

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL  
INSTITUTO DE FÍSICA

**Fabricação e Caracterização de Nanoponteiras de Tungstênio para Medidas de  
Transferência de Spin**

Matheus Heinemann



Porto Alegre

2013

UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO GRANDE DO SUL

INSTITUTO DE FÍSICA

**Fabricação e Caracterização de Nanoponteiras de Tungstênio para Medidas de Transferência de Spin**

Matheus Heinemann

*Trabalho de Conclusão apresentado ao Instituto de Física da Universidade Federal do Rio Grande do Sul como requisito necessário para a obtenção do grau de Bacharel em Física.*

Orientador: Prof. Luis Gustavo Pereira.

Porto Alegre

# Agradecimentos

Ao fim de toda árdua jornada é impossível deixar de lembrar todas as pessoas que de alguma forma contribuíram para o término dela.

Primeiramente gostaria de agradecer a todos que de alguma forma apoiaram e acreditaram na conclusão desta importante etapa da minha vida.

Agradeço a toda minha família por ter depositado confiança e apoio. Em especial aos meus pais, Carmo Heinemann e Maria Reckziegel Heinemann, por fazerem muitos dos meus sonhos se tornarem realidade. Ao meu irmão, Lucas Heinemann, por todo o companheirismo de sempre. A minha cunhada, Fernanda Schwaab Tews, por todo auxílio. Meu sogro e sogra, Rosana Iribarry e Ricardo Schwendler, por sempre estarem presentes.

A minha namorada, Riana Augusta Dauber, por me apoiar em todas as minhas escolhas e estar presentes em todos os momentos críticos. Obrigado por todo o amor, carinho e fidelidade.

Aos colegas de laboratório, Rafael Otoniel e Milena Sulzbach, pelo sucesso de todo o trabalho realizado. Ao professor Luis Gustavo Pereira pela orientação durante a iniciação científica e trabalho de conclusão.

Certamente também não posso deixar de lembrar as pessoas que trilharam todo este caminho comigo. Rafael Barfknecht, Lucas Secco, Guilherme Oliveira, Guilherme Kolinger, Débora Peretti, Mariana Timm, Felipe Selau, Amanda Azevedo, Vinícius Castro Ferreira e Demétrius Lima, obrigado por toda a amizade! Certamente sentirei falta de vocês.

Não menos importante, gostaria de agradecer a todas as pessoas que estão acreditando em mim nas novas escolhas que venho fazendo para o meu futuro. Em especial agradeço a um grande amigo, Daniel Paiva Castro, por todo o apoio, conhecimento e tempo dedicado.

*Este trabalho foi financiado pelo Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Pesquisa – CNPq*

Matheus Heinemann

# Sumário

<b>Resumo</b>	<b>iii</b>
<b>Abstract</b>	<b>iv</b>
<b>1 Introdução</b>	<b>1</b>
<b>2 Aspectos Teóricos</b>	<b>3</b>
2.1 Fenômeno de Transferência de Spin.....	3
2.2 Curva Típica de Transferência de Spin.....	4
<b>3 Metodologia de Preparação das Nanoponteiras</b>	<b>7</b>
3.1 Desbaste Eletroquímico.....	7
3.2 Desbaste Eletroquímico do Tungstênio (W).....	8
3.3 Métodos de Desbaste Eletroquímico.....	10
3.3.1 Método <i>Laminar</i> .....	10
3.3.2 Método <i>Drop-Off</i> .....	12
3.3.3 Método <i>Drop-Off Magnético</i> .....	13
3.4 Maximizando as Chances de Sucesso.....	15
3.4.1 A Tensão Aplicada.....	15
3.4.2 Tamanho da Porção de Fio Abaixo do Anel.....	15
3.4.3 Corte da Corrente Elétrica no Momento da Ruptura.....	16
3.4.4 Minimização das Vibrações Externas.....	17
3.4.5 Procedimento de Limpeza e Armazenamento.....	17
3.5 Nanoponteiras Obtidas.....	18

<b>4</b>	<b>Medidas De Transferência de Spin</b>	<b>22</b>
4.1	Sistema de Medidas.....	22
4.1.1	Equipamentos.....	22
4.1.2	Aproximação da Nanoponteira.....	25
4.2	Resultados Obtidos.....	25
<b>5</b>	<b>Considerações Finais</b>	<b>26</b>
<b>Anexo A</b>	<b>Publicação Relacionada com o Presente Trabalho</b>	<b>27</b>
	<b>Bibliografia</b>	<b>32</b>

## Resumo

O estudo das propriedades magnéticas e de transporte em sistemas de baixa dimensionalidade ocupa um importante lugar na pesquisa em física da matéria condensada. Dentre as diversas pesquisas atuais está o efeito de transferência de spin, a qual lida com um fenômeno que só ocorre quando se trabalha com sistemas nanoscópicos.

O efeito de transferência de spin necessita de uma alta densidade de corrente elétrica para ocorrer, aproximadamente  $10^{11} \text{A/m}^2$  conforme simulações [1]. Para obter tal densidade de corrente elétrica é preciso reduzir a seção transversal do sistema a algumas centenas de nanômetros. Existem diversas técnicas para a redução das dimensões do sistema, algumas complexas como a construção de nanopilares e nanocontatos [2], e outras mais simples, como o uso de nanoponteiras. Neste trabalho será desenvolvido um método para obtenção de nanoponteiras fabricadas a partir de um processo de desbaste eletroquímico de um fio de tungstênio.

Primeiramente, o processo de desbaste eletroquímico empregado para a obtenção das nanoponteiras será apresentado. Relativo ao processo de desbaste, dois métodos existentes na literatura científica serão expostos: o método *Laminar* e o método *Drop-Off*. Baseado no conhecimento obtido com a utilização desses dois métodos, um terceiro método foi desenvolvido, apresentando uma melhoria significativa na qualidade das nanoponteiras. Este novo método, batizado de *Drop-Off-Magnético*, é uma variação do método *Drop-Off*, incluindo a aplicação de um campo magnético externo durante o processo de desbaste eletroquímico.

Com a utilização de um microscópio eletrônico de varredura, imagens com resolução da ordem de dezenas de nanômetros foram obtidas das nanoponteiras. No último capítulo, será apresentado o sistema utilizado para as medidas de transferência de spin, assim como resultados obtidos utilizando as nanoponteiras desenvolvidas.

Os principais resultados apresentados neste trabalho são: *i*) Desenvolvimento de um procedimento controlado para obtenção de nanoponteiras; e *ii*) Observação do efeito de transferência de spin utilizando nanoponteiras como contato elétrico.

Por fim, é importante salientar que este estudo foi realizado em conjunto a um trabalho de doutorado em que houve a publicação de um artigo científico, onde as nanoponteiras fabricadas apresentaram um papel fundamental [3, Anexo A].

# Abstract

The study of magnetic and transport properties in low dimensional systems occupies an important position in solid state physics research. Among the several current research lines is the spin transfer effect, which deals with a phenomenon that only occurs when we deal with nanoscopic systems.

The spin transfer effect requires a high electrical current density to occur, approximately  $10^{11}\text{A/m}^2$  according to simulations [1]. To obtain such electrical current density is necessary to reduce the cross section of the system into hundreds of nanometers. There are several techniques to reduce the dimensions of the system, some more complex like the construction of nanopillars and nanocontacts [2], and others more simple, as the use of nanotips. In this work it will be developed a method for obtaining nanotips by direct electrochemical etching of a tungsten wire.

Firstly, the electrochemical etching process used to obtain the nanotips will be presented. Relating to the etching process, two methods existing in the scientific literature will be exposed: the *Lamellae* method and the *Drop-Off* method. Based on the knowledge obtained by using these two methods, a third method has been developed, which showed a significant improvement on the quality of the nanotips. This new method, baptized *Magnetic-Drop-Off*, is a variation of the *Drop-Off* method, including the application of an external magnetic field during the electrochemical etching.

With the use of a scanning electron microscope, images with resolution of tens of nanometers were obtained for the nanotips. In the last chapter, the system used for the spin transfer measurements will be presented, as well as some results obtained using the nanotips developed.

The main results presented in this work are: *i*) Development of a controlled procedure to obtain nanotips; *ii*) Observation of the spin transfer effect using the nanotips as an electrical contact.

Finally, it's important to observe that this study was done in conjunction of a doctoral program, and there was the publication of an article where the nanotips presented a fundamental role [3, Anexo A].

# Capítulo 1

## Introdução

O estudo de sistemas de baixa dimensionalidade apresenta uma larga contribuição para o entendimento da estrutura e propriedades da matéria, pois nestas estruturas são evidenciados comportamentos peculiares que não se manifestam em sistemas massivos. Tais comportamentos são decorrentes das dimensões envolvidas serem reduzidas, assim, os efeitos de interface passam a desempenhar um papel importante.

Entretanto, a fabricação de tais sistemas apresenta uma grande dificuldade experimental transposta apenas nas últimas décadas. Técnicas como desbaste iônico (*sputtering*) e a evaporação térmica possibilitaram a fabricação de sistemas como multicamadas de filmes finos, sendo estas estruturas de suma importância para o avanço da tecnologia de gravação e leitura de dados.

Uma multicamada de filmes finos é uma estrutura composta de três ou mais camadas sobrepostas. A espessura de uma camada de filme fino é, geralmente, da ordem de angstroms. Por multicamada de filmes finos magnéticos se entende uma estrutura modulada onde pelo menos uma das camadas composta por um elemento magnético.

A utilização de filmes finos magnéticos teve grande motivação em 1988 com a descoberta do efeito de magnetorresistência gigante, feita separadamente pelos grupos de Albert Fert [4] e Peter Grünberg [5], que lhes concebeu o Prêmio Nobel de Física em 2007. A magnetorresistência gigante pode ser verificada em multicamadas de filmes finos magnéticos, devido às diferentes taxas de espalhamento dos elétrons de condução. O aumento ou a redução da resistência do sistema decorre das possíveis orientações relativas das magnetizações das camadas ferromagnéticas.

Desde então, a magnetorresistência tem inspirado inúmeras pesquisas, dentre elas é importante destacar os trabalhos realizado por Sonczewski [6] e Berger [7] no ano de 1996. Nos seus trabalhos, de forma independente, foi proposto que uma corrente elétrica fluindo em uma amostra de filmes finos magnéticos poderia gerar um torque sobre a magnetização de uma das camadas, reorientando a sua direção.

Como citado anteriormente, os filmes finos magnéticos possuem uma larga aplicabilidade no armazenamento e leitura de dados. O objetivo com a utilização do efeito de transferência de spin é, em uma multicamada magnética, modificar a configuração relativa da



magnetização das camadas ferromagnéticas, e desta forma, via a magnetorresistência gigante, modificar as propriedades resistivas do sistema. Tal procedimento possibilitaria um novo meio de leitura e armazenamento de dados, onde não seria mais necessária a aplicação de um campo magnético externo para a manipulação da magnetização, podendo esta ser realizada com a injeção de uma corrente spin-polarizada.

A manipulação da magnetização pelo efeito de transferência de spin consiste em uma troca de momento angular entre uma corrente spin polarizada e a magnetização de uma camada magnética, sendo assim, torna-se necessário que haja uma alta densidade de corrente elétrica fluindo. A obtenção de uma alta densidade de corrente elétrica (da ordem de  $10^{11}$  A/m<sup>2</sup>) apresenta uma complicação experimental, assim, faz-se necessário um estudo para a construção e caracterização de nanoestruturas que possibilitem a ocorrência do fenômeno.

A proposta deste trabalho consiste em obter um método confiável e reproduzível para a obtenção de nanoponteiras de tungstênio. Tais ponteiras serão utilizadas para a realização de um nanocontato elétrico com a superfície da amostra, para isso, as ponteiras deverão apresentar ápices com diâmetros da ordem de algumas centenas de nanômetros.

Este trabalho está dividido da seguinte forma: no capítulo 2 será realizada uma breve abordagem dos principais aspectos teóricos do efeito de transferência de spin.

No capítulo 3 será detalhada a etapa experimental deste trabalho, sendo abordado o processo de fabricação das nanoponteiras. Serão descritos todos os métodos e técnicas utilizadas para a obtenção de nanoponteiras de tungstênio a partir de um processo eletroquímico de desbaste. Ao final do capítulo serão expostas algumas imagens de nanoponteiras obtidas.

No capítulo 4 será exposto o sistema utilizado para as medidas de transferência de spin. Tal sistema foi construído especialmente para a realização do contato entre a nanoponteira e a amostra.

No capítulo 5 será apresentado um resumo das principais conclusões obtidas.

No anexo A encontra-se o artigo publicado relacionado com este trabalho.

## Capítulo 2

### Aspectos Teóricos

Neste capítulo serão apresentados alguns dos principais aspectos teóricos que descrevem o efeito de transferência de spin com o objetivo de expor uma motivação para fabricação das nanoponteiras.

#### 2.1 Fenômeno de Transferência de Spin

Para melhor entender o efeito de transferência de spin será considerada uma corrente elétrica atravessando na direção  $\hat{z}$  uma tricamada composta por duas camadas ferromagnéticas, FM1 e FM2, separadas por uma camada condutora não magnética, NM.

