

Universidad de Oviedo (Dpto. de Física)

Efectos de confinamiento por nanoestructuración en láminas magnéticas con anisotropía perpendicular

Tesis Doctoral (Programa de Física de la Materia Condensada y Nanotecnología)

> Presentada por: Aurelio Hierro Rodríguez

Directores: Luis Manuel Álvarez Prado José María Alameda Maestro

> Facultad de Ciencias Oviedo, 2012

Índice General.

| 1. | Introducción. | 1 |
|----|--|-----|
| 2. | Técnicas Experimentales. | 5 |
| | 2.1. Crecimiento de Láminas Delgadas. | 6 |
| | 2.2. Técnicas de Litografía. | 10 |
| | 2.2.1. Litografía Óptica. | 11 |
| | 2.2.2. Litografía Electrónica. | 13 |
| | 2.3. Técnica de Ataque Seco. | 19 |
| | 2.4. Técnicas de Caracterización. | 23 |
| | 2.4.1. Técnicas de Microscopia de Sonda (SPM). | 24 |
| | 2.4.2. Técnicas de caracterización Magneto-Óptica. | 30 |
| | 2.4.2.1. Sistema de caracterización de Láminas. | 35 |
| | 2.4.2.2. Sistema de caracterización de Nanoestructuras. | 37 |
| | 2.4.2.3. Microscopia Kerr. | 40 |
| 3. | <u>Fabricación de láminas magnéticas nanoestructuradas de NdCo₅ con</u> | |
| | anisotropía perpendicular. | 44 |
| | 3.1. Láminas continuas de NdCo ₅ . | 45 |
| | 3.1.1. Propiedades Magnéticas. | 47 |
| | 3.1.2. Efectos del proceso de litografía electrónica. | 55 |
| | 3.2. Proceso de Fabricación de Nanoestructuras de NdCo ₅ . | 59 |
| | 3.2.1. Desarrollo del Proceso. | 60 |
| | 3.2.2. Fabricación de Nanoestructuras. | 64 |
| 4. | <u>Análisis de Láminas Nanoestructuradas de NdCo₅.</u> | 79 |
| | 4.1. Muestra con estructura topográfica suave (D≈12nm). | 83 |
| | 4.1.1. Caracterización Magneto-Óptica Global. | 83 |
| | 4.1.2. Caracterización por MFM. | 88 |
| | 4.1.2.1. Ciclos de Histéresis. | 91 |
| | 4.1.2.2. Rotación de Bandas. | 111 |
| | 4.2. Muestra con estructura topográfica acusada (D≈28nm). | 122 |
| | 4.2.1. Caracterización Magneto-Óptica. | 123 |
| | 4.2.2. Caracterización de los procesos de inversión de la imanación por | |

| | MFM. | 129 |
|----|--|-----|
| 5. | Sistema de Microscopia de Barrido Óptica de Campo Cercano con | |
| | <u>capacidades Magneto-Ópticas (MO-SNOM).</u> | 154 |
| | 5.1. Equipo MO-SNOM. | 157 |
| | 5.1.1. Instrumentación y Medida. | 159 |
| | 5.2. Mejoras y Rediseño del Sistema Experimental. | 164 |
| | 5.3. Resultados. | 171 |
| 6. | Desarrollo de un código computacional para la simulación de la interacción | |
| | Radiación - Materia en el rango visible. | 176 |
| | 6.1. 1D-FDTD. | 179 |
| | 6.1.1. Medios Dispersivos. | 188 |
| | 6.2. 2D-FDTD. | 195 |
| | 6.2.1. Metales Magneto-Ópticos. | 196 |
| | 6.2.2. Condiciones de Frontera en 2D. | 203 |
| | 6.2.3. Simulaciones. | 212 |
| 7. | Conclusiones Generales. | 226 |
| 8. | Referencias por Capítulo. | 231 |
| 9. | <u>Apéndices.</u> | 241 |
| | Apéndice 1: Programa para la corrección de los efectos pares en las | |
| | <u>curvas de imanación medidas por MOKE en muestras con PMA.</u> | 242 |
| | Apéndice 2: Vectorización del código 2D-FDTD para la optimización | |
| | de la velocidad de cálculo. | 248 |

<u>Capítulo 1.</u>

Introducción

El potencial de la nanociencia y la nanotecnología y su impacto en la forma de vida de nuestra sociedad, ha sido planteada como una nueva revolución industrial. Las gran repercusión de estas disciplinas a todos los niveles es debido a que no pueden entenderse en un campo único, sino que afectan a todas las ramas científicas actuales, desde la biología y la medicina, hasta la ciencia de materiales. En este contexto, el estudio de las propiedades de sistemas nanoestructurados es fundamental, debido a que estos conforman los bloques básicos para entender y aplicar la nanociencia y la nanotecnología.

En el caso del magnetismo, estos bloques básicos consisten en sistemas magnéticos nanoestructurados, los cuales han demostrado ser muy interesantes desde un punto de vista fundamental, y también enfocados a sus aplicaciones tecnológicas. De este modo los estudios realizados en sistemas de multicapas magnéticas acopladas, han llevado al descubrimiento de la magneto-resistencia gigante, empleando dicho fenómeno para implementar dispositivos sensores, los cuales se encuentran en todas las cabezas lectoras de los discos duros, repercutiendo profundamente en el avance del desarrollo de dispositivos de almacenamiento de información [1-5].

No solo es interesante el estudio de sistemas continuos con una nanoestructuración en espesor (multicapas magnéticas), sino que gracias a las actuales técnicas de litografía y nanofabricación es posible fabricar conjuntos de elementos magnéticos con formas arbitrarias y tamaños laterales del orden de $10^{1}-10^{2}$ nm, en los que el comportamientos de todo el sistema está condicionado por el acoplamiento entre cada uno de sus elementos [6-8].

En un punto intermedio entre los sistemas magnéticos continuos y los conjuntos de elementos magnéticos aislados se encuentran los sistemas de multicapas magnéticas laterales [9-11], los cuales se caracterizan por ser sistemas continuos y poseer una nanoestructuración a lo largo de su superficie, la cual puede ser estructural, de sus propiedades magnéticas o ambas (fig.1.1).



Fig.1.1 Esquema de diferencias entre multicapas magnéticas continuas, sistemas de nanoestructuras aisladas y multicapas magnéticas laterales.

Estas estructuras magnéticas laterales combinan efectos de confinamiento y acoplamiento entre regiones próximas, de forma similar a los sistemas de multicapas magnéticas convencionales conformadas en geometría vertical (según orden de depósito).

La fabricación y caracterización de multicapas magnéticas laterales conformadas por una aleación amorfa de NdCo₅ será el tema fundamental de esta tesis, donde la elección de este material viene condicionada por poseer anisotropía magnética perpendicular (PMA), la cual redunda en la aparición de estructuras de dominios magnéticos a bandas [12,13]. Esta configuración de la imanación es debida a la competición existente entre los distintos términos asociados a la energía magnética del sistema, de forma que la estructura estable consiste en una alternancia periódica de la componente imanación fuera del plano de la muestra [14,15] (fig.1.2).



Fig.1.2 Imagen de Microscopia de Fuerza Magnética (MFM) (a), perfil de la señal magnética a lo largo de la línea indicada (b) y modelo de la configuración de la imanación en la muestra para conformar la estructura de bandas (c).

Como se observa en la imagen de Microscopia de Fuerza Magnética (MFM) de la figura 1.2 (a), la estructura de dominios posee un periodo característico el cual es del orden del doble del espesor de la lámina que los contiene.

Mediante una nanoestructuración lateral en forma de zanjas con periodos estructurales del orden del periodo de los dominios magnéticos a bandas y diferentes profundidades, se estudiarán los efectos de acoplamiento entre la red de bandas magnéticas y la estructura topográfica transferida, no solo desde el punto de vista del magnetismo, sino también interpretando el sistema de dominios a bandas confinado estructuralmente, como una red tensionada [16-18].

Para este propósito se estudiarán las propiedades magnéticas colectivas de cada patrón mediante técnicas de análisis magneto-ópticas, y también se observará la evolución local de los sistemas de dominios a bandas en función del campo magnético externo, empleando un MFM con capacidad de aplicación de campo magnético en el plano.

Mediante el MFM se es sensible indirectamente a la configuración de la imanación cuya componente apunta fuera del plano de la muestra, con lo que al estudiar los procesos de inversión de la imanación empleando esta técnica, se está observando la evolución de dicha componente; sin embargo una caracterización cualitativa mediante este sistema es complicada, debido a que el sensor empleado (la punta) se ve afectado por el campo externo, con lo que aislar el comportamiento de la muestra requiere de un calibrado previo del comportamiento de la punta. Una herramienta ideal para realizar un estudio cuantitativo de los procesos de inversión de la imanación en régimen local es el sistema de Microscopia de Barrido Óptico de Campo Cercano con

capacidad Magneto-Óptica (MO-SNOM) [19-21], el cual combina la ultra-resolución óptica de un microscopio de campo próximo más allá del criterio de Rayleigh (resoluciones de hasta $\Delta x \approx \lambda/20$), con la versatilidad para la caracterización de las propiedades magnéticas mediante el empleo de efectos magneto-ópticos. Además, la naturaleza de la sonda empleada (la luz) posibilita la no perturbación de la configuración magnética de la muestra, a diferencia de lo que sucede en el MFM.

Para llevar a cabo este tipo de análisis, durante la tesis se ha rediseñado y puesto a punto un sistema de microscopia de estas características, pero debido al tiempo requerido para su construcción, no ha sido posible emplearlo para realizar los estudios locales complementarios a las medidas de MFM en las láminas nanoestructuradas de NdCo₅.

Por último, y como herramienta de soporte teórico al sistema de medida MO-SNOM, se ha desarrollado un código computacional para la simulación de la interacción Radiación - Materia, el cual permite resolver las ecuaciones de Maxwell mediante diferencias finitas en dominio de tiempo (FDTD) [22-24]. Al estar enfocado el código a un sistema experimental con sensibilidad magneto-óptica, esta interacción ha sido introducida en el mismo, permitiendo simular experimentos en los que se interactúe con materiales de esta índole.

<u>Capítulo 2.</u>

Técnicas Experimentales

A lo largo de este capítulo se expondrán y explicarán introduciendo ejemplos las diferentes técnicas experimentales utilizadas durante el desarrollo de esta tesis, separándolas en las que se corresponden a técnicas empleadas en la fabricación y las que se dedican a la caracterización y estudio de las propiedades de las muestras fabricadas.

2.1 Crecimiento de Láminas Delgadas

Todas las muestras fabricadas durante el desarrollo de esta tesis han sido fabricadas mediante la técnica de pulverización catódica. Esta técnica ya se conoce desde principios del siglo XX, y se basa en conseguir evaporar un material sólido, en entorno de vacío, a partir del arrancado de átomos de su superficie mediante erosión, siendo esta erosión producida por el bombardeo de la superficie del material con iones de un gas acelerados [1]. Al encontrarse los átomos del blanco en estado gaseoso en el interior de la campana de vacío, estos son susceptibles de depositarse por condensación sobre la superficie de un sustrato, produciéndose así el crecimiento de una lámina del material original.

En nuestro caso el sistema de crecimiento está implementado en una campana de ultra alto vacio con presiones base del orden de ~ 10^{-9} mbar diseñada y montada por el propio grupo de investigación. Esta campana dispone de tres sistemas de pulverización catódica magnetrón, siendo el diseño magnetrón más efectivo que la pulverización catódica convencional. Las principales diferencias entre un sistema magnetrón y otro que no lo sea, es que el plasma formado por los átomos de gas ionizado y los electrones arrancados a este, es confinado mediante un campo magnético inducido por imanes permanentes sobre la superficie del blanco ($_{fig.2.1}$) aumentando la efectividad del ataque, y por tanto incrementando de este modo el ritmo de crecimiento.



Fig.2.1 Esquema de un magnetrón plano como de los que se dispone en la campana de crecimiento. El gas Ar se ioniza mediante un campo eléctrico intenso. Los iones, acelerados contra el blanco, son confinados por un campo magnético aumentando la eficiencia del ataque, y por tanto el ritmo de crecimiento.

Al disponer el sistema de tres magnetrones, la campana de crecimiento tiene una gran versatilidad permitiendo tanto el depósito de multicapas alternas, como de aleaciones de hasta tres elementos. Estas aleaciones se crecen mediante depósito simultáneo a partir de los blancos seleccionados ya que la geometría del sistema hace que los focos de los tres magnetrones coincidan en el lugar donde se encuentra el portamuestras (fig.2.2).



Fig.2.2 Esquema del sistema de crecimiento. Se observa que los focos de los tres magnetrones convergen sobre la posición de crecimiento de los sustratos, de tal forma que el ángulo de incidencia de los dos magnetrones oblicuos es de 32° con la normal al plano del sustrato.

Esta geometría particular combinación de un magnetrón en incidencia normal y otros dos oblicuos al plano del sustrato, hace que las láminas magnéticas de aleación por ejemplo colocando un blanco de magnético en la posición B y uno no magnético en la posición A, posean una anisotropía magnética uniáxica muy bien definida en el plano de la muestra, siendo la dirección de esta anisotropía perpendicular al plano de incidencia de los átomos [2].

El conjunto de las tres fuentes se encuentra montado en lo que denominaremos campana principal. Esta cámara está conectada a una cámara de carga a través de un conjunto de válvulas y una barra de transferencia que funcionan como un sistema de esclusas para mantener los buenos niveles de presión en la campana principal durante el proceso de carga y retirada de muestras (fig2.3).



Fig.2.3 Imagen del sistema de crecimiento de láminas delgadas. Se aprecian la exclusa de carga, la barra de transferencia, la cámara principal y la balanza de cuarzo.

Se utilizan sustratos de Si monocristalino pulidos sobre la orientación cristalográfica (100). Este hecho hace que las direcciones de corte fácil sean ortogonales entre sí, haciendo que el corte de los mismos sea una tarea sencilla. Los sustratos son limpiados y aclarados en baños de acetona, etanol y agua destilada en un sistema de ultrasonidos, y secados con nitrógeno seco antes de ser montados en el protasustratos del sistema.

Ya que la fabricación de aleaciones será mencionada en posteriores capítulos y que el crecimiento de láminas de un elemento se puede entender a partir de la explicación de las aleaciones, analicemos como se lleva a cabo el calibrado de las concentraciones relativas de cada uno de los elementos constituyentes. Supongamos que tenemos una aleación de un elemento A y otro B; el calibrado relativo de las concentraciones se realiza en función de los ritmos relativos de crecimiento de cada uno de los dos elementos por separado. Para este fin el sistema dispone de una microbalanza de cuarzo. Esta balanza, en base a la densidad y al denominado *factor Z* de cada elemento a depositar, nos permite calcular estos ritmos. El *factor Z* es un parámetro adimensional que depende de las densidades y de los módulos de cizalla del cristal de cuarzo y del material que se pretende depositar.

Para realizar el calibrado, se coloca la balanza de cuarzo en la misma posición que ocupan normalmente los sustratos durante el crecimiento; de este modo estamos seguros de que estamos midiendo la cantidad de material que llegará a los sustratos. Se introduce gas Ar, con una pureza del 99.999%, en el interior de la campana aumentando la presión de esta hasta ~10⁻³ mbar, y manteniendo este valor constante se lleva a cabo la medida del ritmo de crecimiento. Es muy importante mantener la presión constante, ya que el ritmo de crecimiento depende fuertemente de ella debido a que si la presión de gas en el interior de la campana es mayor, los átomos provenientes del blanco, tienen más probabilidad de chocar con los átomos del gas sin ionizar con la consiguiente disminución del ritmo de crecimiento. Para aumentar el ritmo de crecimiento aumentamos la potencia suministrada al magnetrón (fig.2.4).



Fig.2.4 Gráfica de ritmos de crecimiento frente a potencia de control de los magnetrones para los blancos de Si y Co. Se observa claramente que al aumentar la potencia también aumenta el ritmo de crecimiento. La calibración fue realizada a una P_{Ar} = 2.9 x 10⁻³ mbar.

Como se puede observar en la curva, a medida que se aumenta la potencia suministrada al magnetrón, también aumenta el ritmo de crecimiento del material. Las discontinuidades que se observan entre 0.07 y 0.08 kW en la tendencia lineal de la gráfica, son debidas a que la fuente de potencia tiene un cambio de rango de trabajo en esas potencias de control. Tras estas discontinuidades la tendencia lineal vuelve a aparecer. Cabe destacar también que para el crecimiento de láminas de un único elemento, lo único necesario es calcular el tiempo requerido para alcanzar el espesor que se desee.

Volviendo con la mezcla de elementos, a partir de los ritmos de crecimiento ya se pueden calcular las concentraciones relativas de una hipotética aleación de dos elementos A y B. Para esto se han de estimar cuantos átomos se depositan del elemento A, y cuantos lo hacen también del B sobre el sustrato en el mismo intervalo temporal.

$$\alpha_{A} = \frac{\rho_{A}Mm_{B}}{Mm_{A}\rho_{B}} \cdot \frac{\tau_{A}}{\tau_{B}} (2.1a) \quad , \quad \mathbf{X}_{A} = \frac{\alpha_{A}}{1+\alpha_{A}} (2.1b) \quad , \quad \mathbf{X}_{B} = 1 - \mathbf{X}_{A} (2.1c)$$

El parámetro α_A se refiere al cociente adimensional que tiene en cuenta las densidades, las masas molares y los ritmos de crecimiento de los dos elementos a alear (A y B). Este parámetro nos da el cociente entre las cantidades de átomos por unidad de superficie y unidad de tiempo de ambos elementos, de tal forma que con las expresiones (2.1b) y (2.1c) obtenemos las concentraciones relativas. Veamos un ejemplo aplicando lo anterior a la calibración previa realizada con los blancos de Si y Co (fig.2.5).

En la gráfica de la figura 2.5 se observan las concentraciones relativas de Co y Si en función de la potencia aplicada al magnetrón de Si para tres potencias diferentes fijas del magnetrón de Co.



Fig.2.5 Gráficas que representa las concentraciones relativas de Co y Si en función de la potencia aplicada al magnetrón de Si para tres valores fijos de potencia en el magnetrón de Co.

Con este análisis podemos crecer láminas de aleación con concentraciones relativas ajustables, simplemente prefijando las potencias adecuadas para cada elemento a depositar.

Para calcular el ritmo de crecimiento de la nueva aleación, lo cual es fundamental a la hora de controlar los espesores crecidos, se utilizan las siguientes expresiones.

$$\rho_m = \rho_A X_A + \rho_B X_B (2.2a) \quad , \quad \tau_m = \frac{\tau_A \rho_A + \tau_B \rho_B}{\rho_m} (2.2b)$$

La ecuación (2.2a) nos permite estimar una densidad promedio para la aleación en base a las densidades de los elementos constituyentes y de sus concentraciones

relativas; una vez estimada ρ_m , podemos obtener el ritmo promedio de crecimiento de la nueva mezcla a partir de los ritmos de crecimiento y densidades de los elementos A y B a partir de la expresión (2.2b).

De todas formas, estas expresiones dan lugar a valores estimativos que, aunque en la mayoría de los casos no difieren mucho de los valores medidos (en torno al 5%), pueden resultar erróneos. El valor experimental de la concentración relativa de ambos elementos se realiza mediante un microanálisis por sonda electrónica que permite en base a unos patrones obtener dicha información.

Como conclusión podemos decir que se dispone de un sistema de crecimiento de láminas delgadas muy versátil que permite fabricar aleaciones de hasta tres elementos mediante co-depósito con un grado razonable de control en sus concentraciones. Además, el crecimiento de muestras de aleación magnéticas, poseen una anisotropía uniáxica en el plano bien definida debido a la geometría de las fuentes.

2.2 Técnicas de Litografía

Las técnicas de litografía convencionales fueron inventadas a finales del siglo XVIII, y su utilidad radicaba en la capacidad de replicar un patrón, previamente confeccionado, mediante un proceso de estampación de una forma barata sobre diferentes soportes. La idea de la micro y nano litografía es en esencia la misma que tuvo en su origen la litografía convencional pero en otra escala de trabajo; si la primera se utilizaba por ejemplo para crear carteles publicitarios, estas otras técnicas se destinan a replicar patrones arbitrariamente complicados en escala micrométrica y sub-micrométrica sobre una gran cantidad y variedad de sustratos. Mediante estas técnicas se pueden replicar patrones que, por ejemplo, pueden representar la circuitería interna de un procesador de ordenador, una bomba para microfluídica, o incluso, todo un dosier con información confidencial escondido en el interior de un punto tipográfico.

Existen muchas técnicas de nano-litografía; litografía por haz de electrones o haz de iones, litografía óptica, litografía de interferencia, nanoimpresión, nanoindentación, ... [3-9]. La forma en la cual se consigue transferir el patrón al sustrato difiere entre unas técnicas y otras, pero la idea fundamental es que, en general, toda litografía se lleva a cabo mediante la exposición de ciertas zonas definidas por el patrón mediante un agente que modifica las propiedades del soporte, diferenciando de este modo las zonas expuestas de las no expuestas. A partir de esto, existen dos enfoques posibles para afrontar el problema que nos sirven para clasificar las técnicas en dos grandes grupos; las denominadas técnicas en serie o las técnicas en paralelo. Las primeras tienen la ventaja de que el patrón puede ser un dibujo almacenado en un archivo de un ordenador, el cual interpretado mediante el software correcto y con un equipamiento adecuado, puede ser transferido a un sustrato. Este hecho hace las técnicas en serie muy versátiles, ya que la libertad de diseño es enorme. Como contrapartida, este tipo de enfoque requiere que los patrones se vayan transfiriendo de forma progresiva, haciendo que los procesos de exposición sean costosos en tiempo (fig.2.6(a)).

Las denominadas técnicas en paralelo, tienen la gran ventaja de que todos los elementos del patrón se transfieren a la vez al sustrato, con lo que son mucho más

rápidas que las técnicas en serie. Su limitación fundamental es que se necesita de un patrón físico que posea las estructuras que pretendan transferir para poder llevar a cabo el proceso (fig.2.6(b)).





Fig.2.6(a) Esquema de un proceso de litografía en serie. El Fig.2.6(b) Esquema de un proceso de litografía en paralelo. El recuadro punteado con franjas coloreadas muestra el patrón a transferir, y en la imagen se observa cómo una punta va transformando de forma progresiva la superficie del sustrato acorde al patrón.

patrón actúa como máscara durante la exposición de forma que protege ciertas zonas del sustrato dejando otras expuestas, de esta forma el proceso se realiza todo al mismo tiempo.

Las técnicas de litografía utilizadas para la fabricación de las micro y nanoestructuras de esta tesis han sido la litografía por haz de electrones y litografía óptica, aunque fundamentalmente ha sido la primera de las dos la más utilizada.

2.2.1 Litografía Óptica

La litografía óptica utiliza la luz como agente para transferir el diseño del patrón al sustrato. Esta técnica permite exponer áreas completas de varios centímetros cuadrados en una sola exposición, lo cual la hace muy interesante industrialmente hablando, con lo que está presente en prácticamente todos los procesos de fabricación de las industrias de semiconductores.

Para llevar a cabo el proceso de litografía, hay que preparar previamente la superficie a ser litografiada recubriéndola con una resina específica sensible a la radiación empleada, y utilizar una máscara como patrón. Exponiendo el conjunto Máscara — Resina+Sustrato a la luz, se consigue transferir la estructura del patrón a la resina, ya que las zonas expuestas de la misma sufren una transformación. Cabe destacar que el patrón puede transferirse directamente en escala 1:1, o bien reducir la imagen transferida del mismo sobre el sustrato mediante técnicas ópticas. El límite de resolución de esta técnica está asociado a la longitud de onda de la radiación empleada, y también al espesor de resina depositado sobre el sustrato, de tal forma que en base a esto último, se puede tomar como criterio que la resolución mínima que se puede conseguir, si el factor limitante es la resina, es de como mucho la mitad del espesor de la capa fotosensible. Así mismo, cuanto más pequeña sea la longitud de onda de la radiación empleada, mas resolución tendrá el sistema, pues menor será el efecto de esparcimiento de la luz en los bordes de la máscara.

Mediante un proceso de revelado, el cual consiste en sumergir el sustrato con la resina en un baño químico específico, se consigue generar un molde sobre el sustrato que es el positivo o negativo del patrón utilizado como máscara. El hecho de que este molde sea el positivo o el negativo del patrón depende del tipo de resina empleada, ya que para las denominadas resinas positivas la zona expuesta se disuelve en el proceso de revelado, y para las resinas negativas es la zona no expuesta la que se va.

En nuestro caso concreto, hemos partido tanto de sustratos de Si recubiertos con láminas metálicas, como de los propios sustratos limpios. Pondremos un ejemplo de proceso a partir de un sustrato virgen.



Fig.2.7 Esquema del proceso de litografía óptica llevado a cabo para la preparación de muestras.

Se recubre el sustrato, previamente limpiado y aclarado, mediante la técnica de "spincoating" con una capa de resina positiva fotosensible Microposit® S1813 G2 a 4800 r.p.m. durante 60s. Con este tiempo y velocidad de centrifugado se obtienen espesores de capa ~ 1.2μ m. Para completar la preparación del sustrato, se cura en el interior de un horno a 90°C durante 30 minutos para dar consistencia a la capa de resina depositada. La resolución dada por el fabricante para esta resina es de 1 μ m.

El proceso de exposición se lleva a cabo en una alineadora de máscaras Expoline 4k6 de la casa Neutronix-Quintel, la cual posee una lámpara con una emisión típica comprendida entre 350 - 450nm de longitud de onda. El sistema no posee óptica de miniaturización y se trabaja directamente utilizando el propio patrón como máscara durante la exposición. El tiempo de exposición utilizado es de 18 segundos con una dosis de radiación > 250mW/cm², con esto se consigue transformar por completo las zonas de resina expuestas.

Para concluir con el proceso se realiza el revelado de la muestra. Se sumerge la muestra en un baño de Microposit[®] MF319, el cual disuelve la resina que ha sido expuesta dejando inalterada la que ha quedado protegida bajo el patrón. Este baño se mantiene durante 35 segundos, pasando inmediatamente después la muestra a otro baño de agua destilada durante 30 segundos. Este último tiene por objeto detener el proceso de revelado para evitar el degradado de las zonas no expuestas. Una vez secada la muestra con nitrógeno seco el proceso ha concluido.



Fig.2.8 Imágenes de puentes de medida realizados por litografía óptica. A la izquierda área global del puente, a la derecha detalle de la parte central del puente. Cada patilla tiene un ancho de 20μm.

La utilidad fundamental que se le ha dado en esta tesis al sistema de litografía óptica ha sido la fabricación de muestras para el calibrado de un sistema de bombardeo iónico sobre diferentes tipos de materiales (Si, Co, Gd_xCo_{1-x} , Nb, Al). Se ha escogido esta técnica para la preparación debido a que al tratarse de una técnica en paralelo, la capacidad de producción de muestras en poco tiempo es muy alta.

En combinación con procesos tanto de ataque como de depósito, el molde de resina generado sobre el sustrato puede ser transferido al sustrato, o generar una estructura del material depositado respectivamente. Este procedimiento será analizado tanto a partir del ataque como del depósito en apartados posteriores.

2.2.2 Litografía Electrónica

La litografía electrónica utiliza el haz de electrones de un microscopio electrónico de barrido para definir los patrones sobre el soporte; es decir, utiliza el haz como si de un lápiz se tratase para dibujar los motivos que se desean transferir. Se trata de una técnica de litografía en serie y por tanto es costosa en tiempo, pero versátil en el diseño de patrones. Industrialmente está presente en el desarrollo de prototipos de sistemas micro electrónicos y tiene un gran peso en la fabricación de máscaras para litografía óptica y otras técnicas en paralelo. También en esta técnica se requiere de una preparación previa de los sustratos mediante el recubrimiento de los mismos con una resina, que en este caso, será sensible al haz de electrones.

Ya que el haz se convierte en nuestra herramienta de dibujo, es muy importante optimizar sus propiedades para conseguir los mejores resultados posibles en el proceso de exposición.

