização da próxima litografia, uma vez que os solventes que removem o resiste também atacam o Al_2O_3 e outros materiais. O TiWN é um dos materiais que tem menor taxa de corrosão com o uso deste solvente e por isso é utilizado como camada passivadora antes de cada etapa de litografia.

Definição dos contatos

As litografias realizadas nas etapas seguintes são litografias ópticas, uma vez que a menor região definida é de $9\mu\text{m}^2$, ou seja, não precisa de resolução em escala nanométrica, além de ser mais rápida que a litografia eletrônica. Depois de depositada a camada passivadora a lâmina é novamente preparada para a litografia (*vapor prime, coating e soft-bake*). A terceira litografia utiliza máscara *clear* e é a litografia que

define a região dos contatos inferiores (BC). A transferência de padrão é feita por *ion milling*, com ângulo de 50° e o ponto de parada é a camada oxidada em cima do Si, conforme Figura 19(a). O restante do resiste é removido (*stripping*) com plasma de O_2 . Após essa etapa, não é depositada a camada passivadora, uma vez que toda a região de interesse já está coberta por TiWN.

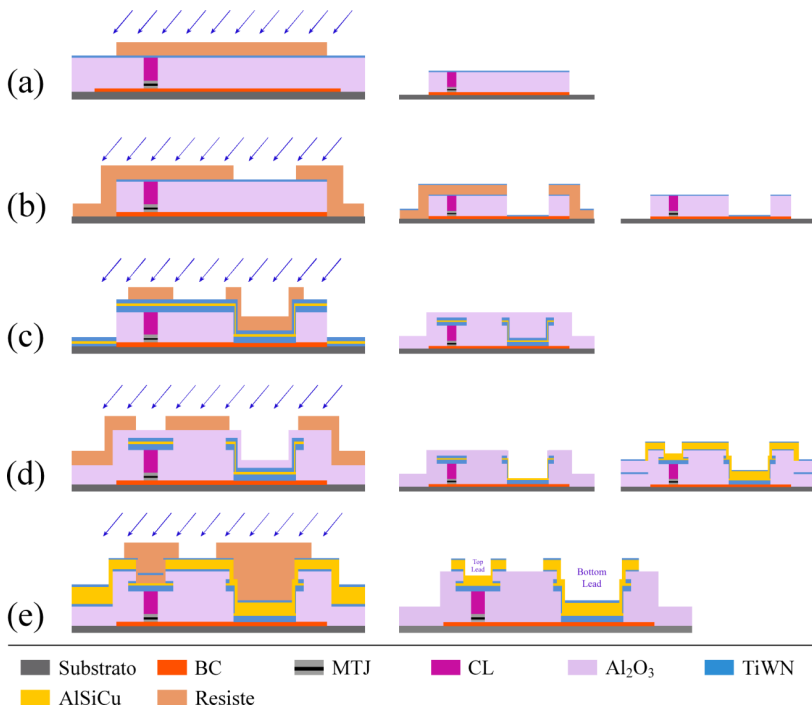


Figura 19: Figura esquemática com perspectiva lateral das etapas do processo de fabricação dos STNOs. (a) 3ª litografia, definição do BC, (b) 4ª litografia, abertura de via para BC, (c) 5ª litografia, definição da camada sacrificial, (d) 6ª litografia, abertura de via para o nanopilar e (e) definição do TC.

A quarta litografia, esquematizada na Figura 19(b), consiste em abrir *vias* (canais) para o contato inferior, uma vez que há uma camada isolante entre a camada passivadora e a camada do BC. Esta é uma litografia com máscara *dark*, onde após a revelação apenas a área em cima dos *pads* inferiores (*pads* são regiões onde serão estabelecidos os contatos elétricos), estão expostas. Primeiramente, um *canal* é aberto por *ion milling* até atingir a camada do BC, esta etapa é controlada por SIMS. Em seguida uma camada de passivação é depositada para

proteger os contatos e então o resiste é removido por *lift-off* (acetona + ultrassom). Como a deposição dos materiais é muito conformal, nesta litografia o resiste é submetido a um processo denominado *soak* (ou mergulho). O *soak* é feito após o *soft-bake*, onde a lâmina passa por um “mergulho” em TMAH (tetramethyl ammonium hydroxide), que modifica a superfície do resiste, tornando-a muito menos solúvel que o *bulk*. Assim, durante o processo de revelação a parte superior irá dissolver numa taxa muito mais lenta que a parte inferior do resiste. Essa diferença na taxa de dissolução gera um perfil rebaixado, como o mostrado na Figura 20. Este perfil, impede o material da camada passivadora seja depositado na parede lateral do resiste, facilitando o processo de *lift-off* [45].

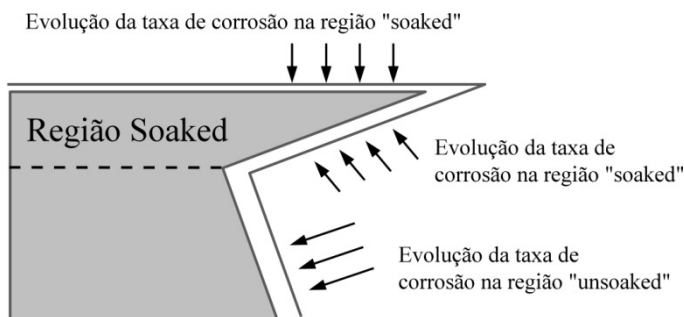


Figura 20: Perfil gerado pelo processo de *soak*.

Após o *lift-off* uma tri-camada sacrificial é depositada, composta por 15 nm de TiWN/ 10 nm AlSiCu/ 15 nm TiWN. O AlSiCu tem a função de auxiliar no ponto de parada do *etching* da sexta litografia. A quinta litografia (Figura 19(c)), tem o objetivo de isolar o nanopilar, onde posteriormente serão definidos os contatos. A máscara é positiva e o ponto de parada de corrosão, por *ion milling*, é a camada de Al_2O_3 abaixo desta tri-camada. O *stripping* é feito com plasma de O_2 e depois uma camada de 300 nm de Al_2O_3 é depositada para garantir o isolamento entre os contatos.

Na sexta litografia é aberto um *canal* para o nanopilar, exemplificado na Figura 19(d). Neste caso, a máscara é positiva, a abertura do *canal* é feita por *ion milling* e o ponto de parada é a camada de AlSiCu entre as camadas de TiWN. A corrosão é monitorada por SIMS, mas como a região definida é muito pequena, há muito pouco material e o sinal é baixo, por isso é necessário muito cuidado. Após o *stripping* são depositadas as camadas que farão os contatos (metalização): 15 nm TiWN/ 300 nm AlSiCu/ 15 nm TiWN e a lâmina é

novamente preparada para a última litografia.

A última litografia é a que define os contatos superiores, Figura 19(e). A máscara é *clear* e o ponto de parada do *ion milling* é a camada de Al_2O_3 , abaixo da camada de metalização. O *stripping* é feito por plasma de O_2 e os dispositivos estão prontos para serem medidos. Somente após essa etapa a lâmina é removida da sala limpa.

3. O estado da Arte

As aplicações para os STNOs são muito promissoras, no entanto, dois importantes pontos ainda precisam ser aprimorados para que a integração destes dispositivos seja possível. Um deles é uma alta potência de saída das oscilações (P_{out}), que devem ser da ordem de 0 dBm, que corresponde a $\sim 1\text{mW}$; e outro é uma estreita largura de linha (FWHM). Com o objetivo de aprimorar estas propriedades, diversas estruturas já foram testadas e caracterizadas, sendo varianda a composição das camadas, empregados diferentes estados magnéticos e condições de campos externos aplicados. As estruturas e condições experimentais mais relevantes que já foram testadas, serão apresentadas nesta seção.

As primeiras observações de emissão de micro-ondas por STNOs foram feitas por Kiselev em 2003 [46], em uma geometria de SV em nanopilares (NP). Em 2004, Rippard e coautores [47, 48], observaram oscilações em SV com nanocontatos (NC). Em ambas as geometrias, o estado magnético das camadas fixa e livre está no plano da amostra. Alguns estudos também foram realizados para campos magnéticos formando um ângulo com o plano das camadas magnéticas. Nestes experimentos larguras de linha estreitas foram obtidas (2-20MHz), porém com potências muito baixas ($< -70\text{dBm}$). Válvulas de spin com geometria de NP foram ainda investigadas em baixa temperatura e com a camada polarizadora fora do plano (OPP), contudo não houve aumento da potência de saída [49-51].

Válvulas de spin apresentam GMR no intervalo entre (0.1-10%), enquanto que MTJ atingem percentuais de TMR acima de 100%. Com o objetivo de aumentar a potência de saída, configurações utilizando MTJ, começaram a ser investigadas a partir de 2007 [52] e com o desenvolvimento das junções túneis chegando a atingir valores na ordem de -40dBm [53, 54].

No que diz respeito à largura de linha, a literatura mostra uma variação muito grande, desde alguns MHz até 1GHz, para as diferentes configurações. A fim de diminuir a FWHM, uma nova configuração foi proposta com uma estrutura antiferromagnética sintética (SAF – do inglês, *synthetic antiferromagnet layer*). Trata-se de duas camadas ferromagnéticas acopladas antiferromagneticamente via interação RKKY. Esse conjunto de camadas atua como polarizador e devido ao efeito recíproco de STT, oscilações também podem ser induzidas na SAF, com alta P_{out} e estreitas larguras de linha da ordem de 20 MHz [55,

56].

Em 2005, surgem trabalhos indicando a possibilidade de sincronizar dois ou mais osciladores. Kaka *et al.* [57], apresentam uma geometria de nanocontato em SV em que ambos os contatos baseiam-se na mesma camada magnética. Eles observaram que quando existe sincronização a FWHM diminui cerca de uma ordem de grandeza e a potência de saída dobra em relação aos valores medidos individualmente em cada um dos dispositivos. Em 2013, Maehara *et al.* [58], obtiveram potências de saída acima de $2 \mu\text{W}$ (~ -26 dBm) em MTJ sincronizadas em uma configuração de nanocontatos.

A Tabela 1 mostra de forma resumida os melhores resultados experimentais encontrados na literatura e discutidos acima. Nota-se claramente que as junções túneis são as mais adequadas para integração dos dispositivos, uma vez que potências de saída são maiores que em dispositivos SV. Também é possível notar que a largura de linha (FWHM) varia consideravelmente para os diferentes tipos de dispositivos, com valores de 1 MHz a 1 GHz. Atualmente o estado da arte em STNOs, está no uso de nanopilares de junções túneis baseadas em multicamadas de CoFeB/ MgO/ CoFeB, com configurações de magnetização perpendicular (ou fora do plano) e o uso de SAF.

Tabela 1: Resumo das diferentes configurações e propriedades dos STNOs a partir da literatura.

Tipo dispositivo	Dimensões XY (nm)	f (GHz)	FWHM (MHz)	P_{out} (dBm)	H	Ref.
SV NP	130 x 70	10 – 20	$10^2 - 10^3$	--	IP	[46]
SV NC	$\varnothing - 40$	5 – 11	20	- 99	IP	[47]
SV NC	$\varnothing - 40$	~ 25	2	-70	OP_{φ}	[48]
SV NP-T	130 x 60	2 – 8	10	--	IP_{φ}	[49]
SV NP-T	50 x 100	12	2	-77	IP	[50]
SV NP-OPP	60 x 70	2 – 4	70	-80	IP	[51]
MTJ NP		3 – 7	100	-76	IP	[52]
MTJ NP-SAF	$\varnothing - 80$	6	10	-43	IP	[53]
MTJ NP-SAF-OPP	150 x 70	0.6 – 1.5	28	-42	--	[54]
MTJ NP-SAF	120 x 70	9.9	5	-52	IP_{φ}	[55]
MTJ NC – S	150 x 150	4	12	-26	IP	[58]

Resumo das principais propriedades dos STNOs a partir da literatura. f refere-se à frequência de oscilação, FWHM é a largura do pico a meia altura, P_{out} é a potência

de saída e H é a configuração do campo aplicado. As abreviações SV=configuração válvula de spin, MTJ= junções túneis, NP= nanopilar, NC= nanocontato, IP=campo no plano, OP= campo perpendicular, ϕ =campo com um ângulo em relação ao eixo fácil e \varnothing = refere-se ao diâmetro. Medidas a baixa temperatura estão identificadas por -T. Para todos os sistemas a configuração do polarizador está no plano, as exceções estão identificadas por -OPP. Sistemas que usam camadas antiferromagnéticas sintéticas estão identificados como -SAF e onde os resultados obtidos via sincronização de dois ou mais osciladores usa-se -S.

Para integração eletrônica dos STNOs, a fabricação deve envolver processos compatíveis com a indústria de semicondutores de produção em massa. A combinação de litografia por feixe de elétrons e corrosão por feixe iônico tem sido utilizada para produzir junções túneis na forma de um pilar em escala nanométrica. Contudo, efeitos de redeposição de material na parede lateral dos nanopilares e efeitos de sombra devido aos ângulos de incidência do feixe iônico, têm-se mostrado ser um problema. A re-deposição aumenta o tamanho final do dispositivo e ainda mais importante causa curto-circuitos através da barreira túnel e que acaba diminuindo a TMR. Os efeitos de sombra impedem a obtenção de nanopilares com paredes verticais (com 90° em relação à base) e diminui a uniformidade do processo.

Esta tese

Como vimos o tema de STNOs é muito amplo e diversas variáveis influenciam nas características que tornam os STNOs potencialmente aplicáveis à indústria tecnológica. Vimos que as características do sinal dos STNOs (frequência, potência, FWHM...) são fortemente influenciadas pela geometria do sistema e que as diversas etapas de fabricação são críticas para garantir bons resultados. Portanto, é necessário pensar e desenvolver métodos de fabricação que tornem o processo mais prático e rápido e que garanta bons resultados. Neste sentido, esta tese apresenta o desenvolvimento de máscaras duras (HM – do inglês, *hard masks*) incorporadas ao processo usual de fabricação de STNOs.

Máscaras duras são máscaras físicas, compostas em geral por um metal, que são gravadas sobre o substrato a partir de processos litográficos. O objetivo é reduzir a redeposição de material na parede dos nanopilares e efeitos de sombra. De modo a melhorar a qualidade do perfil, que irá refletir em uma melhoria na injeção de corrente através da junção. Além disso, surge a possibilidade de reduzir tempos de fabricação, uma vez que com a utilização de materiais rígidos, pode-se

fazer o uso de um processo mais rápido na etapa de planarização, como o polimento mecânico-químico (CMP – do inglês, *chemical-mechanical polishing*). No capítulo 4, é apresentada a fabricação dos dispositivos com o desenvolvimento das máscaras duras e a incorporação destas no processo de fabricação. No capítulo 5, são apresentados os resultados referentes à geometria dos nanopilares e mapeamento da composição química, assim como as propriedades magnéticas estáticas e dinâmicas.

4. Fabricação dos dispositivos

Como descrito no capítulo anterior, a fabricação dos STNOs envolve várias etapas críticas e que demandam muito tempo. Para aplicações tecnológicas além de ser necessário o aperfeiçoamento das características do sinal como largura de linha, potência de saída, faixas de frequências, etc., também é necessário desenvolver processos que tornem a fabricação dos STNOs comercialmente viável, no que diz respeito ao custo e tempo de produção. Nesta tese é proposta a fabricação de nano-osciladores com o uso de máscaras duras, como uma alternativa para reduzir os efeitos de sombra e redeposição de material. Neste capítulo, é apresentado o desenvolvimento de máscaras duras para nanopilares e sua incorporação no processo de fabricação dos STNOs.

4.1 Máscaras duras

Máscaras duras (MD) são máscaras compostas por um metal e substituem o resiste na transferência de padrão. São comumente empregadas em processos secos ou úmidos de corrosão (*etching*), onde condições agressivas inviabilizam o uso de resistes. Condições agressivas podem ser atribuídas a longos tempos de corrosão, uso de ácidos ou bases fortes, plasma com íons de cloro, etc., que são frequentemente utilizados na área de sistemas microeletromecânicos (do inglês, *microelectromechanical systems* – MEMS). As máscaras duras também são uma alternativa para processos de fabricação submicrométricos, com resistes de espessura reduzida os quais não são adequados para atuar como “máscaras de corrosão”[59].

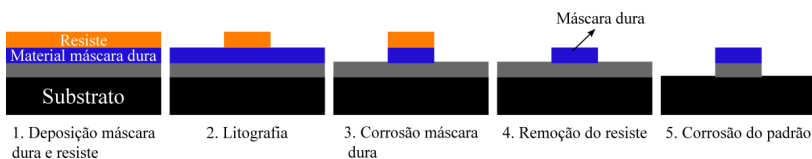


Figura 21: Figura esquemática da definição de máscaras duras.

A máscara dura é primeiramente corroída/gravada a partir de uma máscara de resiste. Depois o resiste é removido (*stripping*) e a corrosão das estruturas desejadas é feita usando somente a máscara dura, conforme esquematizado na Figura 21. A escolha do material da máscara dura pode ser otimizada de acordo com a aplicação/necessidade e o processo de corrosão escolhido. Os processos de

corrosão podem ser divididos em duas classes:

- (i) Úmidos, baseados em soluções químicas que reagem com o material a ser removido e promove a transferência de padrão. Os processos úmidos apresentam algumas vantagens como baixo custo e boa seletividade. No entanto, a corrosão é isotrópica (taxa de corrosão lateral é a mesma que a horizontal), atacando a máscara por baixo (*undercut*) e o padrão não é transferido de forma correta. Devido a isso, não se aplica em estruturas submicrométricas, além de haver risco de contaminação.
- (ii) Secos, que podem ser físicos, pelo bombardeamento da superfície por um feixe de íons que transferem energia na forma de momento, removendo o material das regiões desejadas (*ion milling*, por exemplo); químicos, em que um gás reativo ionizado, promove a corrosão do material de interesse, ou ainda a combinação dos processos físico e químico, chamado de corrosão por íons reativos (do inglês, *reactive ion etch* – RIE). A partir dessa combinação é possível atingir altos níveis de resolução, reduzindo o tempo de processo e sendo o mais utilizado na indústria de microfabricação.

Em processos químicos de corrosão o resiste também é afetado e um parâmetro importante, é a seletividade do resiste. Seletividade é a proporcionalidade ou relação entre as taxas de corrosão dos diferentes materiais, neste caso, do resiste e da máscara dura. Assim, uma seletividade de 1:1, significa que apenas camadas muito finas podem ser corroídas, sem que a dimensão do padrão desejado seja perdida.

