

ALMA MATER STUDIORUM · UNIVERSITÀ DI BOLOGNA

Scuola di Scienze
Corso di Laurea in Fisica

Produzione e funzionamento di un dispositivo spin valve

Relatore:
Prof.ssa Lucia Del Bianco

Presentata da:
Andrea Zocca

Correlatore:
Dott.ssa Melissa Tamisari

Sessione II
Anno Accademico 2013/2014

SOMMARIO

Il fenomeno della magnetoresistenza gigante (GMR) consiste nella marcata variazione della resistenza elettrica di una struttura in forma di film sottile, composta da un'alternanza di strati metallici ferromagnetici (FM) e non magnetici (NM), per effetto di un campo magnetico esterno. Esso è alla base di un gran numero di sensori e dispositivi magnetoelettronici (come ad esempio magnetiche ad accesso casuale, MRAM, ad alta densità) ed ulteriori innovazioni tecnologiche sono in via di elaborazione. Particolarmente rilevanti sono diventate le Spin Valve, dispositivi composti da due strati FM separati da uno spaziatore NM, metallico. Uno dei due film FM (*free layer*) è magneticamente più soffice rispetto all'altro (*reference layer*), la cui magnetizzazione è fissata mediante accoppiamento di scambio all'interfaccia con uno strato antiferromagnetico (AFM) adiacente. Tale accoppiamento causa l'insorgenza di una anisotropia magnetica unidirezionale (anisotropia di scambio) per lo strato FM, che si manifesta in uno shift orizzontale del ciclo di isteresi ad esso associato (effetto di *exchange bias*), solitamente accompagnato anche da un aumento del campo coercitivo.

Questo lavoro di tesi riporta la deposizione e la caratterizzazione magnetica e magnetoresistiva di due valvole spin, una a struttura top (SVT) composta da strati di Si/Cu[5 nm]/Py[5 nm]/Cu[5 nm]/Py[5 nm]/IrMn[10 nm], ed una a struttura bottom (SVB), di composizione Si/Cu[5 nm]/IrMn[10 nm]/Py[5 nm]/Cu[5 nm]/Py[5 nm], allo scopo di verificare il comportamento magnetoresistivo gigante del dispositivo per questa particolare scelta dei materiali. I campioni sono stati depositati mediante DC Magnetron sputtering, e caratterizzati magneticamente mediante magnetometro SQUID; la caratterizzazione resistiva è stata eseguita tramite metodo di van der Prawn.

Vengono infine presentati i risultati sperimentali, in cui si osserva una variazione di magnetoresistenza nei campioni nell'ordine del punto percentuale.

Indice

INTRODUZIONE	2
CAPITOLO 1: MAGNETORESISTENZA E PRINCIPIO DI FUNZIONAMENTO DI UNA SPIN VALVE	5
1.1 TEORIA DELLA RESISTENZA ELETTRICA	5
1.2 DIPENDENZA DELLA RESISTENZA DEI METALLI DALLA TEMPERATURA	6
1.3 INTRODUZIONE AI MATERIALI MAGNETICI	8
1.4 MAGNETORESISTENZA	11
1.4.1 MAGNETORESISTENZA ANISOTROPA	11
1.4.2 MAGNETORESISTENZA GIGANTE	12
1.5 L'INTERAZIONE DI SCAMBIO	17
1.5.1 FERROMAGNETI ED ANTIFERROMAGNETI	18
1.5.2 ANISOTROPIA DI SCAMBIO ed EXCHANGE BIAS	21
1.6 DISPOSITIVI SPIN-VALVE	23
1.6.1 FUNZIONAMENTO DI UNA SPIN VALVE SV	25
1.6.2 DIPENDENZA DELLA MAGNETORESISTENZA DALLO SPESSORE DEGLI STRATI	28
CAPITOLO 2: METODI SPERIMENTALI	30
2.1 DEPOSIZIONE PER SPUTTERING	30
2.1.1 SISTEMA DI DEPOSIZIONE DC MAGNETRON SPUTTERING	35
2.1.2 PARAMETRI DI DEPOSIZIONE	38
2.1.3 MISURA DELLO SPESSORE DEL MATERIALE DEPOSITATO MEDIANTE OSCILLATORE AL QUARZO	38
2.2 METODO DELLE 4 PUNTE E METODO DI VAN DER PAUW	40
2.3 MAGNETOMETRO SQUID	44
CAPITOLO 3 : RISULTATI E DISCUSSIONE	47
3.1 DESCRIZIONE DEI CAMPIONI	47
3.2 COMPORTAMENTO DELLA SPIN VALVE	47
CONCLUSIONI	53
BIBLIOGRAFIA	55

INTRODUZIONE

A partire dalla sua fondamentale scoperta avvenuta circa venti anni fa, il fenomeno della magnetoresistenza gigante (GMR) ha completamente rivoluzionato il settore dei dispositivi elettronici, aprendo la strada allo sviluppo della spintronica. L'effetto GMR consiste nella marcata variazione della resistenza elettrica di una struttura in forma di film sottile, composta da un'alternanza di strati metallici ferromagnetici (FM) e non magnetici (NM), per effetto di un campo magnetico esterno: a causa dello scattering elettronico spin-dipendente degli elettroni di conduzione in corrispondenza delle interfacce FM/NM, quando strati FM adiacenti hanno i vettori magnetizzazione allineati in modo antiparallelo il sistema mostra alta resistenza, mentre uno stato a minore resistenza si ottiene quando i vettori magnetizzazione sono allineati parallelamente per effetto del campo.

A partire dal 1997, quando l'IBM ha commercializzato la prima testina di lettura basata su GMR, questo è divenuto lo standard industriale e ha permesso un imponente sviluppo nella capacità di immagazzinamento degli hard disk magnetici. Oggi, l'effetto GMR è alla base di un gran numero di sensori e dispositivi magnetoelettronici e ulteriori innovazioni tecnologiche sono in via di elaborazione. Un esempio importante sono le memorie magnetiche ad accesso casuale (MRAM) ad alta densità, composte da milioni di celle magnetoresistive, ognuna delle quali rappresenta un bit memorizzato, disposte in una struttura regolare.

Lo sfruttamento della GMR per scopi tecnologici è stato reso possibile dalla creazione delle cosiddette strutture a valvola di spin (spin-valve). Una spin-valve con configurazione base è composta da due strati FM separati da uno spaziatore NM, metallico. Uno dei due film FM (*free layer*) è magneticamente più soffice rispetto all'altro (*reference layer*), la cui magnetizzazione è fissata mediante accoppiamento di scambio all'interfaccia con uno strato antiferromagnetico (AFM) adiacente. Infatti, tale accoppiamento causa l'insorgenza di una anisotropia magnetica unidirezionale (anisotropia di scambio) per lo strato FM, che si manifesta in uno shift orizzontale del ciclo di isteresi ad esso associato (effetto di *exchange bias*), solitamente accompagnato anche da un aumento del campo coercitivo.

Un campo magnetico esterno è in grado di modificare l'orientazione della magnetizzazione del free layer rispetto a quella del reference layer e la resistenza di tutto il sistema varia per effetto della conducibilità spin-dipendente. Maggiore è la differenza tra la coercitività magnetica dei due strati FM e più grande è l'intervallo di campo in cui opera la spin-valve.

Questo lavoro di tesi illustra le fasi di produzione e studio delle proprietà magnetiche e magnetoresistive di campioni con struttura spin valve. L'attività di ricerca si è svolta in collaborazione con il Dipartimento di Fisica e Scienze della Terra dell'Università di Ferrara, nell'ambito del progetto FIRB 2010 'Controllo dell'anisotropia magnetica di nanostrutture per migliorare la stabilità magnetica di dispositivi magnetoresistivi - NANOREST'.

In particolare, ho seguito il processo di produzione di due campioni costituiti da un substrato di Si sul quale sono stati depositati, mediante DC sputtering, due layer di NiFe di ugual spessore separati da uno strato di Cu: in un campione, lo strato di NiFe che agiva come reference layer, grazie all'accoppiamento con un film di IrMn, era quello più vicino al substrato di Si; nell'altro campione, il reference layer era invece lo strato di NiFe più superficiale. I campioni sono stati caratterizzati magneticamente mediante magnetometro SQUID. Successivamente, mi sono occupato della loro caratterizzazione magnetoresistiva al fine di accertare la presenza di effetto di GMR ed operare un confronto fra le due diverse configurazioni realizzate.

La Tesi è articolata in tre capitoli.

Nel primo capitolo vengono illustrate le basi teoriche di magnetoresistenza, interazione di scambio fra materiali ferromagnetici ed antiferromagnetici, struttura e funzionamento delle spin valve. Nel secondo capitolo vengono descritti i metodi sperimentali utilizzati per depositare gli strati componenti la spin valve (DC magnetron sputtering), per la caratterizzazione magnetica (S.Q.U.I.D.) e magnetoresistiva (metodo van der Prawn).

Nel terzo capitolo vengono presentati e discussi i risultati sperimentali. Infine vengono tratte le Conclusioni.

CAPITOLO 1: MAGNETORESISTENZA E PRINCIPIO DI FUNZIONAMENTO DI UNA SPIN VALVE

1.1 TEORIA DELLA RESISTENZA ELETTRICA

Il funzionamento delle spin valve si basa sulle proprietà di trasporto elettronico dei metalli.

Tali fenomeni di moto elettronico all'interno dei metalli, erano noti fin dal 1827¹, anno in cui i risultati sperimentali sino a quel momento osservati, vennero riassunti nella Legge di Ohm, la quale postula che la densità di corrente \vec{j} , è proporzionale al campo elettrico \vec{E}

$$\vec{j} = \sigma \vec{E} \quad (1)$$

secondo un fattore σ , detto conducibilità, che corrisponde all'inverso della resistività ρ .

Il modello più semplice in grado di spiegare la resistività è il classico modello di Drude², basato sull'assunzione fondamentale che i processi di scattering elettronico siano eventi casuali separati da un tempo medio τ tra le collisioni; di conseguenza ogni collisione rende completamente casuale la velocità \vec{v}_0 di un elettrone dopo l'urto.

Considerando una densità di n elettroni per unità di volume, ciascuno con carica $-e$, allora la corrente che attraversa un'area A nell'unità di tempo è data da $i = -nev_{av}A$ dove v_{av} è la velocità media di ogni elettrone.

La densità di corrente si esprime allora come:

$$\vec{j} = -ne\vec{v}_{av} \quad (2)$$

Assumendo che ogni elettrone subisca una forza di Lorentz in assenza di campo magnetico,

$$\vec{F}_L = q\vec{E}$$

le equazioni di Newton e quelle cinematiche restituiscono la velocità media degli elettroni di conduzione come:

$$\langle \vec{v} \rangle = \langle \vec{v}_0 \rangle - \frac{e\vec{E}}{m} \langle t \rangle \quad (3)$$

Assumere la direzione di scattering casuale assicura che $\langle \vec{v}_0 \rangle = 0$, ed essendo il tempo medio durante il quale un elettrone viene accelerato il tempo medio tra due collisioni, τ , si ricava:

$$\vec{v}_{av} = \langle \vec{v} \rangle = -\frac{e\vec{E}}{m} \tau \quad (4)$$

Le equazioni 2 e 4 permettono dunque di esprimere la densità di corrente come una funzione del campo elettrico.

$$\vec{j} = -ne\vec{v}_{av} = \frac{ne^2\vec{E}\tau}{m} \quad (5)$$

Utilizzando un appropriato modello quantistico semi-classico, la massa dell'elettrone deve essere rimpiazzata dalla massa effettiva m^* , dipendente dalla relazione di dispersione dell'energia degli elettroni. Perciò, utilizzando le equazioni 1 e 5 si può esprimere la conducibilità e la resistività come :

$$\sigma = \frac{ne^2\tau}{m^*} \quad \text{e} \quad \rho = \frac{m^*}{ne^2\tau} \quad (6)$$

Nonostante la semplicità, il modello di Drude offre previsioni che sono una buona approssimazione per le proprietà di trasporto, quando le accurate previsioni sul tempo di rilassamento τ sono ottenute tramite un modello di processi elettronici di scattering³.

1.2 DIPENDENZA DELLA RESISTENZA DEI METALLI DALLA TEMPERATURA

La dipendenza della resistenza dalla temperatura si manifesta nell'eq 6 tramite il termine di scattering τ e quello di densità di trasportatori di carica n .

La densità di portatori è determinata, secondo la meccanica quantistica, dalla struttura di banda tipica del metallo in esame, la quale è fortemente indipendente dalla temperatura per una particolare struttura cristallina; il fattore che contribuisce maggiormente alla dipendenza dalla temperatura della resistenza è quindi il tempo di rilassamento, che descrive l'intensità dello scattering nel materiale. Un metallo ideale è formato da un reticolo cristallino ordinato, che stabilisce un potenziale di Bloch periodico che non oppone resistenza agli elettroni di conduzione⁴. In realtà, la conducibilità di un metallo è finita, perché vi sono dei difetti nella struttura reticolare, che ostacolano l'azione del potenziale di Bloch, causando lo scattering elettronico e manifestando di conseguenza la resistività.

In accordo con la regola di Matthiessen, la resistività totale in un tipico metallo è la somma delle resistività generate dai differenti processi di scattering⁵, i due più importanti dei quali sono, lo scattering da impurità e quello elettrone-fonone.

Le impurità nel reticolo cristallino forniscono un fattore indipendente dalla temperatura alla resistività, ρ_i , quindi il principale responsabile della dipendenza dalla temperatura è lo scattering elettrone-fonone. Un reticolo cristallino, con l'aumentare della temperatura, comincia a vibrare in maniera sempre più consistente; tali vibrazioni termiche agiscono come difetti del reticolo, causando scattering.

Per tener conto nei modelli matematici delle vibrazioni, furono introdotti i Fononi, quasi-particelle che rappresentano i quanti delle vibrazioni armoniche del reticolo, analoghi ai fotoni per il campo elettromagnetico.

Il comportamento dei fononi è governato da una distribuzione termica simile a quella di Bose-Einstein, e la loro temperatura caratteristica è la temperatura di Debye, T_D .

Per una temperatura $T \gg T_D$ il numero di fononi è proporzionale a T , e di conseguenza lo è anche la resistività; per $T \ll T_D$ le collisioni elettrone-fonone calano come T^3 , e per T che tende a zero, $\rho \sim T^5$. Questa dipendenza di base dalla temperatura può essere corretta considerando processi di scattering più complessi.

Si rende evidente quindi la dipendenza della resistività dalla temperatura, predetta dal modello ad elettroni liberi dei metalli, mostrati qualitativamente in figura.

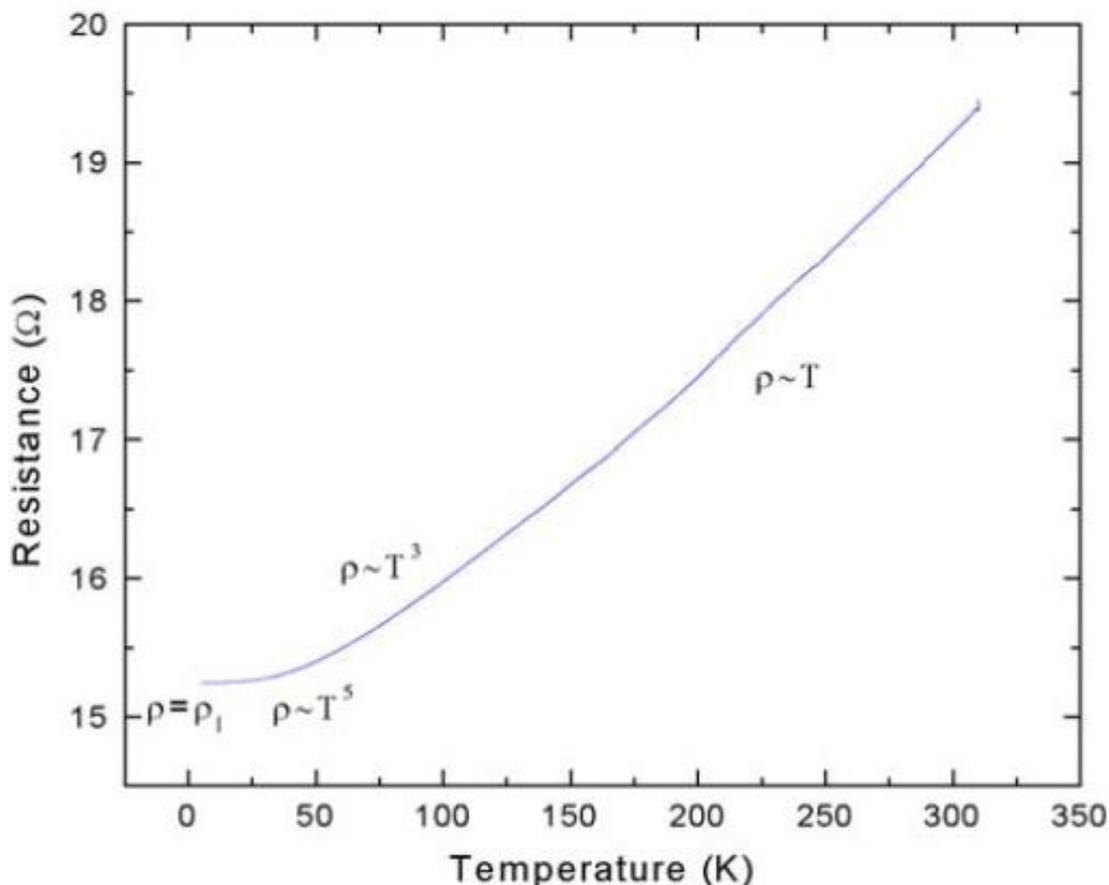


Figura 1.1 Il modello teorico della resistenza in un metallo. A basse temperature la resistenza è dominata dallo scattering da impurità, indipendente dalla temperatura. Al di sotto della temperatura di Debye, la resistenza segue la legge T^5 di Bloch per lo scattering elettrone-fonone. Vicino alla temperatura ambiente, ben al di sopra della temperatura di Debye, la resistenza è proporzionale a T .

Questo comportamento è ben documentato dalla pratica sperimentale, ma altri processi di scattering (magnetico, ecc.) possono causare deviazioni da questo comportamento ideale.

1.3 INTRODUZIONE AI MATERIALI MAGNETICI

La classificazione principale dei materiali in base alle proprietà magnetiche porta alla divisione in 3 grandi gruppi, le sostanze diamagnetiche, paramagnetiche e ferromagnetiche, caratterizzati dalle diverse reazioni dei materiali sottoposti all'azione di un campo magnetico esterno. Ogni materiale che viene sottoposto ad un campo magnetico, acquisisce un momento magnetico di dipolo per unità di volume, definito magnetizzazione \vec{M} .

Solitamente \vec{M} è proporzionale al vettore campo magnetico \vec{H} , secondo la relazione

$$\vec{M} = \chi_m \vec{H} \quad (8)$$

dove χ_m è la suscettività magnetica del materiale. L'equazione per il campo \vec{B} di induzione magnetica è scritta come

$$\vec{B} = \mu_0 (\vec{H} + \vec{M}) \quad (9)$$

dove μ_0 indica la permeabilità magnetica del vuoto. Sostituendo l'equazione (8) nella (9) si ottiene

$$\vec{B} = \mu \vec{H} \quad (10)$$

con $\mu = \mu_0 (1 + \chi_m) = \mu_0 \mu_r$ la permeabilità magnetica, prodotto della permeabilità magnetica nel vuoto e quella relativa.

La classificazione dei materiali nelle tre categorie sopra indicate viene effettuata in base al valore di χ_m :

$$\chi_m = \begin{cases} < 0 & \text{Diamagnetico} \\ > 0 & \text{Paramagnetico} \\ \gg 0 & \text{Ferromagnetico} \end{cases}$$

Quando un materiale diamagnetico viene immerso in un campo magnetico, le molecole del materiale acquistano un piccolo momento magnetico indotto antiparallelo al campo inducente, indebolendo così il campo esterno.

I materiali paramagnetici sono formati da atomi dotati di un momento magnetico proprio; in presenza di un campo magnetico esterno i singoli momenti magnetici tendono ad allinearsi lungo la direzione del campo applicato, rinforzandolo.