Todo microscopio electrónico tiene una fuente de electrones, un conjunto de lentes y aberturas para la focalización y corrección del haz, otro conjunto de lentes para el barrido, un conjunto de detectores para hacer imagen, y un portamuestras móvil para la selección de la zona observada. La diferencia fundamental que convierte un sistema estándar de microscopía en un equipo de nanolitografía es, por un lado la existencia de un sistema de obturación para el haz, y por otro una electrónica de control para controlar las lentes deflectoras que generan el barrido (fig.2.9). Estos dos sistemas en conjunto hacen que podamos colocar el haz en cualquier posición y activar o

desactivar este para escribir o no en la región deseada. Así mismo la electrónica de control está conectada un ordenador con un software tal que nos permite, por un lado diseñar patrones arbitrarios para ser expuestos, y por otro codificar el espacio de trabajo de tal forma que los tamaños de las estructuras diseñadas sean fielmente transferidos al soporte.

Uno podría pensar que la resolución máxima del sistema viene determinada por el tamaño final del foco del haz, ya que es este el que va a escribir sobre la resina, pero en realidad se trata de una combinación entre el tamaño del haz, la energía con la que este impacta sobre la superficie del soporte, y las propiedades de la resina empleada.



Fig.2.9 Esquema del sistema de litografía por haz de electrones. Se trata de un sistema de microscopía electrónica convencional *Leo Evo™ 60* de la empresa *Carl Zeiss*, controlado mediante el sistema de litografía *Elphy Plus™* de la empresa *Raith*. La electrónica de control sincroniza el obturador del haz y las bobinas de barrido, con los elementos presentes en el patrón durante la exposición. El patrón se encuentra en el ordenador de control de la electrónica de litografía. Para más detalles de las partes del equipo, consultar Apéndice 1.

Todo esto se debe a que el haz de electrones sufre un esparcimiento cuando pasa de estar propagándose por el vacío del interior del microscopio, a hacerlo a través de la capa de resina, y luego por dentro del sustrato (fig.2.10). Existen diversos estudios que analizan la interacción que el haz de electrones tiene con la resina y el sustrato durante un proceso de litografía en base a simulaciones numéricas [10], pero lo importante es entender la idea de cómo afectan cada uno de las propiedades del haz al proceso.



Fig.2.10 Esquema de los 2 efectos fundamentales que se producen cuando el haz de electrones impacta contra el sustrato recubierto de resina. El foco del haz se dispersa tras penetrar en la resina haciendo más gruesa la región expuesta (trayectoria amarilla). Así mismo, si los electrones incidentes poseen suficiente energía, llegan a chocar contra el sustrato y provocan más fenómenos de esparcimiento llegando incluso a afectar a zonas de la resina situadas a varias centenas de nanómetros del punto de entrada (trayectoria roja).

Para entender el concepto planteemos el siguiente experimento; dibujemos un punto sobre la superficie de nuestro sustrato preparado para ser litografiado. Nuestro haz tendrá una cierta densidad de corriente, una cierta energía y un cierto diámetro en el foco. Este último parámetro es del orden de unos pocos nanómetros. Cuando se produce el impacto contra la superficie de la resina, el haz sufre un esparcimiento, y debido a esto engrosa el diámetro de la zona afectada. A medida que avanzan por el interior de la resina, los electrones siguen alterando sus trayectorias de forma que van aumentando la región de resina que se transforma (trayectorias amarillas). Finalmente llegan a la intercara entre el sustrato y la resina, y si tienen suficiente energía pueden llegar a penetrar en el sustrato sufriendo mas fenómenos de esparcimiento (trayectorias rojas). Si la energía es muy alta se consigue hacer que las trayectorias de los electrones que definen el haz permanezcan más inalteradas a medida que penetran en la resina, con lo que se puede conseguir disminuir el efecto de engrosamiento inicial, pero al tener tanta energía penetran en el sustrato, y los mismos fenómenos de esparcimiento, pueden hacer que sus trayectorias salgan rebotadas hacia la resina incluso a varios cientos de nanómetros del punto de impacto. Este efecto que empeora la resolución de las litografías se conoce como efecto de proximidad [11]. Se puede concluir diciendo que cuanto mayor es la energía de haz, mayor efecto de proximidad y menor dispersión inicial de los electrones, mientras que si se disminuye la energía de los electrones se aumenta el tamaño de la zona transformada inicialmente, pero disminuye el efecto de exposición a largo alcance. Así mismo la sensibilidad de la resina al haz de electrones cambia en función de la energía del mismo, de forma que se tienen menores sensibilidades a altas energías del haz y viceversa [12]. Esto se debe a que la transformación de la resina es debida mayormente a electrones con unos pocos eV de energía.

Si permanecemos suficiente tiempo con el haz impactando en la resina, conseguiremos ir haciendo cada vez más grueso el punto dibujado. Así se ve claramente que lo que hace que la resina se transforme, es la cantidad de electrones que recibe durante el tiempo de exposición. Esto nos define la dosis de la estructura litografiada.

La resolución del sistema de litografía depende de mas factores cuando lo que se pretende realizar son estructuras unidimensionales o bidimensionales, ya que también entra en juego la resolución que el sistema de codificación digital de la electrónica posee. Supongamos que queremos litografiar un cuadrado de 100 μ m de lado y utilizamos un campo de trabajo cuadrado en el que cada lado posee 1000 puntos. Suponiendo que se utiliza una magnificación tal que el campo de trabajo total equivale

al tamaño del motivo a litografiar, tendremos que cada punto dibujado estará separado de sus vecinos 100 nanómetros (fig.2.11). Si el diámetro de cada punto no es mayor que, al menos, dos veces la separación entre puntos, el cuadrado quedara integrado por un conjunto de discos, y no se conformará como una superficie.



Fig.2.11 Esquema del efecto de la digitalización de las superficies introducido por la electrónica de control. Si el convertidor digital analógico (DAC) de la electrónica de control tuviera 1000 píxeles en cada uno de los ejes (direcciones X e Y), y se pretende transferir un patrón cuadrado que ocupe todo el área de trabajo (1000x1000 píxeles²) con una magnificación del microscopio tal que el lado del cuadrado litografiado corresponda a 100 µm reales, la separación entre cada uno de los pixeles será de 100 nm. Si los diámetros de cada uno de los puntos que conforman el área no se solapan, la estructura litografiada quedará abierta e integrada por todos y cada uno de los puntos expuestos.

Para evitar estos efectos, la distancia entre píxeles contiguos, tanto a la hora de definir áreas como líneas, se puede modificar en base al tamaño del punto mínimo dibujado para unas condiciones de dosis. Esta distancia es lo que se conoce como "pitch" o "line/area step size". El software de control ajusta los parámetros de exposición en base a la corriente de electrones del haz, el diámetro del punto, y la dosis que se seleccione para exponer la resina. Si la dosis es adecuada para la resina empleada y los tamaños de punto para esa dosis son correctos, el sistema estará calibrado para comenzar a realizar litografías con precisión. Normalmente este procedimiento no se lleva a cabo para cada litografía a realizar, y para obtener un buen resultado, se realiza un barrido en dosis variando el tiempo de exposición total asociado a un mismo patrón. Esto significa que repetimos el mismo patrón varias veces, en distintas posiciones de la muestra, cambiando la dosis de cada una de ellas. El posicionado de la muestra bajo el campo de exposición se realiza utilizando el portamuestras motorizado y codificado del microscopio, de forma que se define un sistema de referencia sobre la muestra a exponer y el software de control, actúa sobre los motores desplazándose a distintas posiciones programables, conformando el mapa de la muestra (fig.2.12).

El sistema de referencia absoluto (X,Y) corresponde directamente al sistema de posicionamiento del microscopio. El sistema de referencia relativo (U,V) puede definirse en cualquier punto de la muestra, siendo muy utilizadas las esquinas de la misma. En la figura 2.12 se toma como referencia la esquina inferior izquierda; para ajustar la orientación de la muestra, se registran las posiciones de las esquinas contiguas definiendo las direcciones del sistema de coordenadas. Una vez hecho esto, se pueden definir listas de posiciones asociadas a distintos patrones.



Fig.2.12 Esquema de los dos sistemas de referencia con los que trabaja el equipo de litografía, y como se conforma la estructura de la muestra. Cada litografía independiente puede llevar asociada una dosis diferente o ser un tipo de estructura diferente.

Esto es muy útil para exponer grandes áreas (mm²) sin perder resolución, mediante el solape de campos de trabajo de centenares de micras.

Tras la exposición se realiza el proceso de revelado de la muestra y, al igual que sucedía en el caso de la litografía óptica, se obtiene un molde sobre el sustrato del patrón. Combinando esto con un paso de depósito de láminas delgadas, se pueden obtener estructuras mediante el proceso denominado *"lift-off"*. Como se dijo con anterioridad, esto también es aplicable a la litografía óptica.



Baño de Acetona 20 minutos + 3 minutos Ultrasonidos

Fig.2.13 Esquema del proceso de litografía electrónica + "*lift-off*". Tras la exposición y el revelado de la muestra, se deposita sobre ella una lámina delgada de material. Disolviendo la resina en un baño de acetona, se consigue eliminar las partes de la lámina que no estaban directamente crecidas sobre el sustrato. Así se consigue crear una lámina delgada de un material arbitrario con la estructura original del patrón.

Aunque no sea el tema de esta tesis, durante su desarrollo se fabricaron muestras para el estudio del comportamiento magnético colectivo de diferentes patrones formados por nano-barras de Co en distintas configuraciones geométricas [12]. La producción de estas muestras, además de ser parte formativa importante, representa un ejemplo muy claro de todo el proceso anteriormente descrito.

Al igual que en el caso de la litografía óptica, se parte de sustratos de Si limpiados y aclarados, los cuales son recubiertos mediante "Spin coat" con resina PMMA 950k A4 de la casa Microchem™. A 4800 r.p.m. durante 60 segundos, se obtienen espesores típicos del orden de los 200 nanómetros, los cual permite un tamaño mínimo de estructura del orden de 50 nanómetros. La resina electrónica, al igual que la óptica, se cura en un horno; esta vez aplicando una temperatura de 157°C durante al menos una hora. El efecto que tiene el curado de la resina es eliminar los restos de disolvente (en nuestro caso Anisol) y homogeneizar la capa de resina.

Tras la preparación de los sustratos, estos se montan en el portamuestras del sistema de microscopía electrónica de barrido, en nuestro caso un Leo Evo[™] 60 de la empresa Carl Zeiss, equipado con un sistema de litografía Elphy Plus[™] de la empresa Raith. Una vez cargada la muestra, es muy importante evitar posibles contactos del haz de electrones con esta, sobre todo si se trabaja a alta magnificación (por encima de 200 aumentos) y/o con velocidades de barrido lentas. Esto se debe a que las zonas observadas se verán afectadas y, por tanto, serán inservibles para la futura exposición.

Los patrones que se pretenden transferir son superficies cuadradas de 500µm x 500µm rellenas de rectángulos de 1.5µm x 0.3µm separadas entre sí 0.3µm, y también las mismas áreas de trabajo, pero conformadas por estructuras rectangulares de 1µm x 0.25µm. Se han elegido los siguientes parámetros de trabajo: Voltaje de aceleración 20kV, corriente del haz 90pA, dosis de área 100μ C/cm² y *"area step size"* de 32nm. Primero se realiza una exposición de calibrado para conocer la dosis requerida para obtener los tamaños deseados, diseñando patrones en el mismo área de trabajo (500µm x 500µm) con las mismas dimensiones que los definitivos, pero con menor cantidad de elementos para ahorrar tiempo. Estos patrones de calibrado se repiten por la superficie de la muestra variando el factor de dosis global de cada uno, para encontrar la adecuada a las dimensiones deseadas.

El proceso de revelado de la muestra se realiza en dos etapas: durante 50 segundos se sumerge la litografía en una disolución de metil isobutil cetona (MIBK) en isopropanol (IPA) con una concentración relativa de 1:3, tras lo cual se introduce en un baño de IPA solamente para detener el proceso de revelado. Al ser la PMMA una resina positiva, las partes expuestas al haz de electrones, se disuelven al ponerse en contacto con el revelador (MIBK:IPA).

Una vez llevado a cabo el revelado, la muestra es de nuevo cargada en el microscopio para identificar que factor de dosis es el adecuado, y poder así lanzar la litografía definitiva.

Con el proceso de litografía completado, se introduce la muestra en el sistema de crecimiento de láminas delgadas, donde se deposita una capa de Co de 40nm de espesor.

Las nanoestructuras de Co se obtienen mediante el proceso de "*lift-off*" introduciendo la muestra en un baño de acetona durante 20 minutos, tras los cuales la lámina delgada depositada sobre la resina se encuentra flotando sobre el sustrato, solamente agarrada a este por los bordes que la unen al Co depositado directamente sobre el silicio. Esto se debe a que la acetona disuelve la resina que aún permanece bajo lámina continua. Para eliminar estos trozos de lámina, se pasa la muestra por un sistema de ultrasonidos, aunque ha de tenerse en cuenta que la potencia del baño de limpieza no sea excesiva, ya que podría arrancar también las estructuras de Co deseadas.



Fig.2.14 Imágenes obtenidas mediante microscopía electrónica de barrido de las muestras fabricadas mediante litografía electrónica y *lift-off*. En la imagen de la derecha se observa el conjunto de barras en configuración rómbica con unos tamaños muy próximos a los diseñados. A la derecha se aprecia el efecto de proximidad en el hecho de que las estructuras situadas mas al borde (con menos vecinos) tienen un tamaño apreciablemente inferior a las del interior debido a haber recibido una menor dosis en el proceso de exposición.

El sistema de litografía electrónica se ha utilizado para la fabricación de todas las nanoestructuras que se presentarán a lo largo de esta tesis. También se han utilizado técnicas de exposición en varios niveles, las cuales serán analizadas en el capítulo siguiente.

2.3 Técnicas de ataque seco

Se ha comentado que las técnicas de litografía descritas, nos permiten transferir al sustrato las estructuras del patrón en forma de molde de resina. También se ha dicho que estos moldes se pueden utilizar, en combinación con otros procesos de fabricación, para transferir las estructuras al sustrato. Otro método, a parte del *"lift-off"*, para lograr este efecto, es la combinación de la litografía con una técnica de ataque. La transferencia en este caso, se consigue utilizando la capa de resina como una máscara que protege al soporte, de forma que solamente las zonas sin la resina protectora son erosionadas durante el proceso. Estos ataques pueden ser húmedos o secos; los primeros se realizan en un baño reactivo adecuado para atacar químicamente al soporte, mientras que los segundos se llevan a cabo en entorno de vacío y utilizan iones para realizar el ataque.

En nuestro caso se han utilizado técnicas de ataque seco para la fabricación y limpieza de nanoestructuras utilizando una campana fabricada por la empresa Kenosistec con capacidad de bombardeo iónico y ataque reactivo (fig2.15). El sistema consta de una campana con presiones base del orden de 10⁻⁷ mbar, equipada con 2 fuentes de plasma de radiofrecuencia (RF), cada una utilizada en un tipo de proceso. La razón de utilizar una fuente RF para la generación del plasma es debido a que las muestras a atacar pueden ser sistemas aislantes, en cuyo caso una fuente de tensión continua conllevaría la carga de la muestra con la consiguiente detención del ataque por efecto electrostático.



Fig.2.15 Esquema del sistema de ataque por bombardeo iónico / ataque reactivo de la empresa Kenosistec. El equipo permite realizar ambos tipos de ataque, para realizar ataques reactivos se coloca una placa metálica que actúa como escudo protegiendo la fuente de plasma superior. Cuando se pretende llevar a cabo un bombardeo iónico, se retira dicho escudo y se coloca un obturador para permitir el estabilizado del plasma antes de comenzar el ataque. El plasma generado es focalizado mediante un sistema de dos bobinas independientes. Controlando la corriente en cada una se consigue variar la focalización del haz. La fuente de plasma inferior es utilizada para los ataques químicos y tiene la doble función de protamuestras y de sistema de refrigeración de sustratos mediante la circulación de He.

La fuente inferior se utiliza para realizar los procesos de ataque reactivo ya que el plasma se genera en el propio portamuestras, quedando los sustratos embebidos en el plasma.

Cuando se desea realizar un proceso de ataque por bombardeo iónico, se emplea para la generación del plasma la fuente superior de la campana. Esta fuente tiene un sistema de bobinas magnéticas independientes que sirven para controlar la focalización del haz de plasma saliente sobre la muestra. Al equipo se le ha añadido un obturador para permitir la estabilización de las condiciones del plasma antes de comenzar el ataque.

La inyección de gas para la generación del plasma es controlada mediante controladores de flujo másico, teniendo la posibilidad de incorporar hasta 4 gases diferentes. Se dispone de líneas de Ar, O_2 y SF₆, siendo estos dos últimos los empleados en procesos reactivos, y el primero el utilizado durante el bombardeo iónico.

A parte de los gases para la generación de plasma, el sistema posee un quinto controlador de flujo másico que introduce gas He con el fin de refrigerar los sustratos. Esto se consigue bombeando un flujo de este gas por una cámara secundaria que se encuentra justo bajo el portamuestras.

El fundamento del ataque seco consiste en la utilización de iones para arrancar material de un sustrato. Se puede entender como un sistema de pulverización catódica, en el cual el blanco es la muestra que se pretende erosionar. Así mismo existen dos enfoques para llevar a cabo el proceso: el ataque iónico convencional [13] y el reactivo [14]. Este último tiene la peculiaridad con respecto al anterior, que además de producirse un ataque físico por transferencia de momento, el gas precursor que genera los iones, es químicamente reactivo, lo que favorece el proceso de ataque

de una forma selectiva; es decir, serán atacados con más intensidad materiales que sean reactivos con el plasma generado, aumentando de este modo el ritmo de ataque.



Fig.2.16 Esquemas de los ataques secos por haz de iones (izquierda) y por iones reactivos (derecha). El ataque físico es altamente anisótropo debido a la direccionalidad del haz de iones. Tiene el problema de que el material arrancado se deposita en los bordes de la estructura transferida, a esto se le denomina como redepósito. El ritmo de ataque depende mucho de los parámetros propios del material bombardeado, de tal forma que para unos parámetros de ataque idénticos, el ritmo de erosión puede ser completamente diferente. En el caso del ataque químico la direccionalidad del ataque se pierde por completo, ya que la muestra se encuentra embebida en el plasma reactivo. Si el producto de la reacción entre el material a atacar y el plasma es volátil, el efecto del redepósito será mínimo.

El ritmo de ataque en el caso del proceso físico depende fundamentalmente de las propiedades del material que se pretende erosionar, ya que para unas mismas condiciones de ataque, se pueden tener ritmos de arrancado de material completamente diferentes. El material arrancado puede volver a depositarse en los bordes de las estructuras transferidas dando lugar al redepósito, lo que puede ser atenuado reduciendo la presión de gas en el interior de la campana, ya que se trata de un proceso similar a como varía la velocidad de depósito sobre los sustratos en el sistema de crecimiento de láminas delgadas. Recordemos que, como ya habíamos mencionado, el ataque por haz de iones se puede entender como un sistema de pulverización catódica en el cual el blanco es la muestra que se pretende erosionar.

Una diferencia importante entre ambos tipos de ataque es la direccionalidad del proceso. En el caso del proceso de bombardeo, estamos ante una técnica altamente anisótropa, ya que la dirección de incidencia del haz de iones sobre la muestra, condiciona la direccionalidad del ataque. En el caso del ataque reactivo, esta anisotropía se pierde por completo debido a que la muestra se encuentra embebida en el plasma, y por tanto, todas las direcciones de propagación del ataque son posibles.

Para la preparación de las muestras que se presentan en capítulos posteriores se han utilizado ambos tipos de ataque, pero antes de fabricar las muestras definitivas, fue necesario realizar la calibración de los ritmos de erosión mediante la técnica de bombardeo iónico.



Fig.2.17 Esquema proceso de preparación de muestras mediante combinación de litografía óptica/electrónica con un proceso de bombardeo iónico. Las muestras origen son litografías realizadas sobre el material que se pretende calibrar. Se prepara el plasma y se espera a alcanzar unos parámetros estables con el obturador cerrado protegiendo las muestras litografiadas. Tras esto se inicia el ataque, el cual erosiona tanto la máscara de resina, como las zonas no recubiertas por esta, transfiriendo el patrón a la lámina continua. El tiempo de ataque determina la profundidad alcanzada en la lámina. Tras el ataque se eliminan los restos de resina disolviendo esta en acetona ayudados de un sistema de ultrasonidos. Para ciertas condiciones del ataque (demasiada potencia y/o tiempo) se puede llegar a vitrificar la resina impidiendo su disolución en acetona; para limpiarla se necesita entonces realizar un ataque reactivo con iones de oxígeno que eliminan los restos orgánicos de la superficie de la muestra.

Para llevar a cabo el calibrado, se realizaron litografías ópticas sobre láminas continuas de los materiales que se pretende utilizar. La resina funciona como máscara protectora durante el proceso de ataque y solamente las zonas sin resina serán atacadas. Las muestras se colocan sobre el portamuestras del sistema y se coloca el obturador en posición cerrada para protegerlas. Cuando las condiciones de vacío son las adecuadas ($P \le 5x10^{-6}$ mbar) se enciende el sistema para generar el plasma a partir de la fuente superior. Utilizando las bobinas de focalización se consigue hacer un cono con el plasma aumentando la densidad de iones en la zona central del portamuestras. Esto favorece que el ritmo de ataque sea mayor. Llegados a este punto, es muy importante minimizar la presión en el interior de la campana reduciendo la cantidad de gas introducida, sin perder estabilidad en el plasma generado. Esto tiene por objeto disminuir el efecto del redepósito sobre la muestra del material arrancado. También es muy importante esperar el tiempo necesario para que los parámetros del plasma se vuelvan estacionarios, ya que de esta forma, se obtiene un ritmo de ataque lo más constante posible.

En el sistema del que se dispone los únicos parámetros modificables para el control del plasma son la cantidad de gas introducida en la campana, la potencia suministrada por la fuente y la corriente que se suministra a cada bobina de focalización.

El proceso de ataque erosiona tanto la lámina continua como la máscara de resina, y se ha de tener especial cuidado con esta última, ya que para ciertas condiciones de bombardeo, puede producirse la vitrificación de la resina impidiendo su disolución en acetona. Para evitar esto se utiliza el sistema de refrigeración de He gas bajo el portamuestras, pero si la vitrificación tiene lugar, la única solución es recurrir a productos químicos más agresivos para retirar la máscara o realizar una limpieza de la muestra utilizando plasma reactivo de oxigeno.

El calibrado se lleva a cabo midiendo el tiempo durante el cual permanece abierto el obturador y la altura del escalón transferido a la lámina continua (fig.2.18).



Fig.2.18 Perfiles de ataque sobre Co a 250W y ritmos de ataque medidos para diferentes materiales. Condiciones de plasma 6.6ccm Ar, $P_{Ar}=4x10^{-4}$ mbar, Corriente en bobinas superior e inferior 3A y 12A respectivamente. Ritmos calculados a partir de las medas del escalón dejado tras el ataque mediante la utilización de un microscopio de fuerza atómica.

La gráfica muestra los distintos ritmos de ataque medidos para diferentes materiales base. Las condiciones de control del plasma son idénticas en todos los procesos salvo la potencia aplicada a la fuente RF. Estos parámetros son 6.6ccm de Ar, lo que nos da una presión en cámara durante el bombardeo de $P_{Ar}=4x10^{-4}$ mbar; además las bobinas de focalización se configuraron para aumentar la densidad de iones en la zona central del portamuestras aplicando unas corrientes de 3A en la superior y 12A en la inferior. Las energías de los iones de Ar van desde los 700eV en el caso de 250W de potencia RF, hasta los 1000eV para 500W. Cabe destacar la gran diferencia de ritmos de ataque presentados, pasando de poco más de 0.7Å/s para el Nb a 500W de potencia, al Al con cerca de 8Å/s en las mismas condiciones.

Esta información será fundamental a la hora de planificar la fabricación de nanoestructuras mediante la transferencia del patrón por bombardeo iónico. Además el comportamiento de diferentes materiales nos puede ayudar a evitar el problema de la vitrificación de la resina empleando otro tipo de materiales como máscaras.

2.4 Técnicas de Caracterización

El contexto de los experimentos que se describirán en posteriores capítulos está centrado en el estudio de las propiedades y el comportamiento de sistemas

magnéticos nanoestructurados. Para poder caracterizar estas propiedades y estudiar el comportamiento de estos sistemas, son necesarias diversas técnicas de caracterización que permiten analizar desde el comportamiento global de las muestras, hasta las propiedades y procesos más locales de las mismas. Entiéndase que el rango en el que nos estamos moviendo va desde el estudio de los mm² de las láminas continuas, a los μm^2 en el caso de las nanoestructuras.

Para acceder a estas dos escalas se han utilizado técnicas de medida magneto-óptica (MOKE) de carácter local y global, magnetometría convencional SQUID, microscopía magneto-óptica y técnicas de microscopía de barrido por sonda (SPM), siendo estas últimas utilizadas tanto para realizar una caracterización magnética como estructural de las muestras.

A continuación se describirán las más utilizadas a lo largo de todo el proceso de caracterización.

2.4.1 Técnicas de microscopía de barrido por sonda (SPM)

El fundamento de estas técnicas de microscopía es muy conocido actualmente debido a la gran versatilidad de las mismas, que se utilizan como herramientas en una gran variedad de campos científicos. El principio consiste en la utilización de una sonda sensible a una cierta interacción, de tal forma que desplazando la sonda sobre la muestra, se consigue conformar un mapa de esa interacción en la superficie barrida. Las resoluciones laterales de estas técnicas de microscopía van desde las décimas de angstrom, hasta las decenas de nanómetro dependiendo de la sonda utilizada para barrer y la interacción muestreada. Además de esta capacidad resolutiva, muchas de las técnicas permiten la manipulación de los sistemas a analizar en este rango de escalas, con lo que se convierten no solo en buenas técnicas de microscopía, sino también en herramientas excepcionales [9,15,16].

Desde la invención del microscopio de barrido por efecto túnel (STM) [17] en 1981, la idea de los SPM ha ido evolucionando y reinventándose dando lugar a nuevas técnicas. Posiblemente la más adaptada, versátil y utilizada sea la técnica de microscopía de barrido por fuerza atómica (AFM) [18]. Como su propio nombre indica, la interacción analizada es la fuerza, la fuerza que aparece entre la sonda y la superficie de la muestra.

El sistema consta de una punta muy afilada (radios típicos de 5nm), que se encuentra en el extremo de una micropalanca. Es precisamente la micropalanca la que actúa como un muelle, permitiendo calcular la fuerza de interacción en base a la deformación de la misma. Para medir esta deformación, se utiliza un sistema óptico que utiliza la superficie de la micropalanca como espejo para reflejar un haz de luz, de forma que cuando se produce una deformación de la misma, también se produce una deflexión del haz luminoso reflejado. La luz es recogida en un fotodiodo segmentado, de forma que cuando se produce la desviación del haz, la señal dada por el detector cambia de forma proporcional a la deformación de la micropalanca (fig.2.19).

Un sistema piezoeléctrico desplaza la muestra bajo la punta, de forma que se realizan barridos de su superficie según las direcciones X e Y. Además de realizar movimientos en el plano, el piezo-tubo permite modificar la posición de la muestra según la dirección perpendicular a este, con lo que se puede controlar la deformación de la micropalanca.



Fig.2.19 Esquema funcionamiento AFM modo contacto. La fuerza de interacción entre punta y muestra se traduce en la deformación de la palanca. El fotodiodo segmentado detecta esta deformación gracias a la deflexión del haz de luz. Mediante un sistema de retroalimentación se controla el sistema de barrido piezoeléctrico (piezo-tubo) de forma que la deflexión del haz se mantenga constante durante el barrido de la superficie. De esta forma se obtienen imágenes de la topografía de la muestra.