4.2 Desenvolvimento de máscaras duras para nanopilares

Apesar de serem amplamente utilizadas em processos submicrométricos, na área de microfabricação, máscaras duras não fazem parte do processo usual de fabricação dos STNOs. Portanto, foi necessário estabelecer condições de corrosão por RIE que proporcionassem máscaras duras para a fabricação de nanopilares aplicados à STNOs.

Um dos objetivos também foi reduzir o tempo de processamento dos dispositivos e por isso optou-se pelo desenvolvimento de máscaras duras de TiW utilizando o método de corrosão por RIE. O TiW é um material que já é utilizado nas etapas de metalização dos STNOs, apresenta boa adesão, baixa difusão e é mais dúctil que o cobre, por

exemplo [60, 61]. Além disso, em alguns trabalhos máscaras duras de Ti e TiN fabricadas por RIE, apresentam um perfil de $\sim 90^\circ$ com relação a base [62, 63]. Partindo de parâmetros já estabelecidos no grupo de MEMS do INL, têm-se que o TiW apresenta boa seletividade para com o resiste nos processos já utilizados. Com estas características o TiW é um bom candidato a camada de cobertura. Como descrito anteriormente, a fabricação de nanopilares utiliza *ion milling* e para esse processo o TiW apresenta grande redeposição de material. Contudo, ao introduzir o processo por RIE para fabricação de nanopilares o problema da redeposição é evitado, uma vez que o material reage com o gás ionizado, formando produtos gasosos que são removidos da câmara por bombas de vácuo.

Inicialmente foram depositados sobre lâmina de Si com óxido nativo (Si-SiO₂) apenas o material da máscara e uma camada de referência para parar a corrosão (*stop layer*), neste caso 15 nm Al₂O₃/ 240 nm TiW. Uma máscara foi desenhada contendo círculos de 50 a 450 nm de diâmetro, dispostos em matrizes de 500 x 500 μm formando um molde de 2,2 x 2,2 cm², que permite avaliar o efeito da corrosão em estruturas com dimensões diferentes. A lâmina foi preparada para litografia de elétrons, passando pelos processos *vapor prime*, recobrimento com resiste para elétrons ARN7520 negativo (200nm), aquecimento brando, exposição e revelação, etapas 1-3 da Figura 22. Para aproveitar ao máximo a área disponível na lâmina e tempo de máquina, vários padrões foram produzidos na superfície da lâmina simultaneamente e depois clivados, possibilitando a realização de vários testes.

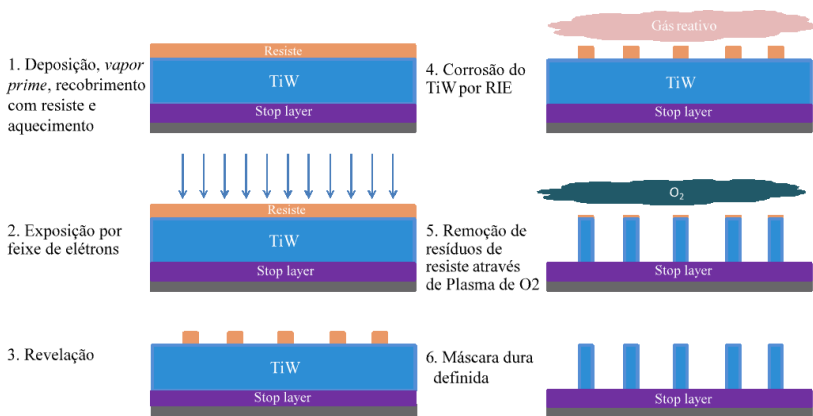


Figura 22: Etapas de fabricação máscaras duras para nanopilares.

Com o padrão litografado sobre o material da máscara dura, deu-se início aos testes de RIE. Foi utilizada a seguinte metodologia: um pedaço de Si com o padrão litografado foi submetido ao processo de RIE, juntamente com outros dois pedaços, um contendo apenas filme de TiW e outro com o resiste ARN7520. Estes dois últimos pedaços foram utilizados para definir a taxa de corrosão de cada material, sendo esta calculada a partir de medidas da espessura final por perfilometria óptica e medidas de resistividade. Após a corrosão as máscaras foram observadas utilizando microscopia eletrônica de varredura por emissão de campo (do inglês, *field emission scanning electron microscopy* – FESEM), depois submetidas a um plasma de O₂ para remoção do resiste residual, e novamente observadas por FESEM para verificar se o resiste havia sido removido.

A corrosão por RIE foi realizada em um sistema de vácuo, utilizando equipamento onde o plasma é produzido através de uma fonte de radio frequência denominada ICP – do inglês, *inductively coupled plasma*, com alta densidade de íons. Uma segunda fonte de radio frequência na base do porta-amostra, cria um campo elétrico direcional para que a corrosão ocorra de forma anisotrópica, conforme esquematizado na Figura 23.

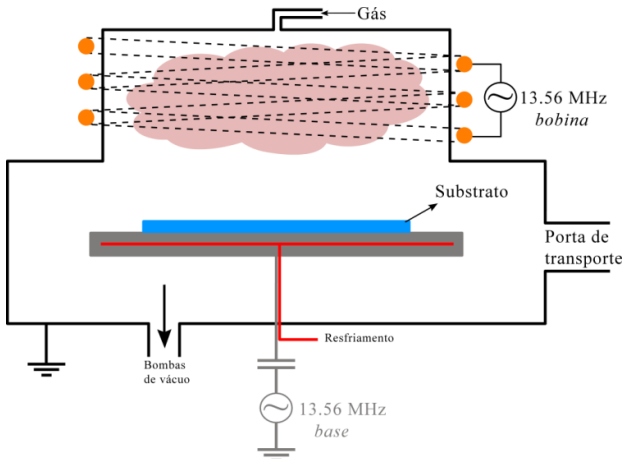


Figura 23: Esquema de montagem de um sistema de RIE com fonte ICP.

Muitos parâmetros podem ser alterados, como o tipo e concentração dos gases, pressão, potência da bobina (fonte ICP) e potência da segunda fonte RF (base porta amostra). O processo foi iniciado utilizando-se as condições já definidas pelo grupo de MEMS do INL: 15 sccm de CF₄, 45 sccm de Cl₂, pressão de 5 mTorr, potência na

bobina de 1300 W, tempo de corrosão $t = 30$ s. Contudo, foi variada a potência da fonte no porta amostra em 0, 50, 100, 200 e 300 W. A tabela abaixo mostra as taxas de corrosão e seletividade obtidas para cada condição.

Tabela 2: Taxas de corrosão e seletividade para diferentes potências da fonte no porta amostra.

Potência porta amostra (W)	Taxas de corrosão		Seletividade ARN 7520: ER TiW
	ARN 7520, nm/min	ER TiW, nm/min	
0	16	305	19:1
50	104	192	1,8:1
100	237	180	0,7:1
200	385	232	0,6:1
300	406	247	0,6:1

As potências no porta-amostra de 100, 200 e 300 W apresentaram uma taxa de corrosão do resiste superior a do TiW, tornando o uso destas condições inviáveis para o processo. Apesar da ótima seletividade apresentada pela condição de 0 W, as imagens de FESEM (não apresentadas aqui) mostraram uma superfície altamente irregular no entorno da máscara. Já para a condição de 50 W, as imagens de FESEM mostraram uma superfície envolta da máscara mais regular, como a apresentada na Figura 24(a). A seletividade de quase 2:1, tornam essas condições um bom ponto de partida. Nos testes seguintes as condições foram mantidas e o tempo de corrosão foi aumentado para que todo o TiW fosse removido. As micrografias para $t = 1$ min 23s, mostram que ao atingir a camada de Al_2O_3 a superfície no entorno da máscara torna-se muito lisa, com baixíssima rugosidade (ver Figura 24(b)), indicando que este é bom material para a camada de referência para parar a corrosão. No entanto, a camada de Al_2O_3 não pode ser usada no nanopilar, já que por ser oxidada impossibilita a realização das medidas elétricas. Além disso, observamos que após o processo de remoção do resiste, este parece não ter sido removido totalmente da parte superior da máscara, ver Figura 24(c). A provável explicação para isso é que a seletividade não é suficiente e mais da metade do resiste é corroído durante o processo, o resiste fino pode reticular-se e não é removido pelo plasma de O_2 .

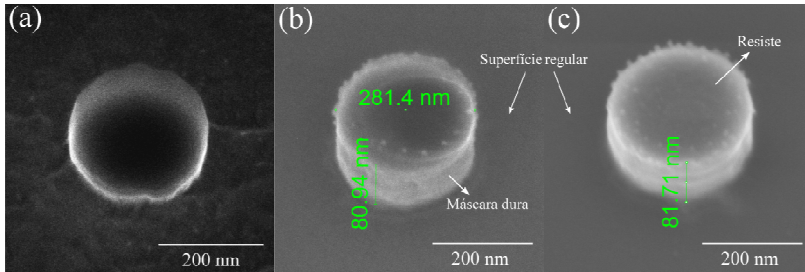


Figura 24: Micrografias de FESEM com ângulo de inclinação de 30° para máscaras duras com diâmetro nominal de 350 nm, preparadas com potência no porta amostra de 50W: a) tempo de corrosão $t = 30$ s, sem remoção do resiste, b) $t = 1$ min 23s, sem remoção do resiste e c) $t = 1$ min 23s, após a remoção do resiste. Devido ao ângulo de inclinação a espessura vertical não é real.

Novos testes foram realizados alterando o material da camada de referência para 10 nm de AlSiCu, que apresenta uma taxa de corrosão de 3 nm/min para as condições de 50 W no porta amostra. O teste foi realizado sob as mesmas condições (15 sccm de CF_4 , 45 sccm de Cl_2 , pressão de 5 mTorr, potência da bobina de 1300 W, potência no porta amostra de 50 W e $t = 1$ min 23s). A Figura 25(a) mostra imagem de FESEM de uma máscara após a corrosão, onde verificamos uma forma irregular da máscara. Também é possível observar umas manchas na superfície entorno das máscaras, como mostrado na imagem de FESEM com baixa magnificação apresentada na Figura 25(b). Estes resultados indicam que o processo utilizado foi muito reativo. Dessa forma, a utilização dos gases foi reavaliada a fim de reduzir a reatividade do processo.

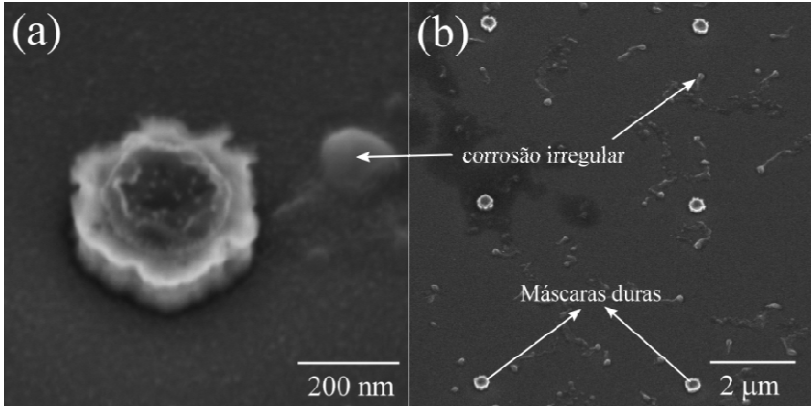


Figura 25: Micrografias de FESEM de máscaras duras com camada de referência de corrosão de AlSiCu, produzidas sob as condições 50W no porta amostra e $t = 1 \text{ min } 23\text{s}$: a) máscara com diâmetro nominal de 350nm, inclinação de 30°, possível formação de polímero ao redor da máscara. b) imagem de baixa magnificação, onde se observa um padrão irregular de corrosão na superfície entorno das máscaras.

Para tornar o processo menos reativo foi utilizado apenas um gás como agente de reação e um gás “neutralizador” (que ioniza e promove a corrosão via sputtering), com base em alguns processos da literatura [62, 64]. Para corrosão do TiW em geral usa-se gases a base de Cl e F. Optou-se por utilizar apenas o gás de flúor já que este reage tanto com o titânio quanto com o tungstênio. Quanto ao gás “neutralizador” em geral usa-se argônio, no entanto optou-se por utilizar gás hélio que ajuda na dissipação do calor, protegendo o resiste. Os testes seguintes foram realizados utilizando as seguintes condições: 40 sccm SF₆, 40 sccm He, potência da bobina de 1300 W, potência do porta amostra de 30 W (condição que formou o plasma), $t = 1 \text{ min}$ e variou-se a pressão em 1, 15 e 25 mTorr.

Tabela 3: Taxas de corrosão e seletividade para diferentes condições de pressão.

Pressão (mTorr)	Taxas de corrosão		Seletividade ARN 7520: ER TiW
	ARN 7520, nm/min	ER TiW, nm/min	
1	35	44	1,3:1
15	169	282	1,7:1
25	120	300	2,5:1

As pressões de 15 e 25 mTorr apresentaram boa seletividade, contudo as análises de FESEM revelaram piora na regularidade da superfície e perfil da máscara. Como mostrado nas Figura 26(a) e (b), há a formação muito irregular da máscara e presença de muitos aglomerados na superfície entorno da máscara. Essas irregularidades não são desejadas, pois podem prejudicar o perfil do nanopilar a ser definido. Para a condição de baixa pressão (1 mTorr, Figura 26(c)), observamos que há uma significativa redução dos aglomerados ao redor da máscara.

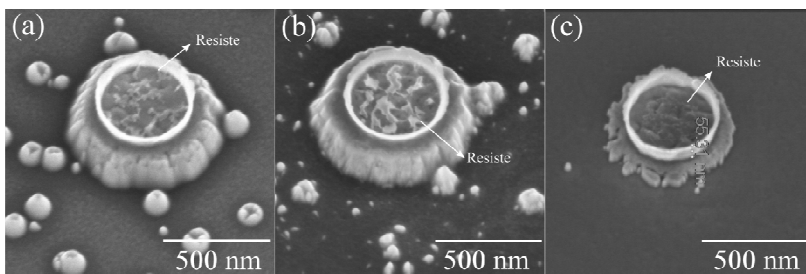


Figura 26: Micrografias de FESEM com ângulo de inclinação de 30° para máscaras duras com diâmetro nominal 450 nm, preparadas sob as condições da Tabela 3.

A condição de baixa pressão mostrou-se como a mais adequada, mas ainda sendo necessário ajustar as condições de corrosão. Após vários testes, utilizando as condições de 10 sccm SF₆, 10 sccm He, potência da bobina de 1000 W, potência do porta amostra de 30 W e pressão de 1 mTorr, obteve-se a uma melhor condição para fabricação das máscaras. Observou-se nas micrografias da Figura 27 que a máscara apresenta um perfil mais próximo de 90°, apesar da formação de uma camada irregular na parede da máscara que não foi possível identificar, mas que foi considerado não prejudicar a estrutura do nanopilar a ser produzido (Figura 27(a)). Após o processo de remoção do resiste, observa-se na Figura 27(b), que o resiste foi removido da parte superior da máscara, em comparação com a Figura 27(a). A Figura 27(c) mostra uma micrografia de baixa magnificação, onde se observa a regularidade da superfície ao redor das máscaras. As taxas de corrosão para essas amostras são de 70 nm/min para o TiW e 31 nm/min para o resiste ARN 7520, conferindo uma seletividade de 2,2:1. O processo tornou-se menos reativo em comparação com os testes iniciais, mesmo assim rápido, com apenas 5 min é possível fazer a corrosão completa dos 240 nm de TiW.

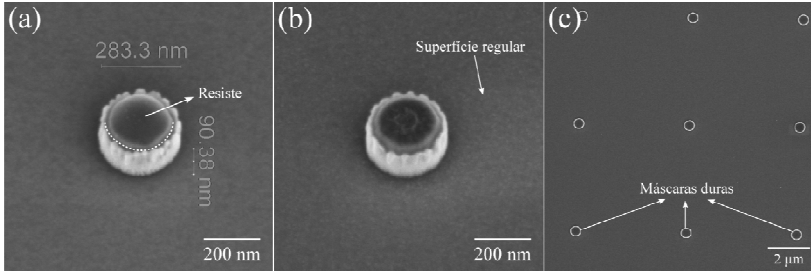


Figura 27: Micrografias de FESEM com ângulo de inclinação de 30° para máscaras duras com diâmetro nominal de 250 nm, preparadas sob as condições de 10 sccm SF6, 10 sccm He, potência da bobina de 1000 W, potência da porta amostra de 30 W e pressão de 1 mTorr, t = 4 min: a) sem remoção do resiste, b) após a remoção do resiste e em c) imagem de baixa magnificação das máscaras.

4.3 Incorporação das máscaras duras no processo de fabricação

Uma vez definidas as condições satisfatórias para a fabricação da máscara dura, essas foram incorporadas ao processo de fabricação de STNOs existente no INL. A fim de preservar a junção túnel (MTJ), definiu-se como um primeiro teste realizar a corrosão via RIE na máscara dura (que irá definir o nanopilar) e na região da MTJ a corrosão continuará por *ion milling*, conforme Figura 28. Essa etapa foi incluída antes da etapa de definição do nanopilar descrita pela Figura 17 (seção 2.4.1.1).

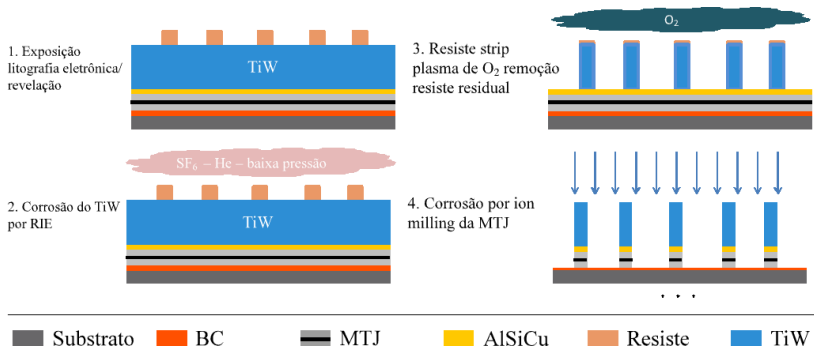


Figura 28: Representação esquemática da incorporação das máscaras duras no processo de fabricação dos nanopilares nas etapas iniciais da fabricação.