I materiali ferromagnetici sono divisi in piccole aree chiamate domini, solitamente dotati di un'orientazione casuale. In presenza di un campo magnetico esterno, i domini si allineano lungo la direzione del campo applicato, determinando la magnetizzazione del materiale. L'energia spesa per smagnetizzare il materiale ferromagnetico magnetizzato si manifesta in un ritardo nella risposta, detto isteresi. Al di sopra della cosiddetta temperatura di Curie i

materiali ferromagnetici perdono le loro caratteristiche, per assumere quelle di un paramagnete.

Si consideri un campione di materiale ferromagnetico che non sia mai stato sottoposto ad alcun campo magnetico; incrementando il valore di \vec{H} , \vec{M} si dispone su una curva detta di prima magnetizzazione. Quando \vec{H} supera il valore \vec{H}_m , oltre il quale tutti i momenti magnetici sono orientati nella stessa direzione, la magnetizzazione resta costante al valore di saturazione \vec{M}_{sat} . Facendo decrescere il valore di \vec{H} , \vec{M} non percorre a ritroso la curva di prima magnetizzazione, ma ne segue una nuova che interseca l'asse delle ordinate al valore \vec{M}_r , lasciando una magnetizzazione residua al materiale, anche in assenza di campo esterno.

Per annullare la magnetizzazione è necessario diminuire ulteriormente il valore di \vec{H} fino al valore negativo \vec{H}_c , detto campo coercitivo o coercitività, per il quale $\vec{M} = 0$.

Per valori inferiori di \vec{H} , la curva prosegue fino al valore di saturazione $-\vec{M}_{sat}$; invertendo infine il campo fino al valore di \vec{H}_m , si genera una curva speculare che consente al ciclo di chiudersi. La forma del ciclo di isteresi dipende dalla composizione del materiale: si definiscono duri, a ciclo largo, i materiali caratterizzati da valori di induzione magnetica residua \vec{M}_r e campo coercitivo \vec{H}_c molto alti, dolci o a ciclo stretto quelli che hanno valori di \vec{M}_r e \vec{H}_c ridotti.

I materiali a cicli di isteresi stretti si smagnetizzano facilmente, e sono adatti alla costruzione di elettromagneti, quelli a ciclo largo sono di difficile smagnetizzazione, adatti alla realizzazione di magneti permanenti; l'origine di questo peculiare comportamento risiede nella forte interazione tra i momenti magnetici atomici.

Una trattazione più approfondita del fenomeno verrà effettuata nei paragrafi seguenti.

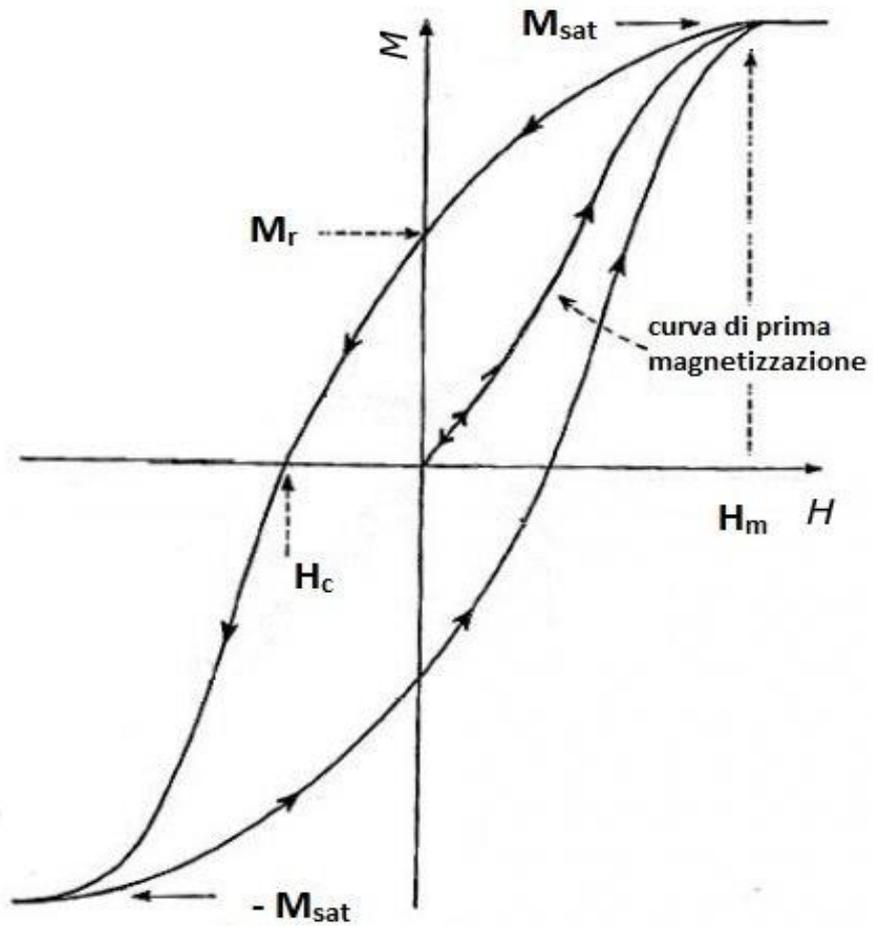


Figura 1.2: ciclo di isteresi di un materiale ferromagnetico

1.4 MAGNETORESISTENZA

La magnetoresistenza è un fenomeno che consiste nella variazione della resistenza di un materiale quando viene applicato un campo magnetico esterno.

Il modello standard a elettroni liberi per metalli illustrato sopra non predice la magnetoresistenza⁶, però tutti i metalli hanno mostrato un cambiamento nella resistenza dipendente dalla presenza di un campo magnetico.

1.4.1 MAGNETORESISTENZA ANISOTROPA

I metalli mostrano una resistenza dipendente dal campo magnetico esterno applicato, che varia con la direzione relativa fra la corrente e il campo magnetico nel materiale.

Questo fenomeno è noto come magnetoresistenza anisotropa (AMR) e la sua esatta descrizione dipende da molte proprietà del materiale.

Più frequentemente, un reticolo regolare cristallino mostra anisotropia uni-assiale, intendendo con ciò che la resistenza è minima quando orientata lungo l'asse facile definito dalla corrente. Perpendicolarmente a questo asse, la resistenza è massima.

La forma standard della AMR è data dall'equazione⁷: $R = R_0 + \Delta R \cos \theta$ (11)

dove R_0 è la resistenza in assenza di campo magnetico, ΔR è l'intensità della variazione massima di resistenza causata dalla AMR, e θ è l'angolo tra la corrente e il campo magnetico. In molti materiali, tuttavia, la AMR è più complicata che in quella uni-assiale dell'equazione 11, a causa di impurità, strutture cristalline complesse, struttura dei domini magnetici, e molte altre possibili cause.

L'effetto AMR varia in intensità da un contributo quasi trascurabile, in materiali come il potassio⁸, ad enormi effetti come la variazione del 600% di AMR riscontrata in un singolo cristallo di ferro⁹.

L'incremento di resistenza dato dalla AMR generalmente cresce aumentando l'intensità del campo applicato, anche se vi sono eccezioni come il decremento AMR riscontrato applicando un campo magnetico al nickel vicino alla sua temperatura di Curie¹⁰.

1.4.2 MAGNETORESISTENZA GIGANTE

Una nuova forma di magnetoresistenza fu scoperta da Baibich et al. nel 1998¹¹.

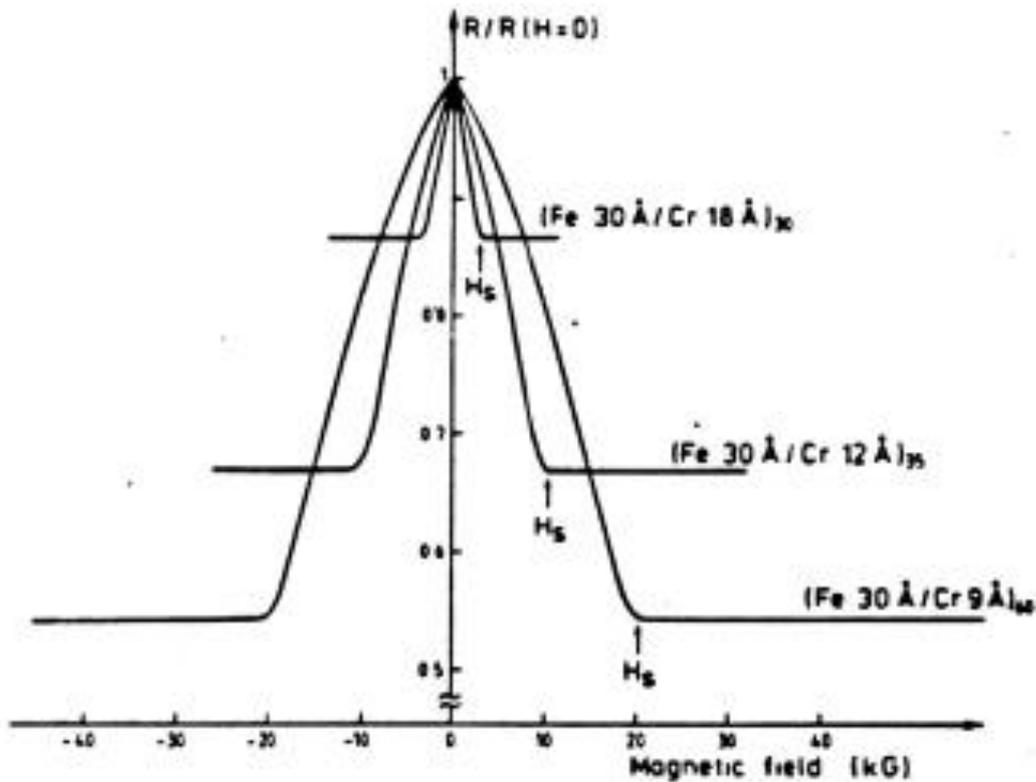


Figura 1.3 : Le osservazioni originali di GMR su multistrati sottili di $(Fe/Cr)_n$, eseguite da Baibich, et al.¹¹ In figura viene riportato l'effetto di GMR, per diversi valori dello spessore degli strati. Si evidenzia la dipendenza della GMR dallo spessore, che può raggiungere un incremento del 45%, e campi di saturazione di 2T.

Contrariamente alla maggior parte delle misure di AMR, Baibich osservò un decremento nella resistenza all'aumentare del campo applicato per multistrati di materiale magnetico alternati a strati di materiale non-magnetico $(Fe/Cr)_n$ aventi uno spessore compreso tra i 5 e i 30 Å. Tale decremento di resistenza raggiungeva un valore costante con un certo campo magnetico applicato. Era noto che la AMR dei materiali coinvolti non si comportava in tale modo, per cui fu evidente che una nuova forma di magnetoresistenza era stata scoperta. La variazione di resistenza era attorno al 50%, da qui il nome di magnetoresistenza gigante (GMR).

Baibich suggerì che la magnetoresistenza fosse dovuta al differente scattering subito dagli elettroni di conduzione della corrente aventi spin up e down, attraverso gli strati successivi del multilayer. Tutti gli strati successivi di Fe del dispositivo, si allineano, in assenza di campo esterno, in modo che la magnetizzazione di ogni strato successivo sia orientata in

maniera opposta al suo strato adiacente, a causa dell'accoppiamento spin-spin quantistico dell'interazione RKKY¹².

Gli elettroni di conduzione passano attraverso i diversi strati ferromagnetici subendo un numero maggiore di scattering negli strati con magnetizzazione opposta al loro spin, mentre diffondono meglio negli strati con magnetizzazione concorde. Mediamente quindi, in assenza di magnetizzazione, sia gli elettroni spin-up che spin-down viaggiano attraverso gli strati con dei liberi cammini medi sostanzialmente simili (figura 1.4A).

Tuttavia, applicando un campo di saturazione H_S , sufficientemente elevato, tutti gli strati di Fe vengono forzati ad allinearsi, e di conseguenza gli elettroni di conduzione con spin concorde alla magnetizzazione acquisiscono un libero cammino medio più lungo (figura 1.4B) e una minore probabilità di scattering, generando perciò un brusco calo della resistenza, come rappresentato in figura 1.3). La magnetoresistenza è definita come

$$\frac{\Delta R}{R} = \frac{R_{AP} - R_P}{R_P} \quad (12)$$

dove R_{AP} e R_P sono le resistenze rispettivamente nello stato antiparallelo ($H = 0$) e parallelo ($H = H_S$).

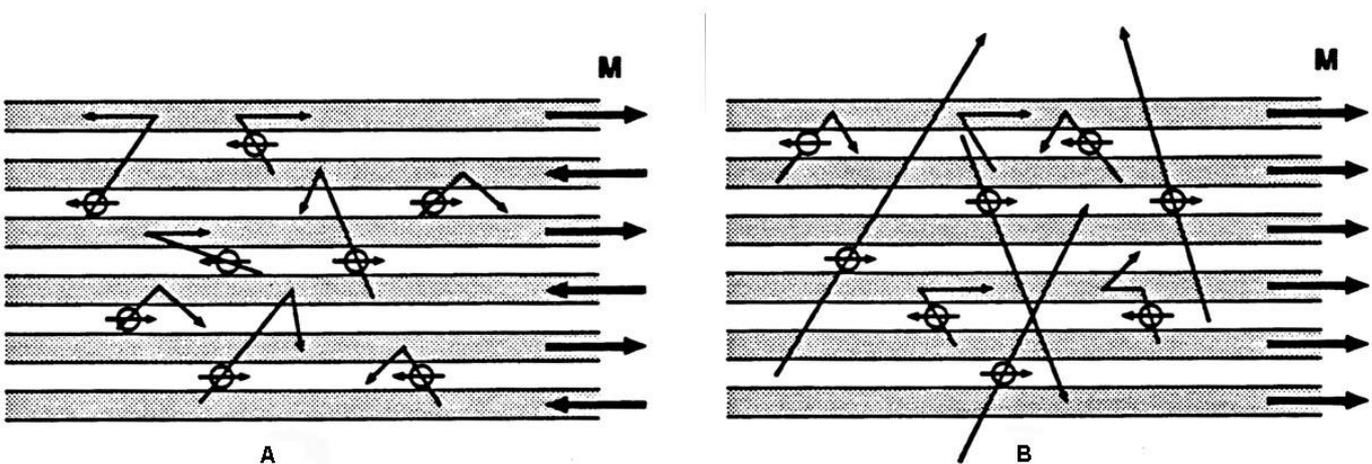


Figura 1.4: La spiegazione della GMR in funzione del differente scattering di spin. (A) Gli strati sono accoppiati, generando il massimo scattering magnetico. (B) Gli strati sono forzati ad allineare la loro magnetizzazione, causando un abbassamento dello scattering magnetico e della resistenza.¹³

Il diverso comportamento dei due allineamenti può essere schematizzato mediante un circuito costituito da due rami in parallelo, che rappresentano uno gli elettroni di conduzione con spin up, l'altro quelli con spin down, ciascuno contenente due resistenze in serie che

rappresentano la resistenza che incontrano gli elettroni con spin up e down nei due strati di materiale ferromagnetico.

Gli elettroni per cui la probabilità di scattering è più piccola, vengono chiamati elettroni maggioritari, viceversa quelli la cui probabilità è più alta vengono definiti elettroni minoritari. Nella figura 1.5 di sinistra, gli strati magnetici sono allineati e gli elettroni con spin up (cioè parallelo alla magnetizzazione degli strati) sono gli elettroni maggioritari in entrambi gli strati, mentre gli elettroni con spin down sono i minoritari. Nella figura di destra invece gli elettroni con spin up sono i maggioritari nel primo strato e i minoritari nel secondo, viceversa gli elettroni con spin down. Di conseguenza la conduttività nel parallelo sarà dominata dagli elettroni maggioritari e si avrà in totale una bassa resistenza mentre nella configurazione antiparallela la resistenza sarà relativamente alta.

Ogni strato si comporta quindi come una valvola di selezione di spin: la sua direzione di magnetizzazione determina quale tra le due specie di spin viene trasmessa più facilmente. E' per questo che l'effetto GMR è chiamato qualche volta effetto Spin-Valve¹⁴.

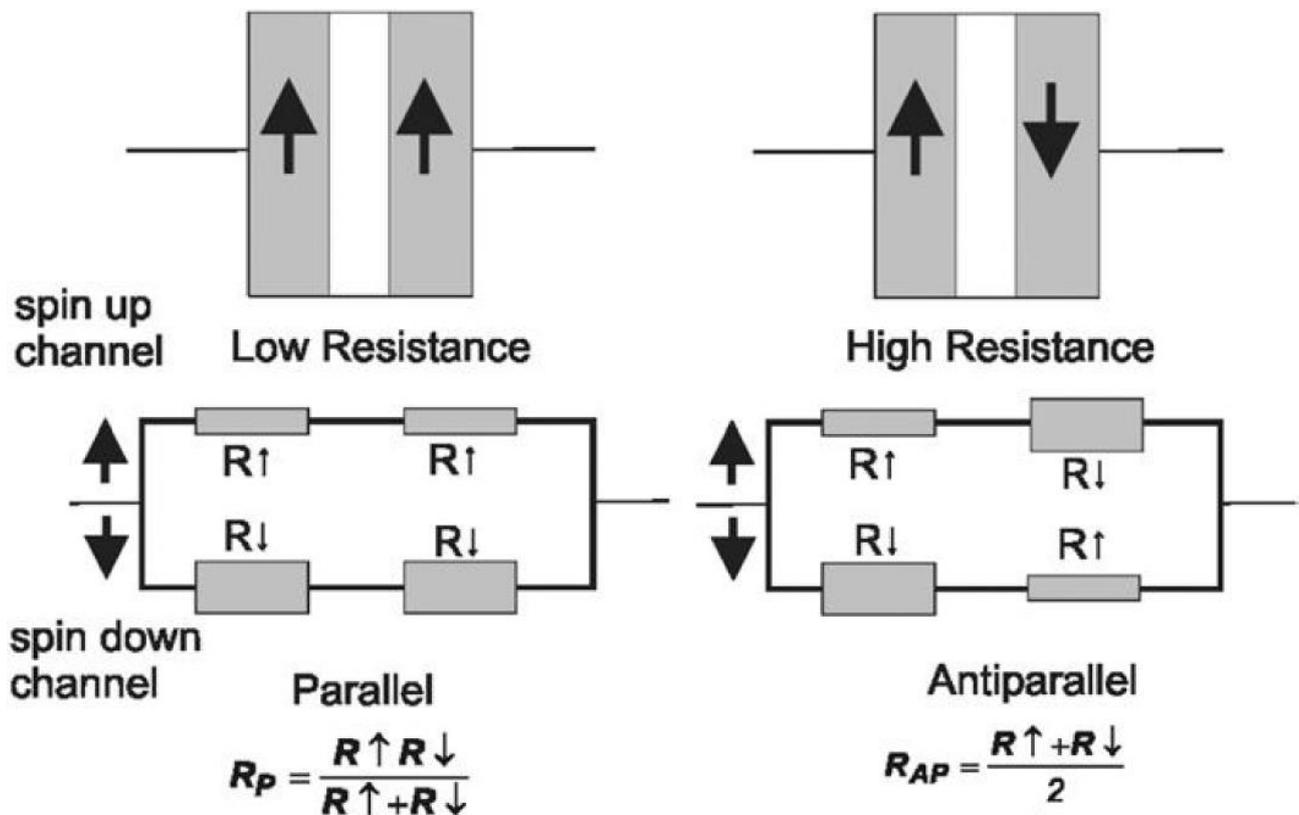


Figura 1.5: modello di resistori in serie

La variazione di resistenza è quindi data da:

$$\frac{\Delta R}{R} = \frac{(R\uparrow - R\downarrow)^2}{(4R\uparrow R\downarrow)} \quad (13)$$

dove $R\uparrow$ ed $R\downarrow$ sono rispettivamente le resistenze nella configurazione parallela per gli elettroni aventi spin up e down.

Un meccanismo in grado di spiegare i differenti scattering di spin è la teoria della densità degli stati di Edwards, et al¹⁵. In presenza di una magnetizzazione lungo l'asse z positivo, si genera una separazione in energia nell'orbitale d di un atomo, grazie alla quale gli elettroni con spin paralleli alla magnetizzazione risentono di una diminuzione di energia, mentre quelli antiparalleli hanno energia incrementata.

Gli elettroni riempiono ogni livello energetico fino al livello di Fermi, e risultano maggiori gli elettroni con spin parallelo, come mostrato in figura 1.6.