Manteniendo constante la señal proporcionada por el fotodiodo durante el barrido, se está manteniendo constante la deformación y por tanto, se está obteniendo información de cómo es la superficie de la muestra a esa interacción constante. Esto se realiza mediante una electrónica de control equipada con un sistema de retroalimentación.

Representando las variaciones de posición de la componente Z del sistema piezoeléctrico frente a las distintas posiciones del barrido, se puede reconstruir la topografía de la muestra. Esta forma de medida se conoce como AFM en modo contacto [19].

También se puede utilizar un enfoque diferente para llevar a cabo las medidas; este es la utilización de los modos de no contacto entre punta y muestra. Se trata de una medida heterodina que además de darnos información topográfica, nos permitirá, con la sonda adecuada, obtener información de la configuración magnética local de la muestra [19].

El fundamento radica en utilizar las propiedades del fenómeno de resonancia mecánica de la micropalanca para poder obtener información de la distancia punta - muestra, y al igual que en el caso anterior, tener una señal sobre la cual poder aplicar el sistema de retroalimentación reconstruyendo la topografía de la muestra.

La punta va montada en un soporte activo integrado por un piezoeléctrico. Este dispositivo permite hacer oscilar a la micropalanca, controlando tanto la frecuencia como la amplitud de la oscilación. Utilizando el mismo sistema óptico de detección que en modo contacto, se puede medir la respuesta de la punta ante la oscilación, de forma que utilizando un amplificador Lock-In sincronizado a la frecuencia del piezo excitador, y analizando la señal proveniente del fotodiodo, se obtiene la amplitud de oscilación y el desfase existente entre la excitación y la propia palanca (fig.2.20).



Fig.2.20 Esquema funcionamiento AFM modo no contacto con amplitud modulada. El parámetro para controlar la interacción es la amplitud de oscilación de la micropalanca en el punto de resonancia mecánica de la misma. Cuando la distancia punta - muestra se hace pequeña comienza a parecer la interacción entre ambas, esto hace que la amplitud de oscilación de la palanca decaiga radicalmente, ya que la acción de la interacción separa al sistema de las condiciones de resonancia libre. Manteniendo constante la amplitud de oscilación mientras se realiza el barrido de la superficie se obtiene información de la topografía de la muestra. Además esta técnica permite analizar el desfase existente entre la oscilación de la palanca y el excitador en función de la posición de la punta sobre la muestra.

Con la punta separada de la muestra, se realiza un barrido en frecuencia a amplitud constante obteniendo la curva de resonancia libre del sistema. Las condiciones de resonancia son muy específicas, de tal forma que cualquier alteración sobre el sistema mecánico involucrado las haría cambiar.

A medida que se aproximan punta y muestra, ambas comienzan a interaccionar, de forma que se está añadiendo un nuevo elemento al sistema en resonancia. Con esto, la amplitud de oscilación de la palanca disminuye y es precisamente esta amplitud la que se utiliza como señal de control para realizar la retroalimentación y mantener constante la distancia punta - muestra.



Fig.2.21 Imágenes obtenidas por AFM en modo no contacto con amplitud modulada. Corresponden a dos de las muestras empleadas para la realización del calibrado del sistema de ataque iónico. La de la izquierda presenta vitrificación de la resina utilizada como máscara. La imagen derecha solamente presenta algunos restos de resina en los bordes del escalón.

Para llevar a cabo este tipo de medidas, se dispone de un sistema de microscopía de campo cercano Cervantes de la empresa ©Nanotec con puntas para modo dinámico PPP-NCH con frecuencias de resonancia libre típicas de 330 kHz fabricadas por la empresa Nanosensors. El equipo viene con el software de adquisición y tratamiento de imágenes de microscopía de sonda WSxM [20]. Sirvan como ejemplo de medida las imágenes de los escalones dejados tras el ataque iónico utilizando litografías ópticas como máscaras. En la imagen izquierda se aprecia una zona lisa a la izquierda, que se corresponde con la zona atacada, mientras que la zona protegida por resina, ha sufrido la vitrificación de la misma, impidiendo su disolución en acetona. La imagen derecha muestra otro ataque realizado en otras condiciones, de forma que se han podido retirar la máscara con un baño de acetona en ultrasonidos; solamente quedan algunos restos agarrados en el borde del propio escalón.

Una herramienta fundamental en los estudios que se presentan en próximos capítulos ha sido el AFM en configuración de medida de fuerza magnética (MFM). Esta técnica basada en el microscopio de fuerzas, utiliza una punta de silicio sobre la cual se ha depositado una capa de cobalto. La forma afilada de la punta condiciona que la imanación de la misma se coloque paralela a propia punta, de forma que el sistema no es solo sensible a la topografía de la muestra, sino que nuestra punta ahora también interacciona con el magnetismo de la muestra [19,21]. Para llevar a cabo la medida se utiliza la técnica de retrazado magnético [22], la cual está basada en la anteriormente explicada técnica de amplitud modulada.

Para obtener la información magnética de cada línea de la imagen que recompondrá la superficie, se realizan dos pasadas con la punta. La primera se lleva a cabo a la distancia de regulación para obtener la señal topográfica. Tras esto se vuelve a barrer la misma línea siguiendo el perfil de topografía obtenido aumentando la separación entre la punta y la muestra unas decenas de nanómetros, de forma que la interacción de corto alcance responsable del contraste estructural desaparece, mientras que la interacción magnética permanece ya que decae de una forma más suave con la distancia. El hecho de repetir el mismo perfil topográfico es muy importante para

mantener constante la separación de retrazado y así obtener una buena imagen magnética.



Fig.2.22 Esquema medida de fuerza magnética basado en modo no contacto con amplitud modulada. Las curvas mostradas a la derecha de la imagen muestran de arriba a abajo, la respuesta del perfil magnético representando el desfase entre excitación y oscilación de micropalanca, los distintos desfases que aparecen dependiendo de la configuración magnética bajo la punta, y el perfil topográfico que se obtiene en la primera pasada para mantener constante la distancia punta - muestra durante el retrazado.

El contraste magnético se obtiene a partir de la imagen de desfases entre la excitación inducida por el piezo y la oscilación reflejada en la micropalanca. Esta fase nos varía ya que nuestra punta está recubierta por material magnético con un momento bien definido que siente como está la configuración magnética local de la muestra debido al campo de fugas que se genera. Al estar la imanación de la punta orientada según la dirección de esta, y la sonda encontrarse prácticamente perpendicular a la superficie de la muestra, la componente de la imanación a la cual es más sensible esta técnica es precisamente la que está apuntando fuera del plano. Esto hace que el contraste de las regiones con imanación en el plano sea prácticamente igual independientemente de la orientación de los dominios magnéticos. En estos casos solamente seríamos sensibles a las propias paredes de dominio donde la imanación está girando y puede tener proyección no nula sobre la dirección sensible.

En el caso de las medidas de fuerza magnética, se dispone de dos equipos de la empresa ©Nanotec, el primero es el sistema Cervantes antes mencionado, y el segundo un equipo optimizado para este tipo de medidas. Las puntas utilizadas para realizar las medidas de MFM son las PPP-MFMR con una frecuencia de resonancia libre de 75 kHz también de la empresa Nanosensors. Este último equipo, dispone de un sistema de aplicación de campo magnético tanto en el plano de la muestra como en la

dirección perpendicular a este. El sistema de aplicación según la dirección perpendicular funciona de forma pulsada, lo que significa que no se pueden adquirir imágenes con un campo constante aplicado según esta configuración. En el caso de la configuración en el plano, el sistema de generación de campo consta de un electroimán con refrigeración líquida, cuyo tamaño de entrehierro es ajustable llegando a un tamaño mínimo de ~3mm. Para el tamaño de muestras usual en esta tesis (aprox. 8x8mm²), se trabaja con la configuración de ~6mm la cual permite alcanzar campos de hasta ~1000Oe en la región de la muestra (fig.2.23).



Campo Electroiman MFM

Fig.2.23 Campo magnético de respuesta del electroimán del sistema de MFM con tamaño de entrehierro ~6mm medido con sonda Hall en la posición donde se encontraría la muestra a medir.

El ciclo de respuesta del electroimán del sistema de campo presenta un campo remanente del orden de los 620e, llegando a alcanzar para el tamaño de entrehierro de ~6mm un campo de unos 10510e. La fuente de corriente que alimenta el dispositivo, se encuentra regulada en voltaje debido a que utiliza una salida de la electrónica de control del sistema de microscopía que, a su vez se encuentra estabilizada en voltaje. Esto provoca que para campos intensos, incluso con el sistema de refrigeración activo, el campo decaiga del orden de un 1% debido al calentamiento del bobinado. Cabe destacar que el ciclo del electroimán está calibrado en la posición de la muestra mediante la medida directa del campo gracias al empleo de una sonda Hall, la cual es retirada durante la medida de las muestras.

La introducción de la variable campo magnético en las medidas de MFM nos permite no solo estudiar la configuración magnética de las muestras en remanencia, sino que son posibles estudios de evolución con el campo. Un ejemplo del potencial del equipo son los análisis realizados en las muestras nanoestructuradas conformadas por barras de cobalto descritas anteriormente (fig 2.24). Estos estudios permiten caracterizar de forma local el comportamiento de la imanación durante el proceso de inversión de la misma [12].



Fig.2.24 Medidas de MFM a distintos campos en el plano aplicados en muestra nanoestructurada en barras de Co.

El campo magnético se aplica paralelo a la dirección longitudinal de las barras. La primera imagen (a) representa el estado saturado de la muestra en la que se observa un contraste negro-blanco en el interior de cada barra aislada. Este contraste proviene del comportamiento dipolar de cada elemento que da lugar a un campo de fugas proveniente de los bordes de la estructura, ya que la imanación está en el plano de la muestra. El hecho de que un extremo sea blanco y el otro negro, se debe a que los sentidos del campo de fugas son opuestos siendo uno entrante y otro saliente. La imagen (b) muestra la remanencia del sistema, mostrando que la imanación no ha cambiado su orientación, es decir, los dipolos magnéticos permanecen orientados de igual forma que en el estado saturado. La inversión de la imanación de las barras no comienza hasta que se invierte el sentido del campo externo aplicado (c - e), de forma que la cantidad de elementos con contraste negro-blanco (imanación original) disminuye en favor del contraste blanco-negro (nueva orientación). La última imagen (f) muestra el estado opuesto al inicial de saturación de la muestra.

La utilización de estas técnicas de microscopía de campo cercano (AFM, MFM) aporta una información fundamental a la hora de estudiar sistemas nanoestructurados permitiendo no solo obtener información de carácter estructural, sino que también, en el caso de la microscopia de fuerza magnética con sistema de aplicación de campo, nos da acceso a información de la configuración magnética de la muestra que resulta muy útil a la hora de explicar los procesos de inversión de la imanación.

2.4.2 Técnicas de caracterización Magneto-ópticas

Al atravesar la luz un material en presencia de un campo magnético o reflejarse en un sistema ferromagnético, el estado de polarización o la intensidad reflejada de la misma cambia. Este cambio es debido a los denominados efectos magneto-ópticos, los cuales tienen su origen en la interacción de los electrones del material con la radiación incidente.

Estas modificaciones en las propiedades de polarización de la luz dependen, entre otras cosas de la energía de la radiación incidente, del campo magnético externo aplicado, y por supuesto del propio material con el cual se está interaccionando.

Aunque la cuantificación de la imanación de los sistemas estudiados es difícil, estas técnicas son útiles para caracterizar de una forma rápida y sencilla los procesos de inversión de la imanación mediante la medida de ciclos de histéresis. Además, una gran ventaja que poseen frente a los sistemas de magnetometría convencional, es el hecho de poder seleccionar que zonas de la muestra medir, ya que solamente se obtendrá información de las regiones donde la luz interaccione con el material. Por esta misma razón, a la hora de estudiar nanoestructuras, los patrones no tienen porqué ser muy extensos, requisito que sería indispensable en un magnetómetro convencional (superficies de $\sim mm^2$ para láminas de decenas de nanómetros de espesor), simplificando por tanto el proceso de fabricación. Esto las convierte en técnicas muy adecuadas para el estudio tanto de sistemas continuos, como de láminas nanoestructuradas [23, 24, 25].

Aunque el origen de todas las técnicas es común, se puede establecer una clasificación entre las que están basadas en la transmisión de la luz a través del medio, efectos Faraday y Voigt [25 - 27, 29, 30], y las que utilizan la reflexión en el material para obtener información de la imanación del mismo, efecto Kerr [23 - 25, 28 - 30], siendo precisamente estas últimas en las que nos centraremos debido a ser las utilizadas para la caracterización de las muestras.



Fig.2.25 Esquema de efectos magneto-ópticos en reflexión en sus tres configuraciones: Polar, Longitudinal y Transversal.

El efecto Kerr, como decíamos, da lugar a cambios en el estado de polarización y/o la intensidad de la radiación tras su reflexión en el material. Dependiendo de la

configuración de la imanación en la muestra, la orientación del plano de incidencia de la luz y la polarización de la radiación entrante, se puede distinguir entre tres distintas configuraciones de efecto Kerr (fig.2.25).

- <u>Efecto Kerr Polar (P-MOKE)</u>: En esta configuración la imanación de la muestra se encuentra alineada según la dirección perpendicular a la superficie y paralela al plano de incidencia de la luz. Luz linealmente polarizada es emitida hacia la superficie de la lámina magnética. Al reflejarse sufre un giro en el plano de polarización y una elipticidad.
- <u>Efecto Kerr Longitudinal (L-MOKE)</u>: La imanación se encuentra también paralela al plano de incidencia de la luz en esta configuración, pero contenida en el plano de la muestra. El haz linealmente polarizado, al reflejarse, sufre un giro en el plano de polarización y una elipticidad al igual que ocurría en el caso anterior.
- <u>Efecto Kerr Transversal (T-MOKE)</u>: En este último caso, la imanación se encuentra contenida en el plano de la muestra y es perpendicular al plano de incidencia de la luz. El haz linealmente polarizado, al reflejarse en la superficie magnética, sufre cambios en la intensidad reflejada y en la fase de la onda. No hay contribución magneto-óptica a la componente del campo eléctrico perpendicular al plano de incidencia (componente S), solamente hay modificaciones en la componente contenida en el plano (componente P).

Todos las modificaciones producidas en la onda reflejada por los efectos magnetoópticos pueden explicarse en base a la teoría clásica del electromagnetismo de Maxwell, a partir de la introducción de las propiedades del material utilizando sus tensores de permitividad eléctrica y permeabilidad magnética [25, 29 - 32].



Fig.2.26 Esquema general de efectos magneto-ópticos en reflexión. M_P , M_L y M_T representan las imanaciones según orientaciones polar, longitudinal y transversal respectivamente. Caso particular de T-MOKE para la representación de los campos incidente y reflejado (E^i y E').

Sea un sistema como el de la figura 2.26 con un medio 2 magneto-óptico descrito por el tensor siguiente.

$$\varepsilon = \varepsilon_{R} \begin{pmatrix} 1 & -iQm_{Z} & iQm_{Y} \\ iQm_{Z} & 1 & -iQm_{X} \\ -iQm_{Y} & iQm_{X} & 1 \end{pmatrix}$$
(2.3)

Escribimos solamente el tensor permitividad eléctrica, ya que el permeabilidad magnética tiene la misma forma. Los parámetros ε_R , m_i y Q son la permitividad relativa, las componentes del vector imanación normalizadas por el módulo del mismo y la constante magneto-óptica del material respectivamente. Este último parámetro depende, en primera aproximación, linealmente de la imanación del medio, y los efectos magneto-ópticos provienen de los términos afectados por el.

Particularizando la forma general de la permitividad para cada una de las configuraciones descritas en la figura 2.25 se obtienen las expresiones particulares para cada efecto Kerr.

$$\begin{array}{cccc} \underline{P-MOKE} & \underline{L-MOKE} & \underline{T-MOKE} \\ m_X = m_Y = 0, m_Z = 1 & m_X = m_Z = 0, m_Y = 1 & m_Z = m_Y = 0, m_X = 1 \\ \varepsilon_{Polar} = \varepsilon_R \begin{pmatrix} 1 & -iQ & 0 \\ iQ & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} & \varepsilon_{Long} = \varepsilon_R \begin{pmatrix} 1 & 0 & iQ \\ 0 & 1 & 0 \\ -iQ & 0 & 1 \end{pmatrix} & \varepsilon_{Trans} = \varepsilon_R \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & -iQ \\ 0 & iQ & 1 \end{pmatrix} \\ (2.4a) & (2.4b) & (2.4c) \end{array}$$

Resolviendo las ecuaciones de Maxwell utilizando el tensor generalizado magnetoóptico (2.3) se obtienen los valores para los campos reflejados en base a los campos incidentes. Esto nos permite escribir las relaciones entre los campos incidentes y reflejados construyendo de esta forma la matriz de reflexión de Fresnell [33].

$$\begin{pmatrix} E_P \\ E_S \end{pmatrix}^r = \begin{pmatrix} r_{PP} & r_{PS} \\ r_{SP} & r_{SS} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} E_P \\ E_S \end{pmatrix}^i \quad (2.5)$$

El campo eléctrico se descompone en sus componentes según estas sean perpendiculares o estén contenidas en el plano de incidencia de la luz, obteniendo de esta forma E_s y E_P respectivamente. Los superíndices r e i hacen referencia a las ondas refleja de incidente.

$$r_{PP} = \frac{\mu_1 n_2 \cos \theta_1 - \mu_2 n_1 \cos \theta_2}{\mu_1 n_2 \cos \theta_1 + \mu_2 n_1 \cos \theta_2} + i \frac{2\mu_1 \mu_2 n_1 \cos \theta_1 \sin \theta_2 m_X Q}{\mu_1 n_2 \cos \theta_1 + \mu_2 n_1 \cos \theta_2} \quad (2.6a)$$

$$r_{PS} = -\frac{i\mu_{1}\mu_{2}n_{1}n_{2}\cos\theta_{1}(m_{Y}\sin\theta_{2} + m_{Z}\cos\theta_{2})Q}{\cos\theta_{2}(\mu_{1}n_{2}\cos\theta_{1} + \mu_{2}n_{1}\cos\theta_{2})(\mu_{1}n_{2}\cos\theta_{2} + \mu_{2}n_{1}\cos\theta_{1})} \quad (2.6b)$$

$$r_{SP} = \frac{i\mu_{1}\mu_{2}n_{1}n_{2}\cos\theta_{1}(m_{Y}\sin\theta_{2} - m_{Z}\cos\theta_{2})Q}{\cos\theta_{2}(\mu_{1}n_{2}\cos\theta_{1} + \mu_{2}n_{1}\cos\theta_{2})(\mu_{1}n_{2}\cos\theta_{2} + \mu_{2}n_{1}\cos\theta_{1})} \quad (2.6c)$$
$$r_{SS} = \frac{\mu_2 n_1 \cos \theta_1 - \mu_1 n_2 \cos \theta_2}{\mu_2 n_1 \cos \theta_1 + \mu_1 n_2 \cos \theta_2} \quad (2.6d)$$

Los términos $\mu_1 \neq \mu_2$ corresponden a las permeabilidades magnéticas de los medios 1 y 2 respectivamente, los cuales, para el rango de frecuencias ópticas, se pueden aproximar por la unidad. Así mismo $n_1 \neq n_2$ son los índices de refracción de ambos medios $\forall \theta_1 \neq \theta_2$ representan los ángulos de incidencia \forall refracción del haz respectivamente.

Al igual que antes, podemos particularizar cada una de las expresiones 2.6 en base a las orientaciones relativas de la imanación para obtener los coeficientes de la matriz de reflexión en cada efecto Kerr.

P-MOKE:

$$r_{PP}^{Polar} = \frac{n_2 \cos \theta_1 - n_1 \cos \theta_2}{n_2 \cos \theta_1 + n_1 \cos \theta_2} \quad (2.7a)$$

$$r_{PS}^{Polar} = r_{SP}^{Polar} = -\frac{in_1n_2\cos\theta_1Q}{(n_2\cos\theta_1 + n_1\cos\theta_2)(n_2\cos\theta_2 + n_1\cos\theta_1)} \quad (2.7b)$$

$$r_{SS}^{Polar} = \frac{n_1 \cos \theta_1 - n_2 \cos \theta_2}{n_1 \cos \theta_1 + n_2 \cos \theta_2} \quad (2.7c)$$

L-MOKE:

$$r_{PP}^{Long} = \frac{n_2 \cos \theta_1 - n_1 \cos \theta_2}{n_2 \cos \theta_1 + n_1 \cos \theta_2} \quad (2.8a)$$

$$r_{PS}^{Long} = -r_{SP}^{Long} = -\frac{in_1n_2\cos\theta_1\sin\theta_2Q}{\cos\theta_2(n_2\cos\theta_1 + n_1\cos\theta_2)(n_2\cos\theta_2 + n_1\cos\theta_1)} \quad (2.8b)$$

$$r_{SS}^{Long} = \frac{n_1 \cos \theta_1 - n_2 \cos \theta_2}{n_1 \cos \theta_1 + n_2 \cos \theta_2} \quad (2.8c)$$

T-MOKE:

$$r_{PP}^{Trans} = \frac{n_2 \cos \theta_1 - n_1 \cos \theta_2}{n_2 \cos \theta_1 + n_1 \cos \theta_2} + i \frac{2n_1 \cos \theta_1 \sin \theta_2 Q}{n_2 \cos \theta_1 + n_1 \cos \theta_2} \quad (2.9a)$$
$$r_{PS}^{Trans} = r_{SP}^{Trans} = 0 \quad (2.9b)$$
$$r_{SS}^{Trans} = \frac{n_1 \cos \theta_1 - n_2 \cos \theta_2}{n_1 \cos \theta_1 + n_2 \cos \theta_2} \quad (2.9c)$$

Démonos cuenta que tanto en las expresiones correspondientes a los efectos Polar y Longitudinal, los términos diagonales de la matriz de reflexión de Fresnell son independientes de la constante magneto-óptica Q, y por lo tanto el efecto magnetoóptico no afecta a la intensidad de luz reflejada; sin embargo, los términos cruzados r_{PS} y r_{SP} si dependen del parámetro Q dando lugar al giro en la polarización y a la elipticidad del haz reflejado [33]. Sin embargo las ecuaciones 2.9 correspondientes a la particularización para el efecto Kerr transversal, dan lugar a una matriz de reflexión diagonal en la que solamente el término r_{PP} , asociado a la intensidad reflejada según la componente P, tiene contribución magneto-óptica, traduciéndose de esta forma el efecto en un cambio en la intensidad de la luz reflejada según dicha componente.

2.4.2.1 Sistema de Caracterización de Láminas

Experimentalmente, se han utilizado tres sistemas de medida magneto-óptica, el primero enfocado al estudio de láminas continuas utilizando la configuración de T-MOKE, el segundo optimizado par la medida de micro y nanoestructuras mediante la utilización de un haz láser focalizado y el tercero y último un sistema de microscopía de dominios magnéticos de alta resolución. Estos dos últimos sistemas están basados en el montaje correspondiente al efecto Kerr longitudinal.

El sistema de análisis de láminas continuas, es un instrumento muy versátil que permite caracterizar de una forma rápida los procesos de inversión de la imanación mediante la medida de ciclos de histéresis. El montaje es muy sencillo debido a que al valerse del efecto Kerr transversal, solamente es necesario el análisis del cambio de intensidad de la componente P de la luz reflejada (fig.2.27).



Fig.2.27 Esquema sistema de caracterización magneto-óptica para láminas continuas. Sistema basado en la configuración de efecto Kerr Transversal.

Se utiliza luz blanca sin estado de polarización definido para iluminar la muestra, cuya normal conforma un ángulo de 45 grados con el haz incidente y se encuentra entre las piezas polares de un electroimán con capacidad para aplicar campos de hasta 3 kOe en el plano de la muestra y según la dirección perpendicular al plano de incidencia. La luz reflejada tendrá en su componente P, componente contenida en el plano óptico, la información magneto-óptica correspondiente a la proyección de la imanación según la dirección perpendicular al plano de incidencia, mientras que la componente S solamente llevará información relacionada con la reflectividad, sin contribución procedente del magnetismo. Ambas señales son introducidas en un amplificador diferencial que realiza la resta P – S y amplifica esta diferencia. Es conveniente igualar las señales recogidas en ambos fotodiodos antes de realizar la medida, de esta forma la señal amplificada es exactamente la proveniente de la contribución magneto-óptica.

Representando la señal proveniente del amplificador diferencial frente al campo magnético medido mediante una sonda Hall, se obtienen los ciclos de histéresis de la muestra según la dirección sensible de medida (dirección en el plano de la muestra y perpendicular al plano óptico). De esta forma, variando la orientación del plano de la muestra con respecto al campo externo aplicado podemos obtener los ciclos de histéresis correspondientes a cada una de estas orientaciones, lo cual nos permite caracterizar la anisotropía magnética de la muestra [34].



Ciclos de Histeresis

Fig.2.28 Ciclos de histéresis medidos con el sistema de caracterización de láminas continuas. Muestra de NdCo₅ a la cual se le ha realizado un tratamiento térmico. Presenta comportamiento de anisotropía magnética uniáxica en el plano de la muestra.

En la figura 2.27 se presenta una pareja de ciclos de histéresis medidos en una muestra de NdCo₅ con la siguiente estructura Si(100) / 100Å Al / 400Å NdCo₅ / 100Å Al. A la muestra se le ha realizado un tratamiento térmico manteniéndola a 157 grados centígrados durante 1 hora. Los ciclos revelan una clara anisotropía magnética uniáxica

en el plano de la muestra, cuya dirección coincide con la esperada tras el crecimiento en la campana de vacío. El parámetro representado frente al campo es la δ Kerr, el cual es característico del T-MOKE, ya que es la única de las tres configuraciones previamente descritas que tiene una variación en la intensidad de la luz reflejada debido al magnetismo de la muestra.

$$\delta Kerr = \frac{R^+ - R^-}{R_0} \quad (2.10)$$

Este parámetro se define como la diferencia entre las señales recogidas en los dos estados opuestos de saturación de la muestra, normalizada por la señal de reflectividad total. Démonos cuenta de que la respuesta magneto-óptica sobre el fondo de reflectividad es del orden del 1‰, por esta razón es necesaria la amplificación, y los factores de ganancia utilizados han de tenerse en cuenta a la hora de calcular el valor de la δ Kerr.

En el caso concreto de los ciclos presentados en la figura 2.27 la respuesta magnetoóptica es modesta, debido a que la capa protectora de aluminio crecida sobre la aleación magnética es gruesa si se tiene en cuenta que la profundidad de penetración de la luz visible en metales es del orden de los 40 – 50 nanómetros.

El sistema representa una herramienta excelente a la hora de realizar caracterizaciones rápidas y fiables de láminas continuas debido a su sencillez y fácil utilización. Además la velocidad de adquisición permite realizar el promediado de ciclos de histéresis mejorando la calidad de la señal obtenida.

2.4.2.2 Sistema de Caracterización de Nanoestructuras

Para la caracterización de muestras nanoestructuradas se ha utilizado el NanoMOKE2[®] de la empresa Durham Magneto Optics Ltd. basado en la configuración del efecto Kerr longitudinal que utiliza un haz láser focalizado para medir la respuesta magneto-óptica de, solamente, la zona iluminada por el foco. El equipo pertenece al grupo del profesor Fernando Castaño en la Universidad del País Vasco y fue utilizado bajo la supervisión del Dr. Rafael Morales.

En el sistema descrito en la figura 2.29 consiste en un montaje para análisis de efecto Kerr longitudinal con un ángulo de incidencia de 45 grados. Un portamuestras motorizado, codificado y controlado en remoto posee la capacidad de rotar y moverse en el plano de la muestra (desplazamientos precisión $\pm 1\mu$ m, ángulo $\pm 0.1^{\circ}$), encontrándose entre las piezas polares de un electroimán con un campo máximo de 2.4 kOe. Un diodo láser de estado sólido regulado en intensidad y temperatura con variaciones menores del 1‰ genera el haz de luz emitida. La fuente está conectada directamente a una fibra óptica que conserva la polarización de la luz independientemente de las tensiones a las que se la someta introduciéndola después en el sistema óptico. La propiedad de conservación de la polarización es muy útil ya que en las fibras ópticas convencionales, la más mínima torsión de la línea, provoca cambios de la intensidad y del estado de polarización de la luz a la salida de la misma.