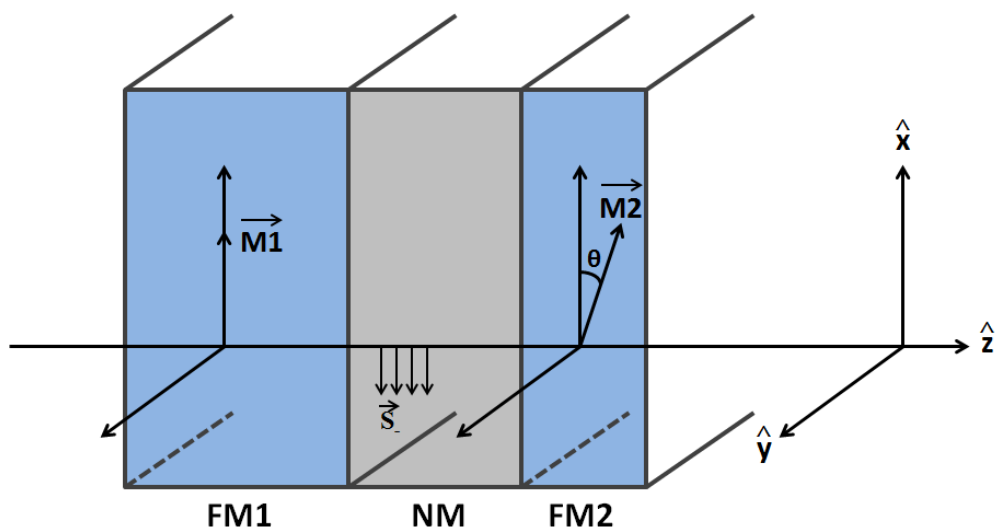


Figura 2.1: Representação do sistema de tricamadas.

A camada FM1 será considerada suficientemente espessa para que a sua magnetização  $\vec{M}_1$  esteja fixa na direção  $\hat{x}$ . Portanto, esta camada não sofre influência dos momentos dos elétrons da corrente elétrica, desempenhando um papel de camada “polarizadora”, formando uma corrente spin-polarizada.

Já a camada FM2, com magnetização  $\vec{M}_2$  afastada angularmente de  $\theta$  com relação à  $\vec{M}_1$ , será considerada fina o suficiente para que sofra ação dos elétrons da corrente spin-polarizada.

A camada condutora não magnética, NM, apresenta uma espessura suficiente para manter a corrente spin-polarizada entre as camadas FM1 e FM2 e, simultaneamente, evitar a interação de troca entre as duas camadas ferromagnéticas.

Com a suposição de que a corrente elétrica flui na direção  $\hat{z}$  há duas situações possíveis:

- (i) Os elétrons fluindo da camada FM1 para FM2, definida como corrente positiva;
- (ii) Os elétrons fluindo da camada FM2 para FM1, definida como corrente negativa;

Para o primeiro caso, definido como corrente positiva, os elétrons  $\vec{s}_-$  são polarizados pela camada FM1. Como  $\vec{M}_2$  apresenta um deslocamento  $\theta$  em relação à  $\vec{M}_1$ , ocorre um acúmulo de elétrons com momentos de spin  $\vec{s}_-$  na interface da camada NM/FM2, aumentando a densidade de corrente spin-polarizada. Quando essa densidade atinge certo valor, definido como *corrente crítica*, a corrente spin-polarizada gera um torque sobre a magnetização  $\vec{M}_2$ . Esse efeito também é conhecido como transferência de spin e, quando ocorre, a configuração magnética entre as duas camadas magnéticas, FM1 e FM2, é alterada. Na corrente positiva é favorecido o alinhamento paralelo entre as magnetizações  $\vec{M}_1$  e  $\vec{M}_2$ .

Para o segundo caso, definido como corrente negativa (não contemplado na Figura 2.1), o efeito é semelhante, porém o torque gerado sobre a camada FM2 é dado pela corrente spin polarizada com os momentos na direção oposta aos momentos  $\vec{s}_-$ . Os elétrons com momentos de spin  $\vec{s}_+$  sofrem uma maior resistência ao atravessar a camada FM1, ocorrendo um acúmulo na interface FM1/NM. Como consequência, há um aumento de densidade eletrônica na interface FM1/NM, análogo ao caso anterior. Como a camada FM1 é espessa tal que não sofra influência dos elétrons, a densidade de elétrons com momentos de spin  $\vec{s}_+$  se estende por toda a camada NM até que passam a se acumular também a interface NM/FM2. Este novo acúmulo, por sua vez, é o responsável pela densidade crítica de corrente que gera um torque que muda a orientação de  $\vec{M}_2$ . Esta transferência de momento tende a uma configuração antiparalela entre as magnetizações  $\vec{M}_1$  e  $\vec{M}_2$ .

## 2.2 Curva Típica de Transferência de Spin

O comportamento magnetoresistivo de uma multicamada magnética é uma consequência do espalhamento eletrônico dependente do spin no interior das camadas

magnéticas, assim, dependendo da orientação das magnetizações teremos diferentes valores de resistência no nosso sistema.

Supondo duas camadas ferromagnéticas independentes e magnetizações paralelas, representado pela Figura 2.2 (a), pode-se perceber que há um forte espalhamento dos elétrons de spin *down* em ambas as camadas FM1 e FM2, enquanto os elétrons de spin *up* são pouco espalhados.

Na configuração em que as magnetizações são antiparalelas, representado pela Figura 2.2 (b), os elétrons com spin *down* são fortemente espalhados apenas na camada FM1 e os elétrons de spin *up* são fortemente espalhados apenas na FM2.

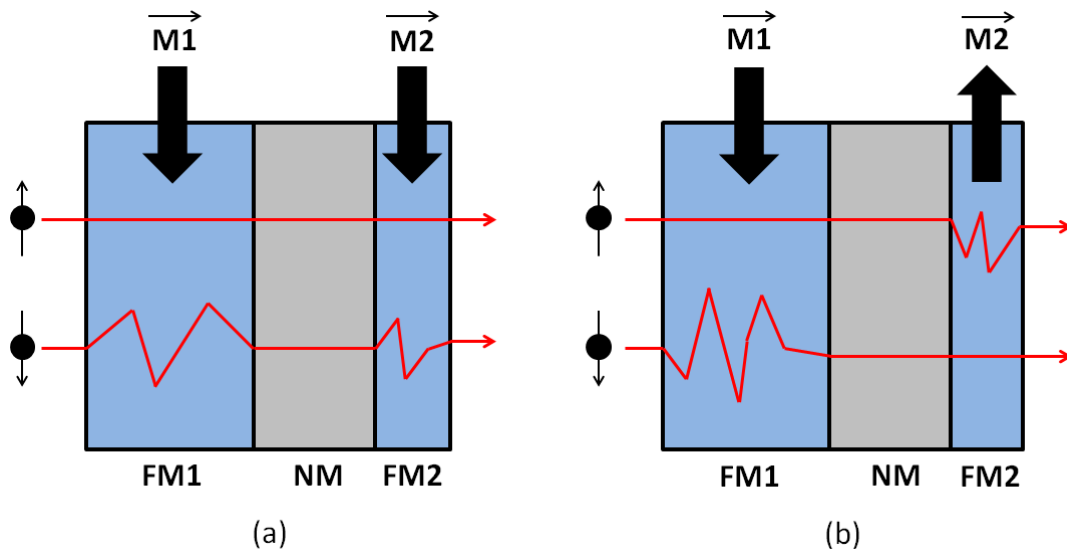


Figura 2.2: Representação da difusão dependente do spin em uma multicamada magnética.

Esse mecanismo é conhecido como magnetorresistência gigante, sendo assim, a resistividade da multicamada na configuração paralela é menor que do que na configuração antiparalela.

Considerando a corrente positiva (atravessando da camada FM1 para FM2), existe um favorecimento para que as magnetizações apresentem-se paralelas, onde a resistência é menor. Quando se considera a corrente negativa (atravessando da camada FM2 para a camada FM1), o favorecimento do sistema passa a ser de magnetizações antiparalelas, onde a resistência é menor.

Tal comportamento apresenta um gráfico característico que é ilustrado na Figura 2.3.

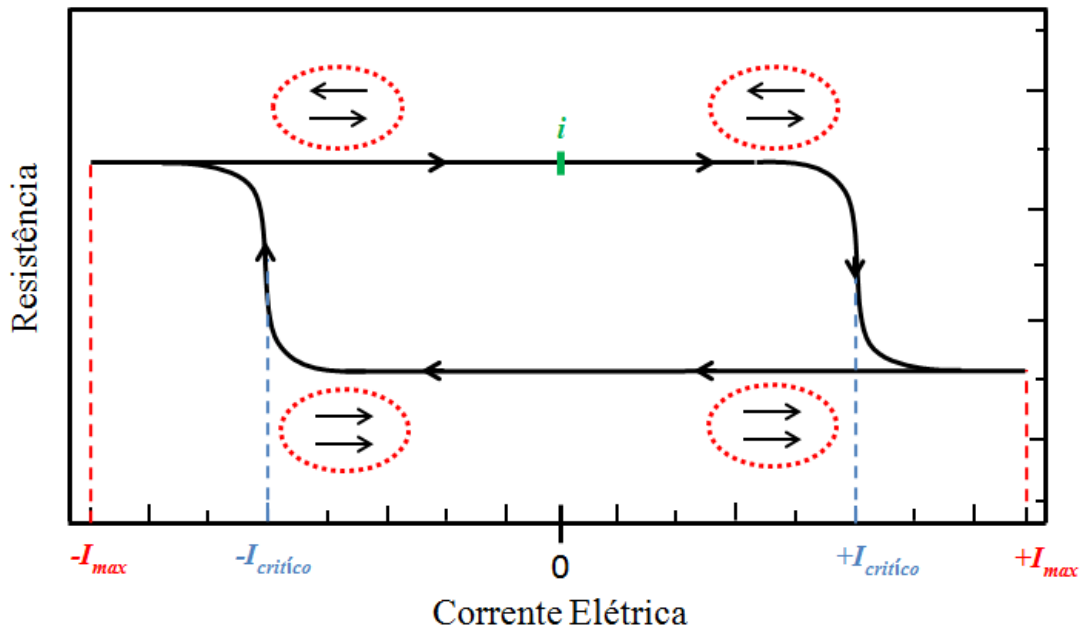


Figura 2.3: Ilustração de um gráfico de transferência de spin.

Será considerado que o sistema encontra-se inicialmente na posição  $i$  (destacada em verde), apresentando uma configuração de camadas magnéticas antiparalelas (alta resistência) e corrente nula. Com o aumento da corrente elétrica no sentido positivo, quando alcançada a corrente crítica, haverá um torque que alinhará as magnetizações, diminuindo a resistência.

Após a corrente elétrica chegar ao valor máximo, esta passará a diminuir, até que ocorra a inversão de sinal (corrente negativa). Com a inversão do sentido da corrente elétrica a configuração que será favorecida é a antiparalela, assim, ao alcançar a corrente crítica, haverá um torque que desalinhará as magnetizações, aumentando a resistência.

## Capítulo 3

# Metodologia de Preparação das Nanoponteiras

Para que ocorra o efeito de transferência de spin é necessária uma alta densidade de corrente elétrica passando pela amostra, por isso, um condutor de dimensões nanométricas é colocado em contato pontual com a superfície da amostra. Este contato pontual pode ser realizado de diversas formas, sendo o uso de nanoponteiras metálicas o método abordado neste trabalho.

Neste capítulo será descrita a técnica de desbaste eletroquímico utilizada para a obtenção das nanoponteiras. Esta técnica foi escolhida pelo fato de ser de baixo custo, de fácil manuseio e principalmente por apresentar bons resultados na literatura científica. Serão também descritos os três métodos de desbaste utilizados: o método *Laminar*, o método *Drop-Off* e o método *Drop-Off Magnético*. Em todos os métodos o processo químico de desbaste está presente, alterando-se apenas a montagem experimental visando uma melhoria nas nanoponteiras obtidas.

### 3.1 Desbaste Eletroquímico

O desbaste eletroquímico consiste basicamente em mergulhar um fio metálico em uma solução eletrolítica, juntamente com um contra-eletródo. Entre o fio e o contra-eletródo é aplicada uma diferença de potencial que desencadeia o processo de corrosão.

Por conveniência, no sistema utilizado, o contra-eletródo possui a forma de um anel com o fio metálico passando pelo seu centro. A configuração de anel é utilizada com o objetivo de que a corrosão ocorra de forma simétrica, assim, o desbaste do fio ocorre apenas radialmente ao eixo, como ilustra a Figura 3.1.