Quando gli elettroni vengono diffusi, lo fanno preferibilmente nel modo in cui conservino il loro momento orbitale e stato di spin, con una probabilità di scattering proporzionale al numero di stati disponibili. Gli elettroni con spin minoritario hanno più stati disponibili per lo scattering, e perciò un cammino libero medio più corto degli elettroni maggioritari.

Se lo strato seguente ha una magnetizzazione lungo z negativo, allora gli stati a spin maggioritario diventano minoritari, in questo strato.

Come la corrente scorre attraverso la superficie degli strati, la popolazione di spin minoritario nel primo strato subirà scattering all'interfaccia, perché lo strato seguente possiede pochi stati disponibili per i precedenti elettroni a spin minoritario.

Il risultato è un forte scattering all'interfaccia, che porta a un elevato numero di elettroni scatterati, e quindi ad una resistenza significativamente alta.

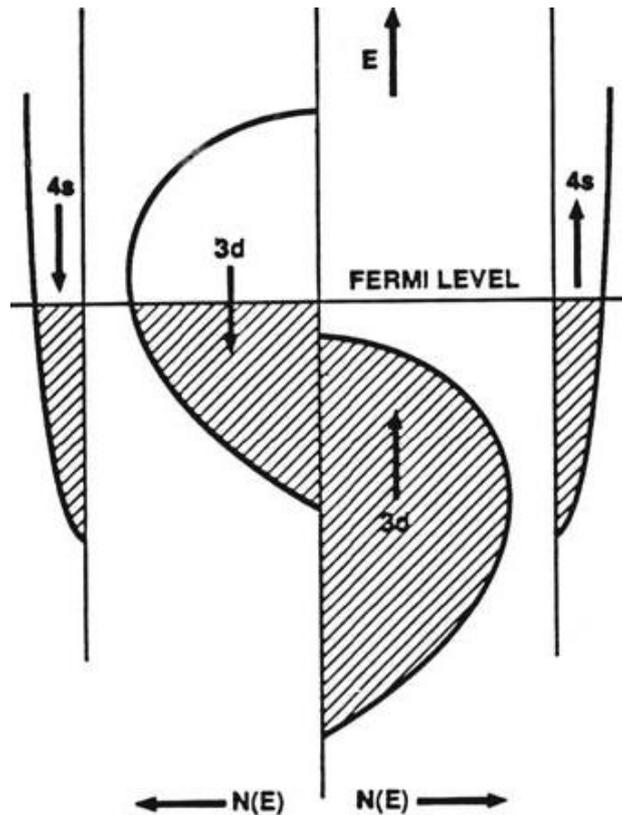


Figura 1.6 : La teoria della densità di stati dello scattering di spin differenti, ad opera di Edward et al. Una magnetizzazione lungo la direzione +z genera una separazione degli orbitali d dei metalli. Questo produce uno squilibrio tra gli stati disponibili aperti, permettendo agli elettroni aventi orientamento di spin $-z$ di accedere a più stati disponibili per lo scattering, e una maggiore resistenza.¹³

A partire dalle osservazioni iniziali compiute su multistrati di $(Fe,Cr)_n$, la GMR è stata osservata in una grande varietà di strutture multistrato. La ricerca sulla strutture GMR è stata spronata dalle sue possibili applicazioni commerciali nelle MRAM (magnetic random access memory), nelle valvole di spin, sensori basati sulla GMR e il fenomeno della anisotropia di scambio .

1.5 L'INTERAZIONE DI SCAMBIO

La causa fisica della maggior parte dei fenomeni magnetici è l'interazione di scambio elettrostatica. Questo effetto quanto-meccanico è basato sul principio di esclusione di Pauli, il quale governa il comportamento dei fermioni.

Per sviluppare una rudimentale teoria dello scambio, consideriamo un sistema a due elettroni; la meccanica quantistica di particelle identiche aventi spin $-1/2$, forza la funzione d'onda totale delle due particelle ad essere antisimmetrica per lo scambio di particelle, in virtù del Principio di Esclusione di Pauli.

Considerando gli elettroni di conduzione in un reticolo cristallino, allora il potenziale è un potenziale periodico reticolare, non atomico centrale.

Per questi elettroni di conduzione, il numero quantico del momento angolare orbitale non è più un numero quantico valido, dunque la sua media vale zero, ed è detto "quenched".

Quando il momento angolare orbitale è quenched, è possibile separare la funzione d'onda elettronica totale nella sua parte spaziale e di spin, senza preoccuparsi del momento angolare orbitale.

Sia $\phi(1,2)$ la funzione d'onda spaziale e $\chi(1,2)$ la funzione d'onda di spin, entrambe per le particelle 1 e 2. Queste due funzioni d'onda possono essere entrambe sia simmetriche che antisimmetriche.

La funzione d'onda totale, tuttavia, deve essere antisimmetrica, imponendo due scelte per la composizione dei membri della funzione d'onda totale:

$$\begin{cases} \psi(1,2) = \phi_{sim}(1,2)\chi_{anti}(1,2) & \text{dove } \chi_{anti} \text{ è uno stato di singoletto di spin} \\ \psi(1,2) = \phi_{anti}(1,2)\chi_{sim}(1,2) & \text{dove } \chi_{sim} \text{ è uno stato di singoletto di spin} \end{cases} \quad (14)$$

E' possibile considerare l'energia addizionale di queste due funzioni d'onda, come imposto dall'interazione elettrostatica elettrone-elettrone, ricavando:

$$\begin{cases} E = A^2(K + J_e) & \text{stato di singoletto di spin} \\ E = B^2(K - J_e) & \text{stato di tripletto di spin} \end{cases} \quad (15)$$

dove J_e è l'integrale di scambio, K è il contributo, indipendente dallo spin, all'energia, A e B sono costanti di normalizzazione.

L'energia differisce per gli stati di singoletto e tripletto di spin, permettendo all'interazione di essere descritta come un'interazione spin-spin, benché essa sia stata dedotta da considerazioni di elettrostatica e meccanica quantistica.

Il contributo in energia dell'equazione (15) è analoga ad una interazione di dipolo magnetico, espressa tramite l'Hamiltoniana di Heisenberg¹⁶:

$$H = -2J_e \sum_{\text{su tutti i vicini}} S_i \cdot S_j \quad (16)$$

L'Hamiltoniana di Heisenberg fornisce la descrizione base dello scambio diretto, ma sono necessarie delle implementazioni più complesse della teoria per descrivere le varie manifestazioni della scambio.

Per esempio, l'interazione RKKY, citata brevemente in relazione ai multistrati ordinati (sezione 1.3.2), è un esempio di scambio tra gli elettroni degli orbitali 4f.

A causa della ridotta sovrapposizione di queste funzioni d'onda tra gli atomi, lo scambio è mediato dalla polarizzazione dello spin degli elettroni di conduzione.

Nella maggior parte dei sistemi, lo scambio è di pochi ordini di grandezza più significativa dell'interazione di dipolo magnetico; questa forza permette allo scambio di spiegare la maggior parte delle proprietà di magnetizzazione dei materiali magnetici.

1.5.1 FERROMAGNETI ED ANTIFERROMAGNETI

Nei materiali magnetici, gli atomi singoli possiedono un momento intrinseco paramagnetico a causa della loro struttura atomica. Nella maggior parte dei materiali questi momenti magnetici sono distribuiti casualmente, e lasciano il materiale privo di una magnetizzazione netta. Nei materiali magnetici ordinati, tuttavia, i singoli momenti sono disposti in una struttura interna coerente, che può generare complessivamente proprietà magnetiche nel materiale. Tale ordinamento è conseguenza dell'interazione di scambio dell'equazione (16), e sorge quindi dall'interazione elettrostatica quanto-meccanica.

In un ferromagnete (FM) come ferro, cobalto o nichel, l'integrale di scambio J_e è maggiore di zero, e i momenti adiacenti tendono ad allinearsi lungo la stessa direzione sotto l'azione di un campo magnetico esterno, generando una magnetizzazione netta.

Tutto il fenomeno avviene però al di sotto della temperatura di Curie T_c , oltre la quale si perdono le proprietà ferromagnetiche.

Un'altra forma di ordinamento magnetico, chiamato antiferromagnetismo, si manifesta quando l'integrale di scambio J_e è minore di zero, ed i momenti magnetici adiacenti si allineano naturalmente in maniera opposta l'uno rispetto all'altro, cosicché la magnetizzazione netta sia nulla; l'applicazione di un campo magnetico esterno non è in grado di influenzare tale ordinamento. Analogamente ai ferromagneti, la fenomenologia si

osserva mantenendosi al di sotto della temperatura di Néel, T_N del particolare antiferromagnete, oltre la quale le proprietà antiferromagnetiche vengono perse.

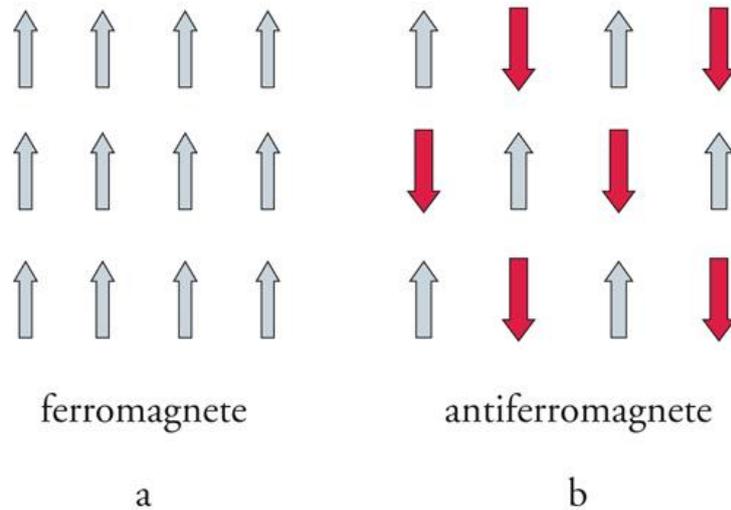


Figura 1.7: ordinamento ferromagnetico e antiferromagnetico

Nei ferromagneti, i momenti atomici tendono ad allinearsi naturalmente, ma non è detto che il materiale acquisti necessariamente una magnetizzazione netta complessiva. Il ferromagnete si divide in piccole regioni dette domini, ciascuna col proprio momento locale di saturazione. I domini adiacenti non sono necessariamente allineati l'uno con l'altro, per cui si può creare una struttura a domini, più o meno complicati a seconda dei contributi all'energia della configurazione magnetica dati dall'energia anisotropa del reticolo cristallino, dall'energia di scambio che favorisce l'ordinamento ferromagnetico, dall'energia magnetica associata alla presenza di un campo magnetico e dall'energia accumulata nelle pareti di dominio, le zone che separano i domini con magnetizzazioni diverse.

In figura 1.8 vengono mostrati alcuni semplici disposizione di domini.

Le configurazioni che possono assumere i domini variano a seconda delle condizioni ambientali, perché acquisiscono sempre la configurazione che minimizza l'energia totale¹⁷. Questo comporta, ad esempio, che in presenza di un campo applicato debole, per un ferromagnete, è più favorevole energeticamente dividersi in numerosi piccoli domini, piuttosto che in un singolo dominio saturato.

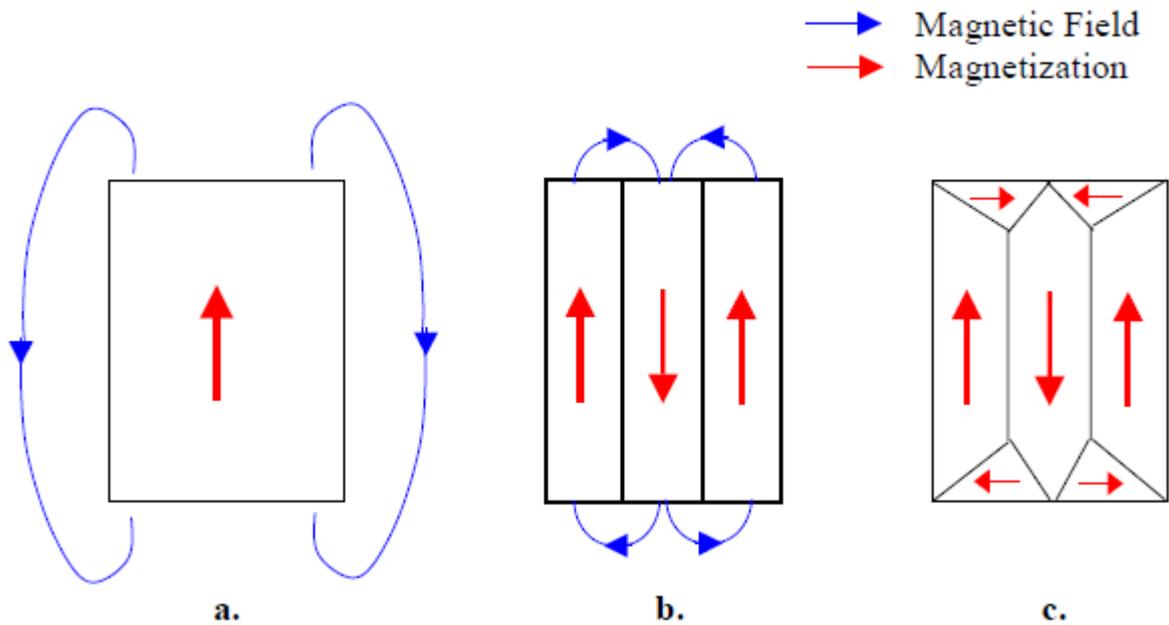


Figura 1.8: Esempi di strutture di domini magnetici. a) Un arrangiamento a dipolo ha un contributo energetico significativo da parte del suo campo magnetico b) Domini più piccoli diminuiscono il contributo del campo magnetico, ma spendono energia per creare i muri di dominio c) Domini chiusi ed altre strutture di domini più complicate spesso si formano per ridurre la lunghezza e l'angolo tra la magnetizzazione nei domini.

Quando il campo aumenta in intensità, i domini cominciano ad allinearsi finché il campo non satura il materiale, ma rimosso il campo esterno dal ferromagnete, una magnetizzazione residua permane nel materiale, perché una volta che i domini si posizionano in questo stato allineato, il costo in energia per riportare i domini in uno stato disordinato agisce come una barriera energetica, e come risultato il materiale mantiene la sua magnetizzazione.

Ovviamente un campo negativo può forzare i domini ad allinearsi nella direzione opposta, se è abbastanza forte da superare l'energia per riportare i domini allo stato disordinato.

Visto che la magnetizzazione spontanea del ferromagnete dipende da queste dinamiche legate alle pareti di dominio, la storia magnetica del materiale determina la magnetizzazione di un ferromagnete in un campo applicato, manifestando il già noto fenomeno dell'isteresi.

1.5.2 ANISOTROPIA DI SCAMBIO ed EXCHANGE BIAS

L'anisotropia di scambio è un'interazione che avviene quando si accoppia un materiale ferromagnetico (FM) ad un materiale antiferromagnetico (AFM). Meiklejohn e Bean furono i primi a riportare fenomeni di anisotropia di scambio nel 1956, mentre studiavano *Co* (FM), in presenza del suo ossido, *CoO* (AFM).^{18, 19}

A partire dalla sua scoperta, l'anisotropia di scambio è stata osservata in un gran numero di strutture e materiali. L'origine fisica fondamentale dell'anisotropia di scambio in sistemi *FM/AFM* è la stessa interazione di scambio che genera l'ordinamento magnetico degli strati *FM* e *AFM*. Quando materiali con interfacce *FM/AFM* sono raffreddati al di sotto della temperatura di Néel dell'*AFM*, inferiore in questo contesto alla temperatura di Curie del *FM*, viene indotta una forma di anisotropia nel *FM*, detta anisotropia di scambio. In questi sistemi, durante il ciclo di isteresi, gli spin *AFM* esercitano un momento torcente addizionale sugli spin *FM* cosicché il campo magnetico richiesto per completare l'inversione della magnetizzazione nel *FM* è più alto rispetto a quello che ci si sarebbe aspettati se il *FM* non fosse accoppiato all'*AFM*. In altre parole, il vettore di magnetizzazione invece di avere due configurazioni di facile magnetizzazione in direzioni opposte, come nel caso di anisotropia uniassiale, ha solo una direzione di facile magnetizzazione; a tale proposito si parla di anisotropia unidirezionale. Si illustra ora il ciclo di isteresi di due strati *FM/AFM*.

Ci si ponga in condizioni di temperatura tali che $T_N < T < T_C$ e si applichi un campo magnetico abbastanza intenso. L'effetto è duplice: gli spin *FM* si orientano parallelamente al campo mentre gli spin *AFM* rimangono in una configurazione disordinata. Quando la coppia *FM-AFM* viene successivamente raffreddata sotto T_N , l'*AFM* si ordina. Durante il raffreddamento, infatti, gli spin di entrambe le componenti iniziano ad interagire reciprocamente all'interfaccia: gli spin dell'*AFM* tendono a disporsi parallelamente agli spin *FM*, cioè nella direzione del campo magnetico esterno, a causa dell'interazione di scambio ferromagnetico. Gli spin *AFM* appartenenti agli strati più interni si orientano, invece, antiparallelamente tra loro così da rendere la magnetizzazione netta nulla (fig 1.19(2)). Quando si inverte il campo magnetico, gli spin *FM* iniziano a ruotare: come spesso accade se l'anisotropia *AFM* è abbastanza intensa, gli spin *AFM* rimangono fissi e, di conseguenza, esercitano un momento torcente microscopico tentando di trattenerli nelle loro posizioni originali (fig 1.19(3)). Come risultato il campo coercitivo lungo il semiasse negativo dei campi si incrementa rispetto a quello che si otterrebbe in condizioni che non

prevedono accoppiamento FM-AFM. Una volta raggiunta la configurazione di saturazione (fig 1.19(4)) il campo magnetico inizia a decrescere e contemporaneamente gli spin FM cominciano ad invertire la propria magnetizzazione. Questo processo è ora favorito dal momento che gli spin AFM esercitano un momento torcente nella stessa direzione del campo (fig 1.19(5)). È facile prevedere come il campo richiesto per l'inversione sia minore rispetto a quello richiesto nelle condizioni iniziali o nel caso del solo strato FM. I sistemi FM-AFM si comportano come se ci fosse un campo interno polarizzante che causa lo spostamento del ciclo di isteresi lungo l'asse del campo e che si manifesta attraverso l'anisotropia unidirezionale.

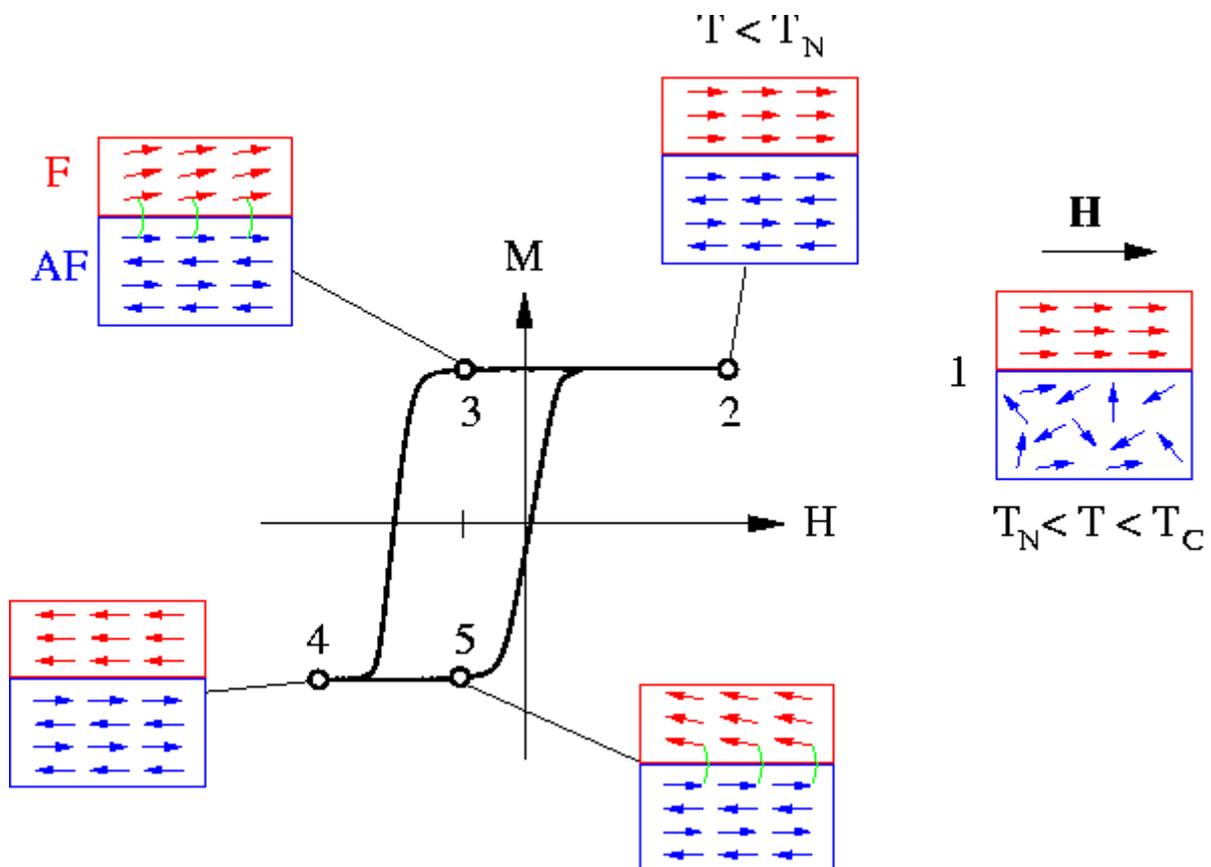


Figura 1.9: Diversi comportamenti dei materiali accoppiati FM-AFM, durante diversi momenti del ciclo di isteresi. 1) In presenza di campo esterno, ma al di sopra della temperatura di Néel, l'antiferromagnete perde il suo ordinamento interno. 2) Al di sotto della temperatura di Néel ed in presenza del campo \vec{H}_m , si presentano l'ordinamento antiferromagnetico e l'ordinamento ferromagnetico lungo la direzione di magnetizzazione. 3) Man mano che il campo esterno si inverte, il ferromagnete comincia a orientarsi di conseguenza; l'antiferromagnete si oppone alla torsione con un momento torcente. 4) Per $-\vec{H}_m$, il ferromagnete si inverte completamente. 5) Il campo si inverte nuovamente, e il ferromagnete tende a riallinearsi lungo il suo asse facile.