Fig.2.29 Esquema sistema NanoMOKE2[®] con la implementación del sistema de medida diferencial para la mejora de la relación señal – ruido.

El haz de luz es colimado y plano polarizado con orientación S (perpendicular al plano de incidencia y según la dirección Z en el esquema). Tras esto se focaliza sobre la muestra y es colectado mediante un par de lentes, las cuales se encuentran sobre desplazadores XY tanto para ajustar el foco como para alinear correctamente el sistema óptico.

Al reflejarse el haz polarizado S en la superficie de la muestra, se induce un giro en el plano de polarización de la luz y una elipticidad como se observa en las ecuaciones 2.8. Para medir el L-MOKE convencional se utilizaría una lámina retardadora $\lambda/4$ para corregir la elipticidad y un analizador cruzado con el polarizador de entrada para analizar el giro en la polarización de la luz inducido por el magnetismo de la muestra. Esta técnica tiene el problema de que al trabajar en extinción, la señal que recibe el fotodetector es extremadamente baja y es comparable con el ruido intrínseco del sensor, empeorando la calidad de los ciclos medidos. Esto se puede corregir en primera instancia girando unos 5 – 10 grados el analizador con respecto a la extinción. De todas formas, se puede mejorar la relación señal – ruido utilizando la detección diferencial, la cual es la que se muestra explícitamente en la figura.

Para realizar la medida se compensa la elipticidad y el giro de la polarización buscando la mínima señal posible en el fotodiodo P. Para esto se ha añadido entre el analizador y la lámina $\lambda/4$ otra lámina retardadora $\lambda/2$, la cual se gira ~ 22.5 grados con respecto a la posición de mínima intensidad en el detector citado para conseguir que la mitad de la intensidad se vaya al detector P y la otra mitad al S. Con esto logramos trabajar con una intensidad de luz razonable en los fotodiodos evitando el problema antes descrito, y además, a partir de la diferencia P – S, obtenemos duplicamos la señal Kerr buscada.

$$S = A\left[\left(I_0^P + \Delta_P\right) - \left(I_0^S + \Delta_S\right)\right] \quad (2.11a) \quad , \quad \Delta_P = -\Delta_S = \Delta \quad (2.11b)$$

La variable *S* representa la salida del amplificador diferencial con ganancia *A*, $I_0^P e I_0^S$ representan las señales recogidas por los detectores P y S debidas al fondo de reflectividad respectivamente y Δ_P y Δ_S las variaciones en intensidad recogida en cada detector debidas al efecto magneto-óptico. Al producirse el giro en el estado de polarización, este favorecerá en un caso a la intensidad S aumentando su proyección y disminuyendo la P en igual medida, mientras que en el estado de imanación de la muestra opuesto, reducirá S en favor de P. Podemos decir por tanto, que se cumple la expresión 2.11*b*.

$$S = A \left(I_0^P - I_0^S + 2\Delta \right) = \underbrace{A \left(I_0^P - I_0^S \right)}_{Fondo} + \underbrace{2A\Delta}_{Kerr} \quad (2.12)$$

Separando la señal de salida en la parte del fondo de reflectividad y la contribución magneto-óptica se obtiene la expresión 2.12, a partir de la cual se ve claramente que se duplica el término correspondiente al efecto Kerr.

Para la colocación del foco del haz sobre la zona de medida deseada, el montaje dispone de una lámpara de luz blanca cuyo haz es introducido en el sistema óptico mediante un divisor de haz. Debido a la dispersión de la luz blanca entrante, las lentes de foco y colectora actúan como un microscopio óptico convencional, de tal forma que esta luz se puede recoger en una cámara CCD permitiendo observar la zona de trabajo y controlar la posición del foco del láser actuando sobre la muestra utilizando el manipulador.

Una cuestión que hay que tener en cuenta a la hora de medir utilizando este sistema, es el hecho de que al introducir lentes en el montaje y encontrarse estas próximas a un campo magnético, la luz al atravesarlas cambia su estado de polarización debido al efecto Faraday (fig.2.30). Este efecto es proporcional al campo magnético y también al grosor de la lente, debido a que si la luz recorre una distancia más larga por el medio susceptible de presentar efecto Faraday más girará su plano de polarización.

Para corregir los datos medidos basta con sustraer a la señal total un recta tal que la pendiente de la misma compense el efecto lineal con el campo. Una vez hecho esto se obtiene el ciclo Kerr longitudinal propiamente dicho.

Este equipo de medida es una herramienta muy versátil para caracterizar el comportamiento magnético de muestras nanoestructuradas debido a su sencillez a la hora de seleccionar las zonas de las cuales se pretende obtener información.



Fig.2.30 Ciclos de histéresis medidos sobre un cuadrado de 70 x 70 μ m² de NdCo₅ utilizando lentes con tamaño de foco de ~ 30 μ m. El ciclo de la izquierda presenta la señal a la salida del amplificador diferencial en bruto mostrando un acusada pendiente debida al efecto Faraday provocado por las lentes. La gráfica de la derecha muestra el ciclo Kerr longitudinal normalizado una vez corregida la contribución del efecto Faraday.

Como habíamos dicho, permite estudiar de forma directa los procesos de inversión de la imanación mediante la adquisición de ciclos de histéresis evitando la necesidad de fabricar muestras patronadas muy extensas que, mediante técnicas de magnetometría convencionales, resultarían indispensables a la hora de obtener una buena señal. Así mismo, al tratarse de una técnica magneto-óptica, la velocidad de medida de los ciclos es muy elevada permitiendo mejorar la relación señal ruido mediante el promediado sin un aumento en tiempo significativo (Ciclo promediado 50 veces se adquiere en ~ 80 segundos).

2.4.2.3 Microscopía Kerr

La caracterización de los procesos de inversión de la imanación mediante el análisis de los ciclos de histéresis, aporta una información muy importante a la hora de explicar el comportamiento magnético de las muestras. Un estudio más completo se puede conseguir mediante la observación de los propios dominios magnéticos durante los procesos de inversión, además esta posibilidad es muy útil a la hora de tratar con sistemas nanoestructurados, ya que permite observar el comportamiento local y global al mismo tiempo. Para llevar a cabo este tipo de análisis se dispone de un microscopio de dominios de alta resolución fabricado por la empresa Evico Magnetics Gmbh.

El equipo utiliza el efecto Kerr longitudinal como fuente de contraste para diferenciar las distintas orientaciones de la imanación en el plano de la muestra, aunque también puede utilizar los efectos polar y transversal [25,35].

Los elementos fundamentales que diferencian un microscopio óptico convencional, de un sistema de microscopía Kerr son básicamente tres: un polarizador, un analizador y una rendija variable para acotar el haz incidente.

El sistema utiliza una lámpara de descarga de Xenón de alta estabilidad como fuente de iluminación. La luz penetra en el microscopio a través de una rendija de entrada cuyo objeto es seleccionar el plano de incidencia de la luz y por tanto, la dirección de la imanación a la cual somos sensibles (fig.2.31).



Fig.2.31 Esquema del sistema de microscopía Kerr de alta resolución.

Esto se lleva a cabo dando paso solamente a una parte del haz luminoso proveniente de la lámpara. Para seleccionar las regiones adecuadas que nos permitan obtener contraste magneto-óptico hemos de recordar cuáles son las premisas para implementar un sistema de Kerr longitudinal.

El sistema óptico del microscopio posee un conjunto de lentes variables que permiten aumentar o reducir la magnificación del sistema independientemente del objetivo utilizado y también observar directamente la luz proveniente desde la posición de la rendija utilizando la muestra como espejo. Observando en esta configuración con la rendija completamente abierta, se obtiene una imagen como la que se muestra en la parte superior izquierda de la figura 2.31. La cruz que se observa se debe al efecto del analizador sobre la luz polarizada que incide sobre la muestra, ya que al reflejarse y al atravesar el objetivo del microscopio, el haz incidente cambia su estado de polarización [25]. Las zonas más oscuras se corresponden con las regiones del haz cuyo estado de polarización es más próximo al inicial y por tanto, al encontrarse los polarizadores en extinción, la intensidad recogida es menor. Estas regiones oscuras son las más adecuadas para obtener un buen contraste magneto-óptico. Así mismo la selección de una u otra región condiciona la dirección de la imanación a la cual será sensible el equipo; si por ejemplo se selecciona el centro de la cruz, se está seleccionando la región central del haz, con lo que los ángulos de incidencia sobre la muestra son normales al plano de la misma. En esta configuración se es muy sensible a la componente fuera del plano de la imanación ya que se está implementando un Kerr polar. Si por el contrario escogemos la cola superior, como se muestra en la figura, se

define un plano de incidencia que es paralelo al eje óptico del microscopio permitiendo ser sensible a la componente de la imanación según esa dirección. De igual forma, si se seleccionase una de las colas horizontales se estaría seleccionando un plano de incidencia según la dirección transversal al microscopio y, la componente de la imanación sensible, sería la paralela a este plano y contenida en el plano de la muestra.

El sistema de aplicación de campo magnético consta de un sistema de dos bobinas con diferentes constantes campo-corriente para permitir trabajar con muestras blandas llegando a tener resolución en campo de hasta 10⁻² Oe. Estas bobinas permiten la incorporación de sendas piezas polares para convertir el sistema en un electroimán con capacidad para alcanzar hasta los 7kOe. Además todo el sistema de campo se puede girar de forma que se puede conseguir cualquier orientación relativa entre la muestra y el campo magnético aplicado.

La obtención de imagen puede ser directa a través de los oculares del microscopio, o utilizando una cámara CCD para recoger la luz. Esta última es la que se utiliza para realizar el análisis de imagen que potencia el contraste debido al magnetismo y permite observar claramente los dominios. El análisis de imagen consiste en tomar una imagen de referencia y utilizarla como fondo para sustraerlo al resto de imágenes que se adquieren, de forma que cualquier cambio se traduce en un brusco cambio de contraste en la substracción, lo cual es básicamente lo mismo que se tiene en los sistemas que trabajan utilizando un amplificador diferencial.

Llegado este punto cabe destacar que debido a que el sistema de adquisición tiene un ruido intrínseco, imaginemos que la CCD tiene un ruido por pixel de ±2 cuentas, es muy importante trabajar con una relación señal-ruido superior a este, de forma que por ejemplo las cuentas debidas al efecto Kerr sean ±10 cuentas. Estamos tratando con el mismo problema que se tenía al utilizar los fotodiodos en extinción pura, en la que los cambios magneto-ópticos eran del orden del ruido electrónico. Para solucionar el problema se actúa de igual forma que en el caso anterior; abriendo con respecto a la extinción el analizador del sistema unos pocos grados (±5 grados).



Fig.2.32 Imágenes obtenidas en el microscopio de dominios. A la izquierda medida de una lámina continua de Co de 100nm de espesor y a la derecha una muestra microestructurada de Co con 50nm de espesor.

Las imágenes muestran regiones claras, oscuras y de tonalidad intermedia. Cada uno de estos contrastes se corresponde a una orientación de la imanación en el plano siendo el más claro y el más oscuro paralelos a la dirección de sensibilidad y de sentidos opuestos. Las tonalidades intermedias se refieren a estados de imanación desalineados con los anteriores, de forma que los tonos grises intermedios se refieren a configuraciones que son perpendiculares a la dirección sensible, y por tanto, el sentido de la imanación en estas regiones está sin determinar. Por contexto magnético se puede deducir el sentido de la imanación en estas regiones, de forma que en la estructura litografiada presentada se observan los característicos dominios de cierre en remanencia.

Además de permitir la observación de los dominios magnéticos, el microscopio permite también la medida de ciclos de histéresis integrando a todo el campo de la imagen, o definiendo el conjunto de pixeles que se utilizarán para medir la señal (Fig.2.33). En esta configuración se utiliza el contraste de la cámara CCD como se utilizaría el voltaje dado por un fotodiodo en un sistema convencional. La gran ventaja de esta técnica es que además de obtener el ciclo de histéresis, se obtiene la configuración de dominios durante la inversión.



Fig.2.33 Ciclos de histéresis medidos con el microscopio Kerr e imágenes de campo asociadas.

La imagen muestra el estado remanente de la muestra, y en ella se marcan las regiones utilizadas para la composición de ambos ciclos. El cuadro negro está asociado al área utilizada para la medida del ciclo representado por cuadrados negros, y el cuadro rojo al ciclo representado por círculos rojos en la gráfica.

La capacidad para definir regiones de interés sobre la imagen adquirida es muy interesante ya que permite la adquisición de ciclos de histéresis locales (μm^2).

Todas las capacidades del sistema de microscopía Kerr, lo convierten en una herramienta excelente para tratar con sistemas magnéticos microestructurados, permitiendo tanto el análisis cualitativo de los procesos de inversión de la imanación, como la realización de estudios cualitativos mediante la adquisición de ciclos de histéresis. <u>Capítulo 3.</u>

<u>Fabricación de láminas magnéticas</u> <u>nanoestructuradas de NdCo₅ con</u> <u>anisotropía perpendicular</u>

El conocimiento de diferentes técnicas de fabricación, y sobre todo la manera de combinarlas adecuadamente, han contribuido de forma notable en la evolución de la ciencia y la tecnología hasta el punto en el cual se encuentran actualmente. Un ejemplo claro es la evolución que se ha visto en la electrónica desde el descubrimiento del transistor por Bardeen, Brattain y Shockley en 1947 hasta la actualidad. El tamaño del primer dispositivo comparado con el de los actuales transistores es del orden de 100000 veces mayor, y esta evolución tan radical no habría sido posible sin el desarrollo de las técnicas de micro y nanofabricación.

La búsqueda de crear dispositivos de tamaños más y más reducidos, no es solo interesante por el incremento de la densidad de los mismos, sino que sobre todo lo es debido a la gran cantidad de fenómenos y comportamientos nuevos que se presentan en estas escalas. Esto se debe a que las estructuras fabricadas poseen tamaños tales que ya no se pueden considerar infinitos comparadas con ciertas longitudes o parámetros característicos de los propios materiales, de forma que la interacción entre ellos hace que se manifiesten nuevos comportamientos que condicionan las propiedades del material.

Para poder entender y utilizar estos fenómenos es fundamental realizar los experimentos adecuados, y para poder llevar a cabo estos, no es menos importante tener muestras optimizadas para ese tipo de medidas. En nuestro caso se pretende fabricar nanoestructuras cuyos tamaños sean comparables a los dominios magnéticos característicos de muestras de NdCo₅, que serán caracterizadas utilizando técnicas magneto-ópticas y microscopía de barrido de sonda MFM.

En el siguiente capítulo se expondrá en detalle el proceso de fabricación de las muestras nanoestructuradas de NdCo₅ remarcando la importancia del estudio previo tanto de las propiedades magnéticas de los sistemas continuos, como del comportamiento de dichas propiedades frente al proceso de fabricación, todo para obtener finalmente las muestras más adecuadas para lograr los fenómenos que se buscan, así como para facilitar la caracterización de los mismos.

3.1 Láminas continuas de NdCo₅

Las muestras de esta aleación son preparadas en el sistema de crecimiento de láminas delgadas descrito en el capítulo anterior mediante pulverización catódica a partir de blancos de materiales puros, con lo que la aleación de nuestras muestras está realizada mediante un depósito simultáneo de neodimio (Nd) y cobalto (Co), siendo la incidencia oblicua a 32 grados y normal para cada blanco respectivamente, estando el sustrato a unos 12 centímetros de las fuentes.

Debido a la gran facilidad que presenta la tierra rara para oxidarse, la lámina magnética se deposita sobre una capa protectora de aluminio (Al) previamente crecida sobre un sustrato de silicio, y además es recubierta con otra capa protectora del mismo material (fig3.1).



Fig.3.1 Esquema del sistema depositado que conforma la lámina continua. Los espesores de la aleación y de la capa protectora son variables en función del objetivo de las muestras.



Fig.3.2 A la izquierda curvas de los ritmos de crecimiento de los distintos elementos en función de la potencia suministrada al magnetrón. A la derecha gráfica de las concentraciones relativas de Nd en función de la potencia del blanco de Co para diferentes potencias fijas del blanco de Nd. Remarcada con una línea discontinua negra la concentración correspondiente al NdCo₅.

El calibrado de la concentración relativa de la tierra rara y el metal de transición se realiza utilizando la microbalanza de cuarzo del sistema en base a los distintos ritmos de crecimiento de cada elemento por separado, siendo estos controlados por la potencia de las fuentes y la presión de gas argón utilizada (fig.3.2). Esta última se mantiene constante en P_{Ar} =2.9 x 10⁻³ mbar durante todos los procesos que implican el arrancado de los magnetrones. La concentración deseada es la correspondiente al 16,6% de Nd y en base a esto las potencias seleccionadas para su obtención son 0.04kW de potencia en el magnetrón de tierra rara y 0.16kW en el de Co.

Todo el proceso de crecimiento se lleva a cabo tras haber realizado la limpieza de los tres blancos involucrados mediante un arrancado de los mismos durante un par de minutos. Durante este tiempo el sustrato se encuentra en la barra de transferencia sin haber sido transferido a la cámara de crecimiento, y el obturador del sistema se encuentra cerrado para evitar el depósito de cualquier material.

Una vez crecidas las muestras, estas son conservadas en vacio o en el interior de un baño de alcohol isopropílico para evitar la oxidación de las mismas, ya que incluso con la capa protectora de Al, es necesario mantenerlas en entornos libres de oxígeno para mantener sus propiedades magnéticas lo mas intactas posible.

La razón fundamental por la cual se ha elegido esta aleación de Co con un 16.6% de Nd, es porque en este entorno de concentración, gracias a la experiencia previa del grupo se conoce que estas láminas presentan anisotropía magnética perpendicular (PMA) [1], lo cual, a partir de un cierto espesor umbral, da lugar a una estructura de dominios a bandas (fig.3.3).

El periodo de estos dominios requiere de la fabricación de estructuras en un rango de tamaños entorno a los centenares de nanómetros, para así ser comparables con el patrón magnético y poder estudiar los fenómenos fruto de una competición y/o acoplamiento entre los dominios y la propia estructura topográfica. Para esto es importante estudiar las propiedades magnéticas de los sistemas continuos, y emular sobre estas muestras los procesos necesarios para la fabricación que se consideren más susceptibles de destruir la PMA, pudiendo así prever estrategias que permitan conservar la estructura de dominios a bandas.



Fig.3.3 A la izquierda imagen correspondiente a la señal magnética obtenida mediante microscopia de fuerza magnética (MFM) de una lámina continua de NdCo₅ de 80 nm de espesor, en la cual se pueden apreciar claramente los dominios a bandas. A la derecha se presenta el perfil del corte indicado en la primera imagen.

En la imagen se aprecian claramente estos dominios a bandas, gracias al contrate obtenido mediante la microscopia de fuerza magnética (MFM), la cual es muy sensible al campo de fugas de la muestra en su superficie, es decir, las zonas claras corresponden a una orientación concreta de la componente perpendicular al plano de la imanación de la muestra, que da lugar a una cierta orientación del campo de fugas en superficie, y las oscuras a justo la contraria dando a entender de esta forma que tenemos una alternancia periódica de esta componente perpendicular de la imanación, y por tanto que estamos ante una configuración típica de dominios magnéticos a bandas característicos de muestras con PMA [2, 3].

3.1.1 Propiedades magnéticas

La configuración de la imanación que da lugar a los dominios a bandas en este tipo de muestras con anisotropía perpendicular se puede explicar en base a modelos micromagnéticos [2-5], para extraer información cuantitativa es necesario resolver las ecuaciones que de estos se derivan, pero también de una forma cualitativa se puede entender su origen sencillamente analizando los términos "con las manos". Enfocando el problema desde este último punto de vista, se tiene un sistema magnético con una serie de propiedades que condicionan su energía libre total. Esta depende de una serie de términos de los cuales tendremos en cuenta los debidos al canje, a la anisotropía magnética, al campo desimanador y al campo externo aplicado o Zeeman.

- <u>Término de Canje</u>: Es un término de energía local que depende del entorno próximo de los momentos magnéticos del modelo micromagnético. Su contribución a la energía va en función de cómo de antiparalelos o paralelos se encuentren los momentos contiguos dependiendo de si se tiene comportamiento antiferromagnético o ferromagnético respectivamente. Para este último, el cual es el que nos atañe, se minimiza cuando toda la imanación es paralela (monodominio).
- <u>Término de Anisotropía</u>: Su efecto en la energía del sistema es la minimización de la misma cuando la imanación de la muestra se encuentra alineada con una cierta dirección (anisotropía uniáxica) o con varias. También se trata de un término local que actúa sobre cada momento independientemente.
- <u>Término Desimanador</u>: No se trata de un término local ya que depende de cuál sea la configuración de la imanación en todo el volumen de la muestra. Depende la densidad de polos magnéticos en superficie y de cómo es la

configuración de la imanación en el interior de la muestra. Este término se minimiza cuando se minimizan los polos tanto en superficie como en volumen siendo el responsable de que la muestra se rompa en dominios magnéticos.

 <u>Término Zeeman</u>: Este término es de carácter local ya que nos da idea del efecto que tiene un campo magnético externo sobre cada uno de los momentos por separado. Se minimiza cuando la imanación está paralela al campo aplicado.

A partir de la competición de estos cuatro términos para describir la energía total del sistema se puede explicar la formación de los dominios a bandas. Para esto nos basamos en el esquema mostrado en la figura 3.4.



Fig.3.4 Esquema de la nucleación de las bandas para muestras con anisotropía perpendicular K_u moderada tales que el factor de calidad Q es menor que la unidad. Partiendo desde el estado saturado en el plano, se muestran tres posibles configuraciones de la imanación.

Se tiene una lámina delgada de espesor D con una anisotropía perpendicular K_n según la dirección Y tal que el factor de calidad de la lámina Q es menor que la unidad, lo que significa que el término de anisotropía fuera del plano K_n es menor que el desimanador $2\pi M_s^2$, siendo M_s la imanación de saturación de la muestra y por tanto su cociente es menor que 1 (Eq.3.1).

$$Q = \frac{K_n}{2\pi M_s^2} \quad (3.2)$$

Inicialmente la muestra se encuentra saturada en el plano a lo largo de la dirección Z gracias a la acción de un campo externo según esa dirección. Al comenzar a reducir la intensidad del campo, el resto de términos de la energía comienzan a competir para determinar la configuración más estable de la imanación (**M**).

Supongamos que una posible solución sea la descrita por la imagen (a); en esta se tiene que aparece una cierta componente de **M** según la dirección Y para satisfacer la anisotropía, permaneciendo la mayor parte de la imanación según la dirección del campo. Esto tiene una gran ventaja desde el punto de vista del término de Canje ya

que toda la imanación se encuentra paralela, pero las superficies XZ de la muestra se llenan de polos magnéticos dando lugar a un fuerte término desimanador, el cual si la anisotropía perpendicular no es muy intensa desfavorece a la energía total del sistema. Como habíamos asumido que la lámina posee un factor de calidad Q menor que 1, esta configuración no es adecuada debido a la gran densidad superficial de polos que se genera.

Las configuraciones (b) y (c) plantean la aparición de los dominios a bandas; estos implican que la mayor parte de la imanación permanece en la dirección de aplicación del campo externo, al igual que en el caso anterior, aparecen componentes de esta según la dirección Y, pero a diferencia con el caso (a) existe una alternancia periódica del signo de la componente perpendicular, de forma que en una banda la M_Y tiene signo positivo y en la contigua negativo. Las paredes de dominio que separan estas regiones son paredes de Bloch, de forma que la imanación es paralela al plano de la pared, plano YZ, para minimizar los polos. También en esta configuración aparecen polos en la superficie de la lámina, pero debido a la alternancia del signo de M_Y hace que estas densidades de polos tengan signos también opuestos, de forma que el término desimanador es menor que en el caso (a). En cuanto al término de canje, la existencia de una pared va en desacuerdo con el criterio de todos los momentos paralelos, pero así todo resulta energéticamente más favorable la formación de estos dominios para minimizar los términos desimanador y de anisotropía.

La diferencia que se plantea entre los casos (b) y (c) es básicamente la intensidad de la anisotropía K_n para un espesor D constante, ya que el primero se corresponde con una muestra que posee una energía de anisotropía mayor que el segundo. Al ser K_n menor en el caso (c), la imanación no tiene tanta necesidad de apuntar según la dirección Y y se forman los denominados dominios de cierre cuyo objeto es minimizar los polos cerrando el flujo magnético en el interior de la muestra (fig.3.5).



Fig.3.5 Esquema del sistema de dominios de cierre del caso (c) de la figura 3.4. Se representan las proyecciones de la imanación de la lámina en las direcciones X e Y. En el centro de las paredes de Bloch que separan los dominios la imanación está apuntando según la dirección Z penetrando en el plano del papel.

La competición de todos los términos de la energía libre total del sistema define el periodo de la estructura de dominios magnéticos Λ , el cual puede ser fácilmente medido mediante MFM como se muestra en la figura 3.3.

Es importante tener en cuenta que el espesor de la lámina D es un factor muy importante, ya que está directamente relacionado con la importancia que el término desimanador tiene sobre la estructura de bandas. Si este espesor es demasiado pequeño, se requiere de una anisotropía perpendicular muy elevada para llegar a conformar dichas bandas, ya que el término desimanador tendría un valor muy importante en comparación con el de anisotropía. De esta forma aparece el denominado espesor crítico, el cual nos dice a partir de qué valor de D para ciertos parámetros de canje, anisotropía y campo externo, se nucleará la estructura de dominios a bandas [2,6].

El estudio experimental del efecto que el espesor de la lámina magnética tiene sobre las propiedades de la misma se realiza mediante la fabricación de una serie de tres muestras con diferentes espesores y misma composición NdCo₅. Los espesores seleccionados son 40, 50 y 60 nanómetros, y las láminas se analizan utilizando el sistema de T-MOKE descrito en el capítulo anterior para el estudio de láminas continuas. Recordemos que el sistema es sensible a la componente de la imanación en el plano de la muestra a lo largo de la dirección perpendicular al plano de incidencia de la luz y el campo magnético es aplicado según la dirección sensible del sistema óptico.

La medida de los ciclos de histéresis correspondientes a estos sistemas con PMA mediante técnicas magneto-ópticas presentan deformaciones naturales en la señal óptica obtenida, para su comparación y análisis estos son simetrizados mediante la técnica descrita en el apéndice 1.



Si(100)/10nmAl/40nmNdCo5/10nmAl

Fig.3.6 Ciclos de histéresis de muestra de NdCo₅ según las orientaciones de los ejes de fácil y difícil imanación en el plano. El ciclo es de tipo transcrítico en ambos casos presentando diferentes valores de remanencia reducida y campo de saturación al plano. Las figuras internas muestran los ajustes realizados para la estimación del campo de anisotropía fuera del plano en ambas configuraciones de medida.

Los ciclos se miden analizando las direcciones de fácil y difícil imanación en el plano. Esta anisotropía en el plano es debida al método de fabricación de las láminas, el cual induce una dirección fácil según la dirección perpendicular al plano de incidencia de los átomos [7]. A primera vista los ciclos revelan que la imanación en remanencia no es la total, y para conseguir saturar la señal en el plano se requiere aplicar un campo que es más intenso en el caso de la medida según el eje difícil (ciclo rojo) que según el fácil (ciclo negro). Este hecho se aprecia mejor en las figuras incrustadas, las cuales muestran las estimaciones realizadas para el análisis del campo de saturación al plano. Así mismo, también cabe destacar que la señal remanente difiere de una orientación a otra siendo mayor la cantidad de imanación según la dirección de medida en el caso del ciclo fácil con respecto al difícil.