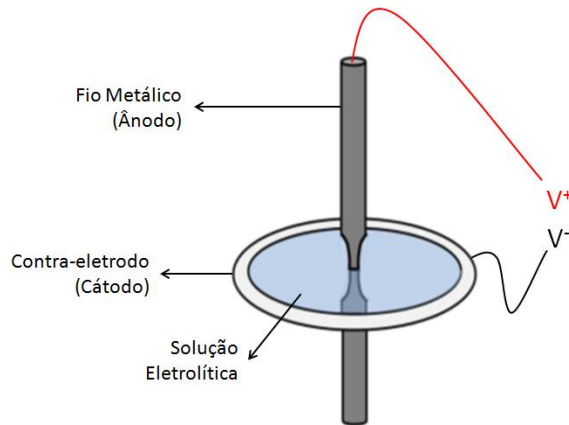


Figura 3.1: Ilustração do processo de corrosão do fio metálico.

Por se tratar de uma reação não espontânea, o processo de desbaste eletroquímico necessita da aplicação de uma diferença de potencial para que ocorra. A diferença de potencial deve ser aplicada sobre o sistema de modo que o fio seja definido como ânodo e o contra-eletródo como o cátodo, assim, o fio passa a ser corroído. A nanoponteira será obtida com o rompimento mecânico na região de desbaste, decorrente da redução da seção transversal do fio.

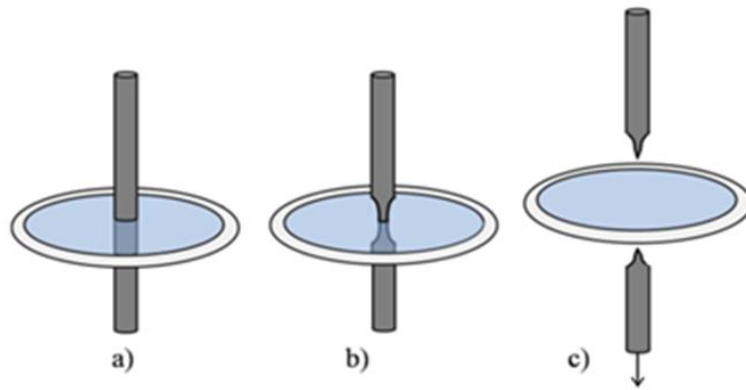


Figura 3.2: Ilustração das etapas do desbaste. (a) Montagem inicial; (b) Processo de corrosão; (c) Rompimento da porção de fio abaixo do anel.

### 3.2 Desbaste Eletroquímico do Tungstênio (W)

Existem diversos materiais que podem ser submetidos ao processo de desbaste eletroquímico para a obtenção de nanoponteiras, diferentes metais como tungstênio (W), ouro (Au), níquel (Ni) ou cobre (Cu), tanto quanto materiais dielétricos como fibras ópticas [8]. Neste trabalho utilizou-se o tungstênio por diversas razões, dentre as quais:

(i) apresenta boa condutividade, imprescindível para bom um contato elétrico;

- (ii) metal rígido, auxiliando na obtenção de um contato estável;
- (iii) alta temperatura de fusão, condição favorável para um contato que será submetido ao fluxo de uma alta densidade de corrente elétrica;
- (iv) processo de corrosão livre de substâncias tóxicas, podendo ser realizado sem a necessidade de equipamentos especiais;
- (v) o processo de corrosão do tungstênio é muito difundida na literatura científica pelo fato de ser comumente utilizado para obtenção de nanoponteiras para microscopia de tunelamento (STM, *Scanning Tunneling Microscopy*) [9,10,11].

Apesar de apresentar uma série de características favoráveis, o tungstênio não está livre de oxidação, sendo o óxido um isolante que pode apresentar certas dificuldades para a efetivação do contato entre a nanoponteira e a amostra. Para minimizar as impurezas e a formação de óxido um procedimento de limpeza e armazenamento foi desenvolvido.

A nanoponteira é formada a partir de um fio de tungstênio com diâmetro de 0.25mm e pureza 99.999% (fabricante Goodfellow Cambridge Limited®).

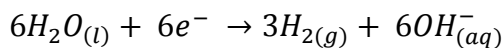
Os sais que podem ser utilizados para a corrosão do tungstênio são hidróxido de sódio (NaOH) ou hidróxido de potássio (KOH). Não existe na comunidade científica um consenso em qual dos sais é melhor para o processo de desbaste [12], por isso é utilizada uma solução de NaOH pelo fato de seu manuseio requerer menos cuidados em comparação ao KOH.

A solução eletrolítica é preparada misturando-se hidróxido de sódio com água bidestilada dentro de um Erlenmeyer com as devidas proporções de modo que a concentração seja de 2M. A concentração de 2M é utilizada por apresentar resultados satisfatórios.

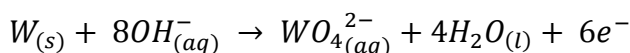
Como contra-eletródo utiliza-se um anel de platina (Pt) por ser um metal inerte à reação.

A reação de corrosão do tungstênio pode ser entendida como os seguintes processos:

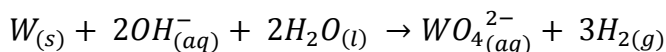
No cátodo (anel de platina):



No ânodo (fio de tungstênio):



Reação global:





Das reações podemos concluir que no anel de platina ocorre a separação da água em íons de  $H^+$  e  $OH^-$ . Os íons de  $H^+$  formarão hidrogênio gasoso  $H_{2(g)}$  que pode ser verificado como bolhas entre o anel de platina e o fio de tungstênio. As hidroxilas  $OH^-$  por sua vez, devido à diferença de potencial entre o fio e o anel, deslocam-se até o tungstênio sólido  $W_{(s)}$  e reagem formando ânions  $WO_{2(aq)}^-$  que se solubilizam.

### 3.3 Métodos de desbaste Eletroquímico

Com a utilização do processo de desbaste eletroquímico pode-se empregar diversos métodos que divergem entre si pela montagem experimental do sistema. A seguir serão descritos os métodos utilizados neste trabalho, que são: método *Laminar*, método *Drop-Off* e método *Drop-Off Magnético*.

É interessante destacar que o método *Drop-Off Magnético* é um método não citado na literatura por se tratar de uma proposta desenvolvida no próprio Laboratório de Magnetismo (LAM - UFRGS).

#### 3.3.1 Método Laminar

No método laminar, o anel de platina é montado de forma que se encontre suspenso no ar, sustentando uma lâmina de solução eletrolítica. O fio de tungstênio transpassa verticalmente a membrana de solução que o anel compreende, formando um menisco que é responsável pela corrosão. A obtenção da nanoponteira ocorre com o rompimento do fio devido à força gravitacional atuante sobre a extremidade de fio inferior à lâmina. A Figura 3.3 ilustra a montagem deste método.

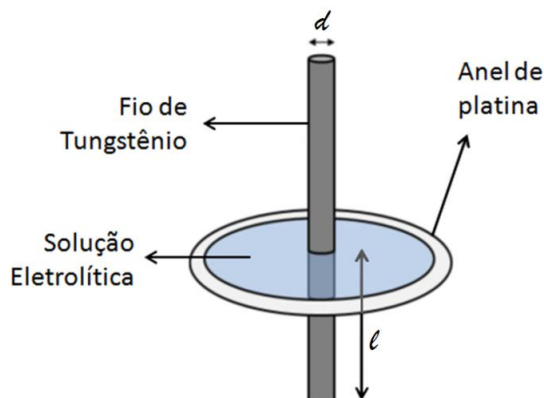


Figura 3.3: Ilustração do método Laminar.

Na Figura 3.3,  $d$  representa o diâmetro do fio e  $l$  a porção de fio abaixo do anel de platina.

Uma constatação imediata é que quanto maior a massa abaixo da lamina, maior a força de tensão sobre a estrutura que está sendo desbastada, assim, o fio se romperá antes que dimensões nanométricas sejam alcançadas. Uma das maneiras para contornar este problema é diminuir a porção de fio abaixo do anel, minimizando a tensão mecânica, contudo, como a solução de NaOH apresenta uma alta viscosidade, as forças capilares se fazem muito presentes e podem “segurar” a parte inferior do fio, gerando uma torção na extremidade da ponta. A Figura 3.4 ilustra a situação descrita.

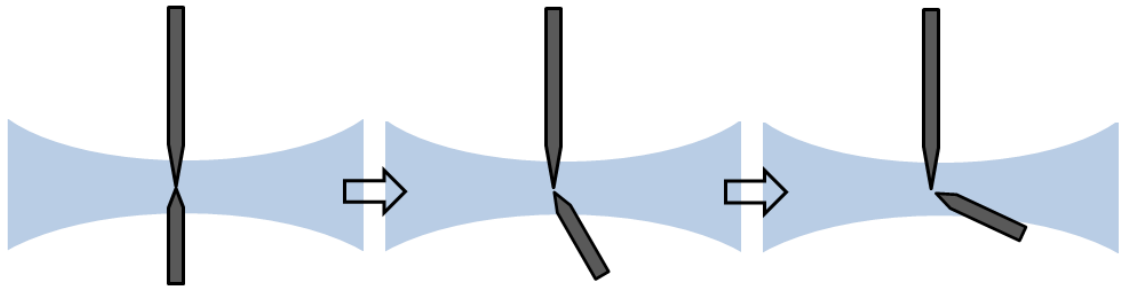


Figura 3.4: Ilustração em que as forças capilares mantêm a porção inferior do fio suspensa na solução.

A Figura 3.5, a seguir, apresenta imagens de duas pontes que foram danificadas pelo fenômeno de torção.

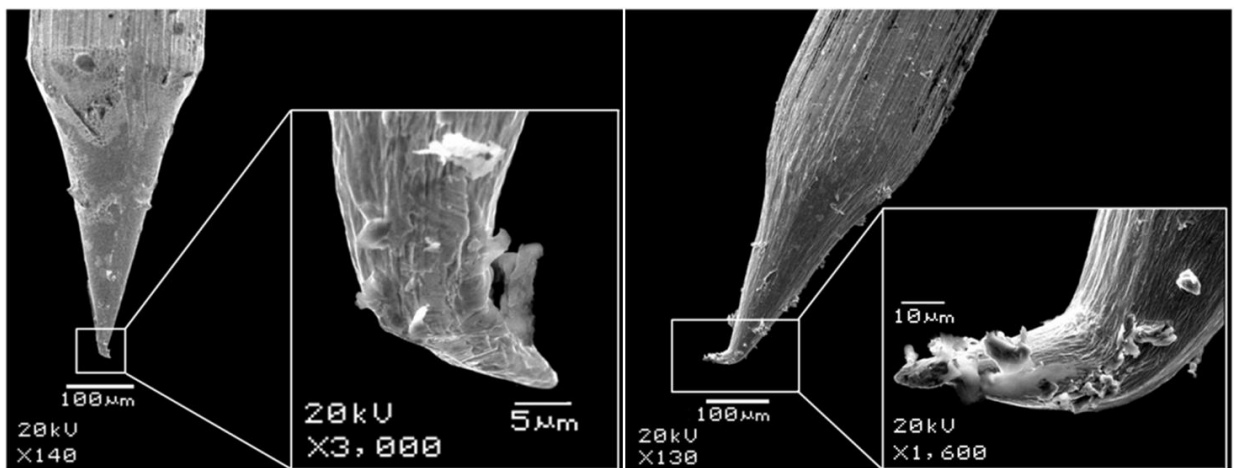


Figura 3.5: Imagens de nanopontes obtidas pelo método Laminar que apresentam torção.

Para a obtenção de nanoponteiras com ápices menores que 100nm de diâmetro é necessário que a porção  $l$  abaixo do anel seja menor ou igual a 1mm, mas em tal situação a torção da nanoponteira torna-se muito provável.

Outra dificuldade encontrada neste método é a pequena quantidade de solução que o anel de platina comporta. É importante considerar que no decorrer do processo de desbaste os íons  $OH^-$  são gradativamente consumidos, sendo necessária a manutenção da solução. A manutenção da solução pode ser feita gotejando o eletrólito sobre o anel ou através da imersão do conjunto filamento-anel na solução. Na segunda situação, um frasco contendo a solução é “levantado” para banhar o anel, renovando a solução existente. Contudo, independente da metodologia adotada, ocorre uma reacomodação da lamina em outra posição, alterando o local em que o fio de tungstênio é desbastado. Um meio de se contornar o problema da quantidade de solução é o aumento do diâmetro do anel de platina, mas com tal mudança a membrana de solução torna-se instável.

No método *Laminar*, a pequena quantidade de solução no anel também proporciona um espaço reduzido para a formação de bolhas, assim, ocorre um acúmulo de bolhas sobre a região de desbaste, acarretando em imperfeições não desejadas.

Apesar de todos os problemas e dificuldades citados com relação ao método *Laminar*, é possível a produção de nanoponteiras com ápices satisfatórios, contudo, os métodos que serão citados a seguir apresentam resultados mais interessantes.

### **3.3.2 Método *Drop-Off***

O método *Drop-Off* é o método mais frequentemente citado na literatura científica por ser muito utilizado para a confecção de nanoponteiras para medidas de microscopia por tunelamento [9,11,13,14,15].

A montagem experimental deste método é muito semelhante ao método *Laminar*, porém neste caso temos que o anel de platina e o fio de tungstênio encontram-se submersos na solução eletrolítica. A Figura 3.6 ilustra a montagem deste método.