4.4 Fabricação dos nanopilares com máscara dura

A primeira etapa do processo de fabricação dos nanopilares foi a deposição das multicamadas (*stack*) que compõem o nanopilar. As deposições foram feitas por *sputtering* em uma lâmina de Si de 200mm de diâmetro e as condições de deposição de cada material podem ser encontradas no Apêndice A. A empilhamento escolhido é composto por Si-SiO₂/ Al₂O₃ 100/ Ta 50/ (CoFe)₈₀B₂₀ 1.4/ MgO < 1/ Co₇₀Fe₃₀ 0.5/ (CoFe)₈₀B₂₀ 2.2/ Ta 0.21/ Co₇₀Fe₃₀ 2/ Ir₂₀Mn₈₀ 6/ Ru 5/ Cu 140/ Ru 30 (os números após cada composto/material indicam a espessura em nm). Acima dessas multicamadas, foi depositado o material da MD: AlSiCu 10/ TiW 240. A Figura 29(a), mostra de forma esquemática a composição das camadas que compõem a *stack* com a indicação de cada parte da estrutura. Como descrito anteriormente, a fim de preservar a junção, neste teste as camadas de cobertura (*capping layer* - CL), não foram alteradas. Dessa forma, a corrosão da MD realizada por RIE e a corrosão das demais camadas continua sendo realizada em duas etapas (ver seção 2.4.1.1 – *Definição do nanopilar*), conforme resumido na Figura 29(b). A lâmina foi então submetida a tratamento térmico de 330°C, com campo magnético de 1T aplicado no plano por 2h.

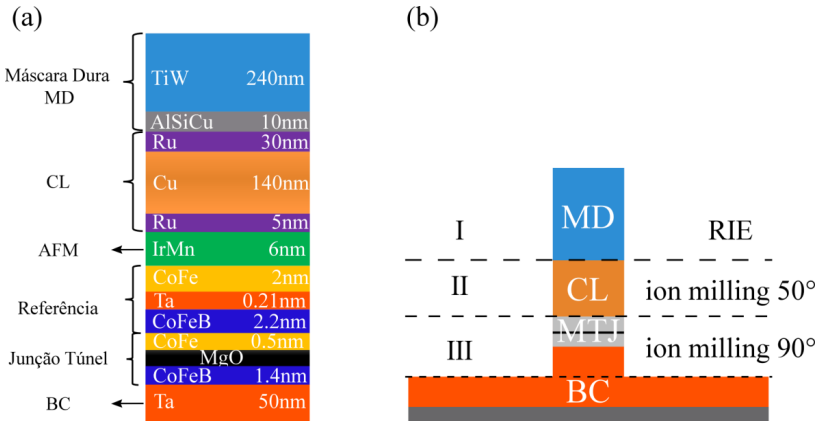


Figura 29: Figura esquemática (a) composição das camadas depositadas por sputtering e (b) resumo das etapas de corrosão para definição do nanopilar. MD = máscara dura; CL = *capping layer*; AFM = camada antiferromagnética; MTJ = *magnetic tunnel junction* e BC = *bottom contact*.

A primeira litografia, para abertura das “trincheiras”, foi realizada conforme descrito na seção 2.4.1.1. A segunda litografia, que define a

máscara dura para fabricação dos nanopilares, foi realizada por litografia eletrônica, com resiste negativo ARN 7520 (200nm) e exposição negativa. Foram utilizados dois modelos de máscaras denominados DC e RF, onde a diferença está apenas no formato dos contatos. Os desenhos DC possuem quatro contatos quadrados simétricos de $160 \mu\text{m}^2$ (dois superiores e dois inferiores), enquanto que os desenhos RF, além destes contatos, possui uma terceira região de contato inferior com $60 \times 520 \mu\text{m}^2$, para realização de medidas RF três pontas (não utilizadas), mais detalhes pode ser encontrado no Apêndice B. Tanto a forma quanto o diâmetro dos nanopilares foram variados, sendo em formatos circulares com diâmetros de 50 – 450 nm e formatos elipsoidais com eixos a e b de 50/200 – 250/350 nm, conforme Tabela 6 do Apêndice B. Após a exposição e revelação do resiste, a lâmina foi submetida aos processos de RIE, remoção do resiste e definição do nanopilar por *ion milling*, conforme mostrado Figura 28.

A Figura 30 mostra imagens de FESEM de um nanopilar circular com diâmetro nominal de 75nm em diferentes etapas do processo. A Figura 30(a) corresponde a imagem após a litografia eletrônica, onde observa-se o padrão formado pelo resiste com espessura menor do que o desenhado na máscara. Depois da corrosão da máscara por RIE (etapa I da Figura 29(b)), a micrografia apresentada na Figura 30(b) mostra a máscara dura com diâmetro um pouco maior, que pode ser devido a formação irregular ao redor da máscara, citado anteriormente. Após o processo de remoção do resiste, observa-se na Figura 30(c) que o este foi completamente removido do topo da máscara. A Figura 30(d) mostra a imagem do nanopilar após a etapa de definição por *ion milling* (etapas II e II da Figura 29(b)). Neste caso, observa-se um aumento significativo do diâmetro do nanopilar, principalmente na parte superior do mesmo, o que pode ser devido à redeposição de material.

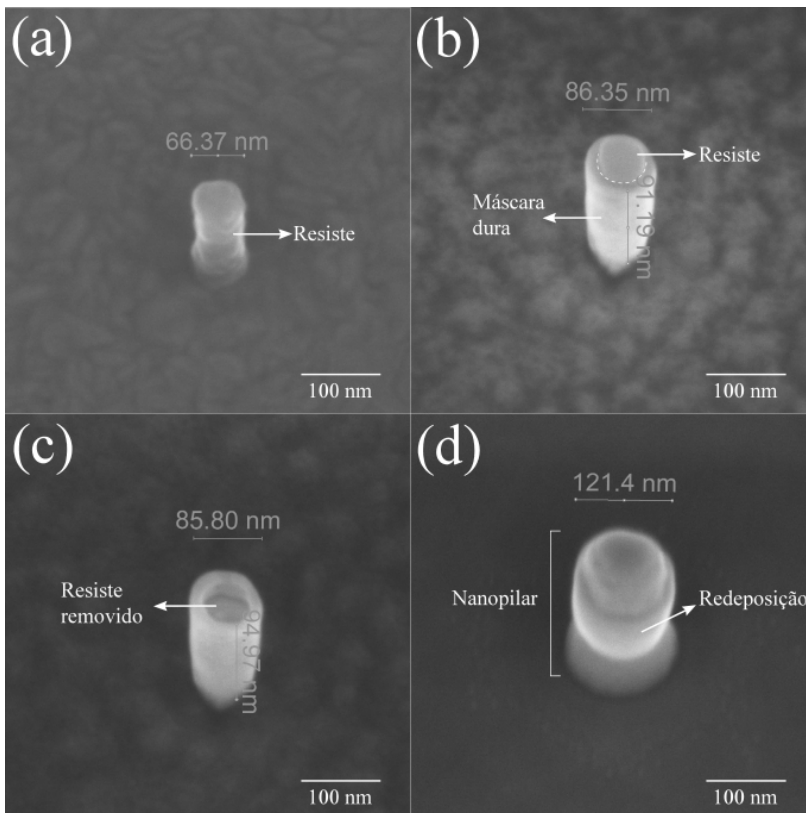


Figura 30: Micrografias de FESEM para um nanopilar circular de 75nm de diâmetro em diferentes etapas do processo de fabricação: a) após a litografia eletrônica, b) após a corrosão por RIE, c) após resiste *stripping* e d) após a corrosão da MTJ por *ion milling*. Devido ao ângulo de inclinação a espessura vertical não é real.

Observa-se que para o processo adotado a redeposição de material ainda é muito acentuada. Isso se deve a camada de 140 nm de Cu, que foi mantida a fim de proteger a junção. Em função disso, a etapa de definição do pilar continuou sendo realizada em duas partes, como visto na seção 2.4.1.1 – *Definição do nanopilar* corrosão com ângulo de incidência de 50° causa muita redeposição de material. A Figura 31(a) mostra o sinal de SIMS obtido durante a corrosão por *ion milling* com alta energia, observa-se a corrosão completa da camada de 30 nm de Ru e depois a camada de 140 nm de Cu. Quando o sinal SIMS do Cu começa a cair significa que em algumas regiões da amostra a camada de

Cu já foi completamente corroída, a corrosão desta etapa foi parada quando o sinal de Cu reduziu cerca de 30%. Na Figura 31(b), o sinal SIMS refere-se à condição de baixa energia. É possível observar a corrosão completa das camadas de Ru, IrMn, CoFe, sendo que a corrosão foi parada quando ~50% da camada de Ta havia sido corroída, que é o contato inferior.

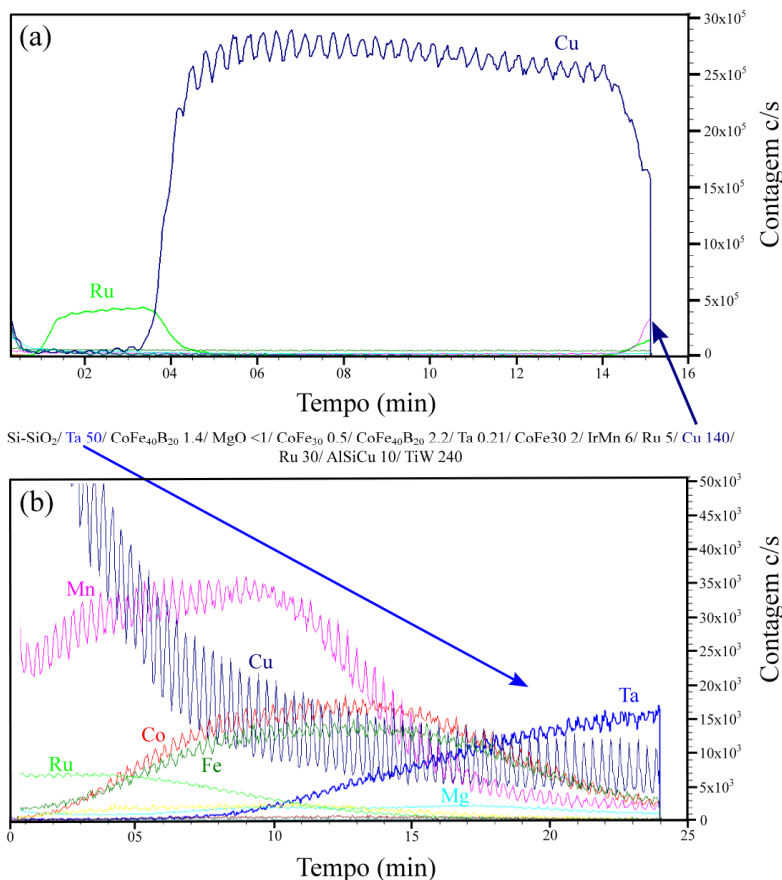


Figura 31: Sinal SIMS obtido durante a corrosão da MTJ por *ion milling* a) condição de alta energia e b) condição de baixa energia. Setas indicam o ponto de parada em cada etapa.

Uma vez definido o nanopilar, foi realizada a etapa de limpeza lateral a fim de eliminar o material redepositado no nanopilar. A Figura 32 mostra imagens de nanopilares de diferentes tamanhos após a

realização de 1500s de limpeza. Nos três nanopilares apresentados não foi observado a redução do diâmetro com a limpeza lateral, como era esperado. Para o nanopilar de 75nm de diâmetro da Figura 32(a), nenhuma mudança significativa na parede do pilar foi observada (quando comparada a Figura 30(d) após definição do nanopilar). No entanto, para os nanopilares com dimensões maiores como os mostrados nas Figura 32(b) e (c) observa-se uma degradação da base, região onde está localizada a MTJ e por isso optou-se em parar a limpeza com este tempo. Pelo processo de fabricação anterior o tempo de realização desta etapa era superior a 3000s.

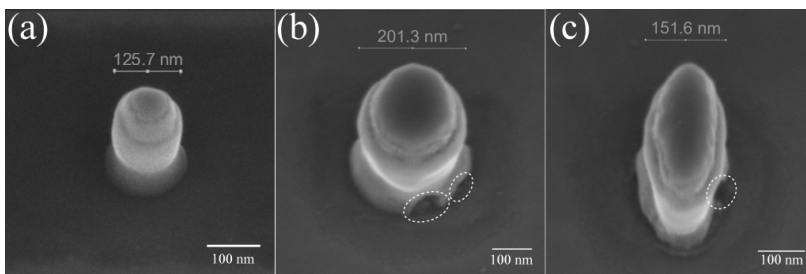


Figura 32: Micrografias de FESEM de nanopilares após 1500 s de limpeza lateral a) nanopilar circular com diâmetro nominal 75 nm, b) nanopilar elipsoidal com dimensão nominal de 150 x 200 nm e c) 100 x 300 nm.

A etapa seguinte e que também sofreu influência da incorporação da máscara dura ao processo é a planarização. Posteriormente à limpeza lateral dos nanopilares, 600 nm de Al_2O_3 foram depositados e a planarização foi realizada até que a parte superior dos nanopilares fosse atingida. A Figura 33(a) mostra um nanopilar após a limpeza lateral com diâmetro de ~ 140 nm. As Figuras 33(b) e 33(c) apresentam o mesmo nanopilar já submetido ao processo de planarização por durante 21000 s e 22000 s, respectivamente. Medidas de perfilometria óptica indicaram a corrosão de aproximadamente 450 nm de Al_2O_3 para um tempo de planarização de 21000 s. Ao iniciar a planarização o nanopilar possuía altura de cerca de 220 nm, dessa forma garante-se que nanopilar já foi atingido. Como se observa na Figura 33(b), a parte superior do nanopilar foi exposta e possui cerca de 145 nm de diâmetro, estando de acordo com o diâmetro obtido na Figura 33(a). Algumas irregularidades ainda são observadas na parte superior do nanopilar e por isso mais 1000s de planarização foram realizados. Nota-se na Figura 33(c) que este tempo adicional de planarização não foi eficaz na remoção destas imperfeições, com este tempo o nanopilar possui cerca de 142 nm de altura, ou seja, as

camadas de TiW, AlSiCu e Ru foram removidas, estando a camada de Cu exposta e a planarização foi encerrada. As etapas seguintes do processo de fabricação não foram alteradas, sendo realizadas conforme já descritas na seção 2.4.1.1 – *Definição dos contatos*.

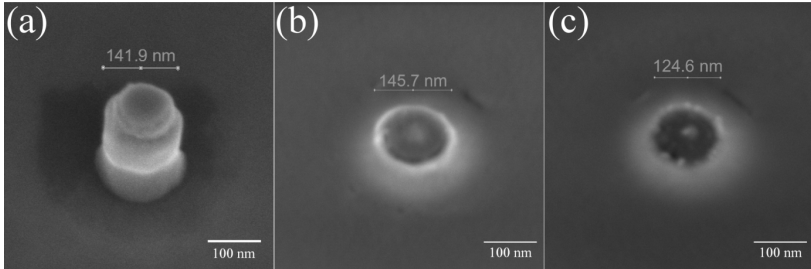


Figura 33: Micrografias de FESEM de um nanopilar circular com diâmetro nominal de 100nm: a) após limpeza lateral do pilar, b) depois de 21ks de planarização e c) após 22ks de planarização.

As Figura 34(a, c, e, g e i) apresentam os desenhos das máscaras de cada uma das etapas de litografias e suas correspondentes imagens ópticas (Figura 34 b, d, f, h e j) do dispositivo após a realização da litografia e transferência do padrão. Os conjuntos de imagens a-b, c-d, e-f, g-h e i-j, referem-se à 3^a, 4^a, 5^a e 6^a etapas de litografia, respectivamente. Essas etapas são correspondentes às descritas na Figura 19 (a-e), em perspectiva lateral. A partir das imagens ópticas é possível verificar que o padrão foi transferido de acordo com o desejado, com bom alinhamento entre as máscaras de cada etapa.

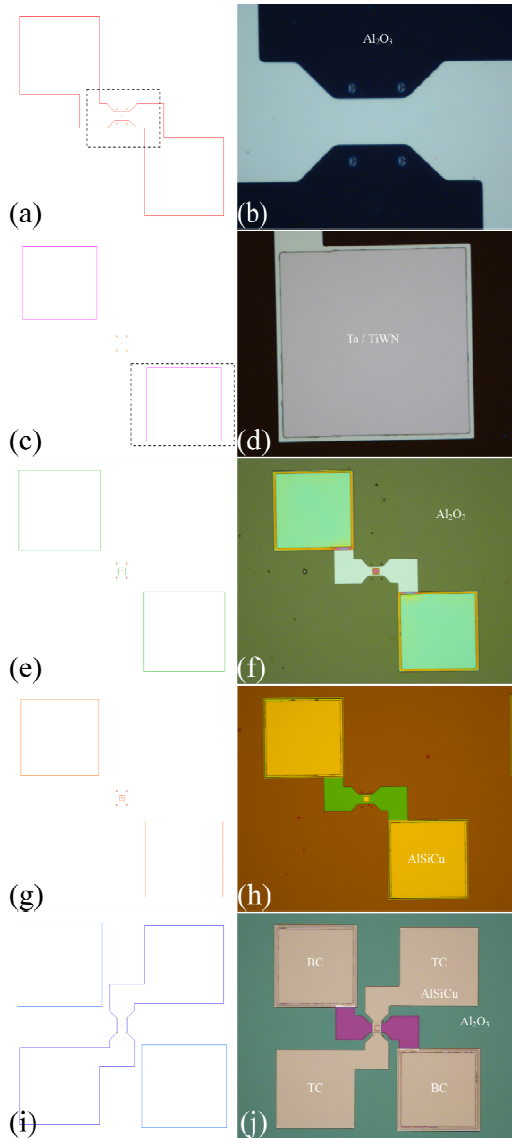


Figura 34: Imagens com perspectiva superior das etapas de fabricação do dispositivo. Imagens (a, c, e, g, i) são os desenhos das máscaras em cada uma das etapas de litografia e imagens (b, d, f, h, j) são as respectivas imagens ópticas do dispositivo após cada etapa.