- Eje fácil en el plano (ciclo negro): Comenzando desde saturación con un campo de 1500 Oe se tendría un estado similar al inicial descrito en la figura 3.5. Al reducir el campo a un valor de ~750 Oe, comienzan a nuclearse los dominios a bandas de forma que la señal empieza a reducirse al disminuir la proyección de la imanación según la dirección sensible del sistema. Hasta los ~-200 Oe el proceso es reversible, lo cual nos da idea de que la aparición de las bandas está basada en una ondulación suave de la componente perpendicular de la imanación [8]. Cabe destacar que lo que se esperaría en base al modelo planteado dicha figura, las bandas están paralelas a la dirección del campo. La imanación que no se encuentra paralela a la dirección sensible del sistema se manifiesta en un valor en remanencia normalizada de 0.72. A partir de los -200 Oe el proceso se vuelve irreversible dando a entender que el mecanismo de inversión cambia. Posiblemente se nucleen dominios con la componente de la imanación en el plano según el nuevo sentido del campo y estos crezcan propiciando una inversión más rápida. Tras invertir la componente en el plano de toda la muestra se comienza a tumbar la imanación perpendicular en la dirección del campo alcanzando la saturación en torno a los -750 Oe.
- <u>Eje difícil en el plano (ciclo rojo)</u>: Al igual que en caso anterior se comienza desde saturación a un campo de 1500 Oe. En torno a los 1000 Oe se produce la nucleación de las bandas, alcanzando una remanencia de 0.58. El proceso es reversible hasta alcanzar los -150 Oe aproximadamente. Tras esto comienza la evolución irreversible. El mecanismo de inversión de la imanación es muy similar al descrito en el ciclo anterior, variando solamente los valores en campo a los cuales se transita de la rotación incoherente a la nucleación y desplazamiento de paredes. La saturación en el sentido negativo del campo se produce en torno a los 1500 Oe y también es análoga con la descrita en el ciclo de eje fácil.</u>

La diferencia que existe entre los campos de saturación al plano en una y otra configuración nos da idea de la fuerza de la anisotropía en el plano de la muestra. Esta anisotropía se puede ver como un campo adicional que ayuda a que los momentos se coloquen paralelos al plano de la muestra y según la dirección de fácil imanación, que se suma al campo externo cuando la muestra se imana en esa configuración. Este efecto no tiene lugar cuando el ciclo es medido con la muestra orientada perpendicularmente a la configuración anterior, con lo que el campo externo necesario para alcanzar la saturación es mayor.



Fig.3.7 Arriba ciclos de histéresis de láminas continuas de NdCo₅ con diferentes espesores medidos mediante T-MOKE en función de la orientación de los ejes de fácil y difícil imanación en el plano. Abajo gráficas de evolución de los campos de saturación al plano y remanencia reducida en función del espesor de las láminas.

De igual modo, las diferencias en los valores obtenidos para la remanencia (M_r) reducida normalizada son debidos al mismo efecto, ya que según la orientación en el plano paralela a la anisotropía de crecimiento, existe una mayor tendencia por parte de la imanación a encontrarse contenida en el plano de la muestra, dando como resultado un mayor valor para M_r comparado con el valor que se obtiene según la dirección de difícil imanación. El valor de la imanación remanente en el plano en función del espesor de la lámina magnética disminuye a medida que el espesor de la lámina aumenta, siendo esto debido a la disminución del término desimanador que tiende a colocar la imanación en el plano. De esta forma la imanación tiene más libertad para acomodarse de acuerdo a la anisotropía perpendicular.

Existe una gran diferencia entre los ciclos, tanto según los ejes de fácil como de difícil imanación, de la lámina de 40nm con respecto a las de 50 y 60nm. Este hecho se debe a que la primera muestra se encuentra cerca del espesor crítico para la formación de las bandas en el material magnético empleado, situándose este espesor crítico a temperatura ambiente en torno a los 35nm. El peso de la imanación en el plano en la

muestra de 40nm de espesor tiene una importancia nada despreciable, condicionando el proceso de inversión de la imanación.

La caracterización local de los dominios magnéticos en estas muestras se realiza mediante la adquisición de imágenes de MFM obteniendo el periodo característico de la estructura de dominios a bandas para cada una de los espesores crecidos (fig.3.8).



Periodos Bandas vs Espesor

Fig.3.8 Dependencia del periodo de los dominios a bandas en remanencia tras saturación, en función del espesor de la lámina de NdCo₅ depositada. Las imágenes insertadas corresponden a medidas de MFM de las distintas láminas.

Los periodos se puede obtener mediante el análisis de un corte perpendicular a la dirección de las bandas, o bien mediante el filtrado de la imagen calculando la transformada bidimensional de Fourier de la misma. Este último método es mucho más preciso que el anterior y además proporciona información no solo referente al periodo, sino que también indica la orientación de los dominios a bandas dentro de la imagen.

La tendencia de los periodos medidos en remanencia tras la saturación en el plano según la dirección de fácil imanación para los tres espesores analizados, presenta un comportamiento lineal como se describe en la literatura [9 - 11]. El hecho de que el periodo aumente con el espesor de la lámina es debido a la disminución del término desimanador y consiguiente aumento de la proyección de la imanación según la dirección fuera del plano de la muestra. Este aumento de la componente para una misma imanación de saturación (M_s) solo se puede obtener si el ángulo que conforma el vector imanación con la dirección longitudinal de la banda es mayor. Para un parámetro de canje fijo, el aumento de este ángulo provoca que para relajar el sistema magnético se precise una mayor separación entre bandas contiguas aumentando el periodo característico de la estructura de dominios.

Otro parámetro que influye en el tamaño de los dominios que aparecen en estas láminas de NdCo₅ es el campo magnético externo. Como habíamos expuesto anteriormente, un campo intenso en el plano consigue eliminar la estructura de dominios a bandas, y estos se conforman orientados según la dirección de este campo a medida que la amplitud del mismo disminuye. Utilizando el sistema de MFM con capacidad de aplicación de campo magnético en el plano descrito en el capítulo anterior se analiza la muestra de 40nm de espesor de lámina magnética, adquiriendo imágenes para distintos valores de campo externo según la dirección de difícil imanación en el plano, observando el comportamiento de los periodos promedio en cada estado de campo (fig.3.9).



Periodo Bandas vs Campo en Lamina 40nm NdCo_s H_{Evt}//H.A.

Fig.3.9 Gráfica del comportamiento de los periodos de los dominios a bandas en lámina de 40nm de espesor en función del campo externo aplicado. Estado inicial saturado según dirección de difícil imanación en el plano. Medida de medio ciclo de histéresis desde campos negativos hacia positivos. Imágenes incrustadas muestran la estructura de dominios a bandas en dos estados de campo; la de la izquierda a un campo de -900Oe y la de la derecha justo en el campo coercitivo de la lámina a 290Oe.

El estado inicial de la lámina es la saturación según la dirección de difícil imanación a campo negativo. La primera imagen adquirida corresponde a un campo externo de - 900Oe y los ciclos mostradas en la figura 3.7 indican que el campo de saturación al plano según la dirección de difícil imanación para la muestra de 40nm de espesor es de 870Oe. Esta discrepancia se puede deber a un mal calibrado del electroimán del MFM o al hecho de que para extraer dicho campo de saturación se hace uso de una aproximación, la cual siempre da un valor inferior al real como se puede apreciar en la figura 3.6.

Disminuyendo la amplitud del campo externo se observa que el tamaño de los dominios permanece prácticamente inalterado hasta remanencia. Si se aprecia un aumento en el contraste de la señal magnética a medida que se disminuye el valor del campo externo aplicado, lo cual indica que la componente correspondiente a la imanación perpendicular a la lámina se incrementa debido a la PMA. Durante la

inversión de la imanación se aprecia un aumento del periodo promedio de las bandas del orden del 6%, así como una desorganización de la propia estructura de dominios, los cuales se rompen cambiando de dirección dando a entender que la componente en el plano de la imanación se está rompiendo en dominios y se está orientando según el nuevo sentido del campo. Recordemos que esta componente en el plano sigue, debido a la configuración de los dominios a bandas, la dirección longitudinal de los dominios, de modo que cuando estos se doblan, es la propia imanación en el plano la que se está reorientando [9, 12, 13]. Cabe destacar este hecho, ya que nos permite utilizar una técnica que en principio es sensible a la componente perpendicular del campo de fugas, para detectar la orientación de la imanación en el plano de la muestra, valiéndonos de las propiedades de los dominios a bandas.

Tras la inversión de la imanación, los periodos vuelven a los valores anteriormente medidos oscilando en torno a los 90nm de tamaño.

Todo lo analizado hasta ahora representa el comportamiento de los sistemas continuos sin haber sido sometidos a ningún tipo de proceso de fabricación salvo el propio crecimiento en sí, mostrando que el factor fundamental que condiciona la estructura de dominios magnéticos en nuestras muestras de NdCo₅ es el propio espesor de la lámina, de forma que el efecto de la PMA aumenta al aumentar dicho parámetro.

3.1.2 Efectos del proceso de litografía electrónica

Durante la nanoestructuración , las láminas magnéticas de NdCo₅ serán sometidas a distintos procesos cuyos efectos sobre las propiedades magnéticas de las mismas, y más concretamente sobre la PMA, es importante conocer ya que la existencia del sistema de dominios a bandas depende de esta propiedad. Especialmente se ha estudiado el efecto que el proceso de litografía electrónica tiene sobre la PMA en base a los espesores de las láminas de concentración fija crecidas.

La litografía electrónica es un técnica de litografía en serie que permite transferir patrones geométricos bidimensionales arbitrarios con resolución lateral de estructuras de decenas de nanómetros. Como se ha explicado en el capítulo anterior, este proceso requiere de la preparación del sustrato mediante su recubrimiento con una resina sensible al haz de electrones, la cual requiere de un proceso de curado en un horno.

Para estudiar los efectos de este paso necesario para la nanoestructuración, se han utilizado muestras gemelas a las descritas en el epígrafe anterior de 40, 50 y 60 nanómetros de espesor de lámina de NdCo₅ con estructura como la descrita en la figura 3.1, poseyendo la capa de protección de aluminio un espesor de 10nm. Las láminas son recubiertas con la misma resina utilizada para el proceso de litografía electrónica (PMMA 950K A4) mediante la técnica de "Spin-coating" a 4800 r.p.m. durante un minuto y curadas en un horno a 157 grados centígrados durante una hora. La razón por la que se ha escogido un tiempo de curado tan breve es la protección de la muestra frente a la posible oxidación de la misma debido al calentamiento en un entorno con aire. Así mismo, las muestras son posteriormente introducidas en el baño revelador de MIBK:IPA en proporción 1:3 durante 48 segundos, y tras esto introducidas

en otro baño de IPA para detener el revelado. Tras esto son limpiadas con acetona para simular el proceso de lift-off.

Una vez simulado todo el proceso de litografía, se miden los ciclos de histéresis según las direcciones de fácil y difícil imanación en el plano en el sistema de caracterización de láminas continuas por T-MOKE, comparando los resultados obtenidos con los de las muestras gemelas sin procesar (fig.3.10).



Campo (Oe) Fig.3.10 Ciclos de histéresis comparativos medidos por T-MOKE de láminas de NdCo₅ con espesores de 40, 50 y 60 nm, antes y después del proceso de litografía electrónica.

El cambio más importante lo presenta la lámina de 40 nanómetros de espesor, en la cual el anterior ciclo transcrítico que daba idea de la existencia de una cierta PMA, se transforma tras el proceso de litografía en un ciclo de lámina magnética con anisotropía uniáxica en el plano. Las láminas de 50 y 60 nanómetros de espesor presentan una reducción importante de las características típicas de las láminas con PMA, aumentando la remanencia reducida y disminuyendo el campo de saturación en las direcciones de fácil y difícil imanación en el plano.



Fig.3.11 Gráficas de Remanencia Reducida normalizada y Campos de Saturación al plano (izquierda y derecha respectivamente) en función del espesor de la lámina magnética de NdCo₅ antes y después del proceso de litografía electrónica.

La disminución de la PMA al representar los valores de la remanencia reducida normalizada y los campos de saturación en el plano en función de los espesores de las láminas magnéticas (fig.3.11). La lámina de 40 nanómetros de espesor presenta una remanencia según la dirección de fácil imanación del 98% con respecto a la saturación indicando que solamente el 2% de la imanación se encuentra apuntando en una dirección diferente a la sensible del sistema Kerr, con lo que prácticamente podemos considerar extinta la manifestación de la PMA.

A partir de los valores medidos tanto para el campo de saturación en el plano como para la remanencia reducida, la lámina de 50 nanómetros de espesor se comporta de forma muy similar a como lo hacía la de 40 nanómetros antes del proceso de litografía, y la de 60 nanómetros también acusa el descenso de la PMA. Al igual que antes del proceso, se sigue mostrando la acción de la anisotropía en el plano a raíz de las diferencias entre los valores de remanencia y los campos de saturación en el plano para las dos orientaciones de medida.

En base al descenso de los campo de saturación al plano, podemos hacer una estimación de en qué medida decrece la anisotropía perpendicular tras el proceso de litografía electrónica en función del espesor de las láminas magnéticas. Para esto asumimos que se puede escribir la energía de anisotropía perpendicular como describe la ecuación 3.3.

$$K_n \approx \frac{1}{2} H_{K_n} M_s \quad (3.3)$$

Donde lo que se está haciendo es asumir que en la configuración de medida del eje difícil en el plano, la acción del campo lucha directamente contra el efecto de la anisotropía perpendicular para colocar toda la imanación en el plano d la muestra. Esto se consigue cuando se alcanza el campo de saturación (H_{Sat}), el cual en base a lo antes descrito decimos que es igual a H_{Kn} o campo equivalente de anisotropía perpendicular. La M_S representa la imanación de saturación de la aleación de NdCo₅ y el factor 1/2 viene del cálculo del área del triángulo que define la base H_{Kn} y la altura M_S , lo que implica que estamos aproximando el ciclo transcrítico por un ciclo de eje difícil puro en el cual, el área encerrada es directamente la energía necesaria para tumbar la imanación en el plano, o lo que es lo mismo, la energía del término de anisotropía perpendicular.

$$Var K_{n}(\%) = 100 - \frac{K_{n}^{Post}}{K_{n}^{Pre}} 100 = 100 - \frac{H_{K_{n}}^{Post}}{H_{K_{n}}^{Pre}} 100 \quad (3.4)$$

Al interesarnos solamente la reducción relativa de la anisotropía perpendicular por efecto del proceso de litografía y asumir que la imanación de saturación de la aleación no varía, no es necesario conocer la M_s del material obteniendo la disminución de la K_n como indica la ecuación 3.4.

Representando los valores de reducción de la PMA en función del espesor de la lámina y extrapolando la tendencia obtenida, puede estimarse groseramente dicha reducción para cualquier espesor (fig.3.12).



Recuccion K tras Litografia vs Espesor

Fig.3.12 Gráfica de la variación de K_n en función del espesor de la lámina magnética de NdCo₅ tras haber sido realizado el proceso de litografía electrónica. A partir de los datos se estima por extrapolación el espesor necesario para una variación de la PMA menor del 30%.

Los datos representados muestran que para un proceso de litografía igual, la tasa de reducción de la PMA es menor cuanto más gruesa sea la lámina magnética empleada. Por supuesto, la aproximación que se realiza tomando una recta para la extrapolación es muy grosera, pero da una idea de que valor de espesor hay que tomar para obtener una reducción de la anisotropía menor que un cierto umbral. Así mismo, cabria esperar una tendencia de disminución de la pendiente de la función variación $K_n(Espesor)$ a medida que este va aumentando, por tanto la aproximación sería a la baja.

El estudio del efecto del proceso de litografía electrónica sobre la anisotropía perpendicular es fundamental debido a que nos permite seleccionar un espesor de lámina adecuado para preservar dicha propiedad y, lo que es más importante, su manifestación en la formación de los dominios a bandas magnéticos que interaccionarán con las estructuras litografiadas.

3.2 Procesos de fabricación de Nanoestructuras de NdCo5

Debido a la gran anisotropía de la estructura de dominios (fig.3.3), y la fuerte dependencia del periodo de las bandas con el espesor de la lámina magnética (fig.3.8), las nanoestructuras elegidas para estudiar los efectos de acoplamiento y/o competición consisten en sistemas de zanjas que recubren la superficie de la lámina magnética (fig.3.13).



Fig.3.13 Esquema general de la estructura global y local de las muestras.

Las muestras que se pretende fabricar, están fraccionadas en diferentes regiones globales cuyas propiedades magnéticas intrínsecas derivadas del proceso de crecimiento son iguales. Cada conjunto de regiones tiene una cierta propiedad nanoestructurada diferente salvo las que se conservan sin nanoestructurar para utilizarlas como referencia (LC). Cabe destacar que la estructura local no está formada por sistemas de líneas aisladas entre sí, sino que consisten en láminas cuya superficie es patronada permaneciendo el conjunto acoplado por canje. Los parámetros de estructura variables son la profundidad de las zanjas (D), que modifica por regiones el

espesor de la lámina, y el periodo de las mismas (T). Este último parámetro pretende competir directamente con el tamaño de los dominios, por lo que T/2 ha de ser comparable al periodo de las propias bandas. Así mismo, el parámetro de estructura T en combinación con D, introduce una modulación del espesor de la lámina periódico. La profundidad de ataque es constante en cada muestra por razones de fabricación, pero el parámetro T varía dependiendo de la región seleccionada, de forma que en una misma muestra se pueden realizar estudios solamente dependientes de la diferencia introducida por este parámetro estructural.

| | D (nm) | T ₁ (nm) | T ₂ (nm) | T₃ (nm) | T ₄ (nm) |
|-----------|--------|---------------------|---------------------|---------|---------------------|
| Muestra 1 | ~ 10 | 2000 | 1400 | 1000 | 500 |
| Muestra 2 | ~ 30 | 2000 | 1400 | 1000 | 500 |

Tabla 3.1 Relación de los parámetros estructurales de profundidad de ataque (D) y periodo de zanja (T) seleccionados para la fabricación de las muestras.

Para la fabricación de este tipo de estructuras, el proceso general consiste en la combinación de técnicas de litografía, depósito de láminas delgadas y técnicas de ataque. En base a esto, y a las limitaciones de los sistemas de litografía disponibles, los parámetros para el diseño de las estructuras son los presentados en la tabla 3.1.

La estructura de lámina magnética seleccionada consiste en una capa de 10 nanómetros de aluminio depositada sobre un sustrato de silicio monocristalino pulido según la dirección cristalográfica (100). La capa de metal actúa como base para la lámina magnética de aleación amorfa de NdCo₅. Esta lámina magnética posee un espesor de 80 nanómetros para garantizar que tras el proceso de litografía, la PMA y su manifestación en dominios magnéticos a bandas persista (fig.3.12) poseyendo estos últimos periodos del orden de los 160 nanómetros.

Sobre la capa magnética se deposita una lámina de 3 nanómetros de aluminio para proteger la aleación magnética de la oxidación. La razón del valor de este último espesor en contraste con los 10 nanómetros empleados en las láminas continuas descritas previamente, es la minimización del efecto de atenuación óptica provocado por el aluminio, el cual dificulta la caracterización magnética mediante técnicas magneto-ópticas.

Como en todo proceso de fabricación, la planificación y mejora del mismo, ha sufrido una evolución regida por un proceso de ensayo y error que ha dado lugar, no solo a una mejora de la calidad final de las muestras fabricadas, sino que ha permitido optimizar las estructuras litografiadas para facilitar los procesos de medida posteriores.

3.2.1 Desarrollo del proceso

Planteemos el proceso general de fabricación en base al tipo de muestra que se describe en la figura 3.13. Dos procesos de litografía son necesarios, el primero para la definición de las regiones de lámina magnética aisladas, y el segundo para la nanoestructuración de cada una de estas con un periodo de zanja T_i diferente. Así mismo, al menos un proceso de ataque es necesario, tras el segundo paso de litografía, para transferir el patrón periódico de zanjas a la lámina magnética. El resto de procesos intermedios que se precisen dependerán del punto de partida tomado y de la combinación que se haga de las distintas técnicas disponibles (fig.3.14).



Fig.3.14 Esquema de la evolución del proceso de fabricación de las muestras nanoestructuradas de NdCo₅.

El primer planteamiento consiste en partir de láminas continuas con la estructura Si(100)/10nm Al/80nm NdCo₅/3nm Al como sustrato para un primer proceso de litografía óptica que define las regiones de material independientes. Este enfoque inicial requiere de un primer proceso de ataque para, una vez definida la máscara de resina sobre la lámina continua, eliminar el material magnético sobrante. Tras esto ya se podría preparar la lámina para el segundo proceso de litografía, esta vez utilizando el microscopio electrónico de barrido, y un proceso final de ataque con el que se concluiría la fabricación de la muestra. A priori, la combinación de las técnicas de litografía óptica y electrónica parece una buena opción, pero el problema aparece debido a que el agente revelador Microposit[®] MF319 necesario para el primer paso de litografía, reacciona químicamente con la lámina metálica incluso bajo la resina destruyendo sus propiedades magnéticas.

Este hecho hace que la combinación de litografía óptica y electrónica quede descartada obligando a utilizar solamente la última técnica para la fabricación de las muestras.

Al utilizar litografía por haz de electrones (EBL) para la fabricación de las muestras con solamente resina positiva, la imposibilidad de exponer grandes áreas condiciona el punto de partida. En el caso anterior se había partido utilizando la propia lámina magnética como sustrato para el proceso de litografía; en este caso, se utiliza el principio del *lift-off* para definir las estructuras aisladas y las marcas de alineado mediante su crecimiento sobre el molde de resina. Una vez realizado este paso, se procede a preparar el sustrato para el segundo proceso de EBL en el que se definirá sobre cada región aislada un patrón de zanjas con un periodo diferente. Para alinear las estructuras preparadas en el primer proceso con el patrón que se transferirá en esta segunda exposición, son de gran importancia las marcas de alineado litografiadas en el paso anterior.

Una vez realizada la exposición y completado el proceso de revelado de la resina, se obtiene una estructura de cuadros magnéticos cuya superficie está recubierta por un patrón de zanjas de resina como el mostrado en la figura 3.14. En principio, esta estructura ya es susceptible de introducirse en el sistema de ataque por bombardeo iónico para transferir el patrón a la lámina magnética. El problema aparece tras la realización de un ataque a 500W de potencia de la fuente de radiofrecuencia con un V_{Bias} de ~1000V durante un tiempo de 65 segundos. Todo esto produce la vitrificación de la resina, lo que impide su retirada en acetona, incluso en el seno de un baño de ultrasonidos.

Para evitar este problema se recurre a utilizar una lámina metálica nanoestructurada como máscara de ataque. El proceso es en esencia idéntico al anterior hasta el revelado del segundo proceso de EBL, donde se define el patrón de zanjas sobre cada área independiente. Llegado este punto, la muestra es introducida en el sistema de crecimiento de láminas delgadas y se procede a depositar una capa metálica. Llevando a cabo el proceso de *lift-off* se completa la preparación de la máscara metálica, quedando la muestra lista para ser introducida en el sistema de ataque y completar el proceso de fabricación transfiriendo exitosamente el patrón a la lámina magnética.

Así mismo, las medidas realizadas en las muestras cuya máscara de ataque está realizada con resina y se encuentra vitrificada (fig.3.15), aportaron información interesante que permite modificar el patrón inicial de las islas magnéticas para facilitar experimentos de comparación utilizando el sistema de microscopía de fuerza magnética. La razón fundamental de este cambio de patrón inicial es debida a la imposibilidad de conseguir las mismas condiciones de historia magnética y ángulo relativo campo - muestra, cuando para saltar del sistema continuo a la nanoestructura es necesario mover manualmente la muestra.



Fig.3.15 Imágenes de MFM obtenidas tras haber saturado la muestra según la dirección de las zanjas estructurales, girar la muestra manualmente 90 grados y comenzar a aumentar el campo según la nueva orientación.

En las imágenes de señal magnética tomadas se observa claramente la imposibilidad de obtener información de la configuración de dominios de las zonas protegidas por la resina. Así mismo, se observa que la estructura litografiada (en este caso zanjas de 2µm de periodo) tiene un efecto sobre los dominios a bandas. La idea planteada por el experimento es, concretamente, aproximar la lámina de control sin estructurar a la nanoestructura, para que en una misma serie de medidas, con la misma orientación

relativa campo - muestra, se puedan obtener imágenes del comportamiento en ambos sistemas utilizando el propio piezo-tubo de barrido como sistema de posicionamiento.

3.2.2 Fabricación de Nanoestructuras

Para concluir el capítulo dedicado a la fabricación de las muestras nanoestructuradas de NdCo₅, se expone en detalle todo el proceso de fabricación final desde el diseño de los patrones, hasta la caracterización estructural.

El patrón diseñado está pensado para poder realizar el proceso de doble exposición de una forma sencilla, y posiciona junto a cada región nanoestructurada otra que funciona como lámina de control individual (fig.3.16).



La zona superior del esquema presenta las posiciones sobre la muestra en las cuales se realizan las exposiciones del patrón local representado en la zona inferior. Recordemos que el microscopio electrónico posiciona primero la zona a exponer en el centro del campo de trabajo mediante el empleo de un portamuestras motorizado con control de posición, lo que permite ir saltando de una posición a otra sobre la muestra, y realizar múltiples exposiciones en regiones de mm² con una alta magnificación (Campo de trabajo $10^2 \mu m \times 10^2 \mu m$) sin necesidad de definir un campo de trabajo que abarque toda la superficie (mm²). Para esto el sistema utiliza un sistema de coordenadas

relativo (U,V) cuyo origen y orientación puede ser predefinido por el usuario para adaptarlo al sustrato sobre el que se realizará la litografía (fig.2.12).

El patrón litografiado en cada una de estas posiciones está definido en diferentes capas, lo que permite seleccionar diferentes elementos a exponer en cada paso de exposición.

- <u>Capa 0</u>: Define las áreas que serán expuestas en el primer proceso de litografía definiendo las islas aisladas de material magnético, así como las marcas de alineamiento fino para el segundo proceso de litografía.
- <u>Capa 1</u>: Define las regiones que se expondrán en la segunda etapa de litografía electrónica. Es la capa que define el patronado en forma de zanja de periodo variable T_i sobre el cuadrado derecho del patrón local. En el cuadrado izquierdo correspondiente a la lámina de control puede definir un cuadrado igual al de base o sencillamente nada. La razón de esto es la utilidad de definir zonas continuas que quedarán protegidas o no respectivamente ante el proceso de ataque.
- <u>Capa 43</u>: Se corresponde con una capa reservada del software de control que está destinada a definir las áreas de barrido para obtención de imagen, permitiendo el alineamiento de muestra y patrón durante la segunda exposición. Esta es la razón por la cual estas áreas se encuentran centradas en las esquinas de las marcas de alineamiento fino.

La lista de de posiciones asociadas a cada una de los patrones a exponer, incluye además de la estructura local mostrada en la figura 3.16, cuatro cruces en campos de trabajo de 50 x 50µm cuyo objeto es facilitar el proceso de alineado grueso necesario para el segundo proceso de litografía. La distancia en las coordenadas relativas entre cada patrón transferido es $\Delta U = \Delta V = 500$ µm.

Cada una de las filas de litografías tienen el mismo periodo de zanja T_i, siendo el del la fila inferior T₁ de 2µm y el de la superior T₄ de 500nm. En las tres primeras columnas las regiones de control no tienen definida una exposición durante la segunda exposición (capa 1) quedando expuestas durante el proceso de ataque, mientras que la última columna de la derecha tiene definidos cuadros idénticos de 70 x 70µm² sobre los definidos en el primer proceso de litografía (capa0), quedando protegidas del ataque. Además de los patrones principales, se incluyen cuatro cruces de 50µm para el posicionado grueso de la muestra durante la segunda exposición.