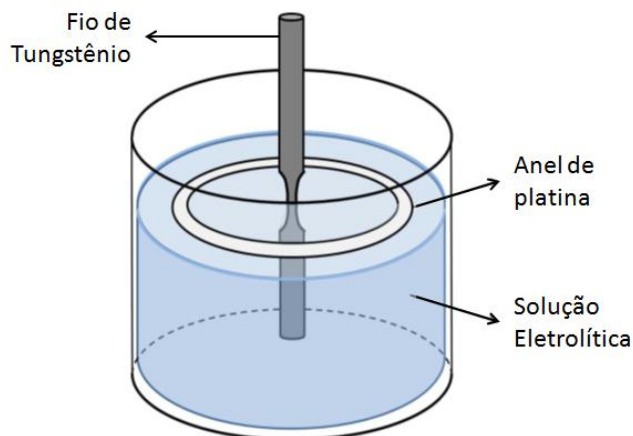


Figura 3.6: Ilustração do método *Drop-Off*.

Neste método, com o anel submerso na solução eletrolítica, a quantidade de íons  $OH^-$  presentes é maior que o necessário para completar o desbaste do fio, assim, a obtenção da nanoponteira pode ser feita do início ao fim, sem interrupções.

Outra vantagem deste método é de as forças capilares anteriormente citadas não atuarem mais torcendo a porção inferior do fio. Isto é um fator de extrema relevância por ser possível a diminuição da tensão mecânica sobre a estrutura que está sendo desbastada, assim, temos a liberdade de utilizar comprimentos menores para a porção inferior do fio, tal que ao final da corrosão as chances de obter ponteiras com dimensões nanométricas são maiores.

### 3.3.3 Método *Drop-Off Magnético*

O método *Drop-Off Magnético* apresenta uma montagem experimental semelhante ao *Drop-Off*, pois em ambos os métodos o anel de platina e o fio de tungstênio encontram-se submersos na solução, porém agora existe a aplicação de um campo magnético estático perpendicular ao plano do anel. O campo magnético é induzido com a utilização de ímãs circulares que são colocados na base do frasco de solução. Uma ilustração deste método é apresentada na Figura 3.7.

Para que haja o desbaste do tungstênio é necessário que as hidroxilas movam-se do anel de platina até o fio, assim, com a aplicação do campo magnético, haverá uma força perpendicular ao sentido de movimento da partícula negativamente carregada, fazendo com que a solução entre o fio e o anel passe a girar.

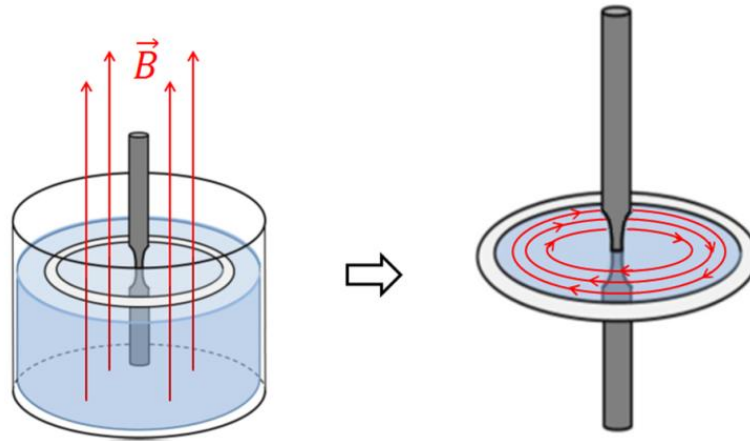


Figura 3.7: Ilustração dos efeitos do campo magnético sobre o processo de corrosão.

Com o movimento de rotação da solução, as bolhas formadas no processo de desbaste são projetadas para fora do anel, minimizando assim seu acúmulo sobre o fio.

Além de diminuir o efeito das bolhas sobre a estrutura que está sendo desbastada, a rotação acarreta em uma otimização na renovação dos íons devido a constante troca de solução no local de desbaste. Tal fato pode ser verificado nas curvas de corrente por tempo que são obtidas durante o desbaste, onde o uso do campo magnético apresenta um comportamento muito mais suave da corrente elétrica em comparação ao desbaste sem campo.

Na Figura 3.8 são apresentados dois gráficos de monitoramento da corrente elétrica, onde em (a) não é utilizado o campo magnético externo e em (b) é utilizado o campo magnético externo.

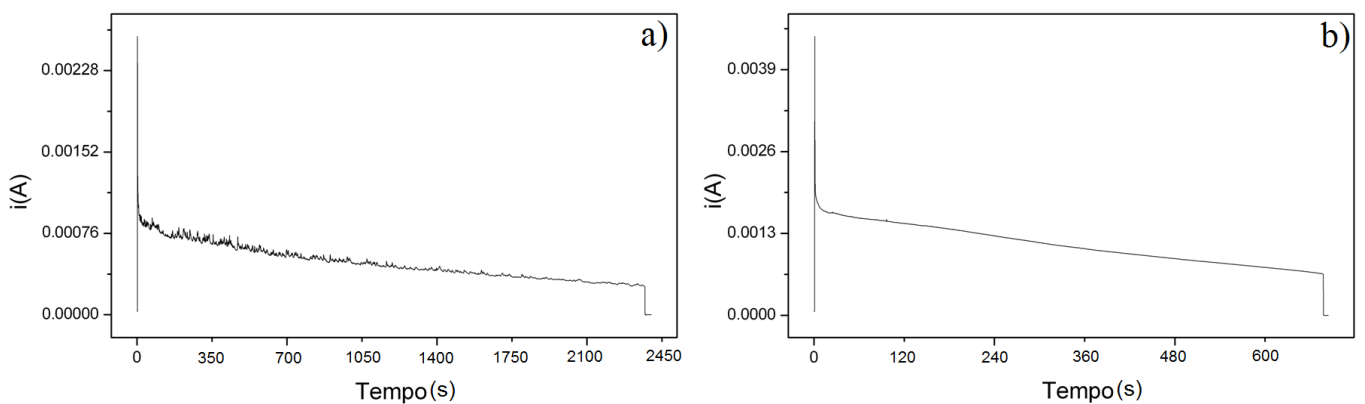


Figura 3.8: Monitoramento da corrente elétrica durante o desbaste eletroquímico: (a) Sem a aplicação do campo Magnético e (b) Com a aplicação do campo magnético.

### **3.4 Maximizando as Chances de Sucesso**

Neste ponto é necessário entender que nem todas as ponteiros obtidas realmente chegam a possuir um ápice nanométrico, tornando o processo de desbaste eletroquímico além de um estudo, uma técnica que necessita treino, habilidade e paciência do operador.

Diversos fatores devem ser observados e controlados para que sejam obtidas ponteiros com dimensões nanométricas no seu ápice. A seguir serão detalhados os fatores de maior relevância para a obtenção das nanoponteiros.

#### **3.4.1 A Tensão Aplicada**

Por ser um parâmetro livre que possui relação direta com a forma final da nanoponteira, é necessário que uma atenção maior seja dada para o valor de tensão aplicada durante o processo de desbaste.

Um efeito marcante do desbaste eletroquímico do tungstênio é a formação de hidrogênio gasoso, assim, se utilizada uma tensão muito alta a formação de bolhas é abundante, ocorrendo sua saturação sobre o fio. Tal acúmulo de bolhas provoca perturbações sobre a superfície que está sendo desbastada e conseqüentemente gera imperfeições não desejadas.

A utilização de uma baixa tensão é recomendada para que a quantidade de bolhas formadas no processo de desbaste seja pequena, assim, o movimento de giro da solução devido ao campo magnético externo é capaz de evitar seu acúmulo sobre o fio.

Valores entre 2 e 3 volts foram utilizados por apresentaram resultados satisfatórios para a quantidade de bolhas formadas e tempo de corrosão.

#### **3.4.2 Tamanho da Porção de Fio Abaixo do Anel**

A nanoponteira é formada quando há o rompimento da estrutura que está sendo desbastada, assim, uma constatação imediata é que quanto maior a força de tensão sobre a região de desbaste, menor será a chance de obter-se uma ponteira com um ápice nanométrico.

Nanoponteiros com diâmetros no ápice da ordem de 70nm são obtidas com a utilização de 1mm de porção inferior de fio [9], por isso, no nosso trabalho, foram utilizados tamanhos de 1mm para a porção inferior de fio.

### 3.4.3 Corte da Corrente Elétrica no Momento da Ruptura

O intervalo de tempo entre a ruptura do fio e o desligamento da fonte de tensão é crucial para a obtenção de uma ponteira com um ápice nanométrico [12]. Com o rompimento do fio, a fonte de alimentação deve ser imediatamente desligada, cessando o processo de desgaste. Caso contrário, a estrutura nanométrica recém formada permanece sendo corroída.

Durante o processo de corrosão, um multímetro é utilizado para monitorar a corrente elétrica que passa pelo sistema. Com a utilização de um computador e um software apropriado, os valores de corrente elétrica são armazenados e constantemente graficados. Com tal sistema de monitoramento, é possível identificar o momento de ruptura do fio e desligar a fonte de tensão o mais breve possível.

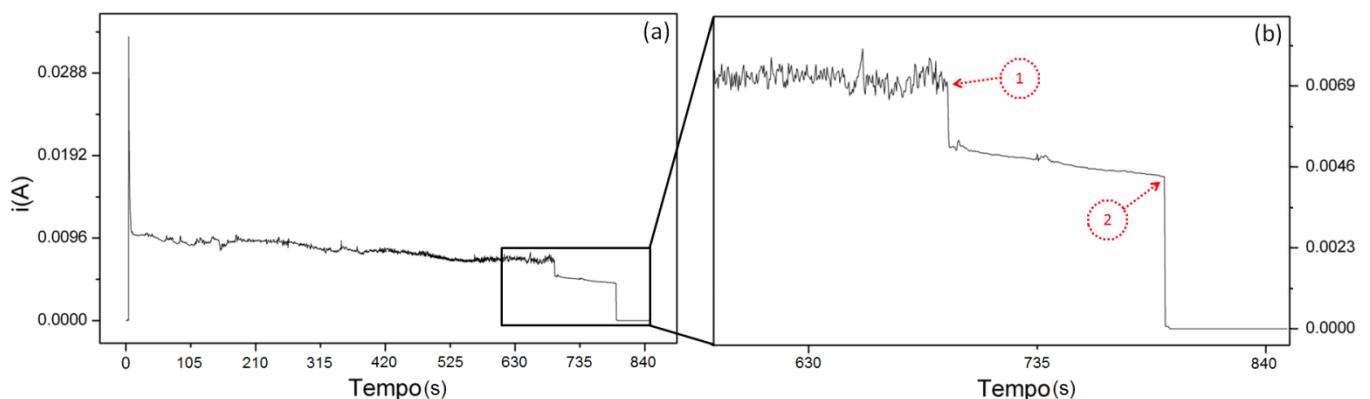


Figura 3.9: Monitoramento da corrente elétrica durante o processo de corrosão.

Os gráficos (a) e (b) da Figura 3.9 apresentam um monitoramento típico da corrente elétrica em um processo de desgaste. No gráfico (b) pode se perceber que na posição 1 (destacada em vermelho) ocorre uma abrupta queda na corrente elétrica, caracterizando o rompimento da parte inferior do fio. É possível perceber que após o rompimento a corrente elétrica não é nula, caracterizando uma situação em que a estrutura nanométrica continua a ser desbastada.

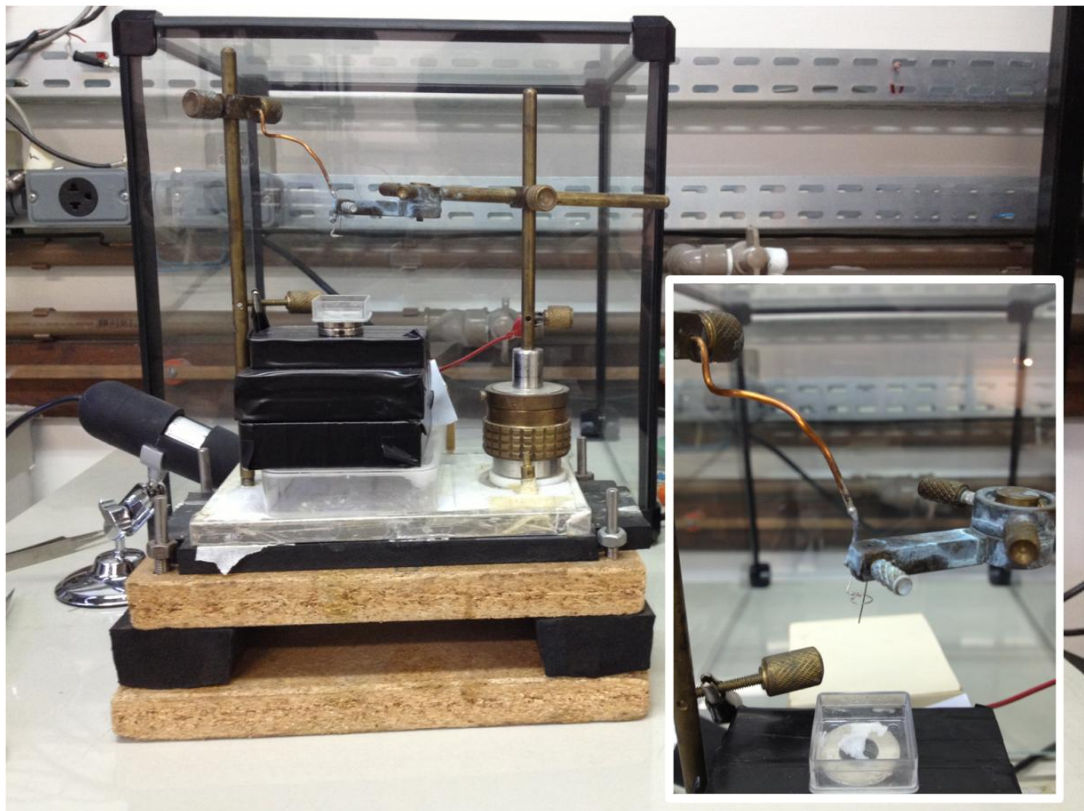
O efetivo desligamento do sistema somente ocorre na posição 2, quando a fonte de tensão é desligada manualmente.