L'anisotropia di scambio altera l'isteresi ferromagnetica, traslando il centro del ciclo dallo zero di una quantità detta exchange bias $\overrightarrow{H_{ex}}$ ed aumentando la coercitività totale del materiale.

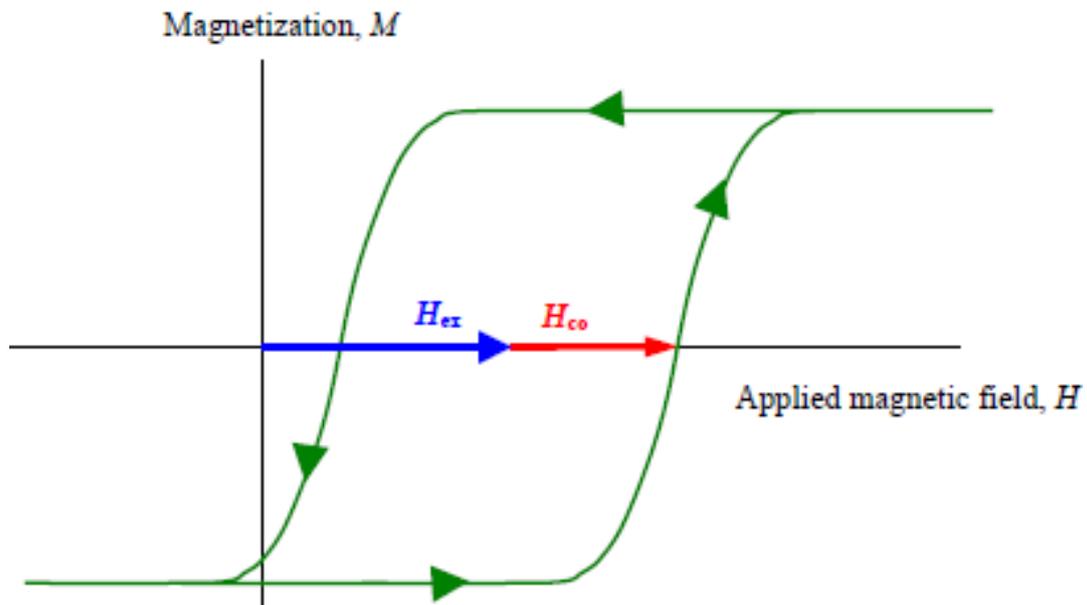


Figura 1.20: Il ciclo di isteresi magnetica sotto l'effetto dell'exchange bias

1.6 DISPOSITIVI SPIN-VALVE

Dal punto di vista applicativo il sistema FM-AFM è di grande importanza tecnologica: su di esso si basano le valvole di spin. Una valvola di spin, la cui struttura è schematizzata in figura 1.21, combina due fenomeni: l'effetto di exchange bias e l'effetto di magnetoresistenza gigante (GMR). Sfruttando l'exchange bias, uno degli strati FM può essere pinnato, ossia orientato in una specifica direzione, rendendolo insensibile all'applicazione di campi magnetici anche relativamente intensi; al contrario, per l'altro strato FM si utilizza un magnete dolce così da poter invertire la sua magnetizzazione con l'applicazione di campi piuttosto deboli. La GMR ha luogo quando vi è un'orientazione relativa tra i due strati ferromagnetici. Il dispositivo è, in ultima analisi, caratterizzato da due stati, a bassa ed alta resistenza elettrica, che cambiano a seconda di questa orientazione.

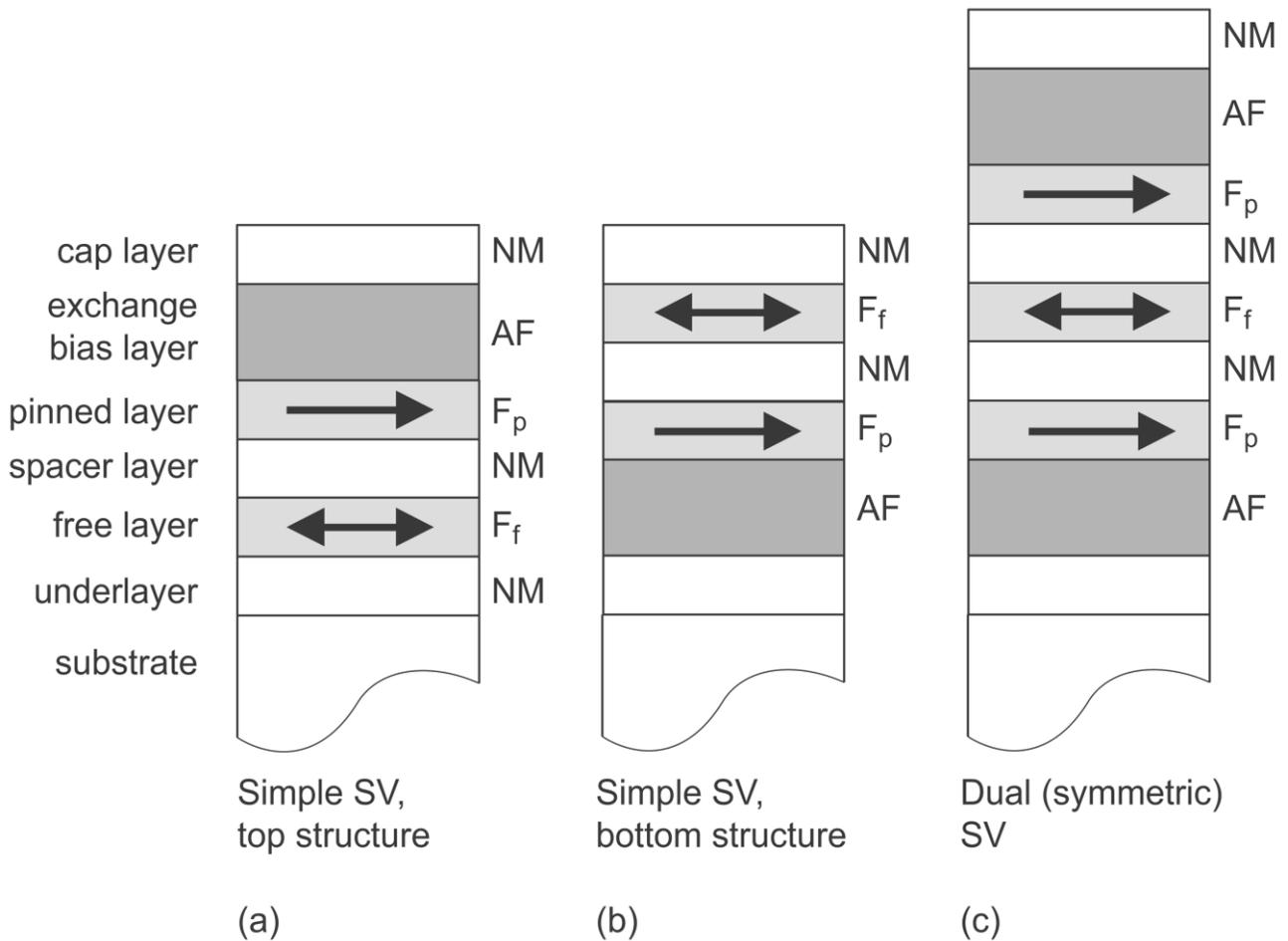


Figura 1.21: struttura di valvole di spin

La struttura a strati dei tre tipi basilari di valvole di spin ad exchange bias sono indicate in figura 1.21. Le strutture (a) e (b) sono dette simple spin valve SVs, e consistono essenzialmente di una struttura a sandwich di due strati ferromagnetici (F) separati da uno strato spaziatore non-magnetico (NM), e da uno strato antiferromagnetico (AF) posto in contatto con uno dei due strati F. La magnetizzazione di quest'ultimo strato F, lo strato di riferimento o strato "pinnato" F_p, viene fissato in una certa direzione dalla forte interazione di scambio con lo strato AF. Le strutture di tipo (c) sono dette duali e rappresentano le valvole vere e proprie; non sono altro che una doppia SVs semplice, con due strati antiferromagnetici che bloccano nella stessa direzione due strati di riferimento.

L'interazione di scambio AF/F agisce come se un forte campo magnetico locale, \vec{H}_{ex} , venisse esercitato sullo strato bloccato F_p. La direzione preferita di F_p viene determinata dalla direzione di magnetizzazione dello strato bloccato durante la crescita dello strato AF sulla sua superficie (nel caso di una top SVs), o durante il raffreddamento del sistema dopo

il riscaldamento della valvola ad una temperatura al di sopra della cosiddetta temperatura di bloccaggio T_b , oltre la quale $\overrightarrow{H_{ex}} = 0$ (SVs top e bottom).

Lo strato AF è spesso una lega contenente Mn, come il PtMn, o un ossido antiferromagnetico come NiO. Lo strato di riferimento può essere composto sia di Co che di permalloy, una lega metallica magnetica composta circa dall'80% di Ni e 20% di Fe. L'altro strato ferromagnetico F, lo strato libero F_f è costituito da un magnete dolce, come il permalloy.

Gli strati spaziatori NM di Cu sono necessari a disaccoppiare magneticamente gli strati F, e vengono utilizzati per formare strati protettivi alle estremità delle valvole.

Nella letteratura passata il termine “spin-valve” veniva utilizzato per indicare multistrati in cui l'effetto GMR sorgerà tramite un'inversione della magnetizzazione di uno o più strati magnetici dolci, disaccoppiati rispetto agli altri strati magnetici. Tuttavia è diventata pratica comune utilizzare il termine “spin-valve” per riferirsi esclusivamente alle spin-valve ad exchange bias. Nella seguente trattazione verrà applicata questa convenzione²⁰.

1.6.1 FUNZIONAMENTO DI UNA SPIN VALVE SV

Quando un campo magnetico relativamente debole viene applicato, lo strato libero si orienta lungo la direzione di magnetizzazione, qualunque essa sia, mentre lo strato pinnato rimane immutato. In figura 1.22 viene illustrata schematicamente la curva di magnetizzazione (a) e l'andamento della variazione di resistenza (b).

Il campo applicato è parallelo al campo di exchange bias; per definizione il campo applicato è positivo quando la sua direzione coincide con quella del campo di exchange bias.

Per campi sufficientemente elevati, sia lo strato libero che quello pinnato si orientano lungo la stessa direzione, disponendosi parallelamente l'uno all'altro nella configurazione a minore resistenza. In un piccolo intervallo di campo attorno al campo di accoppiamento \vec{H}_{coup} , la magnetizzazione dello strato libero F si inverte, mentre la magnetizzazione dello strato pinnato F_p rimane fissata; questa definizione di \vec{H}_{coup} implica che esso sia positivo o negativo quando l'accoppiamento è rispettivamente ferromagnetico o antiferromagnetico. Se soltanto uno degli strati ruota, la disposizione diventa progressivamente antiparallela; a seconda dell'angolo di orientazione la resistenza cresce, finché non diventa massima per

$\theta = 180^\circ$. La variazione angolare della resistenza dovuta all'effetto GMR è in buona approssimazione data da

$$R(\theta) = R(\theta = 0) + \frac{\Delta R_{GMR}}{2} (1 - \cos \theta) \quad (17)$$

dove θ è l'angolo tra la direzione di magnetizzazione degli strati libero e pinnato.

Solo applicando un grande campo negativo l'interazione di exchange bias viene vinta, ed anche lo strato pinnato ruota; le direzioni di magnetizzazioni tornano collineari, e la resistenza crolla nuovamente.

Assumendo la condizione ideale $|\vec{H}_{coupl}| \ll \vec{H}_{ex}$, F_p ruota per $H = -\vec{H}_{ex}$, e la curva di trasferimento è lineare e data da

$$R(H) = R(H = 0) + \frac{\Delta R_{GMR}}{2} \left(1 - \frac{H - H_{coupl}}{H_a} \right) \quad (18)$$

Solitamente l'inversione dello strato pinnato non è completamente reversibile, portando ad un fenomeno di isteresi, come indicato in figura 1.22.

Si ottiene così un dispositivo in grado di variare la propria resistenza da una quantità piccola ad una estremamente grande, applicando solo un campo magnetico esterno.

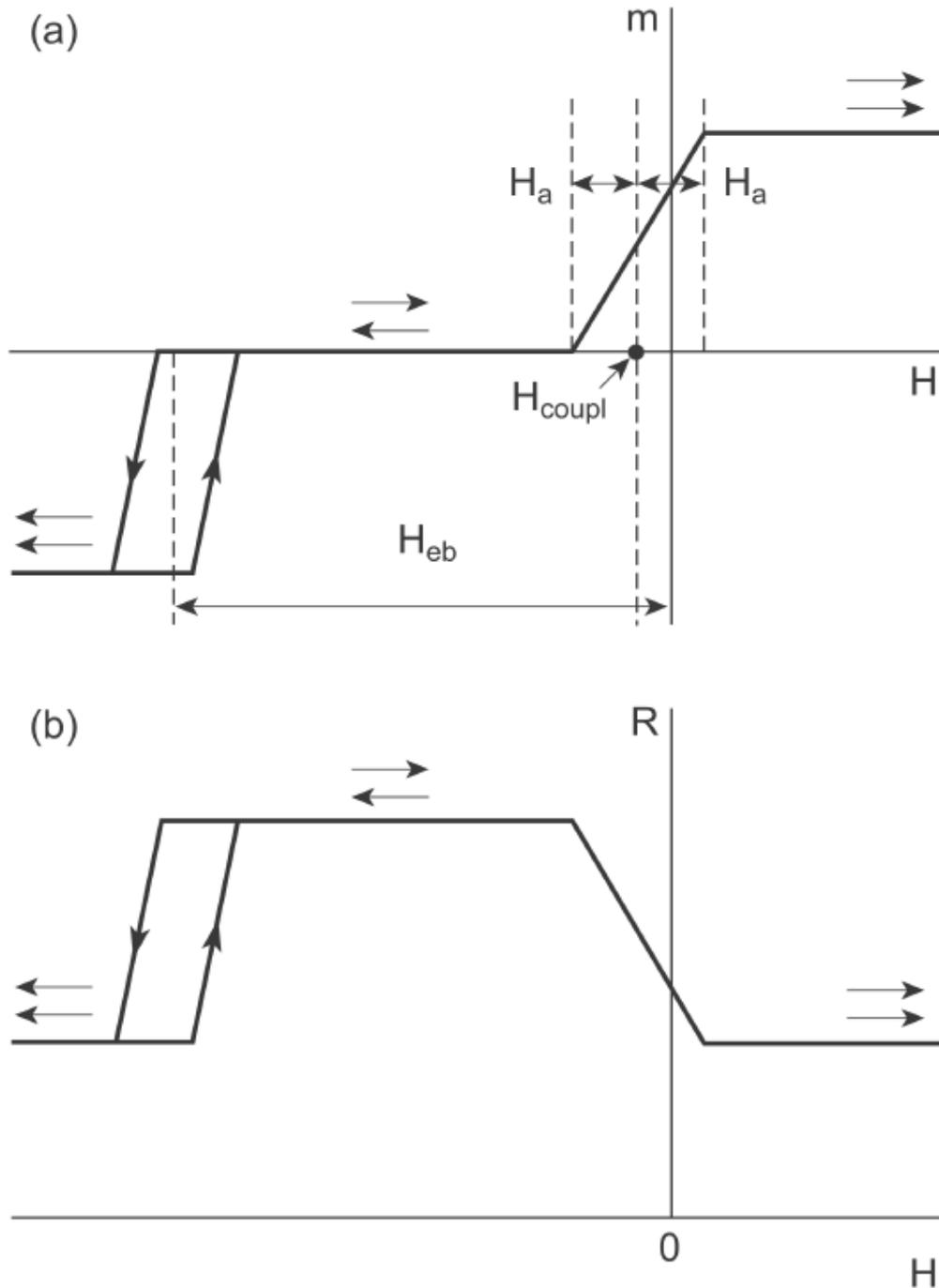


Figura 1.22: Rappresentazione schematica della curva del momento magnetico (a) e della resistenza (b) in funzione del campo magnetico applicato, per una semplice SVs. I momenti magnetici per unità di area dello strato libero e pinnato sono stati assunti essere uguali. Le frecce sopra le curve indicano le direzioni di magnetizzazione rispettivamente dello strato pinnato e libero. La quantità H_a indica il campo magnetico anisotropo dello strato libero.

1.6.2 DIPENDENZA DELLA MAGNETORESISTENZA DALLO SPESSORE DEGLI STRATI

Le misure di magnetoresistenza in questo lavoro di tesi sono state ottenute col metodo delle 4 punte in geometria CIP (current in plane); la descrizione del metodo verrà trattata nel capitolo dei metodi sperimentali.

Sotto queste condizioni di lavoro, le scale delle lunghezze rilevanti fisicamente sono i cammini liberi medi degli elettroni, i quali dipendono dallo spin, come spiegato in precedenza. In uno strato nel quale la distanza da un'interfaccia è più piccola del cammino libero medio locale non è possibile applicare la legge di Ohm su scala locale.

La larghezza dello strato NM dovrebbe essere idealmente più corta del libero cammino medio dell'elettrone all'interno di questo strato. Diversamente, l'orientamento della magnetizzazione in uno degli strati FM potrebbe influenzare la densità di corrente nell'altro strato FM solo debolmente, e l'intensità dell'effetto GMR verrebbe indebolita.

In conclusione, l'intensità dell'effetto GMR delle spin-valve cala all'aumentare dello spessore dello strato spaziatore non magnetico, vedi figura 1.24.