5. Resultados

Nesta seção serão apresentados os resultados obtidos através das caracterizações morfológicas do nanopilar e propriedades químicas e magnéticas (estáticas e dinâmicas). Com exceção das as medidas de magnetometria de amostra vibrante (do inglês, *vibrating sample magnetometer* - VSM) que foram realizadas no Laboratório Multiusuário de Caracterização Magnética de Materiais da UFSC, todas as demais caracterizações foram realizadas no INL.

5.1 Geometria do nanopilar

Nesta seção será discutida a geometria final obtida para nanopilares cilíndricos, formados pelo empilhamento de diferentes camadas e fabricados pelo processo de máscaras duras desenvolvido nesta tese. Com o intuito de caracterizar a parede lateral dos nanopilares e a composição das camadas, uma lamela foi preparada utilizando um microscópio eletrônico de varredura com feixe iônico focalizado (do inglês, *dual beam scanning electron microscope* - SEM/FIB), FEI Helios Nanolab 450S. Para preparação desta lamela, um corte de seção transversal foi realizado em um nanopilar de 150 nm e uma fina “fatia” foi extraída com ~200nm de espessura para análise de microscopia eletrônica de varredura por transmissão (do inglês, *scanning transmission electron microscopy* - STEM, FEI Titan ChemiSTEM).

Durante a preparação da lamela várias micrografias de FESEM foram feitas para acompanhar o processo. Na Figura 35(a) é mostrada uma imagem de FESEM da superfície do *canal* para o nanopilar (definido na 6ª etapa de litografia) aberto para realizar o contato superior do nanopilar. Abaixo desta superfície se encontra o nanopilar, indicado na parte central da Figura 35(a). Observa-se uma superfície muito regular, indicando que a etapa de planarização foi eficaz, caso contrário, é comum observar irregularidades na superfície, características da deposição conformal, devido à forma irregular do topo do nanopilar. Uma planarização eficaz significa que toda a área superficial do nanopilar realiza contato com a camada metalizadora. A Figura 35(b) mostrada uma imagem de microscopia eletrônica de varredura por transmissão (do inglês, *scanning transmission electron microscopy* - STEM, FEI Titan ChemiSTEM) no modo de campo escuro anular de alto ângulo (do inglês, *high angle annular dark field* - HAADF) com

perspectiva lateral do nanopilar. É possível observar que toda a área do topo do nanopilar está em contato com o TiWN. Nota-se também a camada metalizadora de 300 nm de AlSiCu e a camada de Al₂O₃ de isolamento elétrico entre o contato superior e inferior, que confere também estabilidade estrutural ao nanopilar.

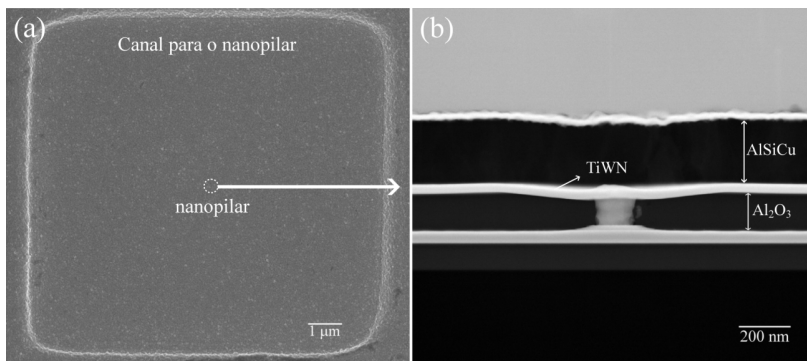


Figura 35: (a) Imagem da superfície da *canal* para o nanopilar (6ª litografia) sobre a qual está o nanopilar, obtida por FESEM. (b) Imagem de STEM-HAADF da seção transversal do nanopilar, obtida de lamela preparada por FIB.

Nas Figura 36(a, b) são mostradas imagens de STEM de nanopilares circulares com diâmetro nominal de 150nm, sendo em (a) fabricado com o uso de máscara dura e em (b) sem máscara dura (imagem gentilmente cedida pelo doutorando Mohammad Tarequzaman - INL, para fins de comparação). Os nanopilares mostrados na Figura 36, possuem empilhamento das camadas (*stacks*) diferentes, mas ambos possuem 50 nm de Ta como camada inferior de contato, permitindo comparar o efeito de sombra nos nanopilares. Nota-se que o efeito de sombra (presença de uma base lateral no pé do pilar) aparece para os dois processos de fabricação. Para o nanopilar com MD a base é de 73 nm, ~48% maior do que o diâmetro do nanopilar, enquanto que o processo sem MD é de 67 nm, ~40% do nanopilar. Como já discutido, este efeito provém da etapa de definição do nanopilar por desbaste iônico (*ion milling*) com ângulo de incidência de 50°. O processo com MD ainda pode ser melhorado, utilizando o próprio material da máscara dura como camada de cobertura (*capping layer*). Assim, pode-se eliminar do processo de fabricação a corrosão iônica com ângulo de 50° e realizar esta etapa utilizando apenas RIE e desbaste iônico com incidência de 90°. Enquanto que o nanopilar fabricado sem MD já está no limite de desenvolvimento do processo de

fabricação, que leva os pilares a uma geométrica de cone.

No que diz respeito às propriedades elétricas para a série de nanopilares produzido sem máscara dura, como o da Figura 36(b), o valor de TMR obtido foi na ordem de 70% com RA de $3 \Omega \cdot \mu\text{m}^2$, chegando a valores de FMHW do pico de 30 MHz, com uso de camadas sintéticas antiferromagnéticas (SAF). Já para o nanopilar fabricado com máscara dura, foram obtidos valores de TMR de 109%, com RA de $2.19 \Omega \cdot \mu\text{m}^2$ e FMHW < 100 MHz, sem SAF. Estes resultados serão discutidos em detalhes nas seções seguintes, o que é importante ressaltar neste momento é que o processo de fabricação com MD não prejudicou nem a TMR e nem a resposta oscilatória dos nanopilares, que pode ainda ser melhorada com o uso de SAF.

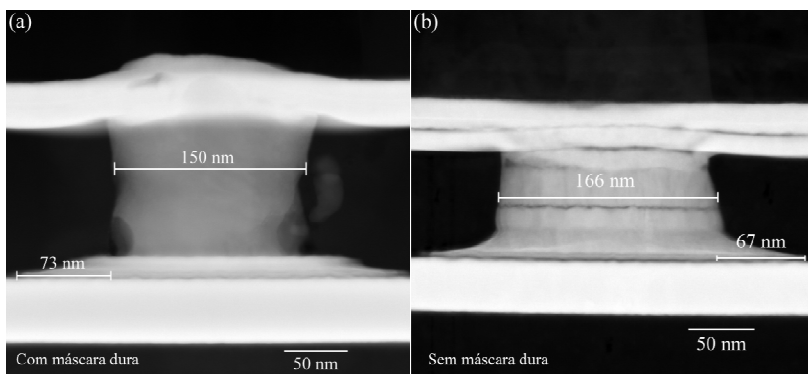


Figura 36: Imagens de STEM-HAADF para nanopilares circulares com diâmetro nominal de 150nm e contato inferior de 50nm de Ta. (a) fabricado com o uso de máscara dura e (b) sem máscara dura.

5.2 Mapeamento da composição química do nanopilar

A caracterização estrutural da lamela foi obtida usando HAADF por STEM e a composição química foi determinada por espectroscopia por dispersão em energia de raios-X (do inglês, *energy dispersive x-ray spectroscopy* - EDS). Na Figura 37 (e) é apresentada uma imagem de HAADF-TEM do nanopilar. Mapas químicos correspondentes à imagem HAADF-TEM do nanopilar, obtidos por EDS, são mostrados nas Figuras 37 (a, b, c, d, f, g, h, e i) para os elementos W, Cu, Al, Ir, Ta, Fe, Mg e Co, respectivamente. Na Tabela 4 são apresentadas energias para as principais linhas de emissão de raios-X característicos dos elementos analisados.

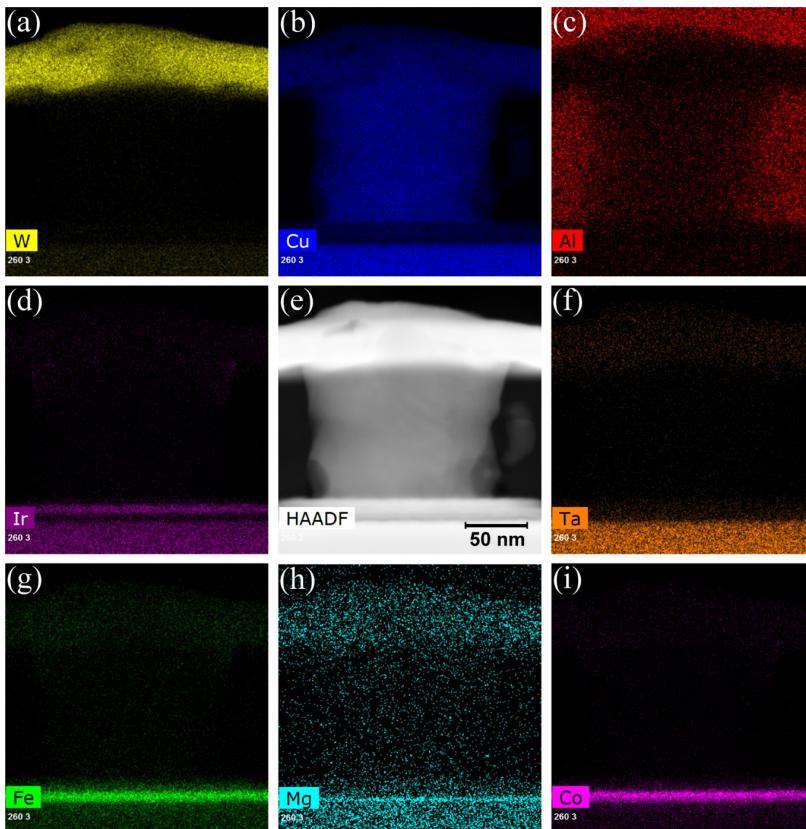


Figura 37: (e) imagem HAADF do nanopilar circular com diâmetro nominal de 150 nm, com os correspondentes (a, b, c, d, f, g, h, i) mapas químicos para elementos químicos indicados.

Observa-se Figura 37 que os sinais devido aos elementos W, Al, Ta, Fe e Co, estão bem localizados na região do nanopilar correspondente as camadas destes elementos (ver Figuras 37(a, c, f, g e i)). Na Figura 37(d) para o elemento Ir observa-se a existência de duas camadas, contudo a parte mais espessa na região inferior da imagem refere-se à camada de Ta. Conforme apresentado na Tabela 4, os valores em energia referentes as linhas características M- γ do Ta e L- α do Ir, são muito próximas ($\Delta E = 0,016$ keV), resultando em contagens na base do nanopilar devido a presença do Ta. Do mesmo modo são justificadas as contagens na parte inferior da imagem na Figura 37 (b), que indicariam a presença de Cu na base do pilar. Essas contagens são

referentes a camada de Ta, já que existe uma proximidade em energia das linhas K- α do Cu e L- α do Ta. Para as camadas de Co₇₀Fe₃₀ e (CoFe)₈₀B₂₀ depositadas, observa-se nas Figuras 37 (g, i) que os elementos Fe e Co coexistem na mesma região do nanopilar, como esperado. Entre as camadas de Co₇₀Fe₃₀ e CoFe₈₀B₂₀ está a camada de MgO, como é possível visualizar na Figura 37(h), pois a linha mais intensa na parte inferior da imagem refere-se ao elemento magnésio.

Tabela 4: Principais linhas de emissão em keV de raios-X para os elementos da Figura 37 [65].

<i>Elemento</i> (<i>n° atômico</i>)	<i>K-α</i>	<i>L-α</i>	<i>L-β</i>	<i>M-α</i>	<i>M-γ</i>
O (8)	0,533				
Mg (12)	1,254				
Al (13)	1,487				
Fe (26)	6,403				
Co (27)	6,930				
Cu (29)	8,047				
Ta (73)		8,145	9,343	1,710	1,964
W (74)		8,396		1,775	
Ir (77)	9,173	1,980			

O mapa de composição química para o Mg possui contagens em diferentes regiões do nanopilar. A Figura 38(a) exibe o mesmo mapa de composição químico do Mg apresentado anteriormente com a região onde espera-se haver MgO em destaque. As contagens mais intensas observadas ainda (além da camada de Mg(O)), correspondentes aos elementos W e Ta, com números atômicos muito altos. O tempo de contagem em cada ponto e a densidade de elétrons é muito alto, para elementos pesados há um aumento no processo de espalhamentos múltiplos destes átomos com os elétrons incidentes. Isto aumenta a probabilidade de geração de fótons nestas regiões. No que refere-se a região do MgO, o espectro típico obtido desta região é mostrado na Figura 38(b), para a faixa de energia de emissão do Mg. Onde nota-se no espectro os picos referentes às linhas K- α e K- β do Mg, com relação sinal/ruído muito baixa. Para cada mapa de composição química, o brilho/ contraste na imagem é ajustado de acordo com a razão sinal/ruído. No caso do Mg, este ajuste é tal que revela uma distribuição de ruído por todo o mapa de raios-X.

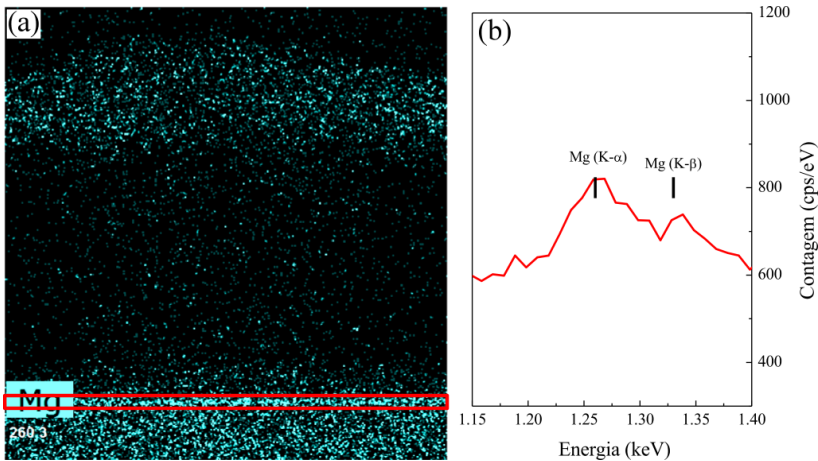


Figura 38: (a) Mapa de composição química para o Mg. (b) Espectro típico obtido para a região indicada em (a).

Na Figura 39(a) é mostrado novamente a imagem de STEM do nanopilar para indicar a região onde foi realizada a microscopia eletrônica de transmissão de alta resolução (do inglês, *high-resolution transmission electron microscopy* – HRTEM) da Figura 39(b). Nota-se na Figura 39(b) a camada fina de MgO, com espessura aproximada de 0,5 nm com a presença de planos cristalinos. A análise destes planos cristalinos resultou em valores da distância interplanar d entre 0,20 e 0,24 nm, de modo que não é possível determinar quais são os planos cristalinos observados. Essa variação nos valores de 0,04 nm, resulta da rugosidade das camadas e do fato da camada de MgO ser muito fina, dificultando a obtenção de imagens de alta resolução. Ainda assim, levando-se em consideração os valores de TMR obtidos para estes dispositivos (que serão apresentados na seção seguinte) o plano esperado para o MgO seria (100), cuja distância interplanar é de 0,21 nm pertence ao intervalo de valores obtidos acima.

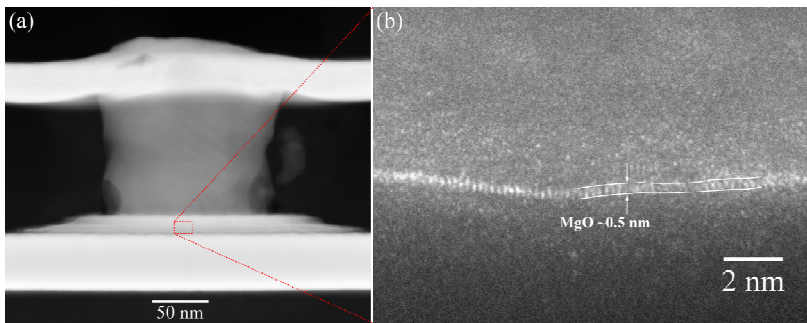


Figura 39: (a) Imagem de FESEM com perspectiva lateral do nanopilar, preparada por FIB. (b) Imagem de HRTEM da base do nanopilar onde é identificada a camada de MgO.

5.3 Propriedades magnéticas estáticas dos dispositivos

Nesta seção serão abordadas as propriedades magnéticas, magnetorresistivas e elétricas dos dispositivos. Estas caracterizações são consideradas estáticas uma vez que, com exceção das medidas magnéticas, as demais avaliam a variação da resistência em função do campo/corrente aplicada. A estrutura dos nanosciladores estudada é esquematizada na Figura 40(a), com a indicação dos respectivos estados magnéticos das camadas. Neste estudo, a camada de referência foi “presa” magneticamente via interação de troca (*exchange bias*) com a camada de $\text{Ir}_{20}\text{Mn}_{80}$. A camada de 2 nm de $\text{Co}_{70}\text{Fe}_{30}$ é quem realiza a interação direta com o $\text{Ir}_{20}\text{Mn}_{80}$, uma vez que este é depositado na forma cristalina. Uma camada fina de 0.21 nm de Ta é utilizada como “camada de poeira” (*dusting layer*) a fim de prevenir a propagação da textura do $\text{Co}_{70}\text{Fe}_{30}$ para o $(\text{CoFe})_{80}\text{B}_{20}$. Este é um ponto importante, pois o $(\text{CoFe})_{80}\text{B}_{20}$ deve possuir textura bcc 100 para atingir alta TMR, como já descrito. Com o propósito de evitar a difusão de boro para dentro do MgO, 0.5 nm de $\text{Co}_{70}\text{Fe}_{30}$ foram depositados entre as camadas de $(\text{CoFe})_{80}\text{B}_{20}$ e MgO. A camada magneticamente “livre” é composta por 1.4 nm de $(\text{CoFe})_{80}\text{B}_{20}$. A partir de testes iniciais sabe-se que com esta espessura a magnetização do $(\text{CoFe})_{80}\text{B}_{20}$ está na eminência de sair do plano, para espessuras inferiores a magnetização já está completamente fora do plano.