O método empregado para o desligamento do sistema, apesar de ser manual, apresenta resultados satisfatórios, desde que o operador apresente atenção e concentração em tal momento.

### 3.4.4 Minimização das Vibrações Externas

Por se tratar da confecção de uma estrutura com dimensões nanométricas, as vibrações externas apresentam uma forte influência fazendo com que o menisco se reacomode em outra posição, situação em que a estrutura da nanoponteira apresentará falhas devido à mudança do local de desbaste.

Para tornar o processo de desbaste mais estável, o sistema foi colocado sobre uma base contendo borrachas que tem o objetivo de absorver vibrações externas. Além disso, a base e o sistema de desbaste são colocados sobre uma mesa que não apresente ligação com qualquer outro equipamento.



*Figura 3.10: Sistema utilizado para a obtenção de nanoponteiras.*

### 3.4.5 Procedimento de Limpeza e Armazenamento

Uma vez terminado o processo de desbaste eletroquímico, é necessário que a ponteira obtida seja submetida a um procedimento de limpeza para que impurezas da sua superfície sejam eliminadas.



Inicialmente a nanoponteira é lavada com isopropanol (álcool isopropílico) e água bidestilada, além disso, após a lavagem é aplicado um leve jato de nitrogênio gasoso [12]. Aparentemente o procedimento de limpeza poderia destruir a estrutura nanométrica, mas imagens feitas mostram ótimos resultados com relação à limpeza da superfície.

A Figura 3.11 a seguir apresenta duas nanoponteiras, sendo a imagem (a) de uma nanoponteira não submetida ao processo de limpeza e a imagem (b) de uma nanoponteira submetida ao processo de limpeza.

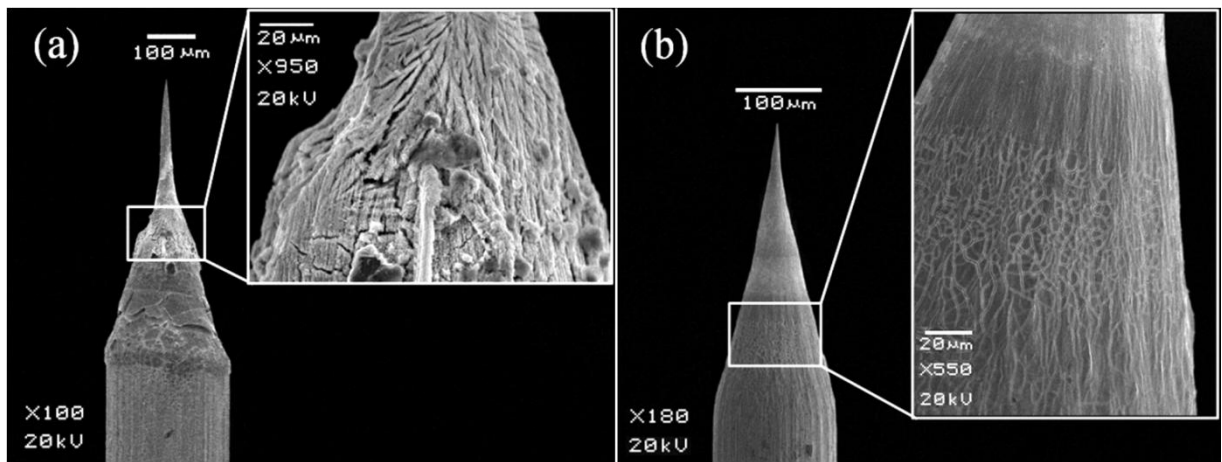


Figura 3.11: Imagem (a) Nanoponteira não submetida ao procedimento de limpeza.  
Imagem (b): Nanoponteira submetida ao procedimento de limpeza.

Após o procedimento de limpeza, as ponteiras são devidamente armazenadas para que a formação de óxido seja evitada. Como dito anteriormente, o tungstênio é um metal que não está livre de oxidação, tanto que uma nanoponteira com dois dias de contato com o ar já apresenta uma camada de óxido com 2nm de espessura [10].

O caráter isolante do óxido pode apresentar uma dificuldade no efetivo contato elétrico com a amostra, desta forma, para evitar o contato com o ar, as nanoponteiras são devidamente armazenadas dentro de um recipiente imersas em álcool.

### 3.5 Nanoponteiras Obtidas

Ponteiras com ápice nanométrico foram obtidas com a utilização de todos os métodos citados anteriormente, porém o método que apresentou maior reprodutibilidade e confiabilidade é o método *Drop-Off-Magnético*.

As Figuras 3.12 a 3.17 apresentam diversos resultados obtidos utilizando-se o método *Drop-Off-Magnético*. Cada figura é composta de três imagens de uma mesma ponteira.

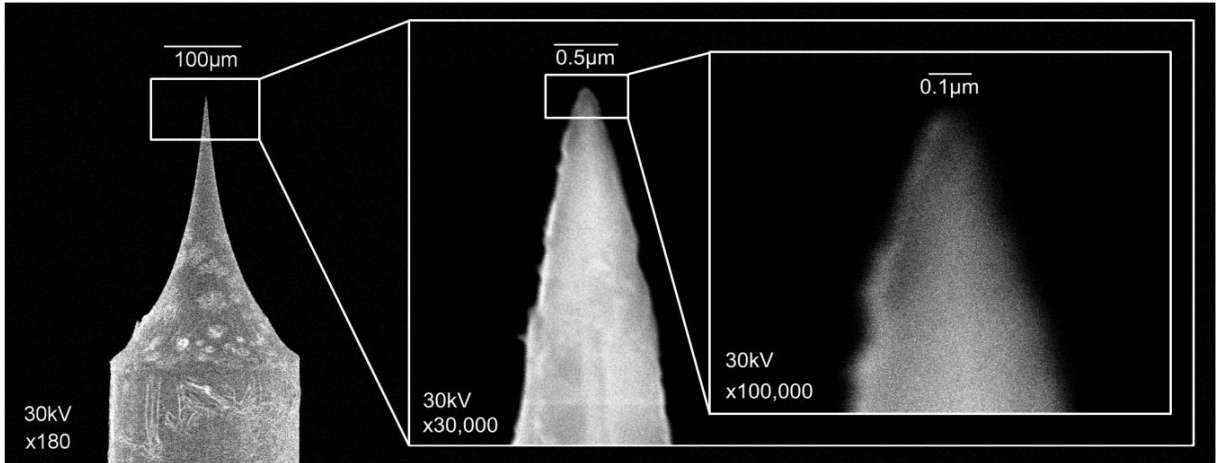


Figura 3.12: Nanoponteira obtida com diâmetro no ápice de aproximadamente 50nm.

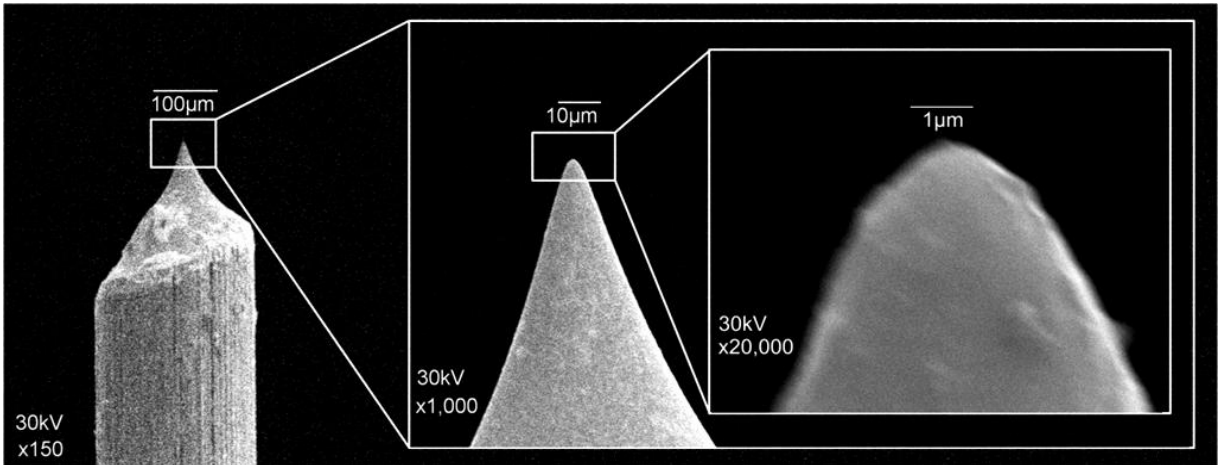


Figura 3.13: Nanoponteira obtida com diâmetro no ápice de aproximadamente 200nm.

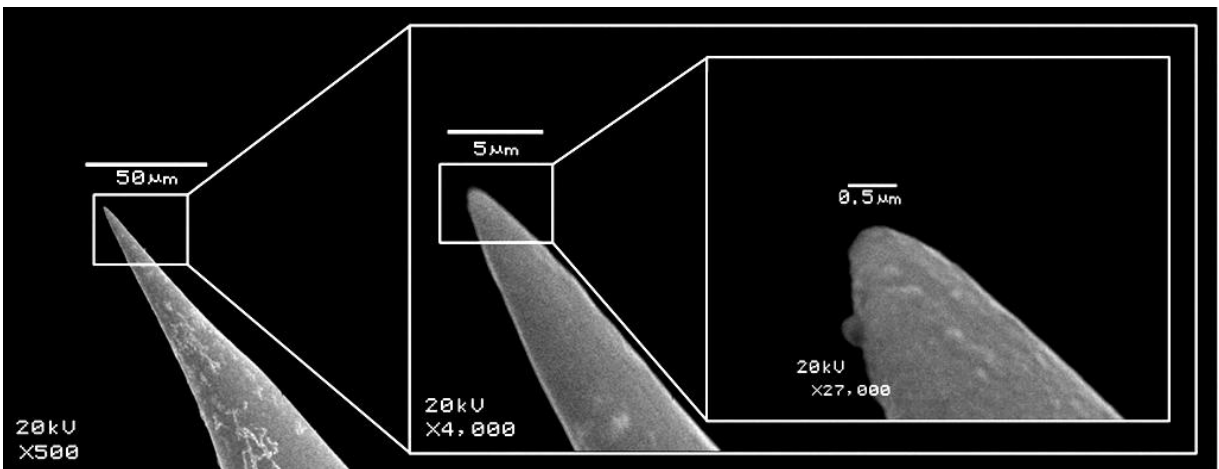


Figura 3.14: Nanoponteira obtida com diâmetro no ápice de aproximadamente 200nm.

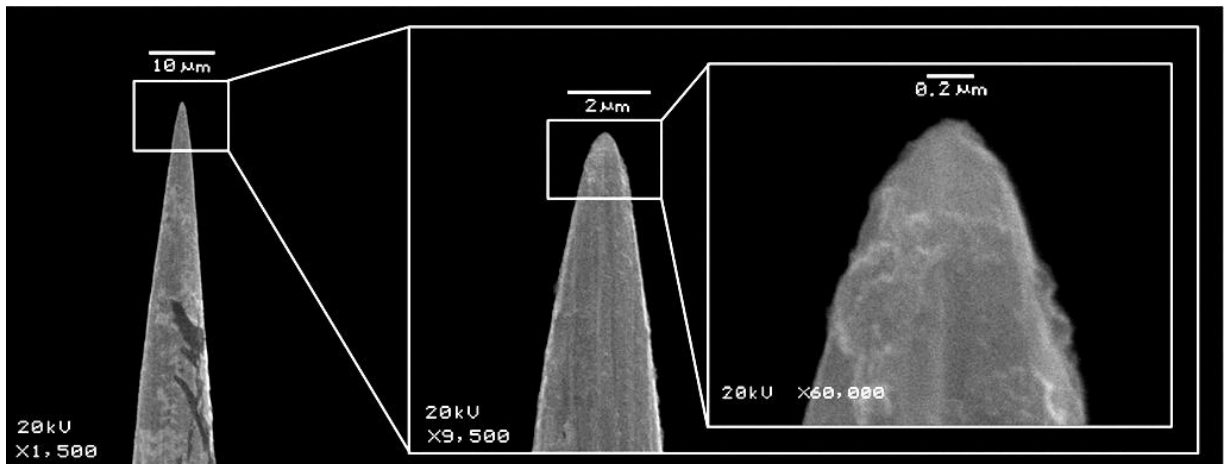


Figura 3.15: Nanoponteira obtida com diâmetro no ápice de aproximadamente 100nm.