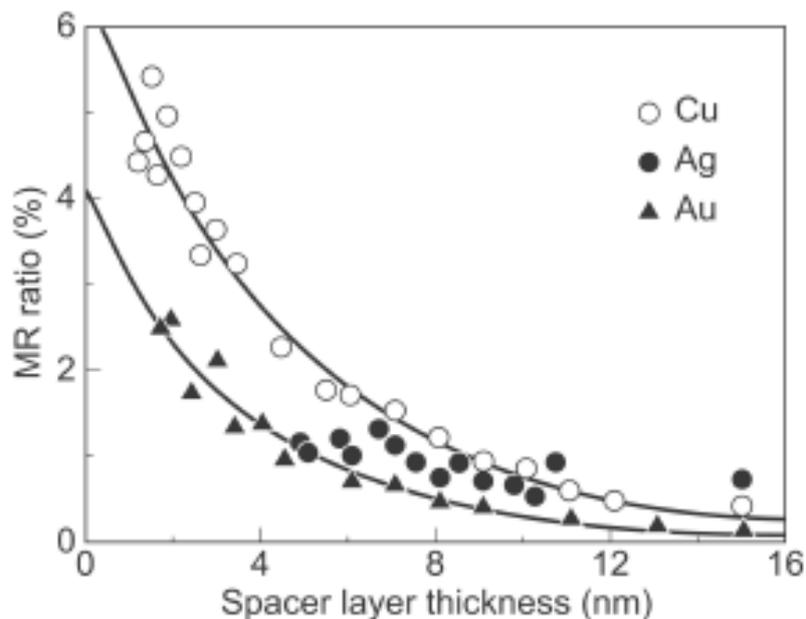


Figura 1.24: Dipendenza della magnetoresistenza dallo spessore dello strato spaziatore, per una spin valve avente struttura (Si/ 7 nm Co/3 nm NM/ 4.7 nm Py/ 7.8 nm Fe50Mn50/ 1.5 nm NM), con NM = Cu, Ag and Au. Da Dieny et al. (1991c).

Per quanto riguarda gli strati ferromagnetici, bisogna fare un paio di considerazioni.

Lo strato F deve essere sufficientemente spesso, cosicché sia lo scattering dipendente dallo spin all'interno dello strato, e non lo scattering diffuso ai confini esterni, a determinare la conduttanza complessiva. D'altro canto, lo spessore dello strato F non deve essere più spesso della lunghezza del libero cammino medio degli elettroni maggioritari e minoritari in tale strato; in caso contrario, l'orientazione della magnetizzazione di uno degli strati F non influenzerebbe la densità di corrente nell'altro strato F. La densità di corrente nella parte più esterna dello strato F dunque innalza la conduttanza della parte più interna del trilayer, e l'intensità dell'effetto GMR cala all'aumentare dello spessore di F.

In figura 1.25 vengono illustrati degli esempi delle affermazioni appena fornite.

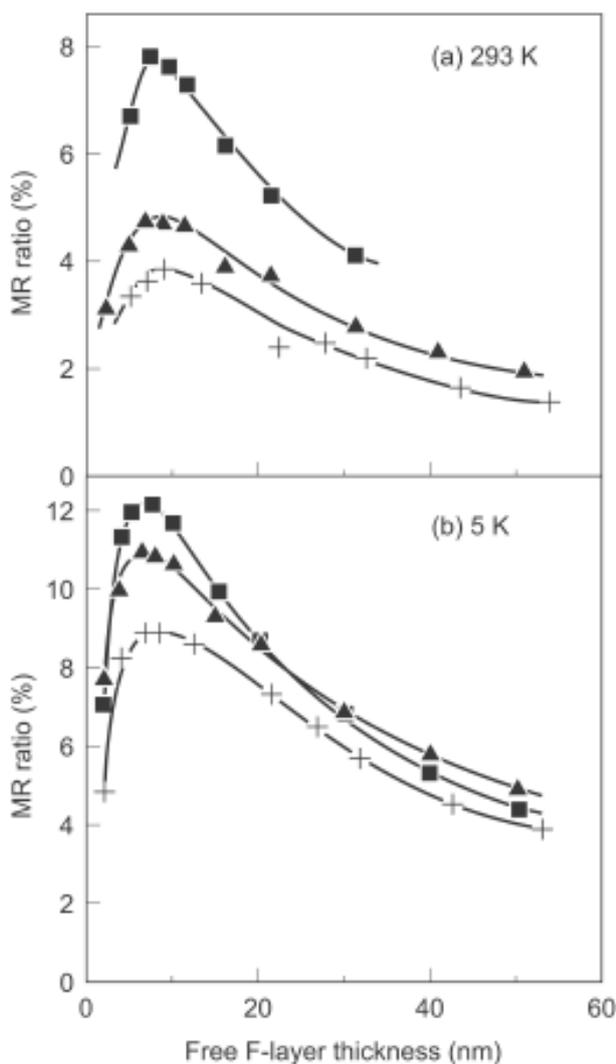


Fig. 1.25

Dipendenza del tasso di MR dallo spessore dello strato libero per una spin-valve (F/Cu/F/Fe50Mn50), cresciuta su un sottostrato di 3 nm Ta su un substrato di Si, ad (a) 293 K e (b) 5 K.

Simboli:

F = Co (quadrati),

F = Ni66Fe16Co18 (triangoli)

F = Ni80Fe20 (segni più).

Spessore strato:

tCu = 3 nm (ma tCu = 2.5 nm per F = Ni80Fe20),

tF,p = 5 nm (ma tF,p = 6 nm per

F = Ni66Fe16Co18).

Da Rijks 1996

CAPITOLO 2: METODI SPERIMENTALI

Le spin valve illustrate in questo lavoro di tesi sono state realizzate mediante deposizione per sputtering ed analizzate dal punto di vista magnetico, mediante misure SQUID, e magnetoresistivo, col metodo delle 4 punte, presso i laboratori del Dipartimento di Fisica dell'Università di Ferrara. Per ogni apparato verrà riportata un'introduzione teorica ed una descrizione particolareggiata.

2.1 DEPOSIZIONE PER SPUTTERING

La realizzazione di una spin valve richiede un processo tecnologico in grado di depositare in successione strati di pochi nanometri di elementi o composti diversi, spesso immiscibili tra di loro. Le valvole utilizzate in questo lavoro di tesi sono state depositate mediante la tecnica dc magnetron sputtering, un metodo di deposizione e crescita che permette di ottenere composti eterogenei metastabili.

La deposizione tramite sputtering utilizza il processo attraverso cui gli atomi superficiali, appartenenti ad un bersaglio, sono emessi a causa del bombardamento della sua superficie da parte di ioni energetici.

Quando uno ione energetico incide sulla superficie di un materiale ha una probabilità finita di penetrare al suo interno e di essere sottoposto ad un certo numero di processi collisionali con gli atomi reticolari. Il tipo di interazione fra materiale ed ione dipenderà dalla sua energia, infatti possono verificarsi tre casi a seconda del range energetico in cui ci troviamo:

- energie cinetiche < 5 eV, il processo di interazione riguarda lo ione e la nube elettronica degli atomi reticolari; il risultato sono delle eccitazioni elettroniche,
- energie cinetiche di poche decine di eV; il risultato è l'eccitazione, la dislocazione e l'emissione di atomi reticolari (sputtering fisico)
- energie cinetiche molto elevate; lo ione penetra talmente in profondità da non riuscire ad influenzare la struttura reticolare in prossimità della superficie.

Il secondo caso è la condizione sfruttata per il funzionamento della deposizione per sputtering.

Il percorso dello ione all'interno del reticolo del bersaglio può essere assimilato ad una serie di collisioni a due corpi tra lo ione e gli atomi del reticolo, in cui il massimo trasferimento di

energia in una singola collisione ione-atomo, per uno ione che incide perpendicolarmente alla superficie sarà:

$$E_{max} = \frac{4M_{ione}M_{atomo}}{(M_{ione}+M_{atomo})^2} E_0 \quad (2.1) \quad \text{con } E_0 \text{ energia ionica iniziale.}$$

Quindi uno ione trasferisce parte della sua energia e del momento ad un atomo che a sua volta sarà in grado di collidere con altri atomi reticolari originando una cosiddetta cascata collisionale. Il risultato di questo processo è che uno o più atomi reticolari avranno ricevuto una quantità sufficiente di energia e quantità di moto da essere in grado di migrare fino alla superficie e lasciare il materiale. Il processo descritto è detto di sputtering fisico²¹ e ha come risultato l'emissione di atomi, perlopiù nello stato neutro, da parte del bersaglio.

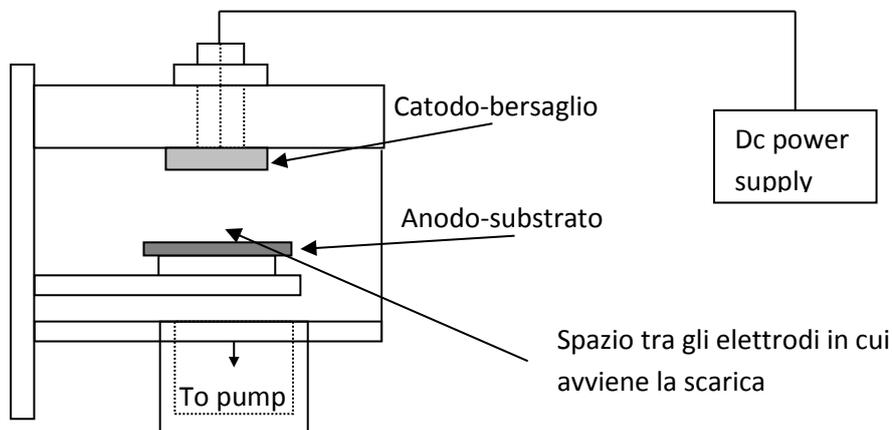


Figura 2.1 : Schema di un sistema di deposizione dc sputtering.

La geometria del sistema è tale che gli atomi “espulsi” dal bersaglio siano convogliati su un substrato: il risultato è la crescita di un film sul substrato stesso, in figura 2.1 è riportato lo schema di un sistema plasma sputtering, come quello utilizzato per la produzione dei campioni utilizzati in questo lavoro di tesi.

Una grandezza fondamentale per lo sputtering fisico è la resa di sputtering γ_{sput} , ossia il numero di atomi emessi dal bersaglio per ogni ione incidente. La resa di sputtering aumenta rapidamente all'aumentare dell'energia dello ione incidente fino a raggiungere un valore quasi costante a qualche centinaia di eV; in questo range di energia la resa diventa sufficiente per essere applicata in campo tecnologico. Generalmente vengono usati ioni di argon con energie tra 0.5-1 keV per ottenere un processo di sputtering fisico. Infatti a queste energie, gli ioni sono in grado di innescare il processo a cascata descritto prima. E' stato

mostrato come in un ampio range di energia, la resa sia indipendente sia dall'energia del "proiettile" che dalla densità atomica del bersaglio¹ :

$$\gamma_{sput} = \frac{1}{E_t} \frac{M_i}{M_i + M_t} \quad (2.2)$$

dove E_t è l'energia di legame superficiale degli atomi del bersaglio, M_i e M_t sono rispettivamente la massa dello ione incidente e dell'atomo del bersaglio.

Nell'ipotesi in cui tutto il materiale rimosso dal bersaglio sia depositato sul substrato la velocità di deposizione ν (deposition rate, spessore di materiale depositato nell'unità di tempo) sarà data dalla relazione:

$$\nu = \frac{\gamma_{sput} \Gamma_i}{n_f} \frac{A_t}{A_s} \text{ cm/s} \quad (2.3)$$

dove Γ_i rappresenta il flusso di ioni incidenti ($\text{cm}^{-2}\text{s}^{-1}$), n_f è la densità del film depositato (cm^{-3}), A_t è l'area del bersaglio sottoposta a sputtering (cm^2), A_s è l'area del substrato su cui si è depositato il film (cm^2), e γ_{sput} è la resa di sputtering.

Un'altra caratteristica importante di questo fenomeno fisico è rappresentata dalla distribuzione di energia con cui vengono emessi gli atomi prelevati dal bersaglio:

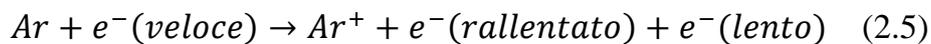
$$f(\Sigma) \propto \frac{\Sigma_t \Sigma}{(\Sigma_t + \Sigma)^3} \quad (2.4)$$

con Σ energia dell'atomo emesso, Σ_t energia di legame del materiale del bersaglio. Il massimo di questa distribuzione si ha quando $\Sigma = \frac{\Sigma_t}{2}$, e siccome $\Sigma_t \approx 1 - 4 \text{ eV}$, le energie caratteristiche degli atomi emessi tramite sputtering fisico sono circa $0.5 - 2 \text{ eV}$.

Atomi che colpiscono il substrato con queste energie possono produrre processi di mixing e di diffusione tra gli atomi che si depositano e il substrato, portando ad un rafforzamento dei legami e dell'adesione con il materiale del substrato.

Un sistema che ci permette di ottenere una resa ionica di sputtering fisico sufficientemente elevata è la planar magnetron discharge. Questo sistema è caratterizzato dalla produzione di una scarica, tra un catodo (bersaglio) e un anodo (substrato), che avviene all'interno di un sistema di sputtering. Descriviamo brevemente i processi attraverso i quali si generano gli

ioni necessari alla produzione dello sputtering fisico. Se si applica un voltaggio dc (qualche centinaia di V) tra i due elettrodi immersi in un gas ad una pressione di qualche mtorr, si ottiene una scarica tra gli elettrodi detta autosostenuta: questo termine è usato quando i portatori di carica responsabili della conduzione, sono generati da processi di collisione che avvengono all'interno della scarica stessa. Consideriamo cosa succede nel caso in cui il gas sia argon. I processi collisionali che sono prevalentemente responsabili della generazione dei portatori di carica avvengono tra gli elettroni relativamente veloci e gli atomi di argon neutro. La conseguenza di queste collisioni è la ionizzazione di un atomo di argon attraverso la seguente reazione:



Questa reazione è caratterizzata da un'energia di soglia, pari all'energia di ionizzazione dell'argon, che deve essere apportata dall'elettrone veloce. Quindi dopo la collisione l'elettrone è caratterizzato da una perdita energetica ed è quindi rallentato. Inoltre dalla collisione viene generato un secondo elettrone. Se entrambi questi elettroni sono accelerati da un campo elettrico sono in grado di produrre altre collisioni ionizzanti del tipo descritto sopra. Questo processo risulta a valanga e si ha una veloce produzione di ioni positivi ed elettroni in grado di migrare attraverso la scarica del gas portando corrente. Gli ioni collidono poi con il substrato dando luogo al processo di sputtering fisico. Il sistema di tipo magnetron è stato introdotto per ottenere una scarica che consenta lo sputtering caratterizzata da alte densità di corrente ionica, bassi voltaggi e basse pressioni rendendo possibile una migliore deposizione. L'idea che sta alla base di questo sistema è quello di confinare gli elettroni secondari al catodo attraverso l'applicazione di un opportuno campo magnetico, aumentando l'efficienza ionizzante degli elettroni.

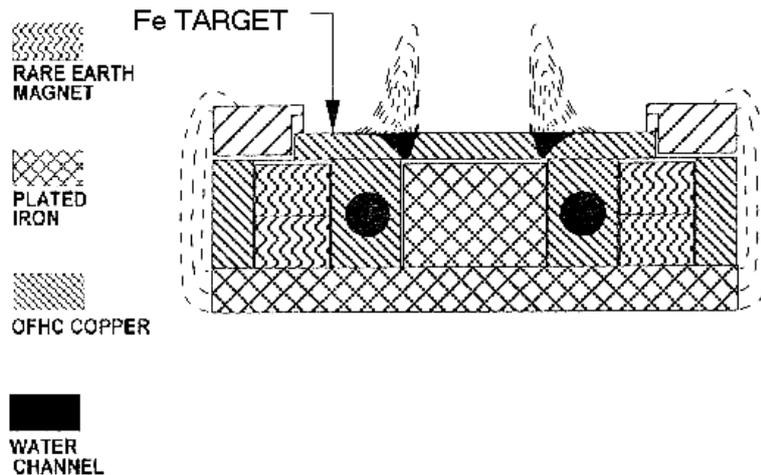


Figura 2.2 : Disposizione dei magneti posti nella parte posteriore del bersaglio e conseguenti linee di forza del campo magnetico da loro generato.

Il campo magnetico è generato da magneti permanenti posti nella parte posteriore del bersaglio, le sue linee di forza entrano ed escono dal bersaglio come rappresentato in figura 2.2. Gli ioni di argon che formano il plasma, sono accelerati verso il catodo e lo colpiscono. L'impatto ione-bersaglio oltre a produrre atomi tramite sputtering, induce l'emissione di elettroni secondari. Questi ultimi sono accelerati all'indietro verso l'interno del plasma e contemporaneamente sono confinati nei pressi del catodo dal campo magnetico. Gli elettroni aumenteranno così il cammino percorso con un conseguente aumento del numero di collisioni ionizzanti, che sarà sufficiente a mantenere la scarica. Le caratteristiche principali di un tipico sistema magnetron planare sono:

$$B_0 \approx 200 \text{ G}$$

$$p \approx 2 - 10 \text{ mtorr Argon}$$

$$I \approx 130 - 200 \text{ mA}$$

$$V_{dc} \approx 200 - 600 \text{ V}$$

$$v \approx 0.2 - 2 \text{ \AA/sec}$$

Con B_0 intensità del campo tangente alla superficie del catodo; I è la corrente ionica che scorre nel sistema; v deposition rate.

La potenza della scarica sarà $P_{abs} = V_{dc}I_{dc}$ e assumerà un valore dell'ordine della decina di Watt. La maggior parte di questa potenza è assorbita dal catodo che per questo motivo deve essere raffreddato.

2.1.1 SISTEMA DI DEPOSIZIONE DC MAGNETRON SPUTTERING

Per rendere possibile la crescita di film granulari formati da *Ir*, *Mn* e *Permalloy*, elementi immiscibili tra loro, è stata adottata la tecnica di deposizione tramite dc magnetron sputtering. Il sistema può essere diviso in tre blocchi:

- camera principale dove sono contenuti il substrato e i bersagli e dove avviene quindi la deposizione (figura 2.3);
- precamera che consente l'introduzione del substrato mantenendo in vuoto la camera;
- controller esterni che permettono di fissare e controllare i vari parametri di deposizione (pressione del gas, corrente del plasma, tempo di deposizione, posizione del substrato)

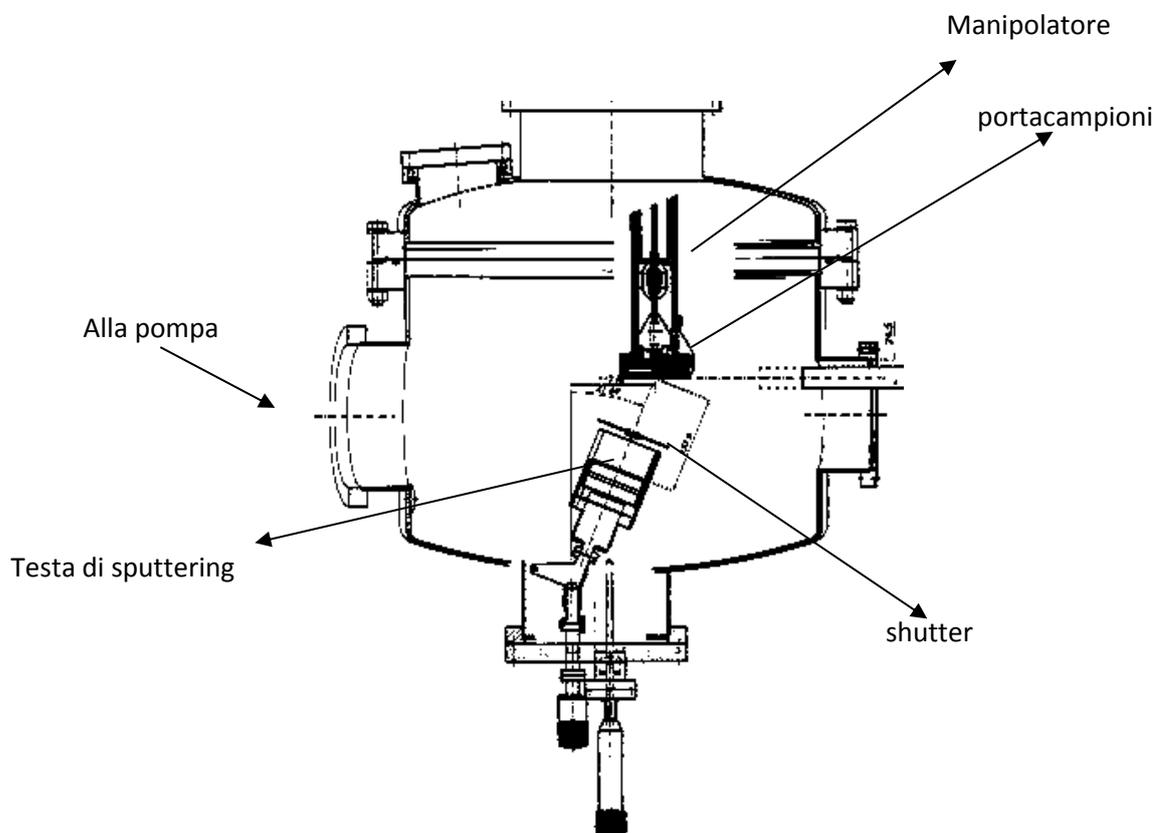


Figura 2.3: Sezione della camera di sputtering.