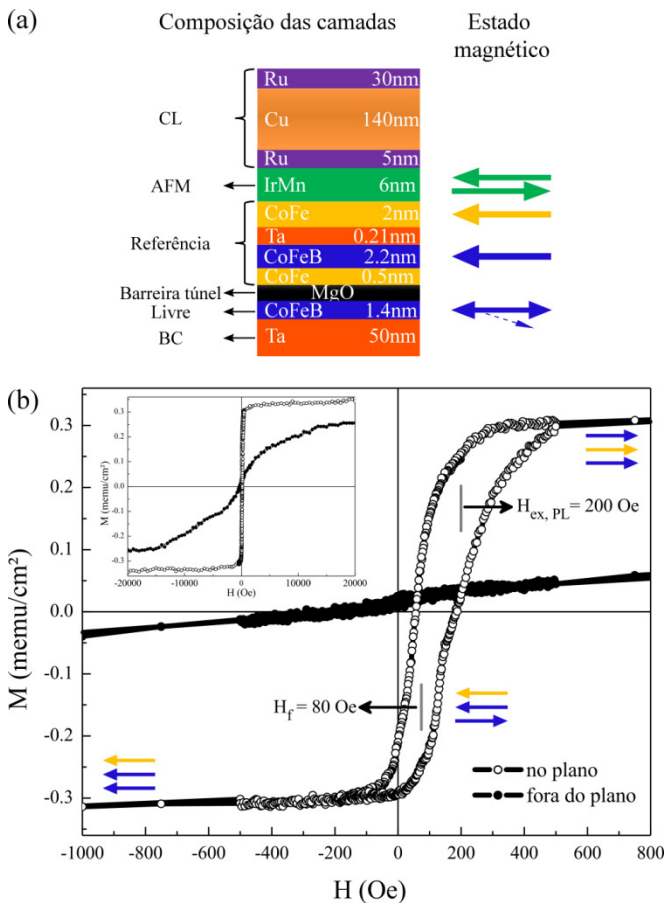


Figura 40: (a) Figura esquemática da composição das camadas com respectivo estado magnético. (b) Medida de magnetização em função do campo magnético aplicado no plano (círculos abertos) e fora do plano (círculos fechados). Em detalhe mesma medida mostrada para altos campos.

Medidas de magnetometria de amostra vibrante (do inglês, *vibrating sample magnetometer* – VSM) foram realizadas na amostra antes do processo litográfico para definição dos contatos, ou seja, dos filmes contínuos após o tratamento térmico. A Figura 40 (b) mostra as medidas de VSM realizadas no plano e fora do plano do filme. É possível observar a existência de anisotropia no plano da amostra, com apenas duas transições. A primeira refere-se à inversão da magnetização da camada livre, cujo campo de acoplamento ferromagnético $H_r = 80$

Oe. Enquanto que a segunda transição é associada à inversão simultânea das camadas de $(\text{CoFe})_{80}\text{B}_{20}$ e $\text{Co}_{70}\text{Fe}_{30}$, indicando que a fina camada de Ta não impede o acoplamento ferromagnético entre o $(\text{CoFe})_{80}\text{B}_{20}$ e $\text{Co}_{70}\text{Fe}_{30}$. O campo de *exchange bias* para a camada presa $H_{\text{ex, PL}}$ é de 200 Oe. No detalhe da Figura 40 (b), a mesma medida é apresentada para um intervalo maior de campo, onde é possível observar que há uma componente fora do plano, provavelmente devido à magnetização da camada livre. A existência de uma componente fora do plano pode facilitar a precessão da magnetização.

Medidas de magnetorresistência (MR) foram realizadas usando um sistema de pontas semiautomático, que permitiu medir cerca de 70% dos dispositivos fabricados. Essas medidas são realizadas apenas na faixa de campo de transição da camada livre, curvas deste tipo são denominadas curvas de transferência. A Figura 41(a) mostra uma curva de transferência para um nanopilar circular com diâmetro de 200 nm, com TMR de 115 % e RA de $2,7 \Omega \cdot \mu\text{m}^2$. Na Figura 41(b) um exemplo de curva para um nanopilar elíptico com dimensões de $x = 150 \text{ nm}$ e $y = 250 \text{ nm}$, com TMR de 65 % e RA de $4,5 \Omega \cdot \mu\text{m}^2$. Nota-se a semelhança entre as curvas, uma vez que uma única e abrupta transição entre os estados de alta e baixa resistência (e vice-versa) é esperada. Observa-se ainda que os valores do campo de interação ferromagnética estão próximos do valor obtido nas medidas de VSM.

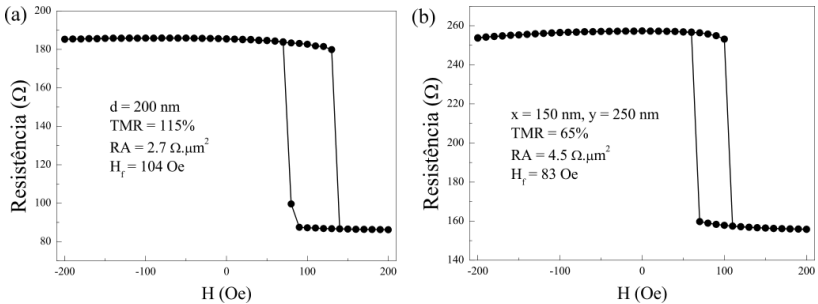


Figura 41: Curvas típicas de TMR dos dispositivos fabricados. (a) nanopilar circular com diâmetro nominal de 200 nm e em (b) elipse com tamanho nominal de $x = 150$ e $y = 250 \text{ nm}$.

Para os dispositivos com desenho DC foram medidos mais de 1600 nanopilares e foram selecionados apenas os dispositivos cuja curva de transferência apresenta uma transição abrupta (como as da Figura 41), totalizando 829 dispositivos. Na Figura 42 (a) são apresentados os valores de TMR em função da RA para os 829 dispositivos

selecionados, onde cada ponto corresponde a uma curva de transferência. No geral, cerca de 60% dos dispositivos apresentaram $TMR > 80\%$ e RA entre 2.3 e $4 \Omega \cdot \mu m^2$ (área em destaque na Figura 42). Todos os dispositivos apresentados possuem RA menor do que o esperado, que é de $10 \Omega \cdot \mu m^2$, variações na RA podem estar associadas a variações na espessura da camada de MgO e flutuações do diâmetro dos dispositivos. Uma pequena dispersão é observada para valores de $RA > 1 \Omega \cdot \mu m^2$ e $TMR < 60 \%$, está relacionada com efeito de redeposição de material, que atua como uma resistência em paralelo, reduzindo a resistência e degradando a TMR .

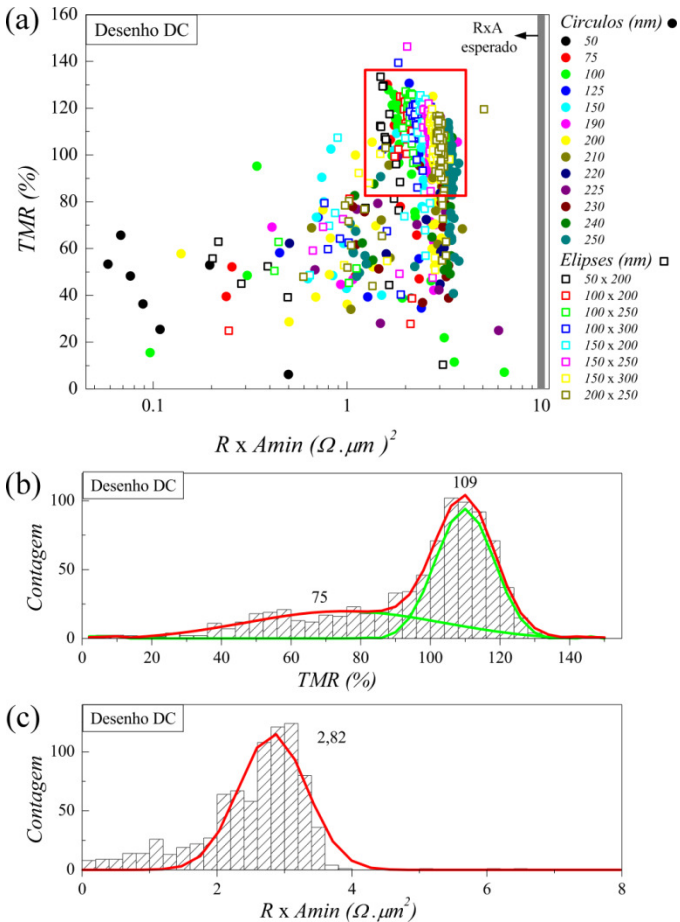


Figura 42: (a) TMR vs RA para todos os dispositivos medidos do desenho DC, em

destaque dispositivos com $TMR > 80\%$. O tamanho dos círculos na legenda refere-se ao diâmetro nominal enquanto que das elipses refere-se ao comprimento eixo X e Y. Histogramas de (b) TMR e (c) RA para todos os dispositivos medidos com respectivas curvas de distribuições.

Nas Figura 42(b) e (c) são apresentados histogramas com respectivas curvas de distribuição para os mesmos dispositivos da Figura 42(a). Para a TMR observamos dois máximos de distribuição, um em 75 % e outro em 109 %, enquanto que a resistência possui máximo de distribuição em $2,82 \Omega \cdot \mu\text{m}^2$. A região delimitada na Figura 42(a) foi definido tomando o desvio padrão $\pm\sigma$ das curvas de distribuição.

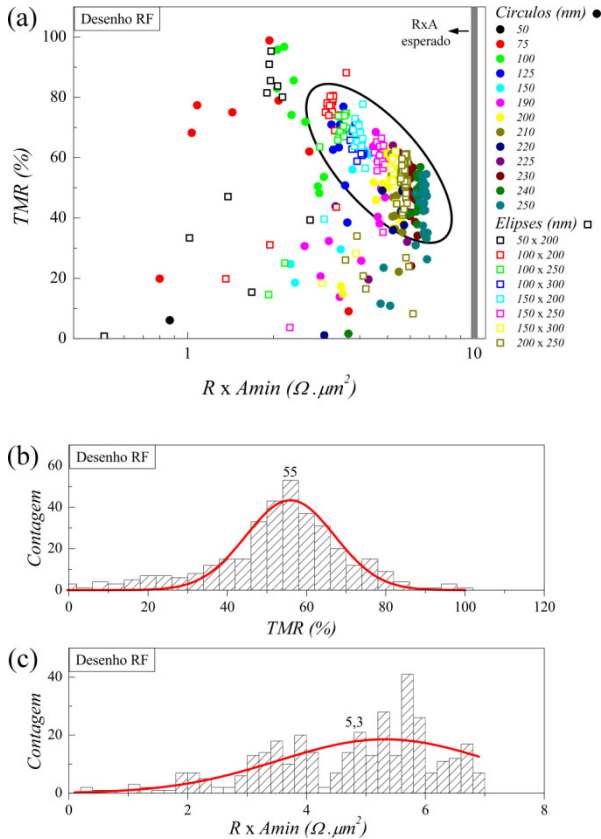


Figura 43: (a) TMR vs RA para todos os dispositivos medidos do desenho RF. O tamanho dos círculos na legenda refere-se ao diâmetro nominal enquanto que das elipses refere-se ao comprimento do eixo X e Y. Histogramas de (b) TMR e (c) RA para todos os dispositivos medidos com respectivas

curvas de distribuições.

Os valores de TMR em função da RA para os 350 dispositivos selecionados do desenho RF dentre os 812 medidos, são apresentados na Figura 43(a). Observa-se novamente uma dispersão nos valores de RA, provavelmente devido a variações no diâmetro dos nanopilares. No entanto, neste caso, nota-se claramente a tendência de redução da TMR com o aumento do RA (área em destaque). Novamente a partir das curvas de distribuição da TMR e RA, Figura 43(b) e (c), respectivamente, verificou-se que cerca de 60 % dos dispositivos possuem TMR > 44 % e RA no intervalo de 3,5 - 7 $\Omega \cdot \mu\text{m}^2$.

Foi avaliada também a influência da geometria e do tamanho dos nanopilares na resposta magnetorresistiva. A Figura 44(a) mostra o gráfico de TMR em função do tamanho de nanopilares (com relação ao eixo X) circulares e elípticos para os dois desenhos fabricados (DC e RF). Para os nanopilares com forma elíptica foram selecionados apenas aqueles com eixo $y = 250$ nm. Para cada ponto do gráfico foi tomado o máximo da curva de distribuição de todos os dispositivos medidos para o tamanho selecionado e a barra de erro corresponde ao desvio padrão (σ). O mesmo foi realizado para a RA e os resultados são mostrados na Figura 44(b). Nota-se que para os dispositivos com desenho DC ocorre a diminuição da TMR com o aumento do tamanho dos nanopilares, tanto para círculos quanto para elipses. Para os dispositivos com desenho RF, apesar de haver uma maior dispersão, a mesma tendência de diminuição da TMR com o aumento do tamanho dos nanopilares, pode ser observada (Figura 44(a)). Já no que diz respeito ao produto RA (Figura 44(b)), verifica-se o aumento do RA com o aumento do tamanho dos nanopilares, tanto para círculos quanto para elipses, para ambos os desenhos (DC e RF). O aumento é mais acentuado para os dispositivos com desenho RF, conforme já observado nas Figura 43(a) e Figura 42(a).

A diminuição da TMR com o conseqüente aumento da RA, observado na Figura 44, pode estar associada a defeitos nos contatos, interfaces e até na camada de MgO. A migração de átomos de boro para dentro da fina camada de MgO ou mesmo a difusão de oxigênio durante o tratamento térmico, pode causar distorções no parâmetro de rede, prejudicando o tunelamento coerente dos elétrons que leva a degradação da TMR e aumento da resistência. Dispositivos com área maior podem ter mais defeitos na junção, justificando a tendência observada.

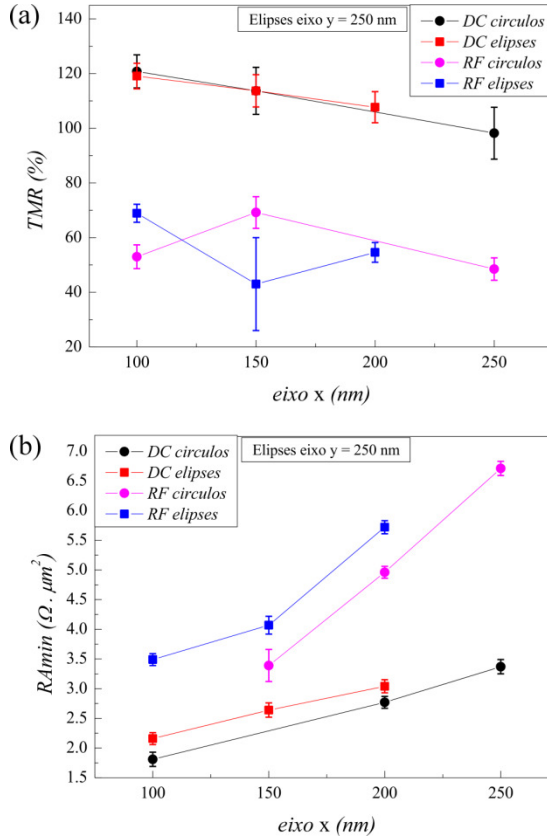


Figura 44: (a) Maximo de distribuiao de TMR e (b) R_{Amin} em funao do comprimento no eixo x para alguns tamanhos de circulos e elipses dos desenhos DC e RF (para elipses o eixo y foi fixado em 250 nm).

A Figura 45 mostra a resistencia em funao da corrente de um dispositivo circular com diametro nominal de 150 nm, com campo aplicado no plano de -140 Oe (configuraao AP). No detalhe da figura  mostrada a medida $i \times V$ correspondente. Esta medida foi realizada com o intuito de verificar a tensao de ruptura da junao tunel. Nota-se que a resistencia diminui ao atingir a corrente de 3,5 mA, que corresponde a uma tensao proxima a 1 V (ver detalhe da figura). Tensoes de ruptura proximas a 1 V so dificilmente observadas em junoes com baixo RA, uma vez que baixos RAs exigem espessuras muito finas de MgO, a reduao na espessura leva a uma pior qualidade da camada de MgO, como alta rugosidade, *pinholes* e perda da cristalinidade (que tambem leva a reduao da TMR). Dispositivos com altas tensoes de ruptura,

como estas próximas a 1 V, são desejáveis pois significa que podem suportar correntes/ tensões maiores, são mais resistentes. Obviamente trata-se de uma medida simples de apenas um dispositivo, uma análise estatística seria necessária para confirmar o valor de tensão e até mesmo para ser possível descrever os mecanismos que levam a ruptura da barreira. No entanto, durante as caracterizações dinâmicas (descritas a seguir), a ruptura da barreira foi observada para alguns dispositivos para valores de tensão superiores a 0.8 V.

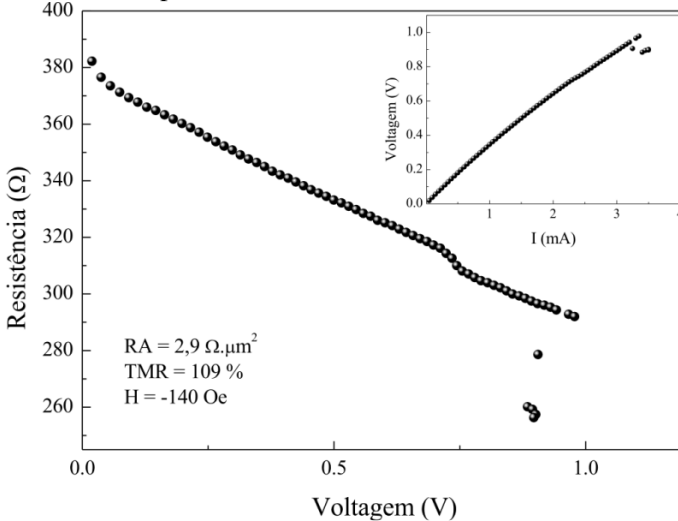


Figura 45: Resistência em função da corrente aplicada de um dispositivo circular de diâmetro nominal de 150 nm. No detalhe curva I x V da medida.