La separación de 10 μ m entre los cuadrados es lo que permite la realización de medidas simultaneas de MFM en el cuadro nanoestructurado y continuo utilizando el piezo-tubo de barrido para saltar de una a otra región (recorrido XY 50 μ m). El tamaño de 70 x 70 μ m² está pensada para ser suficientemente grande como para que la forma de la estructura global sea despreciable, desde un punto de vista desimanador, comparado con el efecto de las propias zanjas. La comparación para las zanjas mas grandes fabricadas (T/2=1 μ m), y por tanto con menor término desimanador asociado, da como resultado que el factor asociado al cuadrado global es 30 veces menor que el correspondiente a las nanoestructuras [14].

Todo el patrón está realizado en un campo de trabajo total de 200 x $200\mu m^2$ equivalente a una magnificación en el microscopio de 825 aumentos. Así mismo, las estructuras están definidas como áreas con un *"area step size"* de 32 nanómetros, lo que equivale a 8 pixeles en el convertidor digital - analógico, garantizando la resolución para la definición de las zanjas con T/2=250 nanómetros (más de 62 pixeles para definir el ancho). La dosis seleccionada para la resina Microchem[®] PMMA 950K A4 con un voltaje de aceleración de 20kV es de $100\mu C/cm^2$. La corriente de haz seleccionada para las exposiciones es de ~90pA, lo que lleva asociado un tiempo de exposición por unidad de área de ~0.011ms.

Los soportes para el proceso de litografía son sustratos de Si monocristalino pulido según la orientación cristalográfica (100) de aproximadamente 8 x 8mm², los cuales siguen el siguiente protocolo de limpieza y preparación:

- 1. Baño de ultrasonidos en Acetona durante 5 minutos. Con esto se elimina toda suciedad de origen orgánico de la superficie de la muestra.
- 2. Sin secar el sustrato, se cambia a un baño de alcohol isopropílico (IPA) para la eliminación de cualquier resto del baño anterior, introduciéndolo de nuevo en el sistema de ultrasonidos durante 5 minutos más.
- 3. Se seca la muestra mediante la aplicación directa de un flujo de nitrógeno seco y se introduce en un nuevo recipiente con IPA para preservar los sustratos del depósito de polvo y/o otra suciedad en su superficie.
- 4. Las muestras son extraídas del baño de IPA y secadas con N₂ seco justo antes del pipeteado de la resina, con el sustrato ya colocado en el *Spinner*.
- 5. La capa de resina se aplica mediante "*Spin coating*" recubriendo la superficie del sustrato con PMMA 950K A4 de la empresa Microchem[®] a 4800r.p.m. durante 1 minuto, obteniendo un espesor de capa de ~200nm [15].
- El curado de la resina se lleva a cabo en un horno a 157°C durante un tiempo superior a 2 horas. Este proceso produce la evaporación del anisol y homogeneíza la capa de resina que recubre el sustrato.

El soporte está listo para ser introducido en el sistema de litografía electrónica, pero antes de introducirlo en el microscopio se realizan pequeños arañazos en la superficie de la resina junto a las esquinas de la muestra. Estas muescas tienen por objeto facilitar el proceso de enfoque previo al lanzamiento de la exposición.

El sistema de litografía empleado es el descrito en el capítulo segundo, el cual consta de un microscopio electrónico de barrido *Leo Evo™60* de la empresa *Carl Zeiss*, en combinación con una electrónica de control para litografía *Elphy Plus™* de la empresa *Raith*.

Una lista de posiciones como la mostrada en la descripción global de la figura 3.16 es introducida en el software de control de la electrónica de litografía, exponiendo la capa 0 de cada patrón utilizando los parámetros anteriormente citados. En esta primera exposición, el alineamiento grueso de la muestra se realiza tomando como origen de coordenadas relativas la esquina inferior izquierda del propio sustrato.

Una vez finalizado el proceso de exposición, la muestra es retirada del sistema de litografía y se realiza el revelado de la misma mediante su inmersión en un baño de

agente revelador, compuesto por una mezcla de metil isobutil cetona (MIBK) e IPA en proporción relativa 1:3 durante 48 segundos a temperatura ambiente. Tras el tiempo de revelado, la muestra es inmediatamente introducida en un baño de IPA durante 1 minuto para diluir los restos de revelador deteniendo el proceso anterior. Es muy importante agitar la muestra durante ambos procesos (Revelado y Aclarado) para la correcta eliminación de las regiones expuestas de la resina.

Cuatro muestras son sometidas al proceso de litografía definiendo los marcos para el crecimiento de las láminas magnéticas de NdCo₅, las cuales se denominan NdCo5MarcoDef#1-4. Tras el revelado, estas son introducidas en el sistema de crecimiento de láminas delgadas con blancos en los magnetrones de Al, Co y Nd siendo el primero y el último los colocados en las fuentes con incidencia oblicua sobre el sustrato, y el Co el que se encuentra en la configuración normal a la muestra. Además de las propia muestra litografiadas, se introducen dos sustratos de Si(100) para el depósito de láminas continuas de control.

El esquema de lámina depositado es el mostrado en la figura 3.1 con la particularidad de crecer una capa de 80 nanómetros de aleación de NdCo₅ según la calibración mostrada en la figura 3.2, y una capa protectora de Al de 3 nanómetros de espesor. Así mismo, el eje de anisotropía de crecimiento introducido por la configuración de los magnetrones [7] se alinea de forma aproximada con la futura dirección que tendrán las zanjas para favorecer a la anisotropía de forma.

El *lift-off* se realiza sumergiendo la muestra patronada en acetona durante 5 - 10 minutos, tras los cuales se introduce en un sistema de ultrasonidos que finaliza el proceso de arrancado de la lámina sobrante. Así mismo, la muestra también es introducida en un baño de IPA para eliminar los restos de acetona, y posteriormente secada mediante un chorro de N₂ seco.

Al tratarse de láminas magnéticas compuestas por una aleación de tierra rara - metal de transición, las muestras se conservan en botes estancos de IPA, evitando todo contacto con la humedad o con el aire, salvo durante los procesos de fabricación.

Una vez completado el primer proceso de litografía se prepara la muestra para comenzar el patronado de las zanjas. Para esto se vuelve a depositar una capa de PMMA del mismo tipo antes empleado mediante el mismo protocolo. La única salvedad es el tiempo de curado de la resina, el cual es reducido a 1 hora para evitar una reducción excesiva de la PMA de la lámina magnética. Este es el mismo tiempo empleado para la simulación del proceso de litografía realizado sobre láminas continuas de diferentes espesores expuesto en el apartado 3.1.2 de este capítulo.



Fig.3.17 Resumen primer proceso de litografía.

Cada una de las muestras de control de asociadas a las láminas nanoestructuradas son analizadas mediante la utilización de un magnetómetro SQUID MPMS[®] Evercool de la empresa *Quantum Design* propiedad del Instituto de Física de Materiales de la Universidad de Oporto (IFIMUP), con objeto de obtener los parámetros magnéticos característicos de la aleación de NdCo₅ crecida.

Las medidas consisten en ciclos de histéresis realizados a temperatura ambiente, variando la orientación relativa entre el campo aplicado y la propia muestra, de forma que es posible estudiar las curvas de imanación en función del campo (M(H)) según las direcciones de fácil y difícil imanación en el plano de la muestra, así como según la dirección perpendicular a la superficie de la lámina (fig.3.18).



Fig.3.18 Ciclos de histéresis medidos por magnetometría SQUID en una de las láminas de control crecidas. Izquierda ciclo en bruto sin corregir pendiente diamagnética. A la derecha ciclos medidos según las orientaciones de fácil y difícil imanación en el plano y según la dirección perpendicular a la lámina.

El sistema de magnetometría SQUID, como todas la técnicas de magnetometría de volumen, miden el momento magnético de todo el material introducido. Esto contrasta con todo los ciclos de histéresis mostrados hasta el momento, debido a que los anteriores fueron adquiridos mediante la utilización de técnicas magneto-ópticas (T-MOKE y L-MOKE). Como ya se indicó en el capítulo 2, estas técnicas proporcionan información de la imanación del material que posee propiedades magneto-ópticas [16, 17], siendo en el caso analizado el Co el responsable. De esta forma, en el sistema SQUID, no solamente se obtiene respuesta de la lámina magnética de NdCo₅ sino que se registra la contribución de las capas de aluminio, del sustrato de silicio y del portamuestras. Todo esto se aprecia en el ciclo de la izquierda en la figura 3.17, donde se observa claramente la pendiente diamagnética introducida por el sustrato de silicio, el cual al ser el material más masivo, domina el comportamiento cuando la lámina magnética está saturada. Corrigiendo esta se obtienen los ciclos mostrados en la imagen de la derecha, mostrando los distintos comportamientos según las diferentes orientaciones relativas entre el campo aplicado y la muestra. Cabe destacar que la dirección en la cual es sensible el sistema de medida es la paralela a la dirección del campo.

La forma de los ciclos de imanación en el plano, tal y como se muestra en la figura insertada en la principal, muestra la gran isotropía del sistema debido a la similitud de ambos ciclos (E.A. y H.A.). Así mismo, el ciclo medido según la componente perpendicular al plano de la lámina, muestra que esta dirección es, a temperatura ambiente, mas difícil de saturar indicando que, como se había comentado en el capítulo anterior, el factor Q (eq.3.2) de esta aleación es menor que la unidad y por tanto los dominios a bandas que posee son los denominados dominios a bandas débiles [2, 12].

El magnetómetro proporciona información absoluta sobre la imanación de la muestra, de forma que para poder comparar entre las distintas láminas es necesario normalizar al volumen de material magnético de cada muestra de control.

El cálculo del volumen se realiza adquiriendo una imagen de la superficie de la muestra mediante la utilización de una cámara web *Logitech HD Pro C920* en una magnificación tal que la muestra quepa en el campo de la imagen, y la aberración esférica introducida por el sistema óptico sea mínima. Cada pixel de la imagen tiene asociado un tamaño en escala real, el cual se calibra mediante la adquisición de una imagen de una hoja de papel milimetrado manteniendo los mismos parámetros de magnificación que se emplearon para la toma realizada sobre la muestra (fig.3.19).



Fig.3.19 Imágenes para el cálculo de la superficie de las muestras. A la izquierda patrón de papel milimetrado y a la derecha muestra de control NdCo5MarcoDef#1 Control (a).
Las imágenes muestran el patrón de papel milimetrado fotografiado (izquierda) y la lámina continua de control (a) depositada al mismo tiempo que la muestra NdCo5MarcoDef#1. El cálculo del número de pixeles integrantes de la superficie tanto del patrón, como de la lámina se realiza mediante el empleo del programa *ImageJ* [18], mediante la selección de aquellos pixeles cuyos colores fuesen muy próximos (variación relativa < 3% en color entre pixeles contiguos). Una vez obtenida la equivalencia pixeles/mm², la obtención de la superficie de las muestras es directa y, conocido el espesor de la lámina magnética de NdCo₅ (80nm), el volumen es calculado.

A partir del valor absoluto de imanación medido para cada muestra en estado saturado se realiza finalmente la normalización dividiendo por el volumen de la lámina magnética.

| M _s #1 Control (a) | M _s #2 Control (a) | M _s #3 Control (a) | M _s #4 Control (a) |
|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|
| 1114 emu/cm ³ | 1120 emu/cm ³ | 1120 emu/cm ³ | 1092 emu/cm ³ |

Tabla 3.2 Imanaciones de Saturación (M_s) de las láminas de control asociadas a cada una de las muestras nanoestructuradas fabricadas.

La tabla 3.2 presenta las imanaciones de saturación por unidad de volumen de las láminas de control de cada una de las muestras nanoestructuradas fabricadas. Se observa que la dispersión en el valor relativo medido es pequeña (menor del 2% del valor medio de todas las M_s) y que las muestras poseen un valor de $M_s \approx 1100$ emu/cm³. Este valor de imanación de saturación es próximo a otros obtenidos en aleaciones de Nd_xCo_{1-x} de concentración similar [19, 20].

A partir de los ciclos obtenidos, podemos añadir un nuevo punto al estudio realizado sobre la evolución de la imanación remanente y los campos de saturación al plano en las configuraciones de fácil y difícil imanación en el plano (fig.3.7), con el nuevo espesor de 80nm (fig.3.20).



Fig.3.20 Gráficas de campos de saturación al plano γ remanencias reducidas de muestras de NdCo₅ en función del espesor de la lámina depositada.

La gráfica de la izquierda muestra la evolución con el espesor del campo de saturación al plano según las configuraciones de medida con el eje de fácil (cuadrados negros) y difícil imanación (círculos rojos) paralelos al campo externo aplicado. La derecha, muestra la remanencia reducida del sistema en función del mismo parámetro que su compañera distinguiendo también entre ambas orientaciones de medida (E.A. y H.A.). De la tendencia con el espesor de los campos de saturación al plano podemos intentar extraer un valor para la energía de anisotropía perpendicular K_n . Para esto hemos de asumir que su valor no varía de forma importante con el espesor de la lámina, y también hemos de asumir que la M_s del material es independiente de este parámetro. Realizando un ajuste asintótico a los puntos, lo que se está haciendo es estimar el valor máximo del campo de saturación al plano. Este valor se alcanzará para un espesor de lámina infinito con lo que la contribución desimanadora según esa dirección será nula, y por tanto la asíntota de campo será equivalente a la energía Zeeman necesaria para tumbar toda la imanación al plano de la muestra, con la oposición, solamente, del término de anisotropía. Podemos calcular el valor de esta energía a partir de la ecuación 3.3. De esta forma, el valor del campo de anisotropía perpendicular es $H_{Kn}\approx$ 2700 Oe, lo que con una M_S como la obtenida para estas muestras ($M_s \approx 1100 \text{ emu/cm}^3$), se obtiene un valor para la energía de anisotropía perpendicular de $K_n \approx 1.48 \times 10^6 \text{ erg/cm}^3$, el cual está de acuerdo con los obtenidos para el mismo tipo de aleaciones con composición similar [1].

Recordemos que tanto la M_s medida como la K_n estimada son los parámetros nativos de las muestras sin haber sido sometidas a los procesos de fabricación, la cual afecta al efecto de la anisotropía perpendicular de forma global (apartado 3.1.2). De todos modos, los valores obtenidos para las láminas vírgenes servirán como punto de partida.

Volviendo al proceso de nanoestructuración, una vez definidos los marcos, el alineado tanto fino como grueso de las estructuras definidas durante el primer proceso de litografía, es de vital importancia para la correcta exposición de las estructuras que definirán las zanjas. El primer paso consiste en referenciar el sistema de coordenadas relativas (U,V) del software de control de litografía con las cruces de 50µm definidas en la lista de posiciones definida durante el primer proceso de litografía (fig.3.21).



Fig.3.21 Esquema del proceso de alineado necesario para el segundo proceso de litografía.

Tomando las posiciones de las dos cruces inferiores se ajusta el ángulo de orientación de los patrones y definiendo como origen de coordenadas relativas la cruz inferior izquierda, se define el nuevo sistema de referencia. Así mismo, en base a las separaciones tanto según la dirección U como V existentes entre cada uno de los patrones previamente expuestos ($\Delta U = \Delta V = 0.5$ mm), se puede iniciar el proceso de exposición, indicando como capas activas de exposición la 1 y la 43. La capa 1 lleva asociada la estructura de zanjas, y define o no, la exposición de la región completa sobre el cuadrado continuo de control. La capa 43, es la responsable de realizar el proceso de alineamiento fino.

Este alineamiento consigue ajustar la estructura real sobre la muestra al patrón a exponer mediante la adquisición de campos de imagen (capa 43) los cuales tienen unas posiciones fijas en el patrón que se encuentran asociadas a las marcas litografiadas en la muestra durante el primer proceso de litografía. El barrido de tres áreas de este tipo, asociadas a tres marcas diferentes, consigue ajustar unívocamente el patrón con la estructura ya existente.

Es imprescindible un buen ajuste grueso, para que en los campos de imagen barridos (capa 43) aparezcan las marcas de alineado, permitiendo ajustar el centro del campo de imagen a la esquina de la estructura tal y como se muestra en la figura 3.21.

En muchas ocasiones, incluso realizando el primer alineado grueso de una forma satisfactoria, al tomar las imágenes para el alineado fino no se aprecia la estructura de la marca; esto es debido en errores sistemáticos en el desplazamiento de los motores del sistema de posicionamiento, lo que normalmente se soluciona mediante la adicción de unas pocas micras a las posiciones donde se esperaría que se encontrase la estructura (error intrínseco a los sistemas de codificación de posición). Donde no se presentan errores es en el intervalo de 0.5mm entre estructuras, es decir, si cabria esperar observar las marcas en una posición (U,V) = (1.5 mm, 1.5 mm) y no se observa nada, estas pueden encontrarse en la posición (U,V)= $(1.5\pm0.01\text{ mm}, 1.5\pm0.01\text{ mm})$, encontrándose la siguiente estructura según la dirección U en la posición (U,V)= $(2\pm0.01\text{ mm}, 1.5\pm0.01\text{ mm})$ con un Δ U=0.5mm.

Una vez completado el barrido de la capa 43 y completado el proceso de alineado, el software de control de litografía actualiza en base al centrado de los campos de imagen sobre las marcas, los parámetros de deflexión y rotación del haz de electrones comenzando la exposición de la capa 1, tras la cual se realiza el proceso de revelado de la misma forma antes descrita, obteniendo el patrón de zanjas realizado en resina sobre la los cuadros de lámina magnética (fig.3.22).



Fig.3.22 Imagen de AFM modo dinámico de la máscara de resina PMMA sobre la lámina magnética correspondiente a un periodo de zanja de 1400nm. A la derecha imagen del corte topográfico obtenido.

En la figura se muestra una imagen de AFM correspondiente a la estructura de zanjas de 1.4µm de periodo litografiada sobre la lámina magnética depositada previamente. La discrepancia en espesor con el esperado de 200nm puede deberse a factores de calibración en el piezo-tubo.

La definición de la máscara metálica se realiza mediante el proceso de *lift-off*, depositando capas de 10 y 15 nanómetros de espesor sobre la máscara de resina. El empleo de este material se debe a su alta resistencia al proceso de bombardeo [21]. Estos espesores son elegidos en base al ritmo de ataque calibrados de 0.07nm/s (fig.2.18) expuesto en el capítulo segundo, para definir zanjas con las profundidades indicadas en la tabla 3.1, tratando de dejar inalterado el espesor original de las regiones protegidas.

El depósito de la máscara metálica se realiza en el sistema de crecimiento de láminas delgadas con el blanco de Nb en una de las fuentes oblicuas al sustrato, obligando a colocar las zanjas según el plano de incidencia de los átomos (mirando en la dirección vertical, ver figura 2.2) para evitar efectos de sombra.

| P _{Ar} (mbar) | P _{Nb} (kW) | τ _{Nb} (Å/s) |
|------------------------|----------------------|-----------------------|
| 2.9x10 ⁻³ | 0.25 | 1.76 |

Tabla 3.3 Parámetros utilizados en el sistema de crecimiento durante el depósito de las láminas de niobio.

El *lift-off* se realiza igual que en caso del primer proceso de litografía introduciendo la muestra en acetona durante unos minutos, finalizando el proceso de arrancado de la lámina depositada sobre resina mediante un sistema de ultrasonidos, aclarando finalmente la muestra en IPA. Así mismo, a fin de eliminar todo posible resto de resina antes de realizar el bombardeo iónico, se realiza una limpieza mediante iones reactivos de oxigeno a las muestras en el sistema de ataque seco. Los parámetros de dicho ataque son:

- P_{RF} = 100W.
- 80 centímetros cúbicos por minuto (c.c.m.) de flujo de O₂.
- $P_{CAMPANA} > 2x10^{-1}$ mbar.
- 4.4 c.c.m. de flujo de He en el sistema de refrigeración de sustratos.
- Tiempo de ataque = 30s.







Fig.3.23 Imágenes correspondientes a la topografía de las muestras con ~15nm de Nb depositados sobre la lámina magnética de NdCo₅. A la derecha de cada imagen se presenta el perfil del corte topográfica indicado en la imagen.

Las imágenes mostradas en la figura 3.23, corresponden a medidas de AFM modo dinámico de la superficie de una muestra con una capa de Nb depositada de 15 nanómetros de espesor. Los periodos obtenidos tras el *lift-off* se corresponden de forma adecuada con los deseados. Cabe destacar que los picos identificados en los cortes topográficos realizados en cada imagen son debidos a corrugación sobre la propia lámina de Nb. Esta corrugación, se debe a restos de resina que no se diluyen

completamente en el proceso de revelado, quedando atrapados bajo la lámina metálica. El hecho de que en algunos casos posean forma definida según la dirección longitudinal de la zanja, es debido a como el sistema de litografía realiza la exposición. Estos restos de resina se pueden observar en la imagen de AFM obtenida directamente de la muestra con la máscara de resina (fig.3.22). Las crestas más intensas observadas en los bordes de las estructuras se corresponden a picos de Nb que no se han arrancado tras el proceso de *lift-off*.

Una vez realizado el *lift-off* y la limpieza de los posibles restos de resina, se adapta el sistema de ataque seco para realizar un bombardeo iónico. Esto implica retirar el escudo protector de la fuente de plasma superior y utilizar esta última para la generación de los iones (fig.2.15).

Las muestras se introducen en el sistema de ataque una de cada vez debido a los diferentes tiempos de ataque necesarios para transferir las zanjas con diferentes profundidades.

Parámetros del Ataque:

- P_{RF} = 500W.
- V_{BIAS} ~ 1000V.
- $I_{BOBINA 1} = 3A.$
- $I_{BOBINA 2} = 12A.$
- Flujo de Argón = 6.6c.c.m.
- $P_{CAMPANA} = 4.2 \times 10^{-4} mbar.$
- Flujo de He circuito de refrigeración de sustratos = 4.4c.c.m.
- Tiempo ataque muestras 15nm Nb = 187s.
- Tiempo ataque muestras 10nm Nb = 125s.

El obturador de protección de la muestra permanece cerrado hasta que el plasma generado alcanza la estabilidad con una energía del orden de 1keV, alcanzándose este estado tras aproximadamente 20 minutos del arrancado de la fuente.

Ha de tenerse precaución en la conservación de las muestras justo tras la realización del ataque, debido a que la capa protectora de Al ha sido eliminada en las regiones bombardeadas, dejando expuesta la aleación magnética de NdCo₅. Para proteger las propiedades magnéticas del sistema, las muestras son inmediatamente introducidas en los botes estancos con IPA ya utilizados para su conservación, además de ser recubiertas de nuevo con una capa protectora de aluminio de 3nm de espesor.



Tras el proceso de fabricación, las muestras preparadas son analizadas mediante SEM, AFM, MFM para confirmar que los parámetros tanto estructurales como magnéticos son los adecuados. Con respecto a las medidas de MFM, se trata de confirmar la presencia de la estructura de dominios a bandas tras todo el proceso de fabricación.





Fig.3.25 Imágenes de SEM de las muestras fabricadas; de izquierda a derecha y de arriba a abajo se presentan: Las dos superiores representan la vista local del patrón completo con periodo de zanja 2µm (a y b), mostrando los tamaños de los cuadrados y de la separación entre los mismos. Las dos inferiores, muestran un detalle del periodo estructural transferido en los casos más extremos de tamaños, 2µm (c) y 500nm (d).

Las imágenes de SEM tomadas muestran la estructura general de cada patrón local (a y b), mostrando los tamaños de los cuadrados, tanto lámina de control como nanoestructura. Así mismo en estas imágenes se pueden observar los efectos del alineado fino del patrón a la estructura, llevado a cabo al comienzo del segundo proceso de litografía, manifestándose en forma de cuadros cuyo centro aparece sobre tres de las marcas de alineado. Estas al quedar recubiertas por Nb durante el proceso de ataque, transfieren el patrón cuadrado del área de barrido de imagen al soporte.

Las imágenes (c) y (d) muestran las zanjas transferidas a la lámina magnética en los casos extremos de periodo, correspondiendo la primera al sistema de zanjas de 2μ m y la segunda al de 500nm. También se puede apreciar un corrimiento de todo el patrón expuesto durante el segundo proceso de litografía unos 500nm hacia la derecha, pudiendo este error solventarse mediante el realizado de múltiples procesos de alineado fino encadenados, que básicamente utilizan la corrección obtenida durante el proceso anterior como punto de partida para obtener el mejor ajuste posible. Debido al modo de alineado fino utilizado, el número de pasos iterativos posibles es de solamente uno, con el consiguiente error.

La deformación que aparece en los bordes de las zanjas de menor periodo lateral es debido al déficit de dosis que tienen estas regiones exteriores.



Fig.3.26 Recopilación de imágenes de topografía, perfiles y señal magnética de la muestra nanoestructurada de NdCo₅ con una profundidad de ataque estimada del orden de 10nm.

Las imágenes de topografía muestran unos parámetros de estructura muy próximos a los esperados en la tabla 3.1 para la muestra con un tiempo de ataque de 125 segundos, y lo que es más importante, las medidas de MFM confirman la persistencia de la anisotropía magnética perpendicular. Por tanto podemos concluir que el proceso de fabricación descrito, permite fabricar láminas magnéticas de aleación de tierra rara - metal de transición, con la estructura perseguida para el estudio de los fenómenos de acoplamiento entre los dominios a bandas y las zanjas litografiadas.

<u>Capítulo 4.</u>

<u>Análisis de Láminas Nanoestructuradas</u> <u>de NdCo₅</u>

Los sistemas de dominios magnéticos a bandas que aparecen en láminas con anisotropía magnética perpendicular (PMA), presentan una gran variedad de configuraciones posibles, desde configuraciones ordenadas hasta complicadas estructuras laberínticas dependientes de las propiedades magnéticas de las muestras y de su historia previa, tanto térmica como magnética [1, 2].

La fenomenología de estas estructuras magnéticas aparece en muchos otros tipos de sistemas físicos. Sirvan de ejemplo los microdominios presentes en las estructuras de copolímeros de bloque [3], las arrugas que se forman en membranas bidimensionales [4], o los cristales líquidos [5].

El comportamiento de las estructuras de los dominios a bandas es fundamental, tanto para explicar de una forma adecuada los procesos de inversión de la imanación que presentan los sistemas magnéticos con PMA [6, 7], como para desentrañar las transiciones de fase presentes en 2D [8, 9].

Estudios realizados en sistemas continuos han revelado complejos diagramas de fase asociados a estas estructuras [1, 9, 10], así como la importancia que los defectos topológicos ,presentes en las distintas configuraciones, poseen en los mecanismos de transición de una fase a otra [3, 11]. La evolución de las estructuras de dominios magnéticos a bandas dependen en gran medida de como los defectos topológicos (dislocaciones, disclinaciones y fronteras de grano) presentes en la estructura magnética se mueven [12, 13]. Por otro lado, los dominios magnéticos a bandas en sistemas nanoestructurados, como anillos, puntos o líneas fabricados a partir de materiales con PMA [14 - 16], muestran estructuras mucho más sencillas debidas al acoplamiento entre la forma de los patrones y la estructura de los propios dominios magnéticos [10].

Recientemente, el concepto de multicapas magnéticas laterales (*lateral magnetic multilayers*), es decir, una lámina cuyas propiedades magnéticas son modificadas a lo largo de la muestra de forma local (escala micro-nanométrica), conformando sistemas cuya anisotropía (K_n) [17], imanación de saturación (M_s) [18] o *exchange bias* [19] varían de forma controlada (fig.4.1).



Fig.4.1 Esquema de una multicapa magnética lateral (*lateral magnetic multilayer*) donde las propiedades de una lámina magnética han sido modificadas lateralmente sobre la muestra dando lugar a una alternancia periódica de la imanación de saturación (M_s) y de la anisotropía magnética (K_n) de la muestra.

En la figura se muestra un ejemplo de sistema magnético que ha sido modificado de forma que su M_s y K_n varían de forma periódica a lo largo de la muestra. Estas estructuras magnéticas laterales combinan efectos de confinamiento y acoplamiento

entre regiones próximas, de forma similar a los sistemas de multicapas magnéticas convencionales conformadas en geometría vertical (según orden de depósito). En este contexto, los dominios magnéticos a bandas que aparecen en los materiales con PMA se pueden entender como un cristal bidimensional con parámetro de red (Λ) igual al periodo de la estructura magnética (fig.3.3), con lo que una modulación periódica del parámetro Λ , pueden entenderse como el equivalente bidimensional de una estructura tridimensional tensionada de multicapas fabricadas mediante el depósito alternativo de láminas con diferentes parámetros de red [20, 21] (fig.4.2).