Iniziamo descrivendo la camera principale: al suo interno possiamo vedere le così dette teste di sputtering che ospitano i bersagli. La struttura di ogni singola testa di sputtering è piuttosto complessa, infatti deve ospitare contemporaneamente un sistema di alimentazione, uno di raffreddamento e uno per isolarla sia elettricamente che termicamente dal resto della camera e i magneti per il confinamento degli elettroni, come si vede in figura 2.4

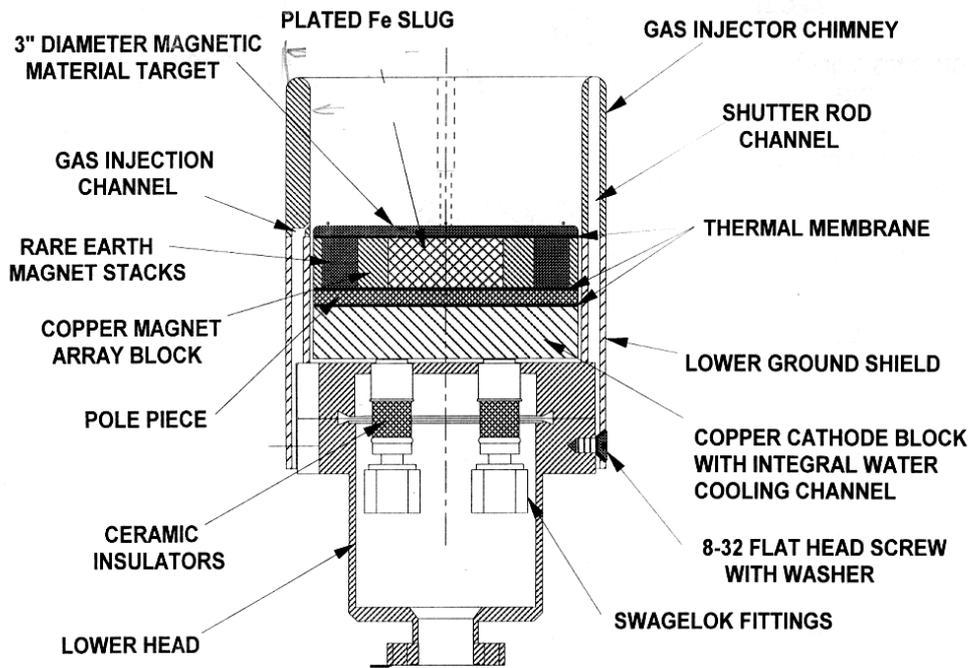


Figura 2.4 : Schema di una testa di sputtering.

Il bersaglio magnetico ha dei limiti di spessore da rispettare, infatti se lo spessore è troppo grande il campo generato dai magneti diventa talmente debole da non riuscire ad intrappolare efficacemente gli elettroni secondari diminuendo il numero di collisioni ionizzanti e quindi l'efficienza del sistema.

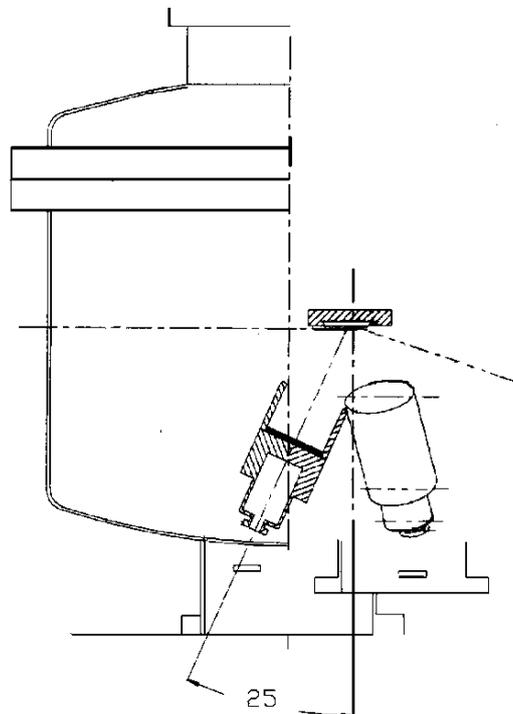


Figura 2.5 : Sezione della camera di sputtering in cui sono riportate le due teste di sputtering inclinate e la posizione del portacampioni.

Nella parte superiore della camera è montato un dispositivo di rotazione di tipo ruota dentata, denominata ralla che permette di modificare la posizione del substrato all'interno della camera mantenendo il vuoto. Il substrato viene prima avvitato su un trasferitore all'interno della precamera; durante questa operazione la camera di deposizione rimane isolata per mantenere al suo interno il vuoto, al fine di evitare l'ossidazione dei bersagli nel momento in cui vengono a contatto con l'atmosfera esterna. In un secondo tempo chiusa la precamera e messa sotto vuoto, si può procedere al trasferimento del portacampioni che viene agganciato su un secondo trasferitore collegato alla ralla all'interno della camera. Il trasferitore è inoltre in grado di ruotare su se stesso grazie ad un motorino che viene controllato dall'esterno. Per quanto riguarda la posizione di deposizione, al fine di ottenere un film uniforme sia dal punto di vista stechiometrico che dello spessore, le teste di sputtering sono inclinate allo stesso angolo e il substrato è posto sul loro fuoco (come si vede in figura 2.5). Il sistema di raffreddamento dei bersagli è ottenuto tramite un flusso di acqua fredda. La camera e la precamera sono dotate di sistemi da vuoto indipendenti tra loro. La prima è collegata ad una criopompa, la seconda ad una turbo-pompa.

I parametri di deposizione possono venir modificati mediante dei sistemi di controllo, che agiscono su due alimentatori che permettono di impostare la corrente I_{dep} dei due bersagli monitorando potenza e voltaggio. Agli alimentatori sono collegati due timer che interrompono la scarica una volta raggiunto il tempo di deposizione prestabilito. È presente un sistema che controlla il flusso dell'argon durante la deposizione, che si basa su un funzionamento di tipo feed-back, come mostrato in figura 2.6.

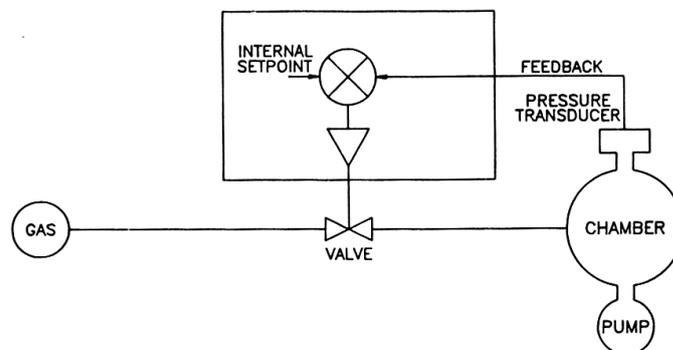


Figura 2.6: Schema di funzionamento del sistema di controllo della pressione del gas all'interno della camera di sputtering.

La ralla è comandata da un computer che permette di impostare il numero di passi che corrispondono alla rotazione desiderata.

2.1.2 PARAMETRI DI DEPOSIZIONE

I campioni sono stati depositati settando la strumentazione coi seguenti parametri di corrente e velocità di crescita del substrato:

- Cu $I_{dep} = 130 \text{ mA}$, $v = 0.67 \text{ \AA/s}$
- IrMn $I_{dep} = 150 \text{ mA}$, $v = 2.3 \text{ \AA/s}$
- Py $I_{dep} = 180 \text{ mA}$, $v = 1.6 \text{ \AA/s}$

La pressione di argon in camera di deposizione è stata posta a 2 mtorr

2.1.3 MISURA DELLO SPESSORE DEL MATERIALE DEPOSITATO MEDIANTE OSCILLATORE AL QUARZO

Per la misura della velocità di crescita viene usata una microbilancia che è in grado di fornire misure precise sulla quantità di massa depositata sulla superficie di un cristallo di quarzo oscillante. Nota la densità del materiale depositato, si è in grado di convertire le informazioni relative alla quantità di massa in quelle riguardanti la misura dello spessore del materiale depositato.

Lo strumento è detto QCM “Quartz Crystal deposition Monitor” e utilizza la sensibilità piezoelettrica del cristallo di quarzo all’aggiunta di una massa sulla sua superficie. Quando si applica una differenza di potenziale tra le facce di un cristallo avente proprietà piezoelettriche, opportunamente modellate, il cristallo viene “distorto” e cambia forma proporzionalmente al valore del voltaggio applicato. In corrispondenza di differenze di potenziale con frequenze particolari, si ottiene un fenomeno di risonanza elettromeccanica molto netto. Quando sulla superficie del cristallo di quarzo risonante viene depositata una massa di materiale, la frequenza di questa risonanza viene ridotta. La variazione di frequenza risulta riproducibile con elevata precisione.

La variazione in frequenza, $\Delta F = F_{ini} - F_{fin}$ (con F_{fin} = frequenza dopo aver aggiunto il materiale e F_{ini} = frequenza prima), è correlata alla variazione di massa apportata dall'aggiunta del materiale:

$$\frac{M_{fin}}{M_{ini}} = \frac{\Delta F}{F_{ini}} \quad (2.6)$$

con M_{fin} la massa depositata sul quarzo e M_{ini} la massa prima della deposizione.

Semplici sostituzioni portano a ricavare il valore dello spessore di materiale depositato T_f :

$$T_f = \frac{K \cdot \Delta F}{d_f} \quad (2.7)$$

con d_f densità del materiale, $K = (N_{at} d_q) / F_q^2$, N_{at} è la frequenza di taglio AT per il quarzo e d_q valore della densità del quarzo. La frequenza di taglio dipende dall'angolo con cui è stato tagliato il materiale, in relazione ai suoi assi cristallografici; scegliendo in modo opportuno l'orientazione del taglio si riduce il più possibile la dipendenza della frequenza di risonanza dalla temperatura. Sostituendo le grandezze costanti risulta:

$$T_f = 4,4 \cdot 10^5 \cdot \frac{\Delta F}{F_q^2 d_f} \quad (2.8)$$

In questo modo si può determinare lo spessore di uno strato depositato sul cristallo di quarzo, attraverso misure precise della variazione di frequenza cristallina.

2.2 METODO DELLE 4 PUNTE E METODO DI VAN DER PAUW

Per misurare la resistività di un mezzo materiale non è sufficiente far fluire della corrente e misurare con un voltmetro la differenza di potenziale; il circuito equivalente fra le due punte è un resistore R dato da

$$R = R_{C1} + R_{C2} + R_M \quad (2.9)$$

dove R_{C1}, R_{C2} sono le resistenze di contatto fra le punte e la superficie, e solo R_M riguarda il mezzo in questione. Si ricorre allora alla configurazione mostrata in figura 2.7, in cui sono presenti quattro punte allineate e separate dalla stessa distanza s . Le due punte esterne sono collegate ad un generatore di corrente I , quelle interne ad un misuratore di tensione.

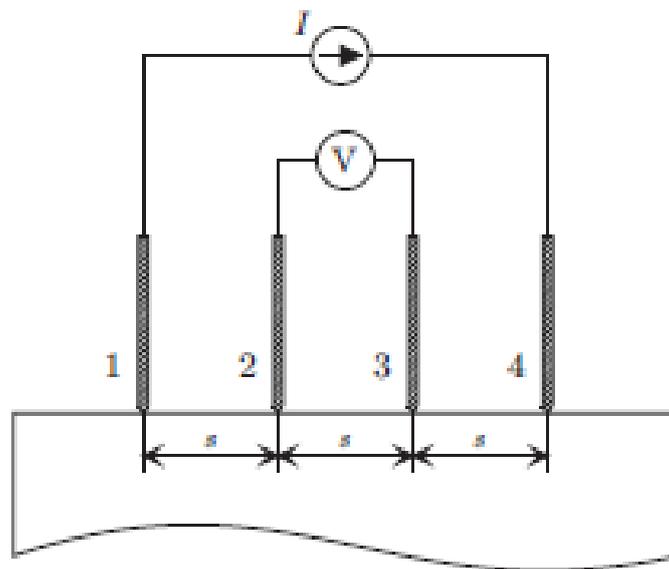


Figura 2.7: misura a quattro punte

Il generatore di tensione, idealmente con impedenza di ingresso infinita, non risente della presenza delle resistenze di contatto R_c delle punte 2 e 3. Si tratta solo di trovare una relazione che colleghi le quantità misurate, V ed I con la resistività del materiale.

Tuttavia, anche a patto che una tale relazione esista, spesso è impossibile, o comunque difficoltoso disporre quattro contatti allineati su un campione di dimensione ridotta.

E' possibile comunque effettuare la misura con le quattro punte grazie al metodo di van der Pauw, molto generale ed applicabile a campioni di forma arbitraria.

Per l'applicazione del metodo è necessario che siano soddisfatte le seguenti condizioni:

- il campione deve essere di spessore uniforme t_0
- i quattro contatti devono essere sulla periferia esterna del campione e siano di dimensione trascurabile rispetto al campione
- il campione è semplicemente connesso (ovvero non ha buchi)

Si numerano ora i contatti da 1 a 4, si applica un generatore di corrente tra due contatti (ad esempio, 1 e 2) chiamando I_{12} la corrente entrante nel contatto 1 (e quindi uscente dal contatto 2, vedi figura 2.7 (a)) e $V_{34} = V_3 - V_4$ la differenza di tensione fra gli altri due contatti. Si definisce quindi la resistenza $R_{12,34}$ come²²

$$R_{12,34} = \frac{V_{34}}{I_{12}} \quad (2.10)$$

Definizioni analoghe si possono dare per qualsiasi permutazione dei 4 indici, come mostrato in figura 2.8 (b) per le resistenze $R_{12,34}$ e $R_{23,41}$.

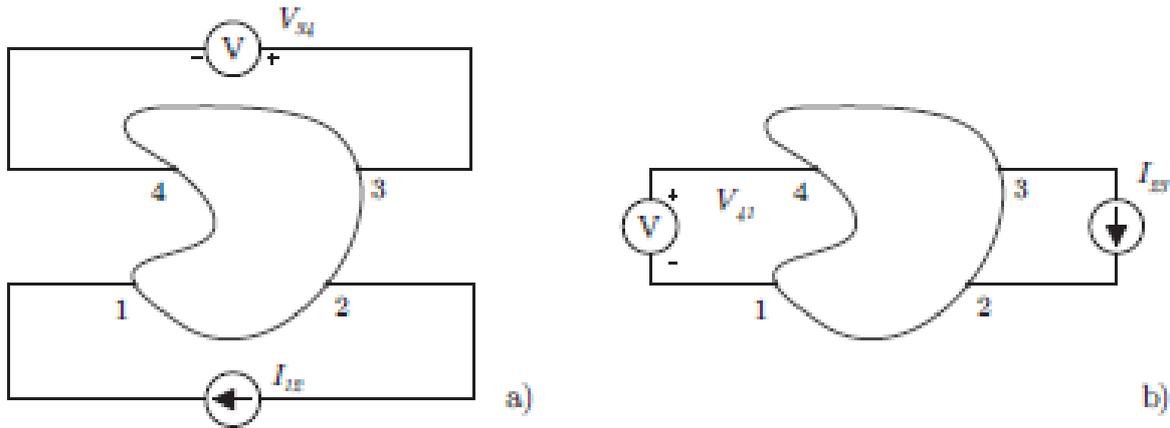


Figura 2.8: possibili disposizioni delle quattro punte

Vale allora la seguente relazione²

$$\exp\left(-\frac{\pi t_0 R_{12,34}}{\rho}\right) + \exp\left(-\frac{\pi t_0 R_{23,41}}{\rho}\right) = 1 \quad (2.11)$$

Nel caso il campione abbia una linea di simmetria (figura 2.8) , si può dimostrare che $R_{12,34} = R_{23,41} = R$, per cui la 2.11 si riduce a²²

$$\exp\left(-\frac{\pi t_0 R}{\rho}\right) = \frac{1}{2} \quad (2.12)$$

ovvero

$$-\frac{\pi t_0 R}{\rho} = \ln(2) \quad (2.13)$$

che la stessa espressione che si ricava dal calcolo della resistenza di un substrato infinito di spessore t_0 , con le quattro punte disposte lungo una stessa linea²³.

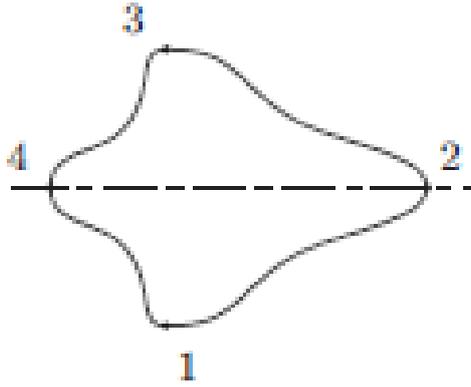


Figura 2.8: Campione simmetrico

Nel caso generale la relazione che lega la resistività alle due resistenze è

$$\rho = \frac{\pi t_0}{\ln(2)} \frac{R_{12,34} + R_{23,41}}{2} F(Q) \quad (2.14)$$

dove $Q = \frac{R_{12,34}}{R_{23,41}}$ e la funzione F è definita da

$$\frac{Q-1}{Q+1} = \frac{F}{\ln(2)} \arccos \left[\frac{\exp\left[\frac{\ln(2)}{F}\right]}{2} \right] \quad (2.15)$$

Nella pratica vengono utilizzate delle geometrie simmetriche con contatti disposti antisimmetricamente, per le quali si verifica che $F = 1$. Una struttura di test integrabile è quella illustrata in figura 2.10 (sinistra), (destra), per la quale²²

$$\rho = \frac{\pi t_0}{\ln(2)} R_{12,34} \quad (2.16)$$

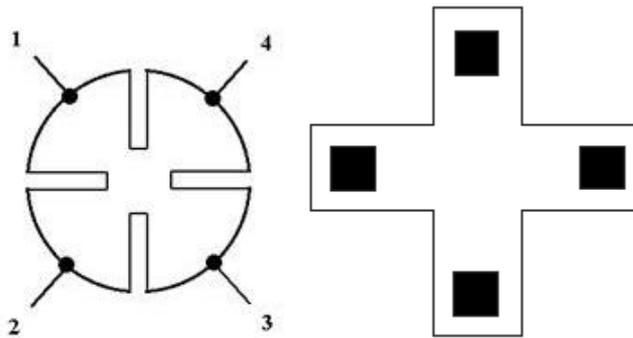


Figura 2.10: Struttura Cloverleaf a sinistra e croce greca a destra

I risultati di magnetoresistenza sono stati ottenuti sfruttando la geometria “Current In Plane of the layer” (C.I.P.), in cui la corrente viene fatta scorrere la corrente parallelamente al piano degli strati.

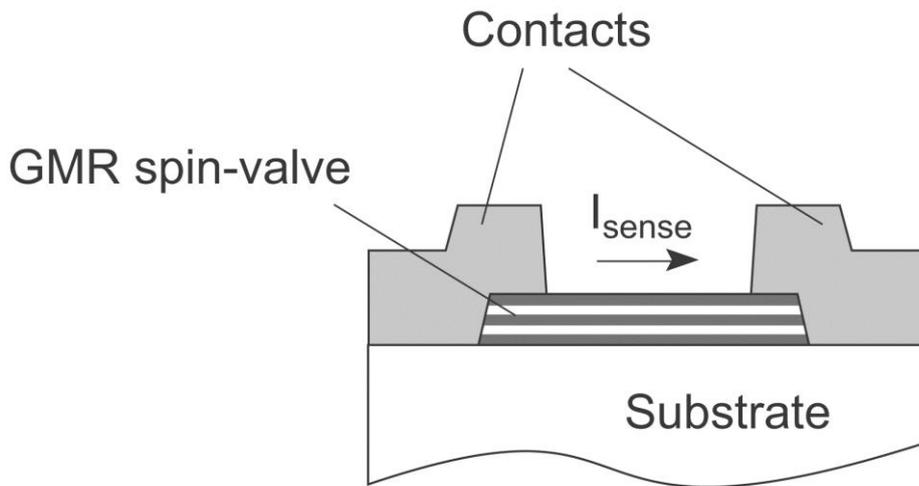


Figura 2.11: Geometria CIP

Le quattro punte sono state disposte lungo i vertici di un quadrato, centrato nel campione di forma semicircolare; questa struttura non è quella migliore dal punto di della propagazione degli errori, ma è comunque accettabile².