5.4 Propriedades dinâmicas dos nanopilares

A caracterização dinâmica dos dispositivos foi realizada em um sistema de medidas semelhante ao descrito na seção 2.4.1. O software de aquisição permite realizar sequências de medidas com diferentes valores de corrente e campo magnético. Para cada valor de corrente e de campo magnético, o analisador mede um espectro, $V(f)$ e outra medida é realizada a para corrente zero e mesmo campo magnético, $V_0(f)$. Para minimizar o ruído é feita a diferença entre os dois espectros medidos: $V(f)^2 - V_0(f)^2$, definido como sinal. A amplitude é definida como o sinal dividido pela largura de banda (distancia entre dois pontos de medida em frequência), também denominado densidade de espectro.

Para esta configuração de medida, o contato elétrico foi realizado com pontas de baixa resistência de contato, no modo duas pontas. O campo magnético foi aplicado usando um pequeno eletroímã, cuja direção do campo pode ser manualmente alterada, mas limitada a campos com no máximo ± 200 Oe no plano na amostra. O contato elétrico é realizado manualmente em cada dispositivo, com o auxílio de um microscópio óptico e suportes que permitem a movimentação precisa, tanto da amostra quanto das pontas. Assim, um número muito reduzido dos dispositivos fabricados foi medido. Curvas de transferência foram realizadas novamente, antes das medidas dinâmicas a fim de confirmar os valores de campo magnético que conferem o estado paralelo (P) e antiparalelo (AP) de cada dispositivo, uma vez que se trata de um sistema de medida diferente das medidas realizadas na seção 5.3. Após isso, as medidas dinâmicas foram feitas usando valor de campo do estado AP do dispositivo.

A Figura 46(a) mostra uma curva de transferência para um nanopilar elipsoidal com dimensão nominal de $x = 100$ nm e $y = 250$ nm. Este nanopilar apresenta TMR de 115 % e $RA = 2,18 \Omega \cdot \mu\text{m}^2$. Espectros de emissão de radiofrequência (RF) para o mesmo nanopilar são apresentados na Figura 46(b), com diferentes valores de corrente e campo magnético no plano de 60 Oe (ajustando o dispositivo para a configuração AP). Observa-se a existência de um único pico de emissão entre 3 - 3,3 GHz, para correntes positivas acima de 0,7 mA. O aumento da amplitude do pico e o deslocamento do mesmo para frequências menores com o aumento da corrente (*redshift*). O aumento da amplitude do pico pode ser explicado pela redução do amortecimento efetivo, devido à transferência de torque de spin, em conjunto com o aquecimento. Enquanto que o desvio do pico mostra a dependência da frequência de precessão com a corrente, que é relacionada com a capacidade de sintonização do dispositivo.

Nas Figuras 46(c)-(f) são mostradas a dependência da resistência, largura de linha (FWHM), frequência do pico e potência de emissão em função da corrente, respectivamente para o mesmo nanopilar elipsoidal (enquanto o campo magnético é mantido constante). Uma vez atingida a densidade de corrente necessária para a oscilação (aparecimento do pico de emissão, $i \geq 0,7$ mA), observa-se o deslocamento do pico para frequências menores, a estabilização da FWHM e o aumento da potência de emissão. Foi possível obter larguras de linha estreitas, atingindo valores de 70 MHz. A potência de emissão é da ordem de 22 nW, que corresponde a aproximadamente - 46 dBm.

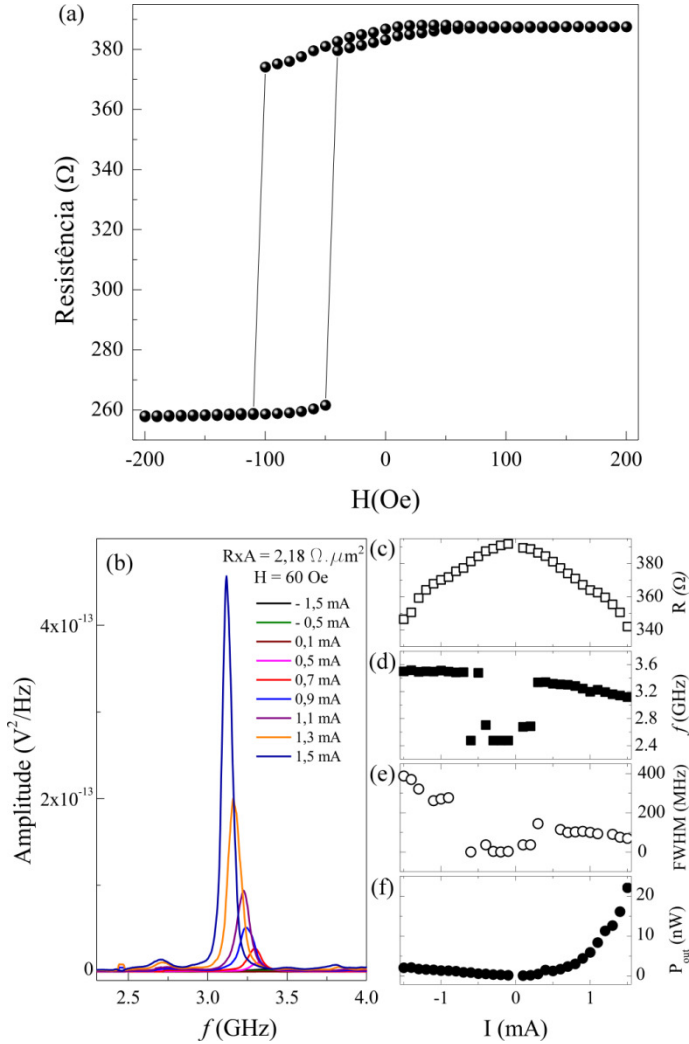


Figura 46: (a) Curva de transferência de um dispositivo elipsoidal com dimensões nominais de $100 \times 250 \text{ nm}^2$, $RA \sim 2,18 \Omega \cdot \mu m^2$ e TMR de 115%. (b) Espectro de sinal RF para diferentes valores de corrente e campo magnético aplicado no plano de 60 Oe. (c) Resistência, (d) frequência do pico, (e) FWHM e (f) potência de emissão em função da corrente para o mesmo valor de campo magnético.

A Figura 47 mostra as medidas realizadas para outro dispositivo elipsoidal com mesmas dimensões nominais do anterior ($x = 100 \text{ nm}$ e y

= 250 nm). Este dispositivo possui TMR de 100% e RA de $2,19 \Omega \cdot \mu\text{m}^2$. Neste caso, campo magnético utilizado foi de 200 Oe, em (a) são mostrados os espectros de emissão para dois valores de corrente positiva e negativa. Picos de emissão foram observados pra correntes negativas e positivas, mas com maior amplitude para correntes positivas. Neste caso, não foi observado nenhum deslocamento do pico com relação a frequência (*blue* ou *redshift*, resultado não mostrado). Nas figuras 47(b)-(e) novamente é apresentada a dependência da resistência, frequência do pico, FWHM e potência de emissão em função da corrente, respectivamente. A potência de emissão atingida pelo dispositivo foi de 51 nW (-42 dBm) e a menor largura de linha obtida foi de 200 MHz. A potência de emissão foi maior porque as medidas foram realizadas com correntes mais altas. Note que em aproximadamente 2 mA a tensão de ruptura da barreira é atingida com a redução da resistência e a consequente redução da potência do sinal.

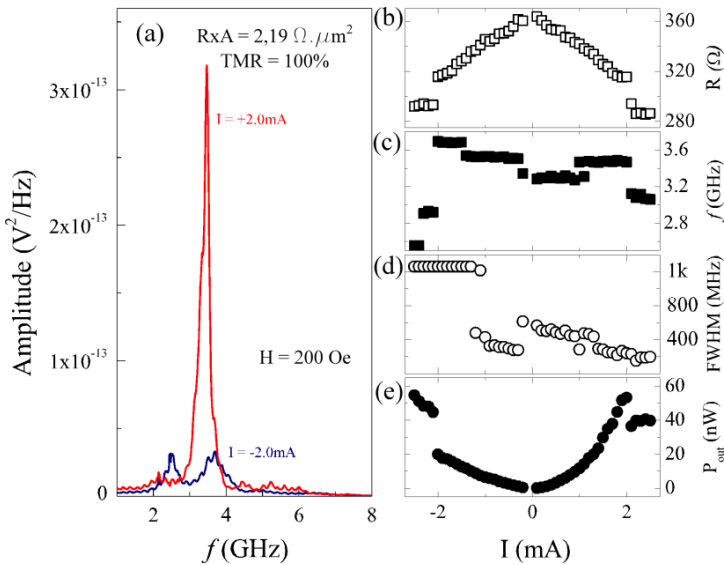


Figura 47: Medidas realizadas de um dispositivo elipsoidal com dimensões nominais de $100 \times 250 \text{ nm}^2$, RA $\sim 2,19 \Omega \cdot \mu\text{m}^2$ e TMR de 100%. (a) Espectro de sinal RF medido, para corrente positiva e negativa, com campo magnético aplicado no plano de 200 Oe. (b) Resistência, (c) frequência do pico, (d) FWHM e (e) potência emitida em função da corrente para o mesmo valor de campo magnético.

Para os dispositivos circulares, o tamanho de 150 nm de diâmetro

foi o que apresentou oscilações estáveis com apenas um pico de emissão de RF. O espectro de emissão de um destes dispositivos com RA $\sim 2,20 \Omega \cdot \mu\text{m}^2$ e TMR de 112% é apresentado na Figura 48(a), com o campo magnético de 200 Oe no plano. Assim como nos demais dispositivos o pico de emissão de RF ocorre somente para correntes positivas $\geq 0,8$ mA. Nota-se também o deslocamento do pico (*redshift*) com o aumento da corrente, indicando que a frequência de oscilação é sensível a corrente. A dependência da resistência, frequência do pico, FWHM e P_{out} em função da corrente é apresentada nas Figura 48(b)-(e), respectivamente. A máxima potência de emissão atingida para esse dispositivo foi de 23 nW (~ -46 dBm). Enquanto que larguras de linhas estreitas, na ordem de 54 MHz, foram alcançadas.

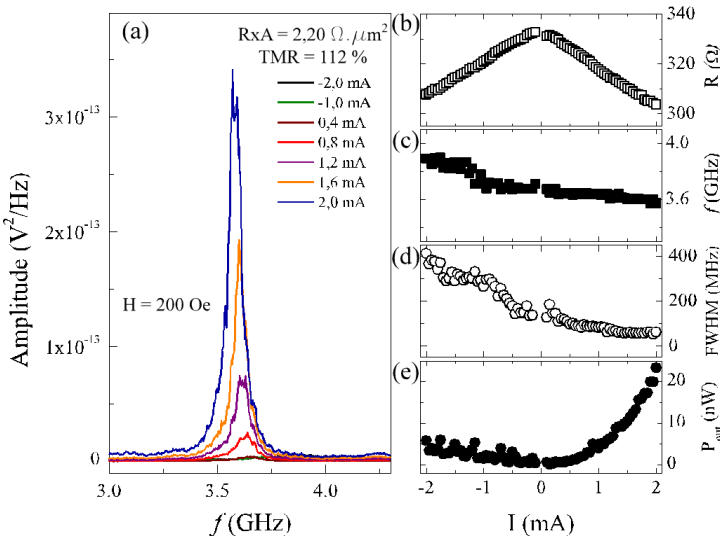


Figura 48: Medidas realizadas de um dispositivo circular com diâmetro nominal de 150 nm, RA $\sim 2,20 \Omega \cdot \mu\text{m}^2$ e TMR de 112%. (a) Espectro de sinal RF para diferentes valores de corrente, com campo magnético aplicado no plano de 200 Oe. (b) Resistência, (c) frequência do pico, (d) FWHM e (e) potência emitida em função da corrente para o mesmo valor de campo magnético.

Os resultados apresentados acima possuem apenas um único modo de oscilação (único pico de emissão). No entanto, para alguns tamanhos de dispositivos foi observada a existência de mais de um pico de oscilação. De fato, devido a geometria confinada dos nanopilares, pode ocorrer o surgimento de vários modos de excitação, que possuem

energia quantizada e se distinguem pelo seu perfil de oscilação (harmônicos). Como o regime de oscilação característico do efeito de STT é de alta amplitude, espera-se observar apenas um único modo de oscilação. Contudo, experimentalmente têm-se verificado nos espectros de RF vários picos, cujas frequências não são harmônicos [9, 46, 66].

Uma medida representativa das oscilações de múltiplos modos observadas nos dispositivos estudados é mostrada na Figura 49. Trata-se de um nanopilar circular com diâmetro nominal de 100 nm, $RA \sim 1,77 \Omega \cdot \mu\text{m}^2$ e TMR de 115 %. Nota-se um pico de maior intensidade na faixa de frequência das oscilações observadas nos dispositivos anteriores ($\sim 3,5$ GHz) e outros dois picos em $\sim 2,8$ e 4,9 GHz, que são não harmônicos. O trabalho da Ref. [9] sugere que outros modos de oscilação podem surgir devido a defeitos na barreira do túnel que levam a uma densidade de corrente local não uniforme e capaz de excitar modos não homogêneos. Esta hipótese parece válida para os resultados aqui apresentados, tendo em vista que defeitos na barreira túnel também são sugeridos para explicar os resultados de TMR e RA, descritos na seção anterior. Entretanto, a confirmação desta hipótese e a identificação precisa dos modos de precessão aqui observados, exigiria um estudo detalhado a partir de simulações de micromagnetismo.

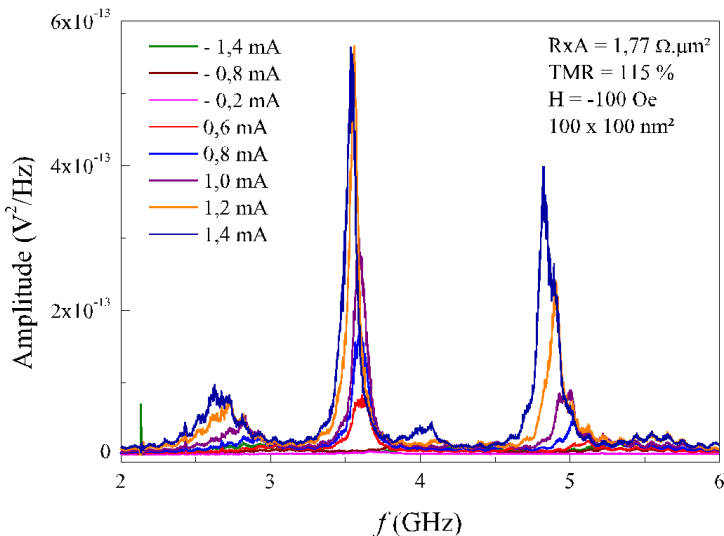


Figura 49: Espectros de sinal RF para diferentes valores de corrente, com campo magnético aplicado no plano de um dispositivo circular com diâmetro nominal de 100 nm, $RA \sim 1,77 \Omega \cdot \mu\text{m}^2$, TMR de 115 % e $H = -100$ Oe.

5.5 Discussão dos resultados

Foi apresentada uma descrição detalhada das etapas de fabricação dos STNOs, onde se observou a influência do ângulo de corrosão pela técnica de *ion milling* na forma do nanopilar, devido aos efeitos de sombra e redeposição. A técnica de corrosão reativa (RIE) foi utilizada para fabricação de máscaras duras de TiW, posteriormente incorporada ao processo de fabricação de STNOs. No que diz respeito à estrutura e perfil do nanopilar, as caracterizações por FESEM e STEM-HADAAF mostraram que a planarização foi eficaz, realizando contato com toda a superfície do nanopilar. Contudo, não foi notada a redução dos efeitos de sombra, quando comparado com nanopilar produzido sem MD. Isto por que, nos dispositivos fabricados continuou-se utilizando a corrosão por *ion milling* em duas etapas. Acredita-se que utilizar o TiW como camada de cobertura, possibilita a remoção de uma das etapas que corrosão por *ion milling*, reduzindo os efeitos de sombra.

O nanopilar foi ainda caracterizado estruturalmente, onde as diversas camadas que o compõe foram identificadas a partir de mapas químicos obtidos por EDS. Foi mostrado por HRTEM que a camada de MgO apresenta-se de forma cristalina, com distância interplanar entre 0,2 e 0,24, que pode corresponder ao plano (002), esperado para altos valores de TMR observados.

Foram observados altos valores de TMR, chegando a 130% para alguns dispositivos. Foi avaliado o conjunto de dispositivos selecionados com transições abruptas de resistência entre os estados paralelo e antiparalelo. Neste grupo, mais de 60 % dos dispositivos com desenho DC apresentaram TMR superior a 80 % e RA entre 2,3 e 4 $\Omega \cdot \mu\text{m}^2$, enquanto que para o desenho RF cerca de 60 % dos dispositivos possuem TMR > 44 % e RA ~ 3,5 - 7 $\Omega \cdot \mu\text{m}^2$. Padrões de redeposição não foram observados para os dois desenhos fabricados (DC e RF), caracterizados pela redução da RA e TMR. Contudo, notou-se a diminuição da TMR e aumento da RA, com o aumento do tamanho dos dispositivos. Essa característica foi associado a defeitos estruturais na camada de MgO, prejudicando o tunelamento coerente dos elétrons.

Dentre os tamanhos e geometrias estudadas, os dispositivos com tamanhos circulares de 150 nm de diâmetro e elípticos de 100 x 250 nm, apresentaram melhores respostas oscilatórias com somente um pico de emissão de RF. Para estes dispositivos a frequência de oscilação foi de 3 a 3,8 GHz. Observou-se o desvio do pico de emissão para frequências menores com o aumento da corrente aplicada (*redshift*), que mostra a

capacidade de sintonização do dispositivo. Foi possível atingir larguras de linha estreitas (54 MHz) sem o uso de SAF. Apesar disso, a potência de sinal RF foi baixa, aproximadamente 23 nW. Durante algumas medidas foram observadas rupturas da barreira túnel para tensões superiores a 0,8 V.

6. Conclusões e perspectivas

Neste trabalho mostramos a viabilidade do uso de máscaras duras (MD) para fabricação de nano-osciladores de transferência de torque de spin, a fim de melhorar a qualidade do perfil lateral dos nanopilares e redução do tempo de fabricação dos dispositivos.

Máscaras duras de TiW gravadas por RIE foram desenvolvidas e incorporadas ao processo de fabricação dos STNOs com sucesso. Não foi observada degradação da estrutura ou geometria dos nanopilares devido ao uso de RIE. Com a incorporação de MD no processo de fabricação, foi possível reduzir a redeposição de material na parede lateral dos nanopilares, possibilitando atingir valores de TMR superiores a 100%, com baixos valores de RA abaixo de $4 \Omega \cdot \mu\text{m}^2$, para muitos dispositivos. Larguras de linha estreitas foram obtidas (54 MHz) para MTJ com alta TMR e baixa RA. Os resultados ainda sugerem que os dispositivos possuem alta tensão de ruptura $\sim 0.8\text{V}$.