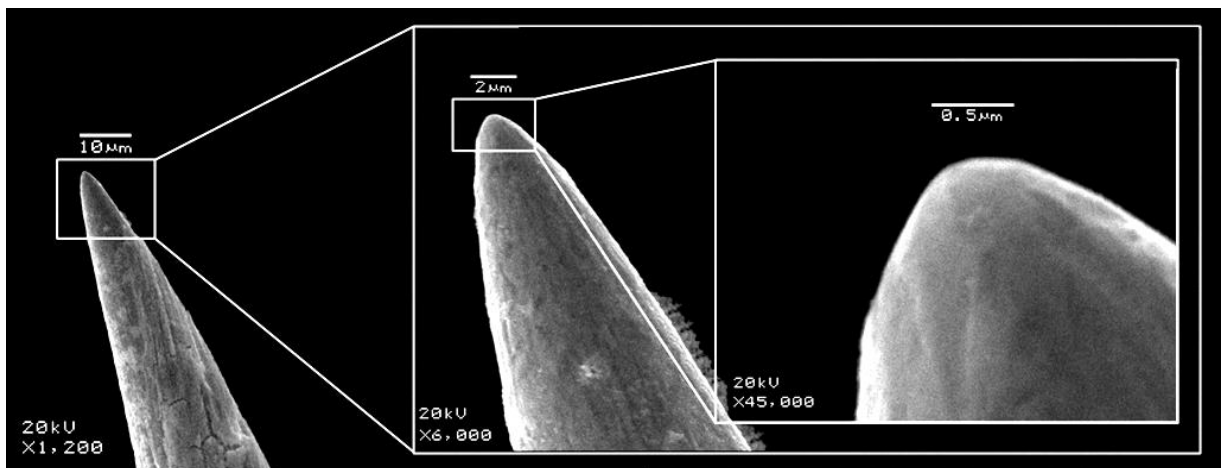


Figura 3.16: Nanoponteira obtida com diâmetro no ápice de aproximadamente 200nm.

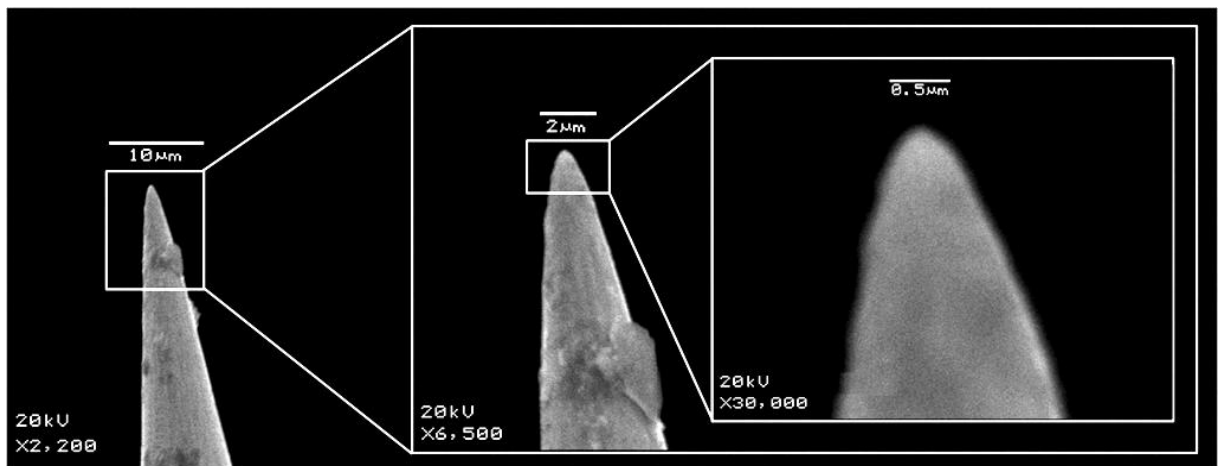


Figura 3.17: Nanoponteira obtida com diâmetro no ápice de aproximadamente 200nm.

Com tais imagens pode-se perceber que diversas vezes foram obtidas nanoponteiras com diâmetros da ordem de poucas centenas de nanômetros.

As imagens foram obtidas com a utilização dos microscópios eletrônicos de varredura do Laboratório de Conformação Nanométrica (LCN - UFRGS) e do Centro de Microscopia Eletrônica (CME - UFRGS).

## Capítulo 4

### Medidas de Transferência de Spin

Neste capítulo será descrito o sistema utilizado para a medição do efeito transferência de spin utilizando as nanoponteiras como nanocontato.

#### 4.1 Sistema de Medidas

Experimentalmente, os maiores obstáculos a serem transpostos para a medida de transferência de spin é a estabilidade mecânica do sistema e a aproximação da ponteira para o estabelecimento do contato elétrico.

Como mencionado anteriormente, uma alta densidade de corrente elétrica é necessária para que o efeito de transferência de spin ocorra, desta forma, a nanoponteira deve ser aproximada de tal forma que a sua estrutura nanométrica não seja comprometida. Assim, se a aproximação for excedente, a estrutura nanométrica da ponteira será danificada, havendo um contato micrométrico não desejado. Se a aproximação não for suficiente, o contato não ocorre.

##### 4.1.1 Equipamentos

O sistema de aproximação apresenta o nanoaproximador PMA-100 da fabricante Micos<sup>®</sup>, sendo este um aproximador composto por um motor piezoelétrico que permite passos da ordem de 1.5 nanômetros, alimentado por um circuito interno ligado a um software de computador, o qual permite controlar a velocidade de aproximação, bem como sua posição.

Uma base foi construída especialmente para a instalação deste aproximador e possui vários ajustes para um melhor posicionamento da amostra e da ponteira, conforme mostra a Figura 4.1.

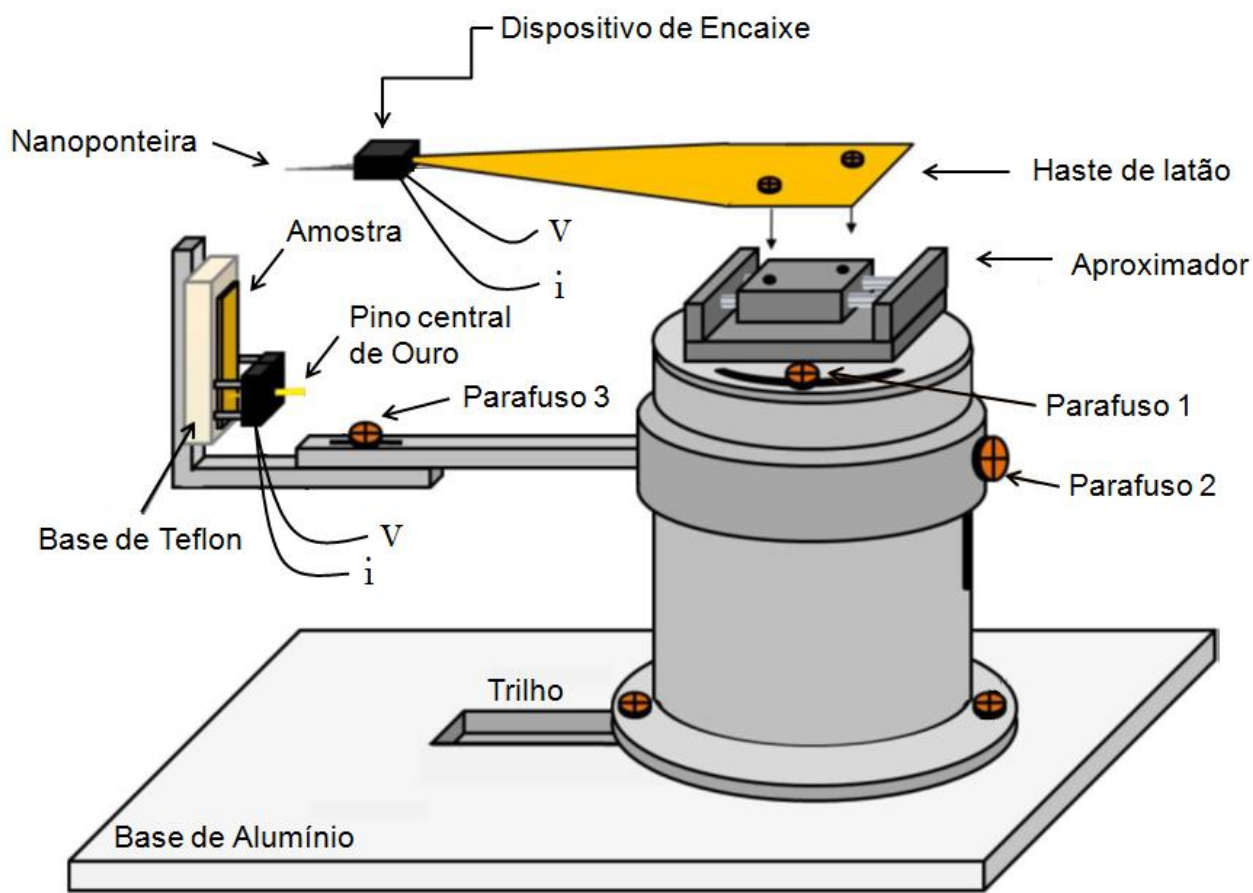


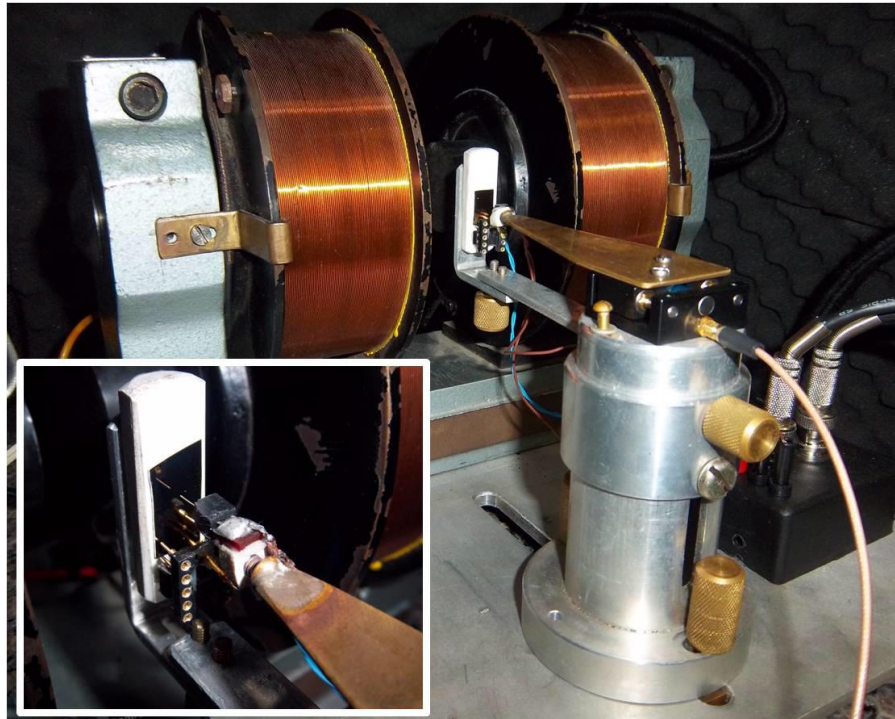
Figura 4.1 – Representação esquemática da base construída para o aproximador.

A amostra é fixada na base de teflon com a utilização de fita dupla face. A base de teflon permite o encaixe de seis pinos de um dispositivo de circuito integrado, que por sua vez foi adaptado com um sétimo pino central de ouro que auxilia na fixação da amostra e funciona como um contato macroscópico. O pino de ouro apresenta uma mola interna que não permite a aplicação de excessivas pressões sobre a amostra.

A nanoponteira é colocada no dispositivo de encaixe, que está preso em uma haste de latão. A haste de latão por sua vez encontra-se parafusada ao aproximador.

Os parafusos 1 e 2 permitem ajustes de modo que a aproximação da nanoponteira ocorra perpendicularmente à superfície da amostra. O parafuso 3 possibilita um ajuste inicial da distância, assim, antes da utilização do aproximador é feita uma aproximação manual.

O sistema de aproximação é montado sobre uma base de alumínio que apresenta um trilho. Uma vez montada a amostra e instalada a nanoponteira no aproximador, o sistema é transladado pelo trilho e posicionado entre os polos de um eletroímã, como na Figura 4.2. O trilho auxilia para que a montagem da amostra ou troca da nanoponteira seja feita fora do eletroímã, facilitando tal procedimento.