Applicando al campione un campo magnetico esterno parallelo al verso della corrente e le quattro punte, è stato possibile raccogliere tutti i dati necessari a descrivere l'effetto GMR delle valvole di spin, riportato nella sezione dei dati sperimentali.

2.3 MAGNETOMETRO SQUID

Per studiare la variazione del momento magnetico nelle valvole di spin è necessario disporre di uno strumento in grado di percepire campi in un range di circa $10^{-4} emu$.

Per raggiungere tali prestazioni, si è sfruttato un sistema MPMS (Sistema di Misura delle Proprietà Magnetiche) formato da diversi sistemi:

- sistema di controllo della temperatura: controllo di precisione per la temperatura nel range da 2 a 400 Kelvin;
- sistema di controllo magnetico costituito da un magnete superconduttore per creare un campo magnetico di elevata intensità
- sistema superconduttore SQUID
- sistema di ancoraggio del campione
- sistema computerizzato di analisi.

Il cuore del sistema è lo SQUID che a sua volta è costituito di varie parti:

- una spira di misura superconduttrice accoppiata induttivamente al campione;
- un dispositivo superconduttore di interferenza quantistica (SQUID) collegato alla spira;
- uno schermo magnetico superconduttore che circonda lo SQUID.

Il magnetometro SQUID, usato per misure di campo magnetico e di magnetizzazione, ha come limite inferiore di sensibilità $10^{-7} emu$. Una misura è effettuata muovendo il campione attraverso delle spire superconduttrici, che sono localizzate all'esterno della camera del campione e al centro del magnete. Se il campione si muove attraverso le spire, il suo momento magnetico induce una corrente elettrica nelle spire di misura.

Poiché le spire e i fili di connessione formano un circuito superconduttore chiuso, qualsiasi cambiamento del flusso magnetico nelle spire produce un cambiamento della corrente nel circuito di misura, che è proporzionale al cambiamento di flusso magnetico.

Lo SQUID funziona essenzialmente come un convertitore corrente-tensione molto sensibile, la variazione nella corrente nelle spire produce una variazione corrispondente nel voltaggio d'uscita dello SQUID che è proporzionale al momento magnetico nel campione. Il sistema può essere accuratamente calibrato usando come riferimento un cilindretto di palladio di cui sono note sia la massa che la suscettività magnetica.

A causa dell'estrema sensibilità dello SQUID, il campo magnetico generato dal magnete e quello presente nel laboratorio, quando lo SQUID e lo schermo superconduttore sono

raffreddati per la prima volta alla temperatura dell'elio liquido, provocano disturbi al sensore che deve essere schermato.

La schermatura è prodotta da uno schermo superconduttore.

Le spire di misura sono posizionate al centro del magnete superconduttore fuori dalla camera del campione così il campo magnetico dal campione è accoppiato induttivamente alle spire se il campione si muove attraverso di loro. Le spire sono quattro e sono accoppiate in una configurazione del second'ordine gradiometrico.

Questo tipo di configurazione riduce il rumore nel circuito di misura causato dalle fluttuazioni del campo magnetico del magnete superconduttore.

Il sistema MPMS utilizza un magnete superconduttore in configurazione solenoidale. Il vantaggio di questo tipo di magnete è la possibilità di utilizzare un campo di elevata intensità (5 Tesla) ma soprattutto stabile, poiché è costruito come un circuito superconduttore chiuso, che permette di caricare il magnete alla corrente desiderata e operare durante la misura in modo persistente.

Per eseguire le misure il campione è montato in un astuccio che è attaccato all'estremità di una bacchetta rigida. La bacchetta entra nello spazio del campione attraverso uno speciale tipo di doppio sigillo che le permette di essere guidata da un meccanismo esterno alla camera. L'estremità superiore della bacchetta è collegata ad una piattaforma di controllo che è usata per guidare il campione attraverso le spire in una serie di piccoli passi.

Un cambiamento della posizione del campione causa un cambiamento nel flusso all'interno delle spire, in modo da cambiare la corrente nel circuito superconduttore. Poiché il circuito è interamente superconduttore, la corrente non decade come in un normale conduttore. Durante la misura il campione è fermato in un dato numero di posizioni sulla specifica scala di lunghezza e, ad ogni fermata, sono misurati e mediati una serie di valori di tensione SQUID. La scansione completa può essere eseguita un certo numero di volte e il segnale mediato per migliorare il segnale dal rumore.

Il segnale d'uscita può essere analizzato in diversi modi. Nel metodo dello scan completo, l'area sottostante la curva di tensione in funzione della posizione è proporzionale al momento magnetico. Questo metodo richiede una buona centratura del campione all'interno delle spire e un tempo d'analisi più lungo. Il metodo della regressione lineare, invece,

esegue un fit del segnale con il segnale teorico di un dipolo usando un algoritmo di regressione lineare.

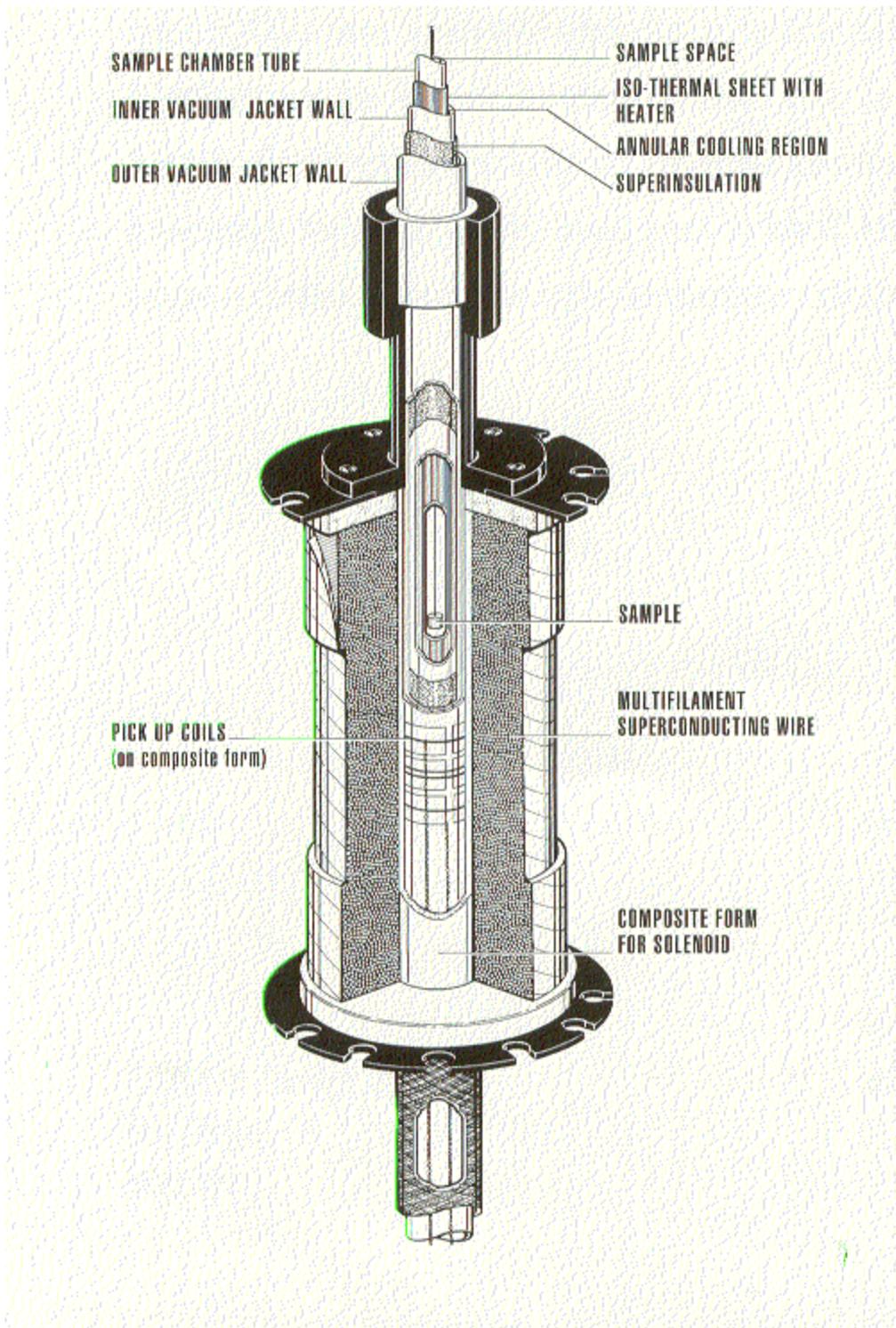


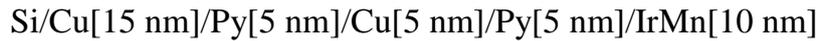
Figura 2.12: camera del magnetometro S.Q.U.I.D.

CAPITOLO 3 : RISULTATI E DISCUSSIONE

In questo capitolo verranno illustrate le specifiche tecnologiche e il comportamento di due sistemi di tipo spin valve semplice, uno con struttura top (vedi figura 1.21 (a)) ed uno con struttura bottom (vedi figura 1.21 (b)), realizzate durante l'attività di laboratorio.

3.1 DESCRIZIONE DEI CAMPIONI

La Spin valve a struttura top, indicata con la sigla SVT è stata cresciuta su un substrato di silicio, ed è composta dai seguenti strati:



La Spin valva a struttura bottom, indicata con la sigla SVB è stata anch'essa cresciuta su un substrato di silicio, ed è composta dai seguenti strati:



3.2 COMPORTAMENTO DELLA SPIN VALVE

In tutti i seguenti grafici, sono riportate in ascissa il campo magnetico H, in ordinata sinistra il momento magnetico, ed in ordinata destra la variazione di magnetoresistenza, definita come

$$GMR(\%) = \frac{[MR(H) - MR(H_{max})]}{MR(H_{max})} \cdot 100$$

L'andamento della magnetoresistenza è tracciato in blu, quello del momento magnetico in nero. Si illustra ora il comportamento del campione SVT, analizzando prima il ciclo di isteresi magnetica che va dalla saturazione positiva a quella negativa, e viceversa.

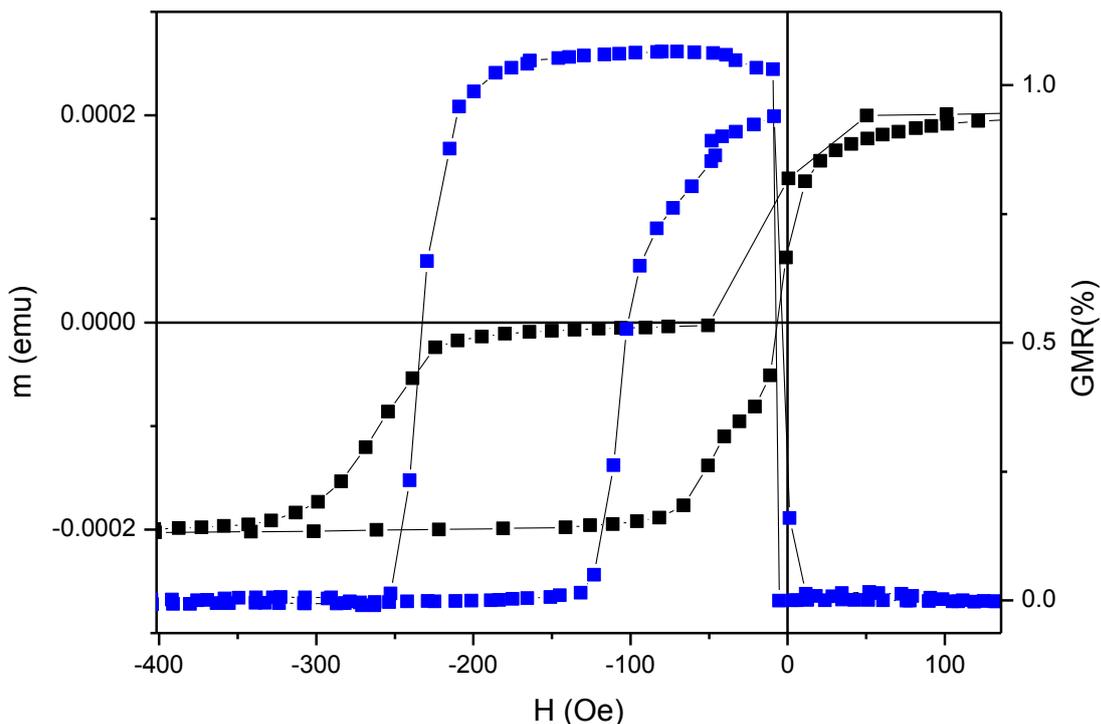


Figura 3.1: Andamento della variazione percentuale della GMR (in blu) e del ciclo di isteresi (in nero) al variare del campo magnetico su un ciclo completo, per il campione SVT

Inizialmente viene applicato un campo, in direzione collineare a quella dell'asse facile di magnetizzazione; per $\vec{H}_m > 100 \text{ Oe}$ si ottiene il valore di saturazione del momento magnetico, che si assesta intorno ai $\vec{m}_{sat} \approx 2 \cdot 10^{-4} \text{ emu}$.

In questo intervallo di campo, il valore della resistenza si mantiene pressoché invariato.

Per $-50 \text{ Oe} < H < 50 \text{ Oe}$, lo strato di *Py* ferromagnetico libero inverte la sua direzione disponendosi antiparallelemente al *Py* pinnato; la resistenza diventa massima, aumentando quasi del 1,1%, mentre la magnetizzazione totale diventa quasi nulla. La situazione si mantiene stabile al diminuire del campo applicato fino a -200 Oe .

Nell'intervallo $-300 \text{ Oe} < H < -200 \text{ Oe}$, lo strato ferromagnetico pinnato effettua la rotazione nel verso del campo applicato, terminata la quale ritorna parallelo allo strato libero; la resistenza crolla nuovamente, e il materiale si satura in senso opposto per $-\vec{m}_{sat}$, per valori di $-\vec{H}_m \approx -400 \text{ Oe}$ (figura 3.2).

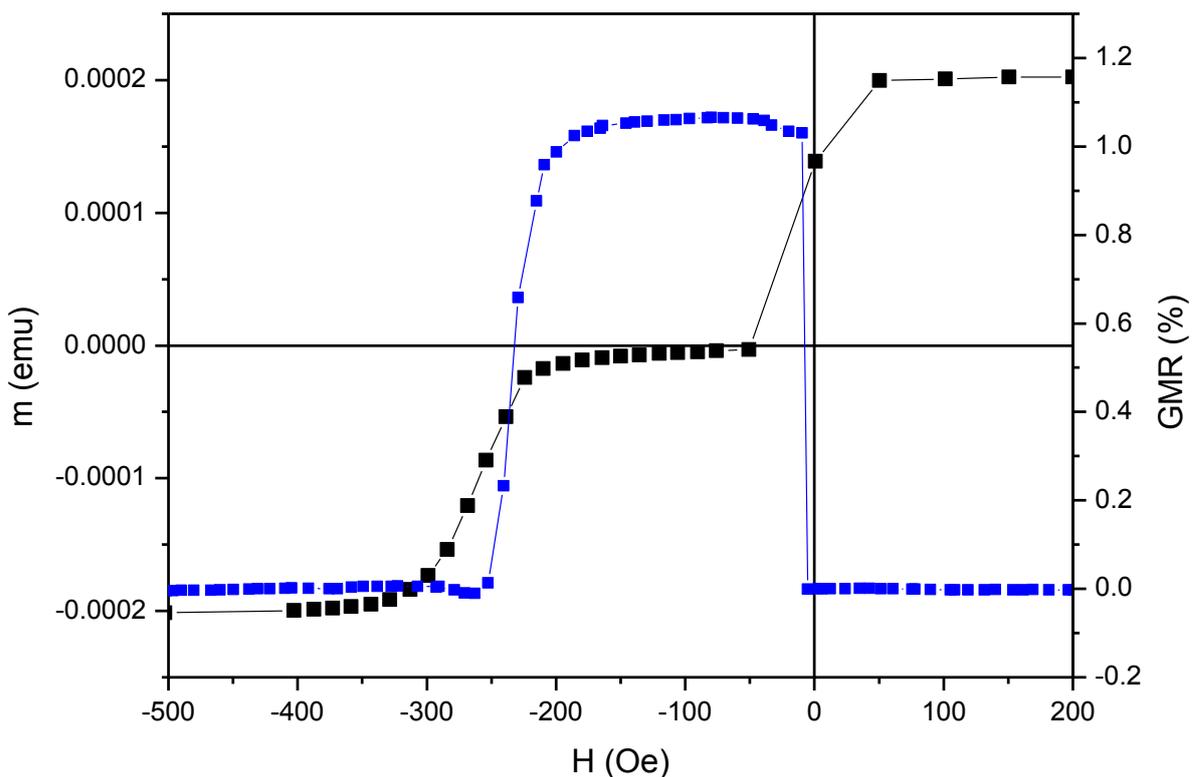


Figura 3.2: Semiciclo di isteresi, a partire da saturazione positiva (SVT)

Invertiamo ora la magnetizzazione esterna, passando dal un campo di esterno $-\vec{H}_m$ ad \vec{H}_m , compiendo il semiciclo inverso (figura 3.3).

Fino a valori di $H < -100 \text{ Oe}$, il momento del materiale rimane perlopiù costante al valore di saturazione $-\vec{m}_{sat}$, a causa della magnetizzazione negativa residua dello strato ferromagnetico pinnato; le direzioni di magnetizzazione dello strato libero e di riferimento rimangono collineari, e la resistenza costante.

Per $-130 \text{ Oe} < H < 0 \text{ Oe}$, lo strato pinnato inverte la sua direzione, posizionandosi progressivamente lungo il suo asse facile. Il momento magnetico decresce in modulo, e la resistenza aumenta dell' 1% circa.

Per $0 < H < 100 \text{ Oe}$, lo strato di *Py* si orienta lungo la direzione del campo esterno, ponendosi parallelamente allo strato di riferimento; la resistenza crolla bruscamente, e il momento magnetico raggiunge il livello di saturazione \vec{m}_{sat} .

Notare come la larghezza dell'intervallo in cui gli strati sono antiparalleli nel semiciclo di ritorno ($-50 \text{ Oe} < H < 0 \text{ Oe}$) sia molto più stretto di quello dell'andata

($-250 \text{ Oe} < H < 0 \text{ Oe}$), diretta conseguenza del ciclo di isteresi dello strato ferromagnetico pinnato.

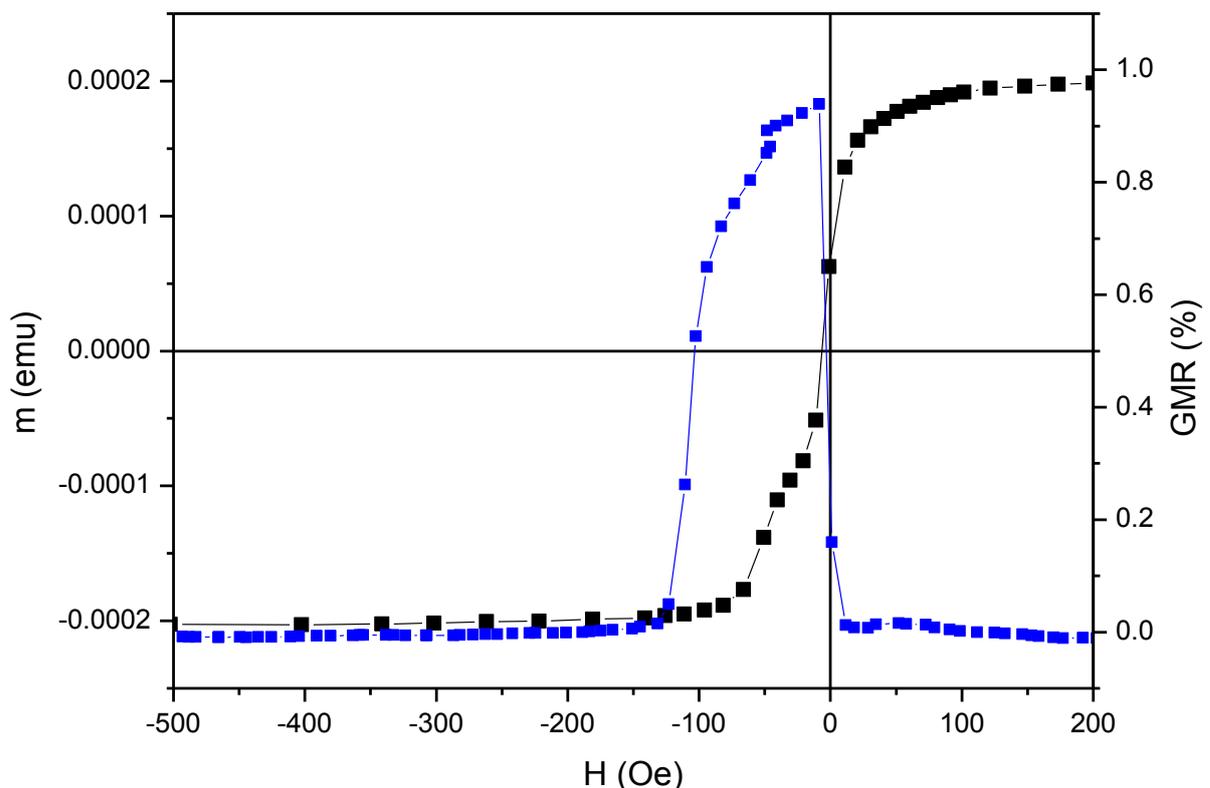


Figura 3.3 : Semiciclo di isteresi, a partire da saturazione negativa (SVT)

Si descrive ora il campione SVB.