Estes resultados mostram que o uso de máscaras duras e RIE da forma como foi incorporada ao processo de fabricação, não afetou ou prejudicou a junção túnel. Dessa forma, foi possível reduzir os efeitos de redeposição, atingindo altos valores de TMR e baixo FWHM do pico mesmo sem o uso de SAF. No que diz respeito ao efeito de sombra (que confere a forma cônica ao nanopilar), foi proposto o uso de TiW como camada de cobertura a fim de eliminar uma das etapas de corrosão iônica.

No que diz respeito à continuidade do trabalho e perspectivas, pode-se listar:

- * Utilizar da camada de TiW como camada de cobertura e avaliar os efeitos sobre a geometria dos nanopilares.
- * Realizar de medidas de ruptura dielétrica de forma estatística, a fim de confirmar a tensão de ruptura e determinar os mecanismos de ruptura.
- * Realizar simulações de micromagnetismo, baseadas na solução numérica da equação de LLGS, que permitam identificar os modos de oscilação observados.

7. Referências bibliográficas

1. Baibich, M.N., et al., *Giant magnetoresistance of (001)Fe/(001)Cr magnetic superlattices*. Phys Rev Lett, 1988. **61**(21): p. 2472-2475.
2. Binasch, G., et al., *Enhanced magnetoresistance in layered magnetic structures with antiferromagnetic interlayer exchange*. Phys Rev B Condens Matter, 1989. **39**(7): p. 4828-4830.
3. Slonczewski, J.C., *Current-driven excitation of magnetic multilayers*. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 1996. **159**(1-2): p. L1-L7.
4. Berger, L., *Emission of spin waves by a magnetic multilayer traversed by a current*. Phys Rev B Condens Matter, 1996. **54**(13): p. 9353-9358.
5. Shinjo, T., *Nanomagnetism and Spintronics*. 2009: Elsevier Science.
6. Barthelemy, A., et al., *Magnetoresistance and spin electronics*. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 2002. **242**: p. 68-76.
7. Coehoorn, R., *Giant Magnetoresistance in Exchange-Biased Spin-Valve Layered Structures and its Application is Read Heads*, in *Magnetic Multilayers and Giant Magnetoresistance: Fundamentals and Industrial Applications*, U. Hartmann, Editor. 2013, Springer Science & Business Media, 2013. p. 321.
8. Dieny, B., et al., *Giant Magnetoresistance in Soft Ferromagnetic Multilayers*. Physical Review B, 1991. **43**(1): p. 1297-1300.
9. Houssaneddine, D., *Dynamique de l'aimantation de nano-oscillateurs micro-ondes a transfert de spin*, in *Physics*. 2009, Université Joseph Fourier - Grenoble I: French.
10. Zhu, J.G.J. and C.D. Park, *Magnetic tunnel junctions*. Materials Today, 2006. **9**(11): p. 36-45.
11. Coey, J.M.D., *Magnetism and Magnetic Materials*. 2009: Cambridge University Press.
12. Julliere, M., *Tunneling between Ferromagnetic-Films*. Physics Letters A, 1975. **54**(3): p. 225-226.
13. Moodera, J.S., et al., *Large Magnetoresistance at Room-Temperature in Ferromagnetic Thin-Film Tunnel-Junctions*. Physical Review Letters, 1995. **74**(16): p. 3273-3276.
14. Miyazaki, T. and N. Tezuka, *Giant Magnetic Tunneling Effect in Fe/Al₂O₃/Fe Junction*. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 1995. **139**(3): p. L231-L234.
15. A. Fert, A.B., F. Petroff, , *Spin transport in magnetic multilayers and tunnel junctions*, in *Nanomagnetism: Ultrathin Films*,

- Multilayers and Nanostructures*, D.L.L. Mills and J.A.C. Bland, Editors. 2006, Elsevier Science. p. 348.
16. Wang, D.X., et al., *70% TMR at room temperature for SDT sandwich junctions with CoFeB as free and reference layers*. Ieee Transactions on Magnetics, 2004. **40**(4): p. 2269-2271.
 17. Yuasa, S. and D.D. Djayaprawira, *Giant tunnel magnetoresistance in magnetic tunnel junctions with a crystalline MgO(001) barrier*. Journal of Physics D-Applied Physics, 2007. **40**(21): p. R337-R354.
 18. Baraduc, C., M. Chshiev, and B. Dieny, *Spintronic Phenomena: Giant Magnetoresistance, Tunnel Magnetoresistance and Spin Transfer Torque*, in *Giant Magnetoresistance (GMR) Sensors: From Basis to State-of-the-Art Applications*. 2013, Springer Berlin Heidelberg: Berlin, Heidelberg. p. 1-30.
 19. Yuasa, S., *Tunneling Magnetoresistance: Experiment (MgO Magnetic Tunnel Junctions)*, in *HANDBOOK OF SPIN TRANSPORT AND MAGNETISM*, E.Y. Tsymbal and I. Žutić, Editors. 2011, CRC Press, Taylor & Francis Group. p. 808.
 20. Baraduc, C., Chshiev, M., Dieny, B., *Spintronic Phenomena: Giant Magnetoresistance, Tunnel Magnetoresistance and Spin Transfer Torque*, in *Giant Magnetoresistance (GMR) Sensors: From Basis to State-of-the-Art Applications*, S.C. Candid Reig, Subhas Mukhopadhyay, Editor. 2013, Springer Science & Business Media. p. 301.
 21. Zhang, X.G. and W.H. Butler, *Large magnetoresistance in bcc Co/MgO/Co and FeCo/MgO/FeCo tunnel junctions*. Physical Review B, 2004. **70**(17).
 22. Kronmüller, H. and S. Parkin, *Spintronics and Magnetoelectronics*, in *Handbook of Magnetism and Advanced Magnetic Materials*. 2007, John Wiley & Sons.
 23. Butler, W.H., et al., *Spin-dependent tunneling conductance of Fe vertical bar MgO vertical bar Fe sandwiches*. Physical Review B, 2001. **63**(5).
 24. Butler, W.H., et al., *Spin-dependent scattering and giant magnetoresistance*. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 1995. **151**(3): p. 354-362.
 25. Montebianco, E., *Characterization of spintronic nano-oscillators (STNO) based on magnetic coupled multilayer*, in *Spintec CEA/CNRS/UJF/G-INP*. 2014, Université de Grenoble: Grenoble-FR.
 26. Swamy, G.V., et al., *Effect of thermal annealing on Boron diffusion, micro-structural, electrical and magnetic properties of laser ablated*

- CoFeB thin films*. AIP Advances, 2013. **3**(7): p. 072129.
27. Schreiber, D.K., et al., *Enhanced magnetoresistance in naturally oxidized MgO-based magnetic tunnel junctions with ferromagnetic CoFe/CoFeB bilayers*. Applied Physics Letters, 2011. **98**(23).
 28. Isogami, S., et al., *In situ heat treatment of ultrathin MgO layer for giant magnetoresistance ratio with low resistance area product in CoFeB/MgO/CoFeB magnetic tunnel junctions*. Applied Physics Letters, 2008. **93**(19): p. 192109.
 29. Tsoi, M.V., A.G.M. Jansen, and J. Bass, *Search for point-contact giant magnetoresistance in Co/Cu multilayers*. Journal of Applied Physics, 1997. **81**(8): p. 5530-5532.
 30. Katine, J.A., et al., *Current-driven magnetization reversal and spin-wave excitations in Co /Cu /Co pillars*. Phys Rev Lett, 2000. **84**(14): p. 3149-52.
 31. C. Baraduc, M.C., U. Ebels, *Introduction to spin transfer torque*, in *Nanomagnetism And Spintronics: Fabrication, Materials, Characterization And Applications*, F.N. Farzad Nasirpouri, Alain Nogaret, Editor. 2009, World Scientific Publishing Company. p. 400
 32. Xiao, J., A. Zangwill, and M.D. Stiles, *Macrospin models of spin transfer dynamics*. Physical Review B, 2005. **72**(1): p. 014446.
 33. Hillebrands, B. and K. Ounadjela, *Spin Dynamics in Confined Magnetic Structures I*. 2002: Springer.
 34. Villard, P., et al., *A GHz Spintronic-Based RF Oscillator*. Ieee Journal of Solid-State Circuits, 2010. **45**(1): p. 214-223.
 35. Zeng, Z.M., G. Finocchio, and H.W. Jiang, *Spin transfer nano-oscillators*. Nanoscale, 2013. **5**(6): p. 2219-2231.
 36. Russek, S.E., et al., *Spin-Transfer Nano-Oscillators*, in *Handbook of Nanophysics*. 2010, CRC Press. p. 1-23.
 37. Madou, M.J., *Manufacturing Techniques for Microfabrication and Nanotechnology*. 2011: Taylor & Francis.
 38. INL. *Cleanroom*. [cited 2016 07/03]; Available from: http://inl.int/laboratory_categories/cleanroom-2.
 39. Seshan, K., *Handbook of thin-film deposition processes and techniques : principles, methods, equipment, and applications*. 2nd ed. 2002, Norwich, N.Y.: Noyes Publications. xxviii, 629 p.
 40. Kozłowska, M.O., R.; Pfeffer, M.; Bauer, A.J.; Meissner, E.; Pfitzner, L.; Ryssel, H.; Maass, W.; Langer, J.; Ocker, B.; Schmidbauer, S.; Gonchond, J.-P., *Properties of TaN Thin Films Produced Using PVD Linear Dynamic Deposition Technique*, in

- 14th International Conference on Solid Films and Surfaces (ICSFS-14)*. 2009, E-Journal of Surface Science and Nanotechnology 7: Trinity College Dublin, Ireland. p. 277-283.
41. Singulus. *Timaris: PVD Production Platform for Semiconductor & Magnetic Storage*. 2015; Available from: <http://www.singulus.com/en/timaris/literature.html>.
 42. Systems, Y.E. *YES HMDS VAPOR PRIME PROCESS APPLICATION NOTE* [cited 2015 17/09]; Available from: <http://www.yieldengineering.com/Portals/0/HMDS%20Application%20Note.pdf>.
 43. Technology, C.f.N.S. *HMDS Vapor Prime*. [cited 2015 17/09]; Available from: http://www.nist.gov/cnst/nanofab/upload/Manual_Adhesion_Promoter_HMDS.pdf.
 44. Costa, J.D., et al., *High yield, full magnetoresistance nanofabrication process of magnetic tunnel junctions over 200 mm wafers*.
 45. Nonogaki, S., U. Takumi, and T. Ito, *Microlithography Fundamentals in Semiconductor Devices and Fabrication Technology*. 1998: Taylor & Francis.
 46. Kiselev, S.I., et al., *Microwave oscillations of a nanomagnet driven by a spin-polarized current*. *Nature*, 2003. **425**(6956): p. 380-3.
 47. Rippard, W.H., et al., *Direct-current induced dynamics in Co₉₀Fe₁₀/Ni₈₀Fe₂₀ point contacts*. *Physical Review Letters*, 2004. **92**(2).
 48. Rippard, W.H., et al., *Current-driven microwave dynamics in magnetic point contacts as a function of applied field angle*. *Physical Review B*, 2004. **70**(10).
 49. Krivorotov, I.N., et al., *Large-amplitude coherent spin waves excited by spin-polarized current in nanoscale spin valves*. *Physical Review B*, 2007. **76**(2).
 50. Mistral, Q., et al., *Current-driven microwave oscillations in current perpendicular-to-plane spin-valve nanopillars*. *Applied Physics Letters*, 2006. **88**(19).
 51. Houssameddine, D., et al., *Spin-torque oscillator using a perpendicular polarizer and a planar free layer*. *Nature Materials*, 2007. **6**(6): p. 447-453.
 52. Nazarov, A.V., et al., *Spin transfer stimulated microwave emission in MgO magnetic tunnel junctions*. *Applied Physics Letters*, 2006. **88**(16).

53. Houssameddine, D., et al., *Spin transfer induced coherent microwave emission with large power from nanoscale MgO tunnel junctions*. Applied Physics Letters, 2008. **93**(2).
54. Zeng, Z.M., et al., *Ultralow-current-density and bias-field-free spin-transfer nano-oscillator*. Scientific Reports, 2013. **3**.
55. Nagasawa, T., et al., *Large-amplitude, narrow-linewidth microwave emission in a dual free-layer MgO spin-torque oscillator*. Applied Physics Letters, 2014. **105**(18).
56. Houssameddine, D., et al., *Spin torque driven excitations in a synthetic antiferromagnet*. Applied Physics Letters, 2010. **96**(7).
57. Kaka, S., et al., *Mutual phase-locking of microwave spin torque nano-oscillators*. Nature, 2005. **437**(7057): p. 389-392.
58. Maehara, H., et al., *Large Emission Power over 2 μ W with High Q Factor Obtained from Nanocontact Magnetic-Tunnel-Junction-Based Spin Torque Oscillator*. Applied Physics Express, 2013. **6**(11).
59. Franssila, S., *Introduction to Microfabrication*. 2010: Wiley.
60. Shwartz, G.C., G.C. Schwartz, and K.V. Srikrishnan, *Handbook of Semiconductor Interconnection Technology, Second Edition*. 2006: CRC Press.
61. A. Roshangias, R.P., G. Khatibi, J.Steinbrenner, *Thickness Dependency of Adhesion Properties of TiW Thin Films*, in *Electronics Packaging Technology Conference (EPTC)*. 2014, IEEE: Singapore.
62. Min, S.R., et al., *Inductively coupled plasma reactive ion etching of titanium nitride thin films in a Cl₂/Ar plasma*. Journal of Industrial and Engineering Chemistry, 2008. **14**(3): p. 297-302.
63. Hyoun Woo Kim, C.-J.K., *Effect of Ti-Mask Addition and Temperature Elevation on O₂/Cl₂ Plasma Etching of Pt*. Journal of the Korean Physical Society, 2003. **42**(5).
64. Jong-Chang Woo, C.-A.C., Young-Hee Joo, Han-Soo Kim, Chang-II Kim, *The Dry Etching of TiN Thin Films Using Inductively Coupled CF₄/Ar Plasma*. TRANSACTIONS ON ELECTRICAL AND ELECTRONIC MATERIALS, 2013. **14**(2).
65. *Tables of Physical & Chemical Constants (16th edition 1995)*. 4.2.1 *X-ray absorption edges, characteristic X-ray lines and fluorescence yields*. 1995 [cited 2016 12/05]; Version 1.0 (2005)]. Available from:
http://www.kayelaby.npl.co.uk/atomic_and_nuclear_physics/4_2/4_2_1.html.

66. Muduli, P.K., O.G. Heinonen, and J. Åkerman, *Bias dependence of perpendicular spin torque and of free- and fixed-layer eigenmodes in MgO-based nanopillars*. Physical Review B, 2011. **83**(18).

8. Apêndices

Apêndice A: Condições de deposição

Tabela 5: Condições de deposição para cada material utilizado no empilhamento de camadas do nanopilar.

<i>Material</i>	<i>Thickness [nm]</i>	<i>Calibration Thickness [nm]</i>	<i>Time / Passes [mm/s]</i>	<i>Power [kW]</i>	<i>Flow (Ar) [sccm]</i>
<i>Ta</i>	50.00	50.050	8 x 38	1.1	300
<i>(CoFe)₄₀B₂₀</i>	1.40	1.397	2 x 94	0.4	300
<i>MgO</i>	-	-	2 x 78	3.0	600
<i>Co₇₀Fe₃₀</i>	0.50	0.500	1 x 125	0.35	300
<i>(CoFe)₄₀B₂₀</i>	2.20	2.188	2 x 60	0.4	300
<i>Ta</i>	0.21	0.216	1 x 300	0.3	300
<i>Co₇₀Fe₃₀</i>	2.00	2.017	2 x 62	0.35	300
<i>Ir₂₀Mn₈₀</i>	6.00	5.996	1 x 158	2.6	300
<i>Ru</i>	5.00	5.022	2 x 74	0.6	300
<i>Cu</i>	140.00	140.307	10 x 43	1.1	300
<i>Ru</i>	30.00	-	4 x 37	0.6	300

Apêndice B: Desenhos dos dispositivos

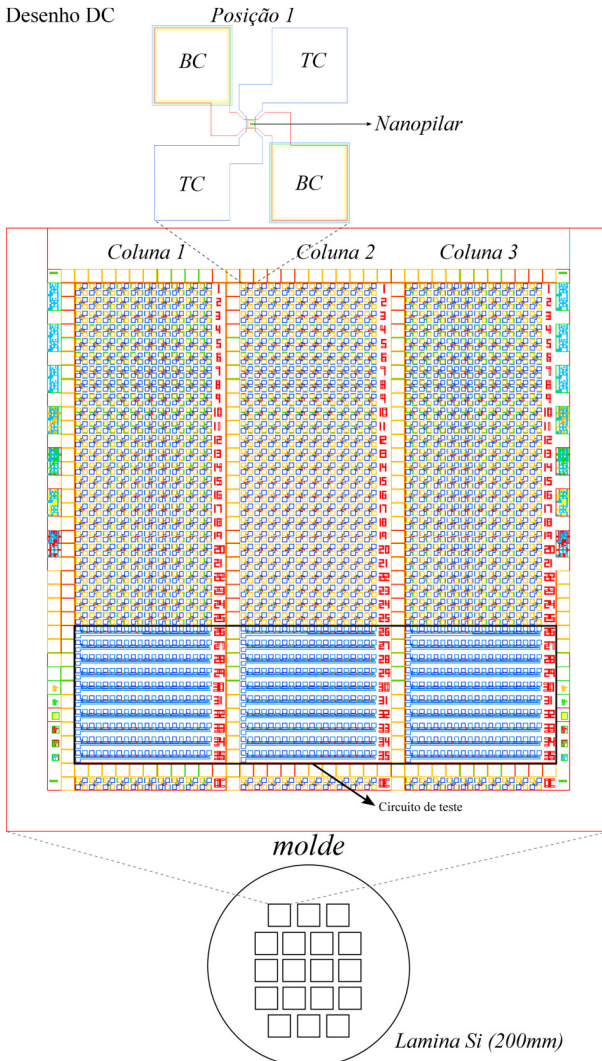


Figura 50: Na parte inferior da imagem é apresentada figura esquemática da lâmina de Si que pode conter diversos moldes. Em ampliação no centro, o desenho do molde DC, composto por 3 colunas, em destaque na parte inferior do desenho está localizado circuitos de teste. Na parte superior da imagem, ampliação de um único dispositivo, indicando sua posição no molde, os contatos inferiores (BC) e superiores (TC) e a localização do nanopilar.