*Figura 4.2 – Foto do sistema de aproximação.*

A base e o eletroímã são colocados sobre uma pedra de granito, suspensa por quatro cordas elásticas, dentro de uma caixa acústica. Tal montagem tem o objetivo de minimização das vibrações externas para a obtenção de um contato estável para a medida.



*Figura 4.3 – Foto do sistema de medida.*

### 4.1.2 Aproximação da Nanoponteira

A aproximação da nanoponteira é um procedimento de extrema importância para que ocorra o efeito de transferência de spin. Caso a aproximação não seja feita corretamente, a estrutura nanométrica da nanoponteira poderá ser danificada, comprometendo a obtenção da densidade de corrente elétrica necessária.

Apesar do deslocamento do aproximador ser estimulado eletronicamente, a determinação do movimento é feita manualmente via o programa computacional. Para o estabelecimento do contato elétrico a aproximação é feita monitorando a corrente elétrica, assim que o contato é estabelecido o circuito se fecha e a aproximação é interrompida através do programa computacional.

## 4.2 Resultados Obtidos

Os gráficos da Figura 4.4 mostram uma sequência de medidas realizadas variando-se o campo magnético aplicado sobre a amostra. Todas as medidas foram iniciadas com corrente nula que foi gradativamente aumentada até atingir o valor máximo de 10mA.

A sequência de medidas mostra que o efeito de transferência de spin é evidenciado com a utilização de nanoponteiras como contato nanométrico.

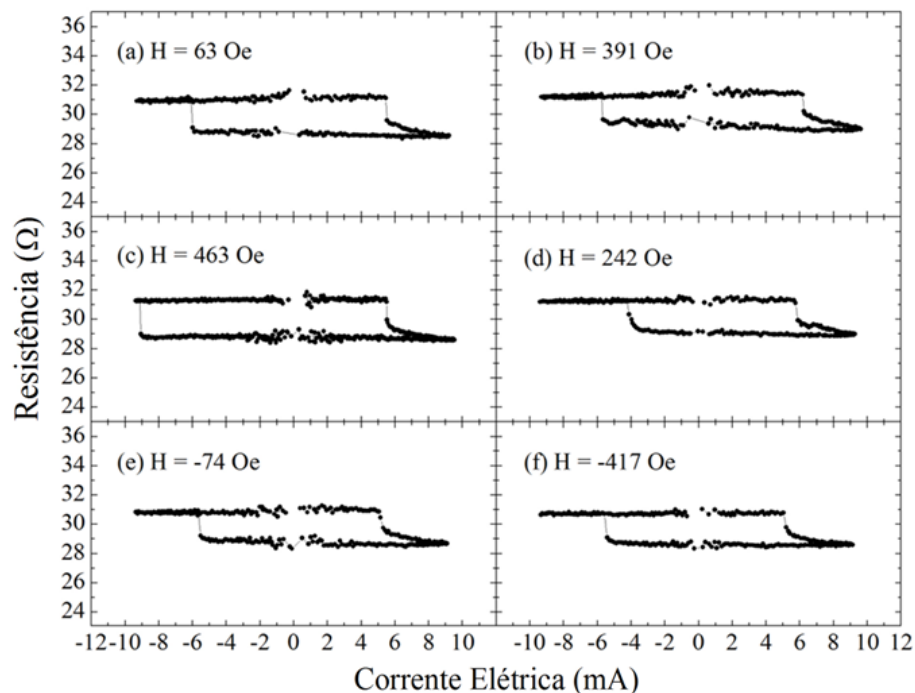


Figura 4.4 – Sequência de medidas de transferência de spin.



## Capítulo 5

### Considerações Finais

Neste trabalho foi desenvolvido um estudo sistemático para a fabricação de nanoponteiras de tungstênio. Neste contexto é importante destacar o forte caráter instrumental em desenvolver um procedimento para obtenção controlada de nanoponteiras, além disso, utilizá-las em medidas de transferência de spin.

O trabalho teve como fase inicial a verificação de qual método de desbaste eletroquímico seria o mais conveniente para a obtenção de ponteiras com ápice nanométrico. Com o estudo dos métodos existentes na literatura, o *Laminar* e o *Drop-Off*, foi desenvolvido um terceiro método, o *Drop-Off-Magnético*, que apresentava um maior número de características favoráveis.

Com imagens das nanoponteiras obtidas foi possível constatar que o método *Drop-Off-Magnético* apresenta ótimos resultados, assim, é admissível afirmar que empregando-se o procedimento e os parâmetros descritos neste trabalho é possível obter ponteiras com ápices nanométricos.

Com a utilização das nanoponteiras fabricadas e o sistema de medida apropriado foi possível constatar que o efeito de transferência de spin pode ser verificado, assim, pode-se considerar que todos os objetivos propostos neste trabalho foram alcançados.

Como perspectivas, o processo de desbaste eletroquímico ainda pode ser aprimorado para que haja uma maior reprodutibilidade das nanoponteiras fabricadas. Um sistema de corte automático de corrente elétrica ao fim do desbaste será desenvolvido para que tal procedimento seja efetuado com maior rapidez.

Os resultados de transferência de spin utilizando nanoponteiras recobertas por uma fina camada de material magnético foram bastante interessantes e deverão ser exploradas na continuação deste trabalho.

## **Anexo A**

### **Publicação Relacionada com o Presente Trabalho**



## Reference layer exchange in spin transfer torque experiment using magnetic-coated nanometric point contacts

R.O. Cunha\*, D.L. Baptista, M. Heinemann, M.F. Kuhn, J.E. Schmidt, L.G. Pereira

Instituto de Física, Universidade Federal do Rio Grande do Sul, Porto Alegre, RS 91501-970, Brazil

### ARTICLE INFO

#### Article history:

Received 7 March 2012

Received in revised form

19 April 2012

Available online 11 May 2012

#### Keywords:

Spin transfer torque

Nanotips

Magnetic nanotips

Magnetic multilayers

Polarizer layer

Magneto transport in nanotips

### ABSTRACT

We investigate the importance of using nanotips on a point contact spin-transfer torque (STT) experiment. A systematic analysis comparing the STT in a magnetic thin film in current-perpendicular-to-plane (CPP) geometry sample for magnetic coated and uncoated tungsten nanotips is shown. The STT effect presents a reverse resistance to current behavior when using a magnetic coating layer on the nanotips. We demonstrate that the magnetic layer on the tip may assume the role of a polarizer layer. This effect opens up the possibility of exploiting simpler architectures in STT-based devices, such as STT-random access memory (STT-RAM).

© 2012 Elsevier B.V. All rights reserved.

### 1. Introduction

The spin-transfer torque (STT) effect was predicted in 1996 by Slonczewski [1] and Berger [2]. Few years later, the STT was experimentally observed in a variety of current-perpendicular-to-plane (CPP) geometries [3–6]. The effect can be specially used to flip the active elements in magnetic random access memory (MRAM). However, the great difficulty in these experiments is to obtain an electric current density ( $J$ ) necessary to activate the STT effect ( $J \sim 10^5 - 10^9$  A/cm<sup>2</sup>) [7–9]. Although the use of nanopillar and nanocontact structures leads to the required current densities, its development usually involves sophisticated nanofabrication devices. In contrast, nanotips may be an efficient alternative structure. Special advantage is its relatively simple manufacturing. In 1998, Tsoi et al. [3] investigated the STT effect for the first time including a mechanical point contact. Nevertheless, a detailed study concern the influence of the tip characteristics on the STT effect is still missing, especially when magnetic materials are used as point probes.

In this work we investigate the importance of thin magnetic coatings in a nanotip point contact STT experiment. A systematic analysis of the role of the tip cover layer on the spin transfer effect in a trilayer CPP geometry sample is presented.

### 2. Experimental

Tungsten nanotips were prepared using a electrochemical process of corrosion similar to that used for fabricating scanning tunneling microscopy (STM) tips [10]. In the case of STM, nanometer scale metallic tips are required for achieving high sensitivity of tunneling current. When using these tips as electrical point contacts high current density is reached. Although different metals can be used, tungsten, in particular, is a common choice since it is very stiff and presents low oxidation rate [11]. The tips were prepared using a tungsten wire of 0.25 mm in diameter. The wire is introduced through a thin membrane of an aqueous solution of NaOH 2 M supported by a platinum ring at room temperature. Electric potential difference between the tungsten wire and the platinum ring causes the corrosion process [12], which is carefully monitored in order to get extremely thin structures at the tip. Finally, some tips were coated by a thin NiFe (15 nm) and Co (30 nm) film via magnetron sputtering. Scanning electron microscopy (SEM) analyses were carried out to estimate the tip diameter. Typical values of 100 nm were obtained as shown in Fig. 1.

The trilayer samples used in the STT experiments were prepared by magnetron sputtering using Ar plasma at deposition pressure of 0.36 Pa. The base pressure was better than  $4 \times 10^{-5}$  Pa. A nominal film composition of Cu(50 nm)/NiFe(15 nm)/Cu(8 nm)/NiFe(3 nm)/Cu(5 nm) was deposited onto polished Si (100) substrate. The first layer of Cu acts as a bottom electrode, which was first deposited using a 150  $\mu$ m width line mask. The essential part of the multilayer, NiFe/Cu/NiFe, was deposited in part of Cu trail, as shown schematically in Fig. 2. The bottom Cu layer is thick

\* Corresponding author. Tel.: +55 51 3308 6506; fax: +55 51 3308 7286.  
E-mail address: [rafaelotoniel@gmail.com](mailto:rafaelotoniel@gmail.com) (R.O. Cunha).

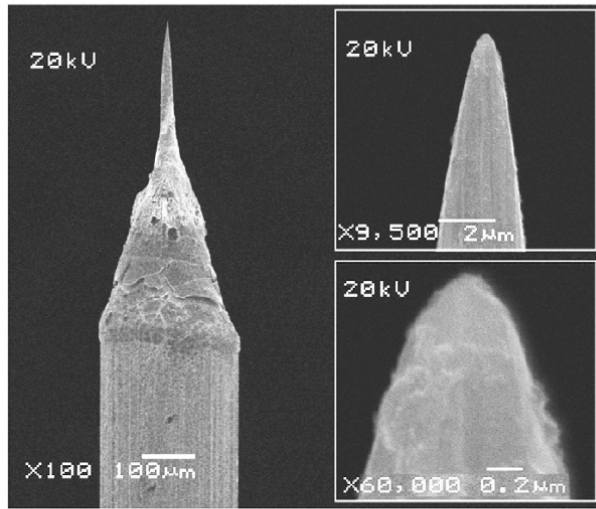


Fig. 1. SEM micrographs of a non-coated tungsten tip at different magnifications. The insets show the extremity of the tip which is about a few tens of nanometers in diameter.

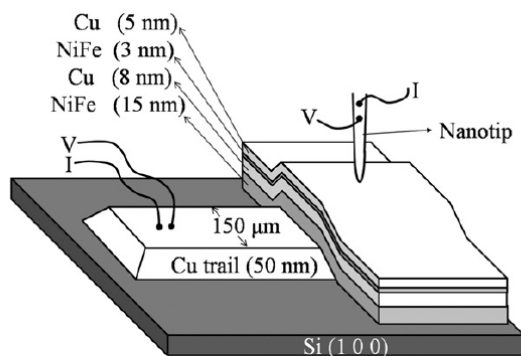


Fig. 2. Schematics of the experimental setup for the spin transfer measurements. The W nanotip is attached on the multilayer surface upon the Cu trail.

enough to improve the electric conduction and the top Cu layer acts as a protective layer.

The point contact between the nanotip and the trilayer sample is controlled through a piezo nanopositioner. The W tip is slowly approximated to the sample surface while the electrical current passing through the system is monitored. The schematic of the experimental setup is shown in Fig. 2. Measurements of voltage  $V$  as a function of  $I$  were carried out with a continuous variation of current through the samples at room temperature.

### 3. Results and discussions

Measurements of giant magnetoresistance (GMR) were also carried out, but the effect was not observed in the magnetization curve (not shown). The coercivities of both magnetic layers are close, which does not favor the antiparallel configuration necessary for the GMR effect. Prior to each STT measurement, a high magnetic field was applied in the plane of the sample, aiming to align the magnetizations of both NiFe layers. During the measurements, a low magnetic field at opposite direction of the saturation field is applied.

Initially, the STT effect was obtained using pure (uncoated) W nanotips. It is possible to observe two distinct current behaviors. When the current flows from the nanotip to the sample, i.e., the current flows through the thinner (free layer) to the thicker (reference) NiFe, a parallel configuration between momenta of the NiFe layers is favored. This current sense was labeled as positive. Differently, when the current is negative, i.e., when it flows from the sample to the W nanotip, an antiparallel magnetic layer configuration is established. Fig. 3 shows the resistance versus current for different values of external magnetic field for both positive and negative directions. The inset represents the current sense configuration, here adopted as positive.

In a second experiment, Co coated W nanotips were used as contacts for the same previously measured trilayer sample. Fig. 4 shows the dependence of the resistance as a function of the electrical current. The result is an inverse behavior towards the STT effect shown in Fig. 3 for uncoated W tips. It is possible to observe a leap up in the resistance for the positive current while it leapt down for the negative one. This reverse behavior could be explained through a relative spatial rearrangement of the free and reference layers.