Fig.4.2 Esquema de la equivalencia entre cristal magnético de bandas bidimensional (dominios magnéticos a bandas) y cristal tridimensional tensionado con estructura de multicapa vertical.

De la misma forma en que las tensiones en la estructura de dominios magnéticos a bandas de las muestras continuas tiene una gran importancia en el estado y evolución de la imanación de las mismas, en los sistemas construidos como multicapas magnéticas laterales, la presencia de tensiones localizadas en las fronteras entre las distintas regiones proporciona un control extra sobre los procesos de inversión de la imanación.

En este capítulo se estudia el comportamiento de los sistemas de dominios magnéticos a bandas de las muestras de NdCo₅ con PMA, fabricadas como sistemas de multicapas magnéticas laterales cuyo espesor es periódicamente alterado, estudiando el sistema de dominios a bandas no solo desde el punto de vista del magnetismo, sino también como un cristal magnético bidimensional debido a la peculiar estructura de los dominios a bandas. Los análisis se realizan utilizando técnicas de caracterización magneto-ópticas globales en el contexto de las nanoestructuras (~40x40 - 70x70µm²), así como mediante medidas de microscopía de fuerza magnética (MFM) con resolución lateral suficiente para estudiar el comportamiento de la red de bandas magnéticas (3x3 - 6x6 µm²).

Los dos tipos de muestras fabricadas, según se ha descrito en el capítulo tercero, poseen el mismo esquema de patrones litografiados (fig.4.3), distinguiéndose solamente en la profundidad de las zanjas transferidas a la lámina magnética (D). De esta forma, distinguimos las láminas magnéticas nanoestructuradas de NdCo₅ fabricadas.

- <u>NdCo5MarcoDef#1</u> y <u>NdCo5MarcoDef#2</u>: Muestras gemelas con una profundidad de zanjas D≈28nm.
- <u>NdCo5MarcoDef#3</u> y <u>NdCo5MarcoDef#4</u>: Muestras gemelas con una profundidad de zanjas D≈12nm.



Fig.4.3 Imagen de SEM de la muestra NdCoMarcoDef#1.

La micrografía de la figura 4.3 muestra la estructura final de la muestra NdCo5MarcoDef#1, indicando el orden de los distintos periodos de zanja (T_i) agrupados por filas, así como las regiones cuyo recuadro de control fue protegido por la máscara de Nb durante el proceso de ataque (región acotada por rectángulo rojo vertical). Los cuadrados de control (LC) están situados a la izquierda de los nanoestructurados (N) en cada uno de las estructuras individuales, y durante el depósito de la lámina magnética, el eje de anisotropía de crecimiento [22], está alineado aproximadamente con la dirección de las zanjas. Para esta muestra en particular, la profundidad del ataque (D) según medidas de AFM es del orden de los 28nm.

Las muestras NdCo5MarcoDef#1 y #4 con profundidades de zanja $D_1 \approx 28$ y $D_4 \approx 12$ nanómetros respectivamente, se analizan a continuación en profundidad. El análisis comienza por la muestra menos atacada, estudiando finalmente la de mayor profundidad de zanja, donde los efectos de la nanoestructuración son más acusados.

4.1 Muestra con estructura topográfica suave (D≈12nm)

El esquema general de la muestra es como el mostrado en la figura 4.3, y la estructura local del sistema nanoestructurado, consiste en zanjas de periodo variable cuya profundidad es del orden de los 12nm, frente a un grosor total de lámina magnética inicial de 80nm (fig.4.4).



Fig.4.4 Estructura de zanjas donde se muestra a escala el escalón transferido a la lámina magnética, así como la dirección del eje de fácil imanación en el plano inducido por el crecimiento.

El eje de fácil imanación en el plano, inducido por el sistema de crecimiento, está alineado con la dirección longitudinal de las zanjas, y los periodos T_i son los ya mencionados de 2, 1.4, 1 y 0.5 μ m.

Cada una de las estructuras es analizada de forma global y local, para lo cual son utilizadas técnicas de caracterización magneto-óptica (L-MOKE focalizado) y microscopía de sonda (MFM).

4.1.1 Caracterización Magneto-óptica Global

La caracterización global de los procesos de inversión de la imanación se lleva a cabo mediante la adquisición de ciclos de histéresis locales gracias a la utilización del sistema L-MOKE focalizado NanoMOKE2[®] de la empresa *Druham Magneto Optics LTD.* descrito en el capítulo segundo (apartado 2.4.2.2).

Es importante caracterizar el perfil del foco del láser sobre la muestra para asegurarse de que la señal recogida corresponde fundamentalmente a la región estudiada. Para llevar este estudio previo a cabo, se adquieren ciclos de histéresis con la misma configuración del sistema de adquisición, mientras se va acercando el centro del foco del haz láser a la estructura que se desea medir (fig.4.5).



Fig.4.5 A la izquierda ciclos de histéresis medidos en las posiciones indicadas en las imágenes de la derecha. La gráfica principal de la derecha indica el peso en la señal Kerr final de las regiones situadas a diferentes distancias del centro del foco del láser.

La gráfica de la figura 4.5(a) representa los ciclos de histéresis medidos en las proximidades de un cuadro de control atacado en la muestra NdCo5MarcoDef#4. Las posiciones se corresponden con las imágenes mostradas en la figura de la derecha. Cabe destacar que las imágenes están tomadas poniendo un filtro atenuador del haz láser para no saturar la CCD, con lo que el tamaño del haz mostrado es pequeño comparado con el real. Los ciclos medidos están normalizados a la amplitud máxima obtenida colocando el centro del foco sobre el borde de la estructura (a). De este modo, la figura 4.5(b) muestra las amplitudes alcanzadas por los ciclos para cada una de las posiciones del foco. Esto nos permite estimar que la contribución a la señal magneto-óptica introducida por el cuadro vecino será menor de un 12% de la total, y realizando un ajuste de la forma del foco a una Gaussiana, a partir de los datos representados en la gráfica de la derecha, se obtiene una anchura a media altura inferior a 24µm.

Los ciclos de histéresis se adquieren de todas las regiones de la litografía, tanto cuadrados de control como áreas estructuradas en zanjas, con la dirección sensible a la imanación del sistema experimental paralela a las orientaciones de fácil y difícil imanación en el plano de la muestra (fig.4.9). Así mismo, los ciclos presentados han sido filtrados para eliminar las deformaciones producidas en los mismos al ser medidos mediante técnicas magneto-ópticas (Apéndice 1).



Fig.4.6 Comparativas de ciclos de histéresis adquiridos mediante L-MOKE focalizado en las estructuras de la muestra NdCo5MarcoDef#4 con una profundidad de ataque de D \approx 12nm. Las orientaciones de medida son a la izquierda con el campo aplicado según el E.A. y a la derecha según el H.A.

Todos los ciclos corresponden a imanación en el plano de la muestra debida al Co, ya que son adquiridos mediante una técnica magneto-óptica. La gráfica de la izquierda (fig.4.6(a)) muestra los ciclos medidos según la dirección de fácil imanación correspondientes a todas las estructuras existentes en la muestra, desde los dos cuadrados de control, sin atacar y atacados (líneas negra y roja respectivamente), así como todas las regiones a zanjas, distinguiendo entre los distintos periodos de patrón. Las regiones a zanjas medidas se corresponden con las que posteriormente se estudiarán de forma local mediante MFM.

La forma de todos los ciclos es muy similar, pero cabe destacar que las coercitividades de las regiones nanoestructuradas (T_i) están comprendidas entre las asociadas a los cuadros de control, poseyendo un campo coercitivo mayor la región de control atacada que la no expuesta durante el bombardeo.

Del mismo modo, en el caso de la configuración de medida con el eje de difícil imanación paralelo al campo aplicado y a la dirección sensible de medida (fig.4.6(b)), los ciclos para cada una de las regiones patronadas a zanjas quedan confinados entre los correspondientes a los cuadrados de control. Este comportamiento común a ambas orientaciones se puede entender si se piensa en los cuadrados nanoestructurados como sistemas intermedios entre las dos regiones de control de diferente espesor, de todas formas, no cabría esperar grandes diferencias entre los mecanismos de inversión de la imanación entre zanjas con distintos periodos, ya que existe gran similitud en la forma de todos los ciclos.

Analizando los ciclos de fácil y difícil imanación, en función de los distintos tamaños de zanja, se observa un comportamiento que tiende a hacer mas isótropo el ciclo a medida que el periodo T_i disminuye (fig.4.7).



Fig.4.7 Ciclos de histéresis según orientaciones de fácil y difícil imanación en el plano, adquiridos mediante L-MOKE focalizado para cada una de las estructuras de zanjas litografiadas.

Las gráficas de la figura 4.7 muestran los ciclos de histéresis medidos para cada uno de los cuadros nanoestructurados en zanjas, según las orientaciones de fácil (línea negra) y difícil (línea roja) imanación. Las diferencias entre ambas orientaciones de medida en el plano, disminuyen a medida que el periodo de estructura transferido T_i se hace más pequeño.

Representando la evolución de los campos coercitivos, las imanaciones remanentes y los campos de saturación al plano según ambas orientaciones de medida, y su diferencia frente al tamaño de las zanjas, se observa claramente la tendencia anteriormente mencionada (fig.4.8).



Fig.4.8 Curvas de evolución de los distintos parámetros característicos de los ciclos transcríticos (H_c, H_{sat} y M_r/M_s) medidos en las diferentes regiones nanoestructuradas de la muestra NdCo5MarcoDef#4. A la izquierda, valores medidos para las dos orientaciones de medida (E.A. y H.A.), y a la derecha, diferencia entre ambas configuraciones.

Las gráficas de la columna izquierda, muestran de arriba a abajo, el comportamiento de los campos coercitivos (Hc), los campos de saturación al plano (H_{Sat}) y las imanaciones remanentes reducidas (M_r/M_s), según las direcciones de fácil y difícil imanación en función de los tamaños de zanja nanofabricados (T_i). La columna derecha muestra la diferencia entre los valores de los Hc, H_{Sat} y M_r/M_s en función de los tamaños T_i .

Las tendencias obtenidas parecen indicar que la estructura de 2µm de periodo no produce una modificación importante del comportamiento de la imanación con respecto a los patrones más pequeños. Así mismo, la tendencia a disminuir las diferencias entre los ciclos medidos según la orientación de E.A. y H.A. se hace patente observando tanto las tendencias globales, como la diferencia entre los parámetros medidos en ambas configuraciones. Para que la muestra se vuelva más isótropa a medida que la estructura litografiada disminuye en periodo, los sistemas de zanjas deben interactuar con los dominios magnéticos a bandas condicionando los mecanismos de inversión de la imanación en el sistema.

4.1.2 Caracterización por MFM

Para estudiar el comportamiento local de los dominios a bandas, y poder caracterizar los mecanismos de inversión de la imanación se realizan medidas de MFM a diferentes valores campo externo aplicado. El sistema utilizado para realizar estas medidas, es el equipo de la empresa *Nanotec*[™] descrito en el capítulo dos (apartado 2.4.1).

La adquisición de las imágenes de MFM se realiza en presencia de campos constantes en el plano, cuya intensidad es ajustable a cualquier valor comprendido entre los ±1000 Oe. Además, la estructuración de los patrones fabricados (fig.4.3), permite la adquisición simultanea en una misma serie de medidas, de imágenes magnéticas tanto de la región nanoestructurada como del cuadro de control contiguo, posibilitando la comparación directa de los comportamientos entre las dos regiones, bajo las mismas condiciones experimentales (misma historia magnética, térmica. mismo envejecimiento, misma orientación campo externo - muestra). Para realizar este procedimiento de forma satisfactoria, se posiciona la punta de medida en la región de 10µm existente entre ambos cuadrados, utilizando el propio piezo-tubo de barrido como sistema de posicionamiento para cambiar de una posición a otra (fig.4.9).



Fig.4.9 Esquema procedimiento de medida en el sistema MFM con capacidad de aplicación de campo magnético en el plano, para la adquisición simultanea de imágenes de la región de control y nanoestructura en una misma serie de medidas. Ejemplo de medida según dirección de fácil imanación de la muestra.

El esquema de la figura 4.9 muestra el caso concreto de medida del comportamiento de la imanación según la dirección de fácil imanación de la muestra. La colocación inicial de la punta en la región intermedia entre los cuadrados es fundamental para posibilitar la adquisición de imágenes de la región de control y nanoestructura en la misma serie de medida. El protocolo general consiste en una vez realizada la aproximación de la punta a la muestra y tras encontrarse en rango de medida, posicionar la punta sobre la región de control o estructurada, aplicar un campo y tomar una imagen. Tras ello, manteniendo el campo activo, desplazar la muestra colocando la punta sobre la región vecina, adquiriendo la imagen asociada a esta. Modificando la intensidad del campo e invirtiendo el orden de adquisición de imágenes se puede obtener el comportamiento de ambas áreas sin modificar la orientación campo - muestra.

Es importante recordar que la adquisición de imágenes de contraste magnético mediante la técnica de "*retrace*" [25], implican la obtención previa de la topografía de la muestra. Las imágenes asociadas a la topografía, son fundamentales para el análisis del comportamiento de los dominios magnéticos a bandas en las regiones expuestas y protegidas durante el proceso de bombardeo iónico. Esto es así, debido a que a partir de la imagen topográfica se construye una máscara, que combinada con la imagen magnética, permite diferenciar ambas regiones (fig.4.10).



Fig.4.10 Esquema del proceso de filtrado de las imágenes de MFM mediante la combinación de la información de topografía y la imagen magnética. Caso particular de estructura de zanjas con $T_i = 1.4 \mu m$.

Mediante la utilización del software de tratamiento de imágenes de microscopía de sonda WSxM [26] en combinación con la plataforma de programación MATLAB[®], se ha desarrollado un programa tal que a partir de la imagen de topografía, es capaz de generar dos máscaras binarias (valores 1 ó 0), las cuales diferencian las regiones atacadas y no atacadas de la imagen (máscaras 1 y 2 respectivamente). Tras la combinación de estas con la imagen correspondiente a la señal magnética de la estructura (multiplicación Mascara_i x Imag.Magnética punto a punto), permite generar dos imágenes filtradas con información correspondiente a cada región por separado.

Todo esto, en combinación con la transformada rápida de Fourier en 2D (FFT-2D), permite analizar el comportamiento magnético de los dominios a bandas de forma independiente, estudiando tanto el periodo de las bandas, como su orientación promedio relativa en la imagen (fig.4.11). En el caso del estudio de las imágenes asociadas al cuadrado de control, solamente es necesaria la realización de la FFT-2D.



Fig.4.11 Esquema de estudio realizado mediante la transformada rápida de Fourier bidimensional de las imágenes correspondientes a la señal magnética.

El esquema de protocolo de análisis está dividido en tres columnas. De izquierda a derecha se muestran las imágenes de señal magnética obtenidas mediante el MFM de la muestra poco atacada sobre un sistema de zanjas de periodo $T_i = 1.4 \mu m$ con el sistema de bandas orientado según dos direcciones; en el centro están representadas las FFT-2D de las imágenes anteriores, y a la derecha se encuentran las curvas correspondientes a las densidades espectrales de potencia (*Power Spectral Density* o PSD) obtenidas a partir de la transformada de Fourier mediante el programa WSxM [26].

A partir de la FFT-2D se obtienen tanto la dirección promedio de propagación del sistema periódico de dominios a bandas (Flechas rojas en las imágenes magnéticas), como la frecuencia espacial de repetición de los dominios, ya que la FFT proporciona el espectro en frecuencia de la imagen [2]. La salida general de la FFT-2D es una matriz compleja, la cual es representada calculando la raíz cuadrada del módulo de cada número complejo que la conforma.

El centro de la FFT-2D corresponde al origen (0,0) en la escala de frecuencia espacial, por lo tanto cuanto más próximo se esté del centro de la imagen, mayor será el periodo espacial asociado y viceversa. Por supuesto, no podemos tener información de periodos infinitamente pequeños, y la frecuencia de corte más alta que se puede estimar a partir de la transformada viene determinada por el teorema de Nyquist-

Shannon [27, 28], el cual plantea el hecho de que para determinar con exactitud la frecuencia de una onda, la frecuencia de muestreo de adquisición de la misma, ha de duplicar a la de la onda original. La resolución de la imagen de MFM obtenida, para un campo de medida de $3x3\mu m^2$ es de 256x256pixeles, lo que resulta en un muestreo espacial mínimo de ~12nm/pixel, que a su vez lleva asociado un periodo espacial mínimo estimable a partir de la FFT-2D de 24nm, que equivale a \sim 41.6µm⁻¹. Este corte es del orden de 6-8 veces más pequeño que los periodos de los dominios a bandas. La orientación se mide con respecto al eje X de la transformada calculando los ángulos θ_1 y θ_2 en base a la posición de los máximos con respecto al centro de la FFT-2D. Los periodos pueden estimarse a partir de la PSD obtenida a partir de la FFT-2D, las cuales dan información de cómo se distribuye la señal magnética recogida en la imagen, sobre las distintas frecuencias espaciales de las que está compuesta conformando el espectro en potencia de la misma. El espectro obtenido puede ajustarse a una Lorentziana en el pico de intensidad, obteniendo tanto el valor de la frecuencia espacial asociada al máximo, como su anchura a media altura para estimar la dispersión del mismo.

La combinación descrita del filtrado de las imágenes para diferenciar las regiones atacadas y no atacadas en los sistemas de zanjas, junto con el análisis realizado mediante la FFT-2D, permite la obtención de los periodos y orientación de la estructura de dominios en cada zona de la imagen. Todo esto en conjunto con la capacidad de aplicación de campo magnético en el plano, permite estudiar la evolución del sistema magnético de forma local en función del campo aplicado.

4.1.2.1 Ciclos de Histéresis

El análisis de los procesos locales de inversión de la imanación, se realiza mediante la adquisición de imágenes magnéticas de la superficie de la muestra a diferentes campos externos aplicados. Para llevar la muestra a un estado inicial lo mas reproducible posible, aplicamos el siguiente protocolo de preparación para la realización de los ciclos de histéresis según el eje de fácil (difícil) imanación en el plano:

- 1. Orientación E.A. (H.A.) paralelo al campo externo, aplicando alternativamente 1000, -1000, 10000e de forma que se orientan las bandas paralelas a la dirección del campo.
- 2. Rotación de la muestra 90 grados de forma que se alinea el H.A. (E.A.) con el campo y se aplican 1000, -1000, 1000Oe reorientando las bandas según la nueva orientación.
- 3. De nuevo, rotación de la muestra 90 grados colocando el E.A. (H.A.) paralelo al campo, volviendo a aplicar la misma secuencia de campos para reorientar finalmente las bandas.

Este protocolo tiene por objeto dejar el sistema de bandas paralelo a la dirección de aplicación del campo, ya que no es posible la saturación de la muestra mediante el sistema de campo integrado en el equipo de MFM. La razón física de este protocolo es la existencia de la denominada anisotropía rotatoria en el sistema de bandas [29 - 31], la cual hace que según la orientación del sistema de dominios, la imanación en el plano sea favorable a permanecer orientada según la dirección de la banda, debido al efecto

colectivo de toda la estructura de dominios. Las rotaciones de la muestra alternando entre E.A. y H.A. tiene por objeto maximizar el par del campo sobre la imanación en el plano para conseguir que el sistema de bandas se oriente lo mas paralela posible al campo, para valores de este menores que el de saturación de la lámina.

El comportamiento del cuadrado de control sin atacar puede servir como ejemplo de análisis local. Tanto desde el punto de vista de la evolución de los periodos de la estructura de dominios con el campo (fig.4.12), como del comportamiento de la red de bandas magnéticas (fig.4.13).



Ciclo E.A. Cuadro Control no atacado

La curva representa el periodo (Λ) de la estructura de dominios a bandas, obtenidos mediante el procedimiento antes descrito involucrando la FFT-2D y la PSD, en función del campo magnético, aplicado el plano y según la dirección de fácil imanación, de un cuadro de control no atacado de la muestra con estructura topográfica suave (D≈12nm). El campo coercitivo de la lámina está indicado por líneas rojas a trazos, indicando también la interpretación de las ramas de medida (Ramas primera y segunda), sobre el ciclo de histéresis de la región (fig.4.12(b)). La primera rama del ciclo se mide tras haber aplicado un campo inicial de -10510e, barriendo el rango de inversión de la imanación desde los -620e de remanencia del electroimán, hasta los 10510e de campo máximo. El comportamiento derivado de los periodos es muy similar al observado en la lámina continua analizada en el capítulo 3 (fig.3.9), presentando un aumento significativo del periodo de la estructura de dominios en el entorno del campo coercitivo (aumento del ~12% con respecto al periodo promedio), tras el cual sigue una disminución del valor del mismo debida al aumento de la componente en el plano de la imanación [32, 33]. La segunda rama es medida inmediatamente tras aplicar el campo de 1051Oe que concluye la rama anterior, presentando un comportamiento muy similar al anteriormente observado (Rama 1).

Fig.4.12 Gráfica que muestra el comportamiento del periodo (Λ) de los dominios magnéticos a bandas en función del campo magnético aplicado según la dirección de fácil imanación de la muestra

Los errores en los valores de los periodos son estimados en base a la desviación estándar de los obtenidos para cada punto, a partir de las anchuras a media altura de los picos ajustados sobre la PSD de la imagen.



Fig.4.13 Imágenes de MFM asociadas a la segunda rama del ciclo analizado en la figura 4.12.

Las imágenes mostradas corresponden a cada uno de los puntos que conforman la segunda rama del ciclo mostrada en la figura 4.12. La separación constante entre la punta del MFM y la muestra durante la pasada para la obtención de la señal magnética

(*retrace*) es de 30 nanómetros, y la punta utilizada es una PPP-MFMR con una frecuencia de resonancia libre de 75 kHz de la empresa *Nanosensors*. Los campos de adquisición de las imágenes son de aproximadamente $3x3\mu m^2$, y la resolución es de 256x256 pixeles. El hecho de que el campo esté girado con respecto a la horizontal de cada imagen se debe a la corrección del ángulo de barrido del piezo-tubo.

Cada imagen está identificada con una letra (a - l), además de estar indicado el sentido del campo aplicado y su intensidad en Oe. Las flechas con sentido a la derecha se corresponden a valores negativos de campo y viceversa. Para realizar el análisis detallado de las imágenes, se divide la segunda rama del ciclo representado en la figura 4.12 en tres partes; la primera corresponde al aumento del periodo de acuerdo con la aproximación a la coercitividad de la lámina englobando las imágenes [a - c]; la segunda se refiere al *plateau* observado justo tras la coercitividad abarcando el intervalo de imágenes [d - i], y finalmente el conjunto de imágenes [j - l] correspondientes a la disminución del periodo de la estructura de dominios a bandas.



Fig.4.14 Análisis del proceso de incremento del periodo de los dominios a bandas durante el ciclo mostrado en la figura 4.14. Se muestran los mecanismos de eliminación de bandas para permitir el aumento del periodo, así como una región en la que se puede apreciar el incremento de Λ .

En la parte superior de la figura 4.14 se muestran las imágenes [a - c] del ciclo representado en la figura 4.13, las cuales corresponden al proceso de aumento del periodo de la estructura de dominios a bandas debido a la aproximación al valor del campo coercitivo de la lámina. La imagen (a) está asociada al estado remanente del electroimán con un campo asociado de 62Oe, mostrando una estructura de bandas inconclusas en la zona superior izquierda de la imagen que generan dos dislocaciones, la superior con vector de Burgers -2 y la inferior 1. Tras invertir el sentido del campo, (imagen b) la estructura antes mencionada se convierte en una pareja de dislocaciones con vectores de Burgers -1 y 1, además de aparecer 2 dislocaciones en áreas diferentes de la imagen con vectores asociados 1 y -1.

El tratamiento de los dominios a bandas como una red cristalina bidimensional puede realizarse debido a la equivalencia entre el comportamiento de los dominios a bandas y un sistema elástico [45].

Las dislocaciones aparecen al encontrarse regiones del cristal magnético entre las que existe cierta tensión inducida por diferencias en la estructura magnética subyacente [1, 2, 5]. El convenio tomado para determinar el signo del vector que define la dislocación (vector de Burgers) consiste en la diferencia entre el número de periodos a derecha e izquierda del defecto, de forma que si esta posee signo positivo, habrá más bandas a la izquierda de la dislocación y viceversa. La evolución de estos conjuntos de defectos en función del campo aplicado (imágenes b y c) da información sobre los mecanismos que el sistema de bandas presenta para aumentar o disminuir su periodo. De esta forma se definen tres procesos de evolución 1, 2 y 3, cada uno asociado a dichas dislocaciones y analizados esquemáticamente en la parte inferior de la figura.

- <u>Proceso 1:</u> Las dos dislocaciones opuestas se alejan de forma que al ser la de la izquierda la poseedora de un vector de Burgers -1 y la derecha 1. El efecto implica disminuir el número de bandas en la zona entre los defectos, poseyendo estas un periodo superior.
- <u>Proceso 2</u>: Muestra un desplazamiento de la dislocación con vector de Burgers 1 hacia la derecha, tendiendo a disminuir el número de bandas presentes en la imagen.
- <u>Proceso 3</u>: Se trata del mismo tipo de proceso que el 2, pero esta vez desplazándose una dislocación con vector -1 hacia la derecha, disminuyendo nuevamente el número de bandas visibles en la imagen.

De estos tres procesos podemos sacar en conclusión que una manera de aumentar el periodo de la estructura de bandas, consiste en disminuir el número de estas presente en superficie mediante la acción de los sistemas de dislocaciones [1, 2, 5].

Se puede expresar la dependencia del periodo de los dominios en función de la densidad de bandas existente en una longitud fija. Se dice longitud y no superficie ya que la alta direccionalidad de la estructura de los dominios permite reducir el problema a una dimensión.

$$L = N_B \Lambda \quad (4.1)$$

Si se realiza un corte transversal de longitud fija (*L*) según la dirección perpendicular a la estructura de bandas, esta longitud será igual al número de bandas (N_B) multiplicado por el periodo medio de las mismas (Λ).

$$n_B = \frac{N_B}{L} \quad (4.2)$$

Definiendo la densidad de bandas (n_B) en esa longitud como el cociente entre el número de bandas existente en el corte y la propia longitud del mismo, es trivial ver que esta densidad es inversamente proporcional al periodo de los dominios.

$$n_B = \frac{1}{\Lambda} \quad (4.3)$$

Por tanto, eliminando bandas se consigue aumentar el periodo medio de los dominios, y aumentando el número de ellas se producirá el efecto contrario. Así mismo, los mecanismos de creación - destrucción de bandas en el sistema tienen su origen en la evolución de defectos del cristal magnético en forma de dislocaciones [1, 2, 5].

Por último en lo referente a esta primera parte de análisis (fig.4.14), se aprecian en las imágenes b y c recuadros en granate entorno a la escala de las mismas. La diferencia entre ambos recuadros es la cantidad de bandas presente, poseyendo un mayor número el asociado a la imagen b y viceversa.



Fig.4.15 Análisis de la disminución y régimen estacionario del periodo de los dominios a bandas tras el campo coercitivo a partir de las imágenes del ciclo presentado en la figura 4.13.

En la figura 4.15 se analiza el segundo tipo de procesos, responsables de la disminución del periodo de los dominios magnéticos a bandas, así como el posterior estado estacionario alcanzado en este parámetro. Las imágenes se corresponden al conjunto

[d - i] mostrado en la figura 4.13. Las imágenes (d) y (e) analizan la disminución del periodo de las bandas, mostrando un mecanismo basado en un sistema de dislocaciones, mientras que el último conjunto de imágenes muestran el mecanismo de absorción de tensión, permitiendo mantener prácticamente estacionario el periodo de los dominios a medida que se aumenta la intensidad del campo externo aplicado.