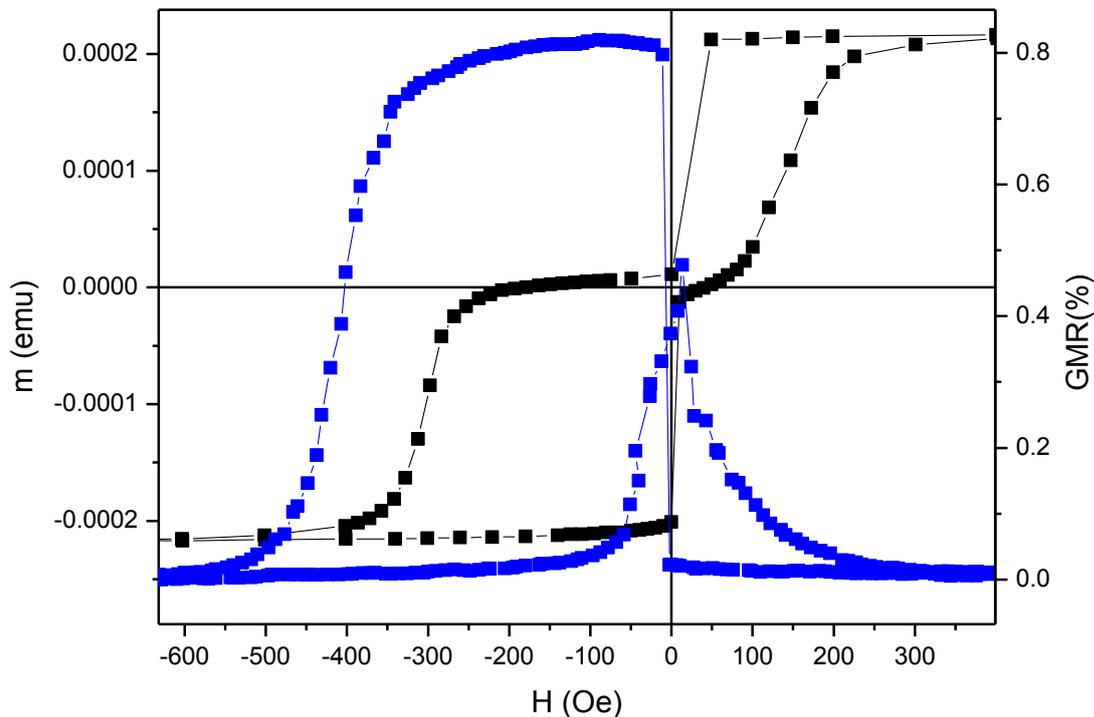


Figura 3.4: Andamento della variazione percentuale della GMR (in blu) e del ciclo di isteresi (in nero) al variare del campo magnetico su un ciclo completo, per il campione SVB

La valvola SVB mostra un andamento nel semiciclo a saturazione positiva (figura 3.5) sostanzialmente simile a quello del SVT; l'incremento di magnetoresistenza massimo è minore, sull'0,8% e si mantiene per un intervallo di campo $-350 \text{ Oe} < H < 0 \text{ Oe}$.

I valori di \vec{m}_{sat} e $-\vec{m}_{sat}$ sono analoghi a quelli della SVT, e vengono raggiunti rispettivamente per campi di $\vec{H}_m \approx 50 \text{ Oe}$ ed $-\vec{H}_m \approx -500 \text{ Oe}$

Il semiciclo a saturazione negativa (figura 3.6) mostra un andamento decisamente più anomalo. Lo strato libero di Py si satura con un campo molto più grande di quello del ciclo di andata, e questo si traduce in una asimmetria del ciclo GMR. Inoltre, quando il sistema è saturato negativamente la resistenza dovrebbe andare a zero, mentre in questo caso è ancora molto alta. L'origine dell'anomalia è da attribuirsi ad un processo di rilassamento magnetico intercorso tra la misura del ciclo e quella di GMR.

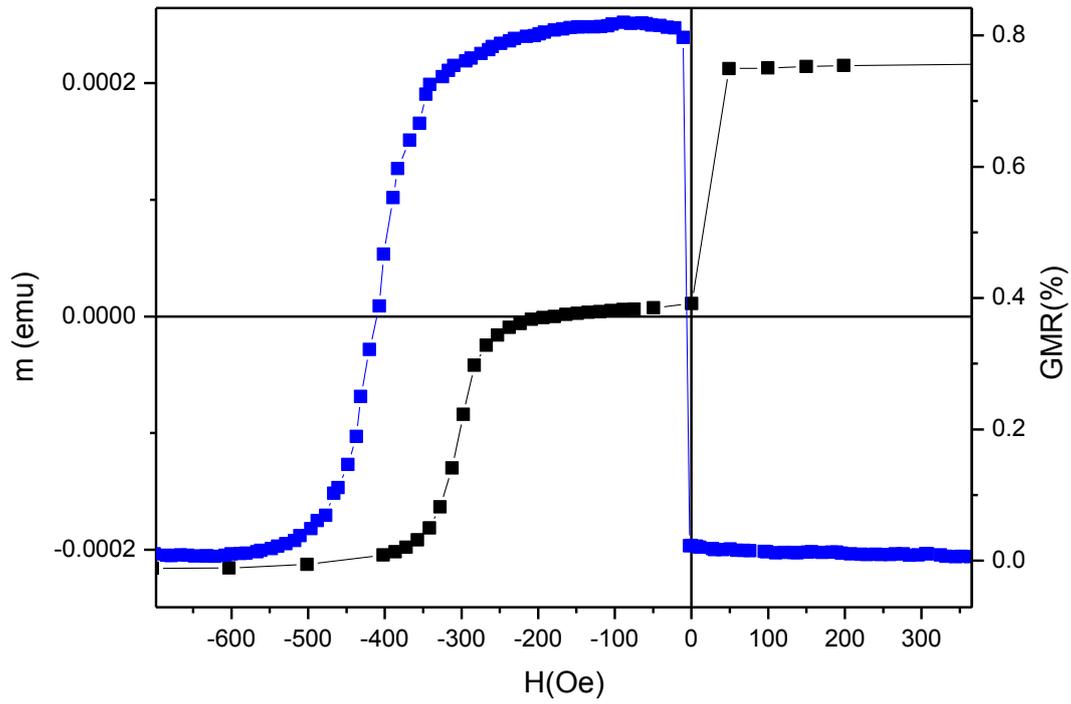


Figura 3.5 : Semiciclo di isteresi, a partire da saturazione positiva (SVB)

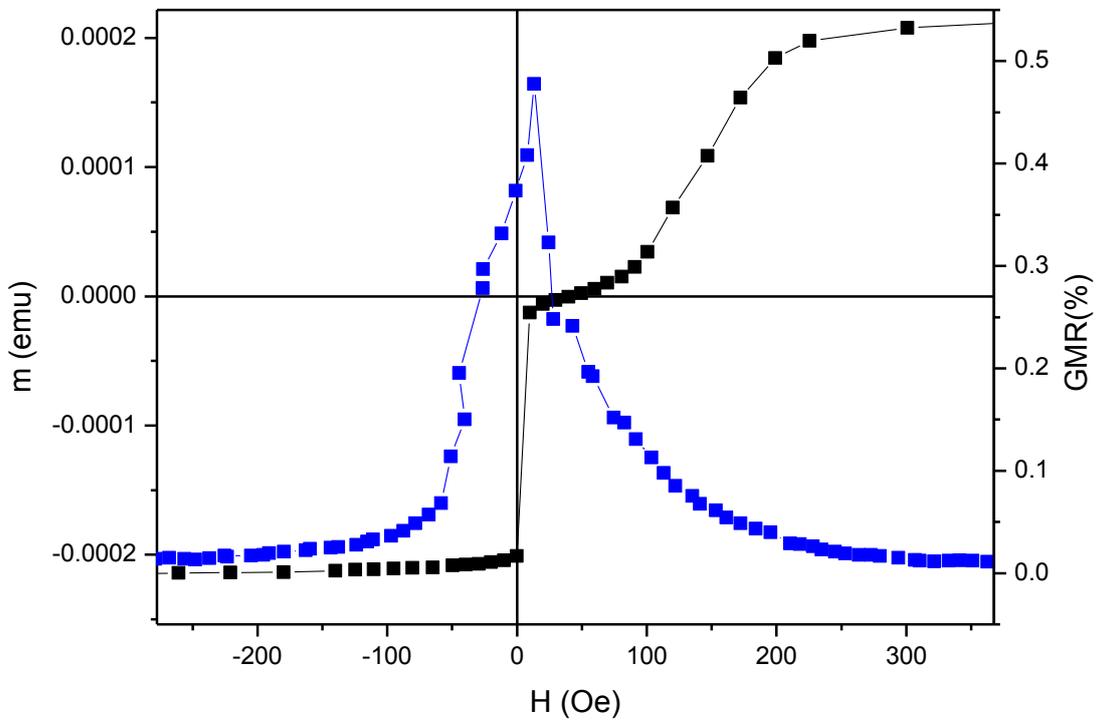


Figura 3.6 : Semiciclo di isteresi, a partire da saturazione negativa (SVB)

Entrambi i campioni mostrano chiaramente l'effetto di GMR. L'entità della variazione magnetoresistiva a temperatura ambiente risulta intorno all'1% , leggermente maggiore in SVT rispetto a SVB.

Questo valore risulta essere dello stesso ordine di grandezza di quello misurato nei primi dispositivi spin valve realizzati da Dieny et al., utilizzando come AFM la fase FeMn^{24} . In particolare, lungo il ramo discendente del ciclo di magnetoresistenza, tale variazione si verifica all'interno di un intervallo di valori del campo magnetico applicato di soli 10 Oe.

Si tratta, pertanto di un risultato decisamente soddisfacente che potrà essere ulteriormente migliorato soprattutto attraverso una ottimizzazione degli spessori dei diversi strati che compongono la spin valve.

Nel caso dei nostri campioni, in cui la fase AFM è IrMn, si è ottenuto uno shift molto marcato del ciclo di isteresi relativo allo strato di riferimento, superiore a 100 Oe.

In particolare, nel ciclo di magnetizzazione del campione SVT, i due loop di magnetizzazione relativi allo strato libero e di riferimento sono perfettamente distinguibili.

In altre parole, i processi di inversione della magnetizzazione nei due strati avvengono in regioni di campo ben distinte.

Grazie a ciò, l'intervallo di valori di campo negativi in cui risulta stabile la configurazione antiparallela dei vettori di magnetizzazione dei due strati di NiFe è molto ampia, cosa che garantisce una buona operatività del dispositivo spin valve. In SVT, tale intervallo è di circa 200 Oe (fig.3.1).

Il campione SVB mostra un comportamento leggermente anomalo per alcuni aspetti. Innanzitutto il loop relativo allo strato di riferimento non è completamente shiftato nella regione di campi negativi. Di fatto, l'andamento del ramo ascendente della curva di magnetizzazione rivela chiaramente che il processo di inversione della magnetizzazione nello strato di riferimento si conclude per $H \sim -400$ Oe (fig. 3.4).

Inoltre, relativamente ai rami discendenti dei semicicli mostrati in fig. 3.4, come già accennato in precedenza, il valore di resistenza risulta ancora alto per $H \sim -400$ Oe, mentre il ciclo di magnetizzazione è già prossimo alla completa saturazione. Questo effetto è stato imputato a processi di rilassamento magnetico degli spin della fase AFM avvenuti nel tempo intercorso fra la misura SQUID e la misura GMR, che è stato di circa due settimane. Infatti, come già osservato in campioni simili, tali effetti di rilassamento portano ad un aumento dell'effetto di exchange bias, cioè un aumento dello shift del ciclo di isteresi dello strato pinnato. Per tutti questi motivi, il comportamento magnetico del campione SVB appare meno soddisfacente. Tuttavia, in questo campione, l'intervallo di valori di campo in cui è stabile la configurazione antiparallela dei vettori magnetizzazione è più ampio che in SVT, più di 300 Oe.

CONCLUSIONI

Il lavoro di tesi ha riguardato la produzione e caratterizzazione magnetica e magnetoresistiva di un dispositivo spin valve, realizzato in due diverse configurazioni, essenzialmente composto da due strati FM separati da uno spaziatore metallico NM, in cui la direzione della magnetizzazione di uno dei layer FM (*reference layer*), è fissata mediante accoppiamento di scambio all'interfaccia con uno strato AFM adiacente.

Mediante DC Magnetron sputtering, tecnica ideale per depositare strati di pochi nanometri di elementi o composti diversi, spesso immiscibili tra di loro, sono state depositati due campioni: uno con struttura top (SVT), composta da

Si/Cu[5 nm]/Py[5 nm]/Cu[5 nm]/Py[5 nm]/IrMn[10 nm], ed uno con struttura bottom (SVB), di composizione Si/Cu[5 nm]/IrMn[10 nm]/Py[5 nm]/Cu[5 nm]/Py[5 nm].

Lo studio dei cicli di isteresi magnetica è stato eseguito mediante magnetometro SQUID. La forma dei cicli, tipica di questo tipo di dispositivi, è caratterizzata dalla presenza di due contributi magnetici relativi al layer di riferimento e al layer libero.

In entrambi i campioni si è ottenuto uno shift molto marcato del ciclo di isteresi relativo allo strato di riferimento, superiore a 100 Oe; in particolare, nel ciclo di magnetizzazione del campione SVT, i due loop di magnetizzazione relativi allo strato libero e di riferimento sono perfettamente distinguibili e ciò comporta che l'intervallo di valori di campo negativi in cui risulta stabile la configurazione antiparallela dei vettori di magnetizzazione dei due strati di NiFe è molto ampia, circa 200 Oe, cosa che garantisce una buona operatività del dispositivo spin valve. Il campione SVB appare meno soddisfacente, perché il loop relativo allo strato di riferimento non è completamente shiftato nella regione di campi negativi, tuttavia l'intervallo di valori di campo in cui è stabile la configurazione antiparallela dei vettori magnetizzazione è più ampio che in SVT, più di 250 Oe.

La caratterizzazione magnetoresistiva, svolta con metodo van der Prawn o delle quattro punte in geometria CIP, ha mostrato chiaramente il fenomeno della Magnetoresistenza Gigante (GMR) in entrambi i campioni. A temperatura ambiente, la variazione massima di resistenza è dell'ordine del punto percentuale, leggermente più elevata in SVT che in SVB, e si verifica all'interno di un intervallo di valori del campo magnetico applicato di soli 10 Oe.

In conclusione, i due campioni realizzati sono dispositivi spin valve perfettamente funzionanti, in cui i fenomeni di GMR ed exchange bias sono ben riscontrabili. Le prestazioni dei due dispositivi appaiono soddisfacenti, ma possono sicuramente essere migliorate. In particolare, si deve cercare di produrre un dispositivo che possieda le migliori caratteristiche di SVT e SVB: un comportamento magnetico caratterizzato dall'inversione della magnetizzazione dei due layer FM in regioni di campo ben distinte, un ampio intervallo di valori di campo in cui sia stabile la configurazione antiparallela dei vettori magnetizzazione e, ovviamente, una marcata risposta magnetoresistiva.

Questo si potrà ottenere attraverso uno studio sistematico volto soprattutto ad ottimizzare le caratteristiche strutturali dei campioni, a cominciare dagli spessori dei diversi strati.

Vorrei ringraziare la Dott.ssa Lucia Del Bianco (Università di Bologna) e la Dott.ssa Melissa Tamisari (Università di Ferrara) per avermi dato l'opportunità di svolgere la tesi con loro, e per tutto l'aiuto fornito durante la stesura della medesima, e il Dott. Federico Spizzo (Università di Ferrara) responsabile del laboratorio di Materiali Magnetici di Ferrara, per la pazienza e il supporto dato durante la parte sperimentale della tesi.

A tutti voi grazie, lavorare con voi è stato un piacere.

BIBLIOGRAFIA

- ¹ Die Galvanische Kette Mathematisch bearbeitet pp 181, 202
- ² N. W. Ashcroft and N. D. Mermin, Solid State Physics, (Holt, Rinehart, and Winston, New York, 1976), pp. 6-8.
- ³ Vedi riferimento 2, pp 250-251
- ⁴ Vedi riferimento 2 pp 523-527
- ⁵ C. Kittel, Introduction to Solid State Physics, 6th ed. (Wiley, New York, 1986), p. 145.
- ⁶ T. Ladd. A Survey of Magnetoresistance, Harvey Mudd College, 1997 (unpublished).
- ⁷ P. Rider, Magnetotransport Studies of Cobalt-Silver Thin Films, University of Minnesota (1989).
- ⁸ A.M. Simpson, I. Phys. F3, 1471 (1973).
- ⁹ W. A. Reed and E. Fawcett, Phys. Rev. 136, A422 (1964).
- ¹⁰ H.H. Potter, Proc. Roy. Soc. A 132, 560 (1931).
- ¹¹ M.N. Baibich, J.M. Broto, A. Fert, F. Nguyen Van Dau, F. Petroff, P. Etienne, G. Creuzet, A. Frederick and J. Cjzelas, Phys. Rev. Lett. 61, 2472 (1988).
- ¹² P. Bruno, J. Phys: Cond. Mat. 11, 9403 (1999).
- ¹³ R.L. White, IEEE Trans. Magn. 28, 2482 (1992).
- ¹⁴ Novel Magnetoelectronic Materials and Devices – Reinder Coehoorn Lecture Notes 2003, pp. 10-12
- ¹⁵ D.M. Edwards, J. Mathon, and R. Bechara Muniz, IEEE Trans. Magn. 27, 3548(1991).
- ¹⁶ B. K. Tanner, Introduction to the Physics of Electrons in Solids. (Cambridge University Press, Cambridge, 1995), pp. 186-206.
- ¹⁷ C. Kittel, Introduction to Solid State Physics, 6th ed. (Wiley, New York, 1986), pp. 448-456
- ¹⁸ W. H. Meiklejohn and C. P. Bean, Phys. Rev. 102, 1413 (1956).
- ¹⁹ W. H. Meiklejohn and C. P. Bean, Phys. Rev. 105, 904 (1957).
- ²⁰ Novel Magnetoelectronic Materials and Devices – Reinder Coehoorn Lecture Notes 2003, pp. 13-14
- ²¹ M. A. Lieberman and A. J. Lichtenberg Principles of Plasma Discharges and Materials Processing Second. Edition (John Wiley and Sons, 2005)
- ²² L.J. van der Pauw, A method of measuring the resistivity and Hall coefficient on lamellae of arbitrary shape (PDF) in Philips Technical Review, vol. 20, 1958, pp. 220–224.
- ²³ L.J. van der Pauw, A method of measuring specific resistivity and Hall effect of discs of arbitrary shape in Philips Research Reports, vol. 13, 1958, pp. 1–9.
- ²⁴ B. Dieny et al., Phys. Rev. B 43, 1297 (1991)].