In order to verify the conceivable exchange between the reference NiFe layer of the sample and the Co layer of the coated tip as the magnetic polarizer layer, a final experiment was performed. It consists of using a single magnetic layer with a nominal composition of Cu(50 nm)/NiFe(6 nm)/Cu(8 nm) and a NiFe coated tip for contacting. The STT effect observed in Fig. 5 for the single magnetic sample presents similar behavior to those shown in Fig. 4. This result confirms that, as suggested by the previous experiments, the coated W nanotips can polarize the current. In this

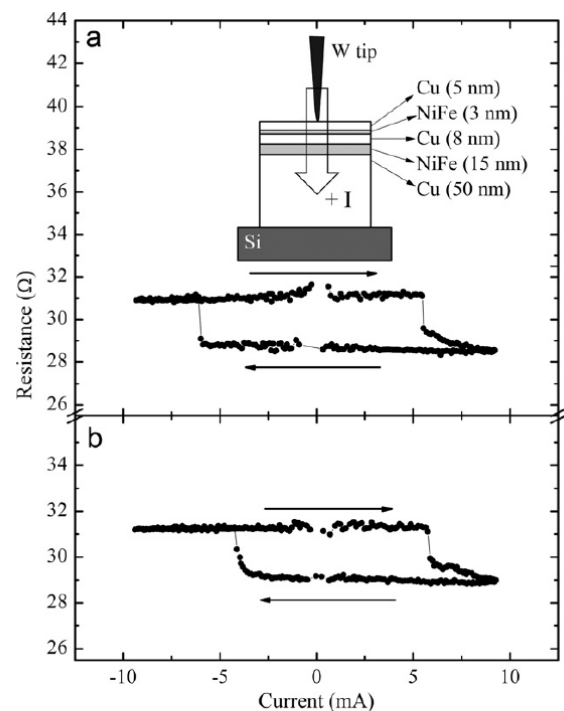


Fig. 3. Representative spin-transfer torque effect for (a) 62 Oe and (b) 242 Oe external magnetic field. The dots correspond to the normalized resistance as a function of current for a pointcontact on a NiFe/Cu/NiFe trilayer. The horizontal arrows represent the data acquisition orientations of the measurements. The positive polarity adopted to this configuration using a pure W tip is represented in the schematic inset.

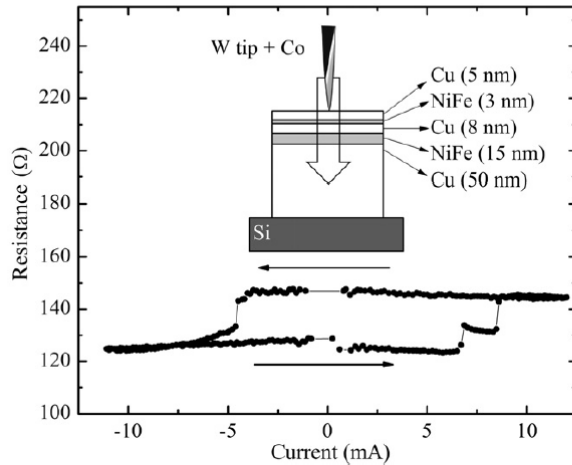


Fig. 4. Resistance as a function of the current for a point-contact on a NiFe/Cu/NiFe trilayer using a Co coated W tip. The polarity of this configuration is negative, represented in the schematic inset. The horizontal arrows represent the data acquisition orientations.

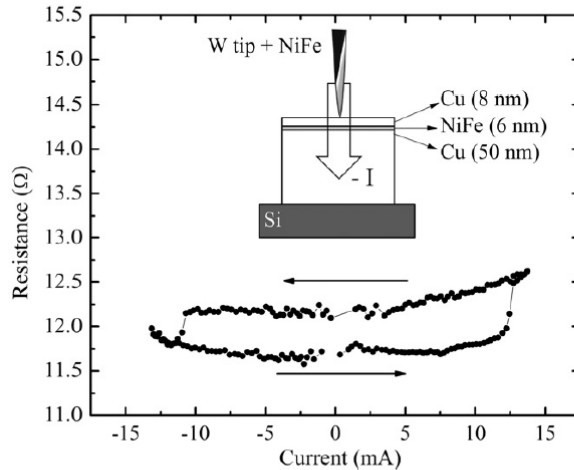


Fig. 5. Representative spin-transfer torque effect shown as resistance as a function of the current for a pointcontact on a monolayer of NiFe. The second magnetic layer, NiFe, is deposited on the W tip. For this configuration, the polarity of the current is negative, as represented in the schematic inset.

Table 1

Critical current density ( $J_{UP}$  and  $J_{DOWN}$ ) estimation from the tip contact area. The radius of the tip ( $\sim 50$  nm) was estimated through SEM micrographs.

Experiment	$J_{UP}$ (A/cm <sup>2</sup> )	$J_{DOWN}$ (A/cm <sup>2</sup> )
$W_{PURE}$ (Fig. 3a)	$-7.50 \times 10^7$	$6.96 \times 10^7$
$W_{PURE}$ (Fig. 3b)	$-4.31 \times 10^7$	$7.32 \times 10^7$
$W_{Co}$ (Fig. 4)	$8.28 \times 10^7$	$-5.12 \times 10^7$
$W_{NiFe}$ (Fig. 5)	$15.58 \times 10^7$	$-13.62 \times 10^7$

case, the magnetic coated layer on the tip assuredly assumes the role of the reference layer in STT experiments.

The critical current densities ( $J$ ) involved in our STT switching experiments were estimated using the tip contact area as showed in Table 1, where  $J_{UP}$  and  $J_{DOWN}$  correspond to the current

densities for the leap up and the leap down in resistance, respectively. The values are consistent with other experiments reported elsewhere [6,13].

#### 4. Conclusions

The results obtained for the single magnetic layer may suggest that the polarization of the electronic current for the trilayer configuration (Fig. 4) could be also accomplished in the magnetic layer on the tip instead of being polarized at the reference NiFe layer. It means that the torque in the free NiFe layer would be generated by spin-polarized electrons at the Co coating on the tip. So the antiparallel state would be favored at positive bias in which the resistance increases. In contrast, the resistance of the system would decrease at negative bias. It is important to emphasize that the role of the former reference layer in Fig. 4 (the thicker NiFe layer) is not clear in this situation. The hypothesis that the polarization of the current in the coated tip is much more effective than the polarization in the 15 nm NiFe layer is being investigated. Further experiments where the thickness of the magnetic coated layer over the W tips is varied are currently in progress.

In summary, we have performed a STT experiment with coated and uncoated W nanotips as nanometric point contacts. We show that the STT presents a reverse behavior in the polarity in the free layer when using a magnetic coating layer on the W nanotips. The change of the current sense is clearly observed through the up and down leaps in the resistance for pure or coated W tips measurements. The results indicate that the magnetic coating layer on the tip assumes the role of a polarizer layer. The results also demonstrate the capability of observing STT using inexpensive apparatus which may lead to advances in both applied and fundamental research in the field.

#### Acknowledgments

This work was supported in part by the Brazilian agency CNPq. The authors thank Drs. Julian P. Geshev and Mario N. Baibich for their helpful revision of the manuscript.

#### References

- [1] J. Slonczewski, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 159 (1996) 1.
- [2] L. Berger, Physical Review B 54 (1996) 9353.
- [3] M. Tsui, A.G.M. Jansen, J. Bass, W.-C. Chiang, M. Seck, V. Tsoi, P. Wyder, Physical Review Letters 80 (1998) 19.
- [4] E.B. Myers, D.C. Ralph, J.A. Katine, R.N. Louie, R.A. Buhrman, Science 285 (1999) 285.
- [5] J.A. Katine, F.J. Albert, R.A. Buhrman, E.B. Myers, D.C. Ralph, Physical Review Letters 84 (2000) 3149.
- [6] J. Grollier, V. Cros, A. Hamzic, J.M. George, H. Jaffrès, A. Fert, G. Faini, J. Ben Youssef, H. Legall, Applied Physics Letters 78 (2001) 3663.
- [7] X.J. Wang, H. Zou, Y. Jia, Applied Physics Letters 93 (2008) 162501.
- [8] J.C. Slonczewski, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 247 (2002) 324–338.
- [9] W.H. Rippard, M.R. Pufall, T.J. Silva, Applied Physics Letters 82 (2003) 1260.
- [10] J.P. Ibe, P.P. Bey Jr., S.L. Brandow, R.A. Brizzolara, N.A. Burnham, D.P. DiLella, K.P. Lee, C.R.K. Marrian, R.J. Colton, Journal of Vacuum Science and Technology A 8 (1990) 3570.
- [11] M. Kein, G. Schwitzgebel, Review of Scientific Instruments 68 (1997) 8.
- [12] M. Fotino, Review of Scientific Instruments 64 (1993) 159.
- [13] J.A. Katine, Eric E. Fullerton, Journal of Magnetism and Magnetic Materials 320 (2008) 1217.

#### Web References

- [1] <10.1016/0304-8853(96)00062-5>.
- [2] <10.1103/PhysRevB.54.9353>.
- [3] <10.1103/PhysRevLett.80.4281>.
- [4] <10.1126/science.285.5429.867>.

- [5] <10.1103/PhysRevLett.84.3149>.
- [6] <10.1063/1.1374230>.
- [7] <10.1063/1.3005426>.
- [8] <10.1016/S0304-8853(02)00291-3>.
- [9] <10.1063/1.1556168>.
- [10] <10.1116/1.576509>.
- [11] <10.1063/1.1148249>.
- [12] <10.1063/1.1144419>.
- [13] <10.1016/j.jmmm.2007.12.013>.

## Referências Bibliográficas

- [1] Artur Difini Accioly. *Estudo do efeito de transferência de spin*. Dissertação de Mestrado, Universidade do Rio Grande do Sul, 2011.
- [2] Rafael Otoniel Ribeiro Rodrigues da Cunha. *Transferência de Spin em Nanopilares e Nanocontatos Magnéticos*. Tese de Doutorado, Universidade do Rio Grande do Sul, 2012.
- [3] R.O. Cunha, D.L. Baptista, M. Heinemann, M.F. Kuhn, J.E. Schmidt, e L.G. Pereira. *Reference layer exchange in spin transfer torque experiment using magnetic-coated nanometric point contacts*. J. Magn. Magn. Mater. 324, 3002-2005, 2012.
- [4] M. N. Baibich, J. M. Broto, A. Fert, F. Nguyen Van Dau, F. Petroff, P. Etienne, G. Creuzeta, A. Friederich, e J. Chazelas. *Giant Magnetoresistance of (001)Fe/(001)Cr Magnetic Superlattices*. Phys. Rev. Lett. 61, 2472, 1988.
- [5] G. Binasch, P. Grünberg, F. Saurenbach, e W. Zinn. *Enhanced magnetoresistance in layered magnetic structures with antiferromagnetic interlayer exchange*. Phys. Rev. B, 39, 4828, 1989.
- [6] J.C. Slonczewski. *Current-driven excitation of magnetic multilayers*. J. Magn. Magn. Mater. 159, L1–L7, 1996.
- [7] L. Berger. *Emission of spin waves by a magnetic multilayer traversed by a current*. Phys. Re, 54, 9353, 1996.
- [8] Alex Soares Duarte. *Fabricação e Caracterização de nanoponteiras Metálicas para Microscopia Óptica de Campo Próximo*. Dissertação de Mestrado, Universidade do Rio Grande do sul, 2009.
- [9] Bing-Feng Ju, Yuan-Liu Chen, e Yaizheng Ge. *The art of electrochemical etching for preparing tungsten probes with controllable tip profile and characteristic parameters*. Rev. Sci. Instrum. 82, 013707, 2011.
- [10] A.D Muller, F. Mullera, M. Hiedtschold, F. Demming, J. Jersch, e K. Dickmann. *Characterization of electrochemically etched tungsten tips for scanning tunneling microscopy*. Rev. Sci. Instrum. 70, 3970, 1999.

- [11] E Abelev, N. Sezin, e Y. Ein-Eli. *An alternative isolation of tungsten tips for a scanning tunneling microscope*. Rev. Sci. Instrum. 76, 106105, 2005.
- [12] Anne-Sophie Lucier. *Preparation and Characterization of Tungsten Tips Suitable for Molecular Electronics Studies*. Tese de Doutorado, Center for the Physics of Materials, Department of Physics, McGill University, 2004.
- [13] Bin Ren, Gennaro Picardi, e Bruno Pettinger. *Preparation of gold tips suitable for tip-enhanced Raman spectroscopy and light emission by electrochemical etching*. Rev. Sci. Instrum. 75, 5, 2004.
- [14] M. Klein, e G. Schwitzgebel. *An improved lamellae drop-off technique for Sharp tip preparation in scanning tunneling microscopy*. Rev. Sci. Instrum. 68, 8, 1997.
- [15] Michael G. Boyle, Lei Feng, e P. Dawson. *Safe fabrication of sharp gold tips for light emission in scanning tunneling microscopy*. Ultramicroscopy, 108, 558-566, 2008.