Desenho RF

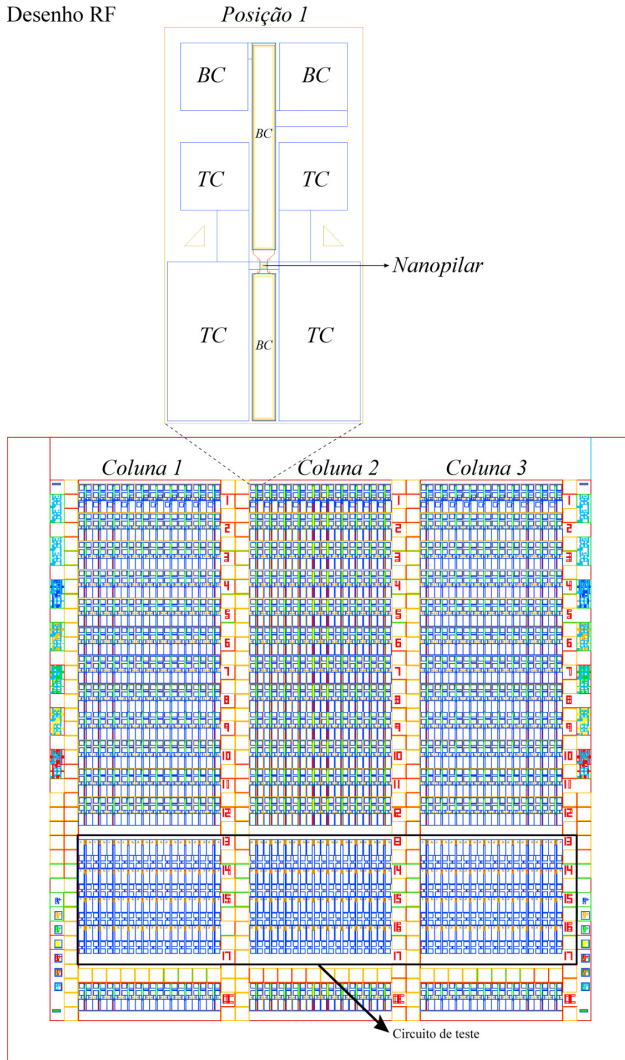



Figura 51: Desenho do molde RF, composto por 3 colunas, em destaque na parte inferior do desenho está localizado circuitos de teste. Em ampliação na parte superior na parte superior da imagem, ampliação de um único dispositivo, indicando sua posição no molde, os contatos inferiores (BC) e superiores (TC) e a localização do nanopilar.

Tabela 6: Variação do tamanho e forma dos dispositivos de acordo com a posição no molde. A distribuição/posição é a mesma para os moldes DC e RF.

Coluna	Posição	Comprimento	Comprimento	
		X (nm)	Y (nm)	
1	1	50	50	Círculos
	2	75	75	
	3	100	100	
	4	150	150	
	5	175	175	
	6	200	200	
	7	225	225	
	8	250	250	
	9	300	300	
	10	350	350	
2	1	50	200	Elipses
	2	100	200	
	3	150	200	
	4	100	250	
	5	150	250	
	6	200	250	
	7	100	300	
	8	150	300	
	9	200	300	
	10	250	300	
3	1	190	190	Círculos
	2	200	200	
	3	210	210	
	4	220	220	
	5	230	230	
	6	240	240	
	7	250	250	
	8	200	250	Elipses
	9	200	300	
	10	200	350	

Apêndice C: Run Sheet

Process	RIE process in MTJ wafer	
Wafer	RMW07 - TJ1954	
Sample stack	TJ1954 - NO ETCH / Delay 10min / 50 Ta / 1.4 CoFe40B20 / MgO 2x78 3kW 600sccm [10.5 Ohm um²] / 0.5 CoFe30 / 2.2 CoFe40B20 / 0.21 Ta / 2 CoFe30 / 6 IrMn / 5 Ru / 140 Cu / 30 Ru + 10 AlSiCu / 240 TiW (6kW 1mTorr)	
Comments	Pillar Height (MIN) : 100nm ; Pillar Height (MAX) : 230nm ; Mask : MTJEbeamDCv1_series3 and MTJEbeamDCRFv1_series3	
Test Goals		

Overall Process Summary:

Step	Process	Tool	Conditions
0	Al2O3 Deposition	Timaris FTM	Recipe : INL Al2O3 100 nm Etch : no etch Al2O3 : @1.5kW; 200 sccm Ar
01	MTJ Deposition	Timaris MTM	
02	Annealing	Magnetic Annealer	330°C, 1T, 2h
03	Hard Mask	Timaris FTM	AlSiCu : DC, 2.25kW; 200 sccm(Ar)

	Deposition		TiW: DC, 6kW; 50 sccm(Ar); 1mTorr
04	1st. [L1D]- Lithography [Mask Aligner] (Trenches for Nanocalc)	Mask Aligner	STANDARD PROFILE RESIST MASK Vapor Prime : Recipe #4 Resist : AZ1505 (0.6 um) Coating Recipe : TRACK#1 : 7001 - Coat AZ1505 600nm NO SOAK Mask Aligner Time exposure: 3.5s Expose Type: Hard; HC Wait T: 10s; WEC type: contact Mask/Map : MTJEbeam_IBPv7_L1C / INL_Spintronics_Ebeam_IBP Developing Recipe : Track #1 : 7006 - MTJ Develop 60s NO PEB 8inch Developing Time : 60s
05	Ion Milling High Rate 130deg (Trenches for Nanocalc)	Nordiko 7500	Recipe # 3 (MTJ High Rate 130deg) Gun : +235mA; +600V/-2250V; 20 sccm Ar Neut1 - [0.0A, 0 sccm] Neut2 - [read - 0.26A), 10 sccm] Table : 30 rpm ; 130 deg pan Stop point : Si
06	Resist Strip	Plasma Asher	Recipe: LowT_Resist_Strip_13min
07	2nd. [L2D]- Lithography [E- beam] (Nanopillars)	E-beam	Pre-developed: TRACK#2 : 5034 - 30sDEV ARN7520 8inch Vapor Prime : #4 recipe Resist : AZ7520 1+1 old bottle Coating Recipe : TRACK#2: 5008-200nm Coat ARN75201+1 8 inch 2750 Mask : MTJEbeamDCRFv1_series3 8 dies >> exposure time: 2h Developing Recipe: TRACK#2: 5022 PEB+180s DEV for 200nm ARN7520
08	Reactive Ion Etch	APS	1min TDesc clean APS Fake Milling - 5min in dummy wafer

			1min Tdesc clean Recipe: APS Fake Milling 10 sccm SF6, 10 sccm He ; 1mTorr 1000W coil power, 30W platen Run number: S003972
09	Resist Strip	Plasma Asher	Recipe: LowT_Resist_Strip_13min
10	Ion Milling High Rate 130deg (Etch TiW/AlSiCu/Cu with best possible profile)	Nordiko 7500	Recipe # 3: MTJ High Rate 130deg Gun : +235mA; +600V/-2250V; 20 sccm Ar Neut1 - [0 sccm, OFF] Neut2 - [read - 0.263A, 10 sccm] Table : 30 rpm ; 130 deg pan Stop point : Cu on top of the MTJ
11	Ion Milling Low Etch Rate 90 pan	Nordiko 7500	Recipe #20: MTJ Low Etch Rate Sub um Gun : +235mA; +120V/-1750V; 20 sccm Ar Neut 2: [read - 0.121A, 9.5 sccm] Table : 30 rpm ; 90 deg pan Stop point : Ta
12	SideWall Cleaning with 170 deg pan and low voltage conditions	Nordiko 7500	Recipe #20: MTJ Low Etch Rate Sub um Gun : +235mA; +120V/-1750V; 20 sccm Ar Neut : 2: [0.23A, 4 sccm] Table : 30 rpm ; 170 deg pan Stop point : 1000s
13	Al2O3 Deposition	Timaris FTM	Recipe : INL Al2O3 600 nm (2x300nm) Etch : no etch Al2O3 : 57x 5mm/s @1.5kW; 200 sccm Ar (Deposition Time ~4300s)
14	Ion Beam Planarization (Planarize and back-etch Al2O3 until establishing electrical contact	Nordiko 7500	Recipe # 5 MTJ High Rate 170deg Table : 30 rpm ; 170 deg pan Gun 1st: 350W; Reflec 12W; 20.0 sccm Ar; +600V/-2348V; +236mA/-28mA. Neut1 : [0 sccm; 20V; 43mA]OFF; Neut2:[10,0 sccm; 126V; 270mA]

	with the pillar)		
15	TiWN2 Surface Passivation	Timaris FTM	Recipe : INL TiwN 15nm w/Etch Etch : 120s @100W 200sccm Ar TiWN2 : 2x 24mm/s @1.00kW; 200 sccm Ar + 40sccm N2
16	3rd. [L3D] Lithography (Bottom Contact Leads Definition)	DWL	STANDARD PROFILE RESIST MASK Vapor Prime : Recipe #4 Resit : AZ1505 (0.6 um) Coating Recipe : TRACK#1 : 7001 - Coat AZ1505 600nm NO SOAK DWL Mask/Map : MTJEbeamDC_series_L3D and MTJEbeamDCRFa_series_L3D / INL_Spintronics_wedge_series Developing Recipe : Track #1 : 7006 - MTJ Develop 60s NO PEB Mark L2 Left: x=1750 y=3250 Developing Time : 60s
17	Ion Milling High Rate 130deg (All the way down to insulating Al2O3)	Nordiko 7500	Recipe # 3 (MTJ High Rate 130 deg) Gun : 360W; 13W ref.; +238mA/-27mA; +599V/-2326V; 20 sccm Ar Neut 1: 0,4 sccm; 10V;14mA / Neut 2: 10 sccm; 152V; 282mA Table : 30 rpm ; 130 deg pan Stop point : Al2O3 on top of Si
18	Resist Strip	Plasma Asher	Recipe: LowT_Resist_Strip_13min
19	4th. [L4C] Lithography (Vias to bottom contact)	DWL	INVERTED PROFILE RESIST MASK Vapor Prime : Recipe #4 Resit : AZ1505 (0.6 um) Coating Recipe : TRACK#1 : 7002 - Coat AZ1505 FOR SOAK 8 inch TRACK#2 : 9001 - RF Test Soak ONLY DWL EXPOSURE FOCUS: 10; Energy: 65%

			Mask/Map : MTJEbDC_series_L4C e MTJEbDCRFa_series_L4C / INL_Spintronics_Ebeam_wedge_series Mark L3 Right: x=1850 y=3750 Developing Recipe : Track #1 : 7006 - MTJ Develop 60s NO PEB Developing Time : 60s
20	Ion Milling 130 deg (Via Opening down to bottom contact Ta Layer)	Nordiko 7500	Recipe # 3: MTJ High Rate 130deg Gun : 363W; Refl. 0W; +233mA/-28mA; +601V/-2335V; 19,9 sccm Ar Neut 1: 0sccm; 21V; 45mA/ Neut 2: 10sccm; 144V; 280mA Table : 60 rpm ; 130 deg pan Stop point : Ta
21	Deposition of 15 TiWN (Bottom pads passivation)	Timaris FTM	Recipe : INL TiwN 15nm w/Etch Etch : 120s @100W 200sccm Ar TiWN2 : 2x 24mm/s @1.00kW; 200 sccm Ar + 40sccm N2
22	Lift-Off	Wet Benches	Acetone + Ultrasounds Time: 40min
23	Sacrificial Pillar Cap Deposition 15nm TiWN/ AlSiCu 10 nm / 15nm TiWN	Timaris FTM	Recipe : MTJ Pillar Sacrificial Cap w/ Etch Etch : 120s @100W 200sccm Ar TiWN2 : 2x 24mm/s @1.00kW; 200 sccm Ar + 40sccm N2
24	5th. [L5D] Lithography [DWL] (Sacrificial Pillar Cap Definition)	DWL	NORMAL PROFILE RESIST MASK Vapor Prime : Recipe #4 Resit : AZ1505 (0.6 um) Coating Recipe : TRACK#1 : 7001 - Coat AZ1505 600nm NO Soak 8 inch DWL EXPOSURE Energy=65%; FOCUS=0 Mask/Map : MTJEbDC_series_L5D e MTJEbDCRFa_series_L5D / INL_Spintronics_Ebeam_wedge_series Alignment marks - L4 right (x=-1850; y=4250)

			Developing Recipe : Track #1 : 7006 - 60sDevelop AZ400K 8inch Developing Time : 60s
25	Ion Milling 130 deg (Etch Sacrificial Pillar Cap)	Nordiko 7500	Recipe # 3 (MTJ High Rate 130 deg) Gun : 353W; Refl 13W; +601V/-2317V; +232mA/-28mA; 20 sccm Ar Neut 1: 0 sccm; 22V; 35mA / Neut 2: 10sccm; 153V; 286mA Table : 30 rpm ; 130 deg pan Stop point : Al2O3 below cap
26	Resist Strip	Plasma Asher	Recipe: LowT_Resist_Strip_13min
27	Al2O3 Deposition	Timaris FTM	Recipe : INL Al2O3 300nm (2x150) Etch : no etch Al2O3 : 15x 54mm/s @1.5W; 200 sccm Ar
28	6th. [L6C] Lithography (Via opening to Pilar Cap)	DWL	NORMAL PROFILE RESIST MASK Vapor Prime : Recipe #4 Resit : AZ1505 (0.6 um) Coating Recipe : TRACK#1 : 7001 - Coat AZ1505 NO Soak 8 inch DWL EXPOSURE Energy=55%; FOCUS=0 Mask/Map : MTJEBDC_series_L6C e MTJEBDCRFa_series_L6C / INL_Spintronics_Ebeam_wedge_series Alignment marks - L5 right (x=1850; y=4750) Developing Recipe : Track #1 : 7006 - 60sDevelop AZ400K 8inch NO PEB Developing Time : 60s
29	Ion Milling 130 deg (Stop at sacrificial pillar cap)	Nordiko 7500	Recipe # 3 (MTJ High Rate 130 deg) Gun : 352W; 12W ref; +602V/-2349V; +233mA/-28mA; 20 sccm Ar Neut 1: 0sccm; 22V; 49mA / Neut 2: 10sccm; 165V; 259mA Table : 30 rpm ; 130 deg pan

30	Resis Strip	Plasma Asher	Stop point : Al between TiWNs Recipe: LowT_Resist_Strip_13min
31	Top Lead Deposition (Etch /15nm TiWN / 300nm AlSiCu / 15nm TiWN)	Timaris FTM	Recipe : INL MTJ Metalization NO PARK Etch : 120s @100W; 120sccm Ar AlSiCu : 24x 50mm/s @2.25kW; 200 sccm Ar TiWN : 1x36mm/s @1kW; 200 sccm Ar + 40 sccm N2 Time > 10min
32	7th. [L7D] Lithography (Top Lead)	DWL	STANDARD PROFILE RESIST MASK Vapor Prime : Recipe #4 Resit : AZ1505 (0.6 um) Coating Recipe : TRACK#1 : 7001 - Coat AZ1505 NO Soak 8 inch DWL Energy=55%; FOCUS=0 Mask/Map : MTJebDC_series_L7D e MTJebDCRFa_series_L7D / INL Spintronics_Ebeam_wedge_series Alignment marks - L6 right (x=1850; y=5250) Developing Recipe : Track #1 : 7006 - 60sDevelop AZ400K 8inch NO PEB Developing Time : 60s
33	Ion Milling 130 deg (Top Lead Milling)	Nordiko 7500	Recipe # 3 (MTJ High Rate 130 deg) Gun : 350W; Ref. 13W; +601V/-2385V; +235mA/-28mA; 19.9 sccm Ar Neut 1: 0sccm; 24V; 44mA / Neut 2: 10sccm; 174V; 281mA Table : 30 rpm ; 130 deg pan Stop point : Al2O3 under metalization
34	Resis Strip	Plasma Asher	Recipe: LowT_Resist_Strip_13min

Apêndice D: Receitas

Abaixo são discriminadas as condições de cada receita utilizada durante o processo de fabricação, descrito na *run sheet* do Apêndice C.

TRACK#1 : 7001 - Coat AZ1505 600nm NO SOAK

Coating - Resiste: AZ1505. Espessura: ~600nm. Máxima Rotação: 3500rpm. Temperatura bake: 100°C. Tempo bake: 60s.

TRACK#1 : 7002 - Coat AZ1505 FOR SOAK 8 inch

Coating - Resiste: AZ1505. Espessura: ~600nm. Máxima Rotação: 3500rpm. Temperatura bake: 100°C. Tempo bake: 30s.

TRACK #1 : 7006 - MTJ Develop 60s NO PEB 8inch

Developing – Revelador: AZ400K 1:4. Tempo: 60s. Rotação: 4000 rpm para secagem e 800rpm para puddling

TRACK#2 : 5034 - 30sDEV ARN7520 8inch

Developing – Revelador: AR-300.47 4+3 (4 revelador + 3 água).. Tempo: 30s. Rotação: 0 puddling

TRACK#2: 5008-200nm Coat ARN75201+1 8 inch 2750

Coating - Resiste: ARN7520. Espessura: ~200nm. Rotação: 2750 rpm. Temperatura bake: 85°C. Tempo bake: 120s.

TRACK#2: 5022 PEB+180s DEV for 200nm ARN7520

Developing – Revelador: AR-300.47 4+3 (4 revelador + 3 água). Tempo: 180 s = 6x30 s Rotação: 2750 rpm

TRACK#2 : 9001 - RF Test Soak ONLY

Developing – Revelador: AR-300.47 4+3 (4 revelador + 3 água). Tempo: 40s Rotação: 0 puddling e 4000 rpm para secagem. Temperatura bake: 100°C. Tempo bake: 30s.

PLASMA ASHER

Gás: 200sccm Ar, 200sccm O2. Pressão: 0.625 mbar. Potência: 230W, 1650mV. Temperatura: 113°C.