- Proceso de disminución del Periodo: Como se comentó en la figura 4.14 y se deduce de la ecuación 4.3, los procesos que llevan asociada una modificación del periodo de estructura involucran la adición o eliminación de bandas mediante mecanismos basados en dislocaciones [1, 2, 5]. En este caso el proceso 1 descrito en la figura 4.15 está asociado a la aproximación entre dos dislocaciones con vectores de Burgers -1 (izquierda) y 1 (derecha). El acercamiento de estos defectos provoca que el espacio ocupado por un mayor número de bandas sea mayor, con lo que el periodo del conjunto disminuye. Así mismo, también se muestra como aparece una banda extra tomando como referencias el extremo de la dislocación con vector de Burgers 1 analizada en el proceso 1, y otra dislocación situada en la parte inferior de la imagen con vector de Burgers -1.
- Oscilación de las Bandas: El incremento del término de energía Zeeman asociado al aumento de la amplitud del campo, no parece afectar al periodo de la estructura de dominios a bandas en un rango de unos 3000e una vez superada la coercitividad. La red de dominios mantiene su periodo prácticamente constante a expensas de acumular esta energía en forma de tensión, la cual se manifiesta en una ondulación en la direccionalidad de las bandas, cuya amplitud de oscilación aumenta a medida que se incrementa el valor del campo.

Al aumentar la amplitud de oscilación de la ondulación en la direccionalidad del sistema de dominios, se está aumentando la longitud de las bandas, de forma que la longitud de las paredes de Bloch que separan las zonas con sentidos opuestos de la componente perpendicular de la imanación [29, 30] también se incrementa. Esta oscilación es debida a que el sistema de dominios absorbe la tensión introducida por el campo externo (energía Zeeman) [1, 2].

El estado estacionario alcanzado por el periodo de la estructura de dominios en este rango de campos, es debido en gran medida a la ausencia de dislocaciones, o baja movilidad de las pocas existentes, de forma que los procesos de desplazamiento de los defectos no pueden tener lugar, y por tanto, el periodo permanece prácticamente invariable.

Es conveniente no olvidar que el ciclo de histéresis medido en el cuadro de control no atacado según la orientación de fácil imanación, muestra un aumento continuo de la componente de la imanación según la dirección de medida, incluso en el rango de campos donde los periodos permanecen constantes (-355 a -6550e), por lo tanto es de esperar que la imanación fuera del plano continúe volcándose según la dirección del campo a medida que la intensidad de este aumenta.



Fig.4.16 Análisis de la disminución del periodo en tendencia hacia la saturación de la imanación en el plano de la muestra. Esquemas del comportamiento del periodo, del perfil de la imanación perpendicular al plano y de los ángulos de salida de esta componente.

Conjunto de imágenes de MFM [j - l], correspondientes al ciclo mostrado en la figura 4.13 cuyos campos de adquisición son, de izquierda a derecha, -786, -935 y -1051Oe. En la parte inferior de la figura se muestran esquemas con la estructura de las bandas en cada uno de los casos, indicando el ángulo promedio de apertura de la imanación fuera del plano (θ_i), las proyecciones del vector imanación promedio de cada banda según las direcciones Z e Y, y los perfiles de la componente de la imanación M_Y según la dirección X a lo largo de un periodo (Λ_i) [31].

Los mecanismos de reducción del periodo de la estructura de dominios a bandas basados en el desplazamiento de defectos parecen no ser los dominantes en este rango de campos. Para explicar el origen de la disminución del periodo es necesario recordar el modelo de nucleación de bandas expuesto en el capítulo anterior (apartado 3.1.1). Asumiendo que solamente tenemos imanación según la dirección paralela al campo aplicado (coordenada Z) y perpendicular al plano de la muestra (coordenada Y), podemos estimar a partir del ciclo de histéresis medido para este cuadro de control, los ángulos promedio de salida del plano (θ_i) de la imanación para los diferentes campos aplicados.

$$M_{Z}(H) = M_{S}\cos(\theta_{i}) \Longrightarrow \theta_{i} = \arccos\left(\frac{M_{Z}(H)}{M_{S}}\right)$$
 (4.4)

De esta forma se obtienen los siguientes valores para los distintos valores de M_Z/M_s.

| Campo (Oe) | -786 | -935 | -1051 |
|--------------------------------|------|------|-------|
| M _z /M _s | 0.9 | 0.92 | 0.95 |
| θ _i (°) | 25.8 | 23.1 | 18.2 |

Tabla 4.1 Tabla de ángulos promedio de salida de la imanación fuera del plano con dependencia de la imanación en el plano alcanzada para cada campo externo aplicado.

Si el valor del ángulo promedio de apertura fuera del plano disminuye, esto implica que el término de energía magnética del sistema asociado al canje tiende a minimizarse, ya que la diferencia de orientación angular entre momentos contiguos disminuye [30]. Esto favorece que el periodo de la estructura de dominios se haga más pequeña, ya que el término de canje tendería a que, en ausencia del efecto desimanador, no existiesen bandas, o lo que es lo mismo, el periodo fuese infinito. De este modo, cuanto menor es la proyección según la dirección Y, menor puede ser el periodo de las bandas, y también es menor el término desimanador.

En este último régimen, cercano a la saturación, la importancia del cristal de bandas magnéticas pierde peso debido a que la fracción de la imanación correspondiente a la componente perpendicular al plano de la muestra es mucho menor que la orientada en el plano, aproximándose al comportamiento caótico del sistema de bandas [33], lo cual puede observarse en la perdida de contraste en la estructura de dominios, ya que la componente del campo de fugas a la que es sensible principalmente el MFM, es a la perpendicular al plano de la muestra. La disminución del contraste está fuertemente relacionada con la caída de la imanación perpendicular.

Cambiando la orientación del campo externo aplicado a la dirección del eje de difícil imanación en el plano, el comportamiento de los periodos con el campo es más suave que el observado anteriormente (fig.4.17).



Ciclo H.A. Cuadrado Control no atacado

Fig.4.17 Gráfica del comportamiento de los periodos asociados a los dominios magnéticos a bandas, de un cuadro de control no atacado perteneciente a la muestra NdCo5MarcoDef#4.

El protocolo de aplicación de campos y rotaciones de la muestra descrito al comienzo de este apartado, es aplicado previo a la realización de las medidas de MFM. La gráfica muestra el comportamiento de los periodos pertenecientes a la estructura de dominios a bandas, del mismo cuadro de control no atacado analizado previamente, en función del campo magnético aplicado, en este caso, con el eje de difícil imanación paralelo al campo. Al igual que en el caso anterior, se han medido las dos ramas de inversión del ciclo de histéresis, la primera representada por cuadros negros y la segunda por círculos rojos. En la figura se muestra el campo coercitivo del sistema mediante líneas rojas discontinuas.

La diferencia patente entre una y otra rama puede ser debida a que al encontrarse el campo de saturación en el plano, más alejado del campo máximo del electroimán según la nueva configuración de medida, la reproducibilidad de los procesos sea menor debido al efecto de memoria magnética de la lámina. Así mismo, no se debe olvidar que se trata de una medida muy local de tan solo $3x3\mu m^2$ en una muestra cuya superficie total es de $70x70\mu m^2$, lo que implica esta asimetría también puede deberse al carácter local de las medidas.

El comportamiento general de los periodos mostrado en la segunda rama del ciclo, es sin embargo muy similar al observado según la configuración de fácil imanación, mostrando un aumento del periodo al alcanzar el campo coercitivo, una estabilización de la magnitud del mismo y, finalmente, un decaimiento a media que el campo externo se hace más intenso. Otra cuestión interesante es el hecho de que en general los periodos observados son superiores a los medidos según la configuración de E.A. Este fenómeno puede ser debido a un fallo de la corrección de escala XY en las imágenes para obtener el tamaño adecuado de las estructuras litografiadas (en este caso 2µm de periodo en las imágenes asociadas a las Zanjas), aunque también podría ser efecto de la anisotropía magnética en el plano de la muestra que nos diferencia el E.A. del H.A. Como ya se mencionó anteriormente, la anisotropía en el plano hace que el campo de saturación según una u otra orientación de medida sea diferente, de hecho se ha explicado el efecto de la anisotropía en el plano, como un campo efectivo según la dirección de fácil imanación que ayuda a tumbar la imanación al plano. Todo esto condiciona a que el espesor crítico de la lámina magnética a partir del cual se puedan nuclear los dominios a bandas, no sea el mismo dependiendo de la orientación de las bandas [34], siendo más favorable la nucleación de estas según la dirección de difícil imanación. En base a todo lo expuesto, cabría esperar que los periodos de los dominios a bandas también fuesen sensibles a esto, propiciando que el periodo según la dirección de difícil imanación sea mayor que la medida según la configuración de E.A.

Observando las imágenes de MFM asociadas a cada uno de los campos aplicados, se analizan los mecanismos en la red de dominios magnéticos a bandas que inducen el comportamiento de los periodos de las mismas (fig.4.18).

Las imágenes están ordenadas de menor a mayor campo externo aplicado e indexadas con letras [a - l]. Se ha eliminado de la figura la imagen correspondiente al campo externo aplicado de -302Oe por ser idéntica en estructura a la imagen (c). Del mismo modo, el criterio tomado para representar el signo del campo, mediante el sentido a izquierda o derecha de las flechas es el mismo que el empleado para la representación del ciclo de E.A.



Fig.4.18 Imágenes de MFM asociadas a la segunda rama del ciclo analizado en la figura 4.17, salvo la correspondiente al campo de -302Oe debido a ser idéntica a la imagen indexada (c).

La imagen (a) se corresponde al estado resultante de la aplicación de un campo de 1052Oe según el sentido indicado por la flecha de la misma. Al igual que en la imagen inicial del ciclo de E.A., los 62Oe son resultado de la remanencia de electroimán del microscopio. Se destacan dos regiones en las que se aprecian dos dislocaciones, ambas con vector de Burgers -1. La comparación con la imagen (b) dice que la dislocación de

la región superior se ha desplazado hacia la izquierda (flecha azul), disminuyendo el número total de bandas de la imagen, y por tanto contribuyendo a disminuir el periodo promedio de la estructura de bandas (ecuación 4.3). Del mismo modo, la evolución del defecto inferior es completamente opuesta a la anterior. En este caso, el estado observado en la imagen (b), parece representar la entrada de una dislocación con vector de Burgers 1 alineada con el defecto inferior, formando una estructura similar a un "ojo". El efecto neto de este proceso es la disminución del número de bandas, y por tanto el aumento de periodo promedio. El hecho experimental observado en la gráfica 4.17 es la disminución en 1 nanómetro del periodo promedio, al pasar de la imagen (a) a la (b).

La estructura de dominios mostrada en la imagen (c) no posee ningún tipo de defecto salvo una leve ondulación de las bandas. La imagen no incluida en la representación, correspondiente a un campo de -302Oe muestra también una estructura de dominios en el área barrida sin dislocaciones.

Las imágenes (d) y (e) muestran la entrada de una estructura de defectos por la derecha, la cual es claramente visible en la imagen (f). La estructura está formada por dos dislocaciones contiguas, la de la izquierda con vector de Burgers -1 y la de la derecha 1. Es interesante observar la evolución de este conjunto de defectos y como finalmente contribuyen a reducir el periodo de la estructura, para lo cual se han recuadrado en las diferentes imágenes, asignándole un número a cada paso:

- 1. En el recuadro muestra el conjunto formado por las dos dislocaciones, en el cual se enfatiza la continuidad de la banda de contraste claro inferior, perteneciente a la dislocación con vector de Burgers -1.
- 2. En el recuadro de la imagen (g) se aprecia claramente como se ha roto la continuidad previamente enfatizada, de forma que la dislocación original con contraste claro, cambia poseer contraste oscuro desplazándose media banda hacia abajo (fig.4.19).



Fig.4.19 Detalle transición entre pasos 1 y 2, originales del ciclo mostrado en la figura 4.18.

- 3. Esta región es prácticamente igual a la definida por el cuadro 2, salvo por el hecho de que se produce una aproximación entre los centros de ambas dislocaciones. La tendencia de evolución es hacia la disminución del periodo, aumentando la densidad de bandas en la estructura de dominios.
- 4. En este punto de la evolución, se observa claramente el hueco que formado ante la banda de contraste claro inferior, favoreciendo su propagación hacia la

derecha de la imagen. El contraste intermedio observado en el propio hueco indica que la imanación está fundamentalmente en el plano en esa pequeña región, aunque parece que es una banda la que mantiene estable el sistema durante la adquisición de la imagen (fig.4.20).



Fig.4.20 Detalle transición entre pasos 3 y 4, originales del ciclo mostrado en la figura 4.18.

5. El último paso del proceso muestra como la banda se ha propagado por el hueco dejado inyectando aumentando la densidad de dominios, y por tanto disminuyendo el periodo medio de las bandas (fig.4.22).



Fig.4.21 Detalle transición entre pasos 4 y 5, originales del ciclo mostrado en la figura 4.18.

Desde la imagen (j) hasta el final de la serie se hace patente la oscilación de la orientación de las bandas, y el aumento progresivo de la amplitud a medida que la intensidad del campo magnético externo aumenta. De todos modos, no es tan clara la relación de estas ondulaciones con la conservación del periodo de los dominios magnéticos. Así mismo, en las imágenes (k) y (l) se observa que el desplazamiento de las dislocaciones continua siendo un mecanismo eficaz a la hora de reducir el periodo del cristal magnético incluso a campos altos, ya que no se llega al régimen caótico próximo a la saturación [33]. Esto puede ser debido a que el peso de la componente perpendicular de la imanación según la orientación de H.A. es mucho mayor que la que se tiene en el caso de fácil imanación, siendo el valor de M_Y/M_S aproximadamente un 9% menor que el obtenido según la orientación de E.A. para el campo máximo $(M_Y(H_{Max})/M_S=0.95 \text{ según E.A. y } M_Y(H_{Max})/M_S=0.86 \text{ según H.A.}).$

El mismo tipo de experimentos se ha realizado también sobre los cuadros nanoestructurados en zanjas para los distintos periodos de estructura T_i. En este caso se analizan las imágenes de MFM obtenidas, diferenciando las regiones atacadas y no atacadas mediante el filtrado descrito en la figura 4.10, observando los efectos de la nanoestructuración sobre el sistema de dominios a bandas.



Fig.4.22 Selección de imágenes de MFM obtenidas de la medida de los ciclos de E.A. de las nanoestructuras a zanjas de 2µm [a - f] y 0.5µm [g - l] de periodo.

La figura muestra una selección de las imágenes adquiridas mediante MFM de las nanoestructuras a zanjas en la configuración de fácil imanación. El conjunto de imágenes [a - f] se corresponde con un periodo estructural de 2 μ m, mientras que el conjunto [g - l] está medido en un sistema con T = 0.5 μ m. En cada imagen están indicados el sentido, dirección e intensidad del campo externo, así como los bordes que separan las regiones atacadas y no atacadas de la lámina magnética. Las líneas discontinuas blancas indican, de izquierda a derecha, el paso de una región atacada a una protegida, mientras que las negras señalan la transición contraria.

Se muestran solamente los sistemas con periodos T_1 y T_4 , ya que el comportamiento de los periodos intermedios ($T_2=1.4\mu m$ y $T_3=1\mu m$) es esencialmente idéntico a los mostrados.

Lo primero que cabe destacar, es el desalineamiento existente entre el campo externo aplicado y la estructura de zanjas (~5°), debiéndose este hecho, a la imposibilidad de controlar con precisión la orientación angular relativa entre la muestra y el campo magnético.

El efecto fundamental de la nanoestructuración desde el punto de vista de la estructura de dominios es claro; tanto en las imágenes [e, f] como [k, l] correspondientes a campos en el plano próximos a la saturación de las muestras, se aprecia una diferencia clara entre el contraste magnético correspondiente a las regiones expuestas y protegidas durante el ataque, siendo el asociado a las segundas más intenso en comparación con las primeras. Esto se debe a que al adelgazar la lámina, el término desimanador local de ambas regiones es diferente, teniendo un peso mayor el de las regiones atacadas que el de las no atacadas. Además de este efecto a alto campo, también se aprecia la tendencia de las bandas a orientarse paralelamente a los escalones antes de terminar penetrando en la región contigua. Tendencias similares ya han sido observadas en otros sistemas nanoestructurados con PMA, en los cuales los dominios magnéticos a bandas presentan preferencias a colocarse paralelos o perpendiculares a los bordes de las estructuras [16].

Desde el punto de vista del análisis de la estructura del cristal magnético de bandas, se ha mostrado que al menos en parte, los mecanismos que controlan la evolución del periodo del sistema están basados en la creación y propagación de defectos en la red [1, 2, 5]. En las imágenes correspondientes al sistema con T = 2µm, las dislocaciones en la estructura de bandas, parecen distribuirse de una forma aleatoria, pudiendo aparecer tanto cerca de los escalones como en el centro de las regiones que conforman las zanjas. Este comportamiento se ve claramente alterado al reducir el periodo de la estructura topográfica, ya que el tamaño de los propios defectos se vuelve comparable al periodo de las zanjas.


Fig.4.23 Selección de imágenes de MFM obtenidas de la medida de los ciclos de H.A. de las nanoestructuras a zanjas de 2µm [a - f] y 0.5µm [g - l] de periodo.

La figura 4.23 muestra una selección de imágenes de MFM con el campo externo orientado según la dirección de difícil imanación, correspondientes a las mismas regiones nanoestructuradas mostradas en la figura 4.22. En las imágenes asociadas a la estructura de zanjas con periodo T = 0.5μ m, no se enfatizan los bordes de estructura, ya que se aprecian claramente en la misma imagen de MFM.

El comportamiento según la orientación de difícil imanación presenta el mismo cambio de contraste magnético en las imágenes correspondientes a campos próximos a la saturación. Sin embargo, la estructura de defectos parece tener cierta tendencia a anclarse en las proximidades de los escalones de la estructura topográfica, no solo en el caso de menor periodo de zanja, sino también en el caso de T = 2μ m.



Fig.4.24 Gráficas de evolución de los periodos de los dominios magnéticos a bandas según las distintas configuraciones de fácil y/o difícil imanación para cada uno de los periodos de estructura de zanja T_i litografiados.

El análisis de los periodos de la estructura de bandas magnéticas por separado, permite mostrar la evolución de este parámetro, en función del campo magnético

aplicado y de la orientación relativa de la muestra con el campo según las direcciones de fácil y/o difícil imanación (fig.4.24). De izquierda a derecha y de arriba a abajo, las figuras se corresponden: al cuadro con zanjas de 2 μ m de periodo según la orientación de E.A. (a), al mismo cuadro pero según la orientación de H.A. (b), a la estructura de periodo 1.4 μ m según el E.A. (c), al cuadro con zanjas de 1 μ m según E.A. (d), y finalmente, a las estructuras con periodo de 0.5 μ m según las orientaciones de fácil (e) y difícil (f) imanación.

Cada ciclo analiza de forma independiente los periodos de las distintas regiones que conforman las bandas, definiendo los correspondientes a las regiones expuestas como Λ_1 y las protegidas como Λ_2 , e indicando mediante líneas discontinuas rojas, el valor del campo coercitivo de la estructura obtenido a partir de los ciclos Kerr locales (fig.4.9).

El comportamiento de los periodos en función del campo externo aplicado, es muy similar al ya mostrado en las regiones de control no atacadas, mostrando un aumento del periodo a medida que el campo se aproxima al H_c de la estructura, tras el cual se produce un descenso del periodo cuanto mayor es la intensidad del campo aplicado. Las diferencias existentes en la forma de las curvas correspondientes a E.A. y H.A. es también muy similar a las diferencias observadas según las dos orientaciones de medida en el plano en el caso del cuadro de control, poseyendo una forma más aguda las tendencias correspondientes a la dirección de fácil imanación, y una tendencia más suave y progresiva las asociadas a la dirección de H.A. Cabe destacar también que el rango de campos en el cual se mantiene constante el periodo de los dominios, solo se aprecia en las curvas de H.A. en las regiones nanoestructuradas.

Observando las regiones expuestas y protegidas por separado, se aprecian diferencias en el periodo de los dominios de ambas áreas en las estructuras de 2μ m a 1μ m de periodo de zanja, siendo esta diferencia mucho menos importante o casi nula en la estructura con periodo de 0.5μ m. Las diferencias existentes entre ambas áreas son debidas fundamentalmente a la diferencia de espesor en ambas regiones, ya que el espesor de la lámina magnética es un parámetro fundamental para determinar el periodo de los dominios magnéticos a bandas [7, 35, 36].

Para analizar este comportamiento se normaliza la diferencia de periodos en ambas regiones, por el valor del periodo medio asociado a la lámina de control obtenido en las mismas condiciones de medida. De esta forma se evitan problemas de errores en los valores de los periodos, derivados de un mal calibrado del piezo-tubo del microscopio.

La dependencia de estas diferencias normalizadas en función de los distintos tamaños de estructura de zanja T_i según la orientación de fácil imanación, muestra una tendencia a saturarse a un valor fijo (fig.4.25). Este hecho indica que a medida que los periodos de estructura se hacen más grandes, el sistema de dominios magnéticos a bandas comienza a relajarse, tendiendo a comportarse para tamaños T_i suficientemente grandes como dos regiones continuas independientes con espesores distintos.



Fig.4.25 Diferencia media de los periodos de las regiones protegidas (Λ_2) y las expuestas (Λ_1), normalizada por el valor promedio del periodo de las bandas en el ciclo de la región de control contigua en las mismas condiciones de medida (Λ_m), en función del periodo de zanja (T).

A partir del ajuste asintótico de los datos, se obtiene una diferencia de periodos entorno a los 9 nanómetros existente entre las dos regiones que conforman las zanjas, asumiendo un periodo promedio de normalización (Λ_m) de 150 nanómetros, lo cual es razonable para una lámina continua de NdCo₅ con espesor comprendido entre los 800 y los 700 angstroms (fig.4.12). Para estimar la altura topográfica del escalón asociado a esta diferencia en los periodos de banda, podemos utilizar los datos mostrados en la figura 3.8, referentes a la relación existente entre el periodo de los dominios magnéticos y el espesor de las láminas continuas que los poseen. A partir del ajuste lineal de dichos valores se obtiene una pendiente de 1.2 ± 0.2 nm_{Banda}/nm_{Espesor}, lo cual implica un escalón topográfico de 7.5 ± 1.5 nanómetros. Este valor está cualitativamente de acuerdo con los valores medidos por AFM para estas muestras.

Asumiendo que el sistema de dominios a bandas se considera relajado a partir de una variación menor de un 1‰ de la diferencia normalizada con respecto a un incremento diferencial del tamaño de zanja, se puede estimar la longitud de interacción efectiva responsable del acoplamiento entre los dominios magnéticos y la estructura nanofabricada, obteniéndose un valor para el periodo de zanja asociado a la relajación aproximadamente de 3µm. Para valores de T más pequeños, el acoplamiento entre ambas estructuras (magnética y topográfica) se hace mas fuerte hasta el punto en que el sistema en conjunto posee un único periodo promedio al hacerse prácticamente nulo el valor de la diferencia normalizada para un tamaño de zanja T = 0.5µm.

En el caso de la orientación de difícil imanación, se obtienen valores para la diferencia de periodos normalizada de 0.01 y 0.04 para las zanjas de 0.5 y $2\mu m$ de periodo respectivamente.

La diferencia principal introducida por la estructura de zanjas en el sistema de dominios magnéticos a bandas, es la variación del periodo de los dominios en las diferentes regiones. Estas diferencias introducen tensiones en la estructura del cristal de bandas magnéticas las cuales son relajadas, mediante la formación de defectos que ajustan los periodos de unas y otras regiones [1, 2, 5]. Así mismo, el propio campo externo introduce tensiones en la red que son absorbidas en el conjunto de la estructura magnética.

$$\delta_{Periodo} = \frac{\Lambda_1 - \Lambda_2}{\Lambda_2} \quad (4.4)$$

La deformación de desajuste introducida por la nanoestructuración se puede definir como se muestra en la ecuación 4.4 [41], donde, como ya se ha descrito, Λ_1 y Λ_2 se corresponden a los periodos de las regiones atacadas y no atacadas respectivamente. Representando el valor de δ_{Periodo} en función del periodo de estructura para un campo externo del orden de ~1kOe se obtiene que la deformación introducida por el desajuste de los periodos decrece a medida que el tamaño de estructura también lo hace (fig.4.26).



Fig.4.26 Gráfica de los valores de la tensión inducida por la nanoestructuración en función de los periodos de zanja, para un campo externo de \sim 1kOe e imagen de orientación H.A. a \sim 1kOe indicando las dislocaciones en la red de bandas ($_{T}$).

La disminución del módulo de $\delta_{Periodo}$ con el tamaño de la estructura de zanjas viene asociado al hecho de que el mecanismo de relajación de esta tensión es la nucleación de dislocaciones, las cuales poseen un tamaño característico. Cuando el tamaño de los defectos de la red de bandas es menor que el tamaño de las regiones que conforman las zanjas topográficas (T/2), la tensión existente entre las zonas atacadas y no atacadas de la red se manifiesta en la diferencia entre los periodos de dominio, pero cuando la corrugación topográfica es del orden del tamaño de las dislocaciones, el periodo de la estructura de dominios permanece prácticamente inalterado entre las zonas altas y bajas de las zanjas, debido a que los propios defectos no tienen espacio suficiente para acomodarse entre regiones.



Fig.4.27 Perfiles de núcleo de dos dislocaciones en la red de bandas magnéticas, obtenidas mediante MFM en las regiones con periodo de zanja de 0.5µm, en las configuraciones de fácil y difícil imanación.

La anchura del núcleo de la dislocación oscila en torno a los 235 nanómetros, la cual es del orden 0.94 x $T_4/2$. Este hecho provoca que la red sea incapaz de ajustar los periodos entre ambas regiones de la estructura topográfica, haciendo que el sistema magnético se comporte de forma similar a una región continua con un único periodo.

4.1.2.2 Rotación de Bandas

Además del estudio del comportamiento local de la estructura de dominios magnéticos a bandas durante el recorrido de un ciclo de histéresis, se han realizado también experimentos cuyo objetivo es analizar los efectos que la nanoestructuración introduce en los procesos de rotación de la estructura de bandas, ya que es bien sabido que los sistemas con PMA que presentan dominios a bandas, poseen la denominada anisotropía rotatoria [29, 31], la cual tiende a mantener alineada la imanación en el plano en la dirección de orientación de las bandas.

La secuencia de campos para la inicialización de las muestras, previa a la medida del proceso de rotación, es muy similar a la empleada para la medida de los ciclos de histéresis. Para estudiar la rotación hacia el E.A. (H.A.) se utiliza el siguiente protocolo:

- 1. Orientación E.A. (H.A.) paralelo al campo externo, aplicando alternativamente 1000, -1000, 1000Oe de forma que se orientan las bandas paralelas a la dirección del campo.
- 2. Rotación de la muestra 90 grados de forma que se alinea el H.A. (E.A.) con el campo y se aplican 1000, -1000, 1000Oe reorientando las bandas según la nueva orientación.
- 3. De nuevo, rotación de la muestra 90 grados colocando el E.A. (H.A.) paralelo a la dirección del campo.

Al igual que sucedía anteriormente, no existe un sistema que permita el control fino de la orientación relativa muestra - campo, con lo que los ángulos antes mencionados son estimados.

Una vez realizado el protocolo de inicialización, se comienza a aumentar la intensidad del campo magnético partiendo desde la remanencia del electroimán, adquiriendo alternativamente imágenes de la región de control y la nanoestructura bajo las mismas condiciones de campo externo aplicado (fig.4.10). Cabe destacar que en este tipo de experimentos, el proceso de rotación solo se observa una vez, ya que tras reorientar las bandas según la nueva orientación del campo, los procesos que se observarían serían similares a los mostrados en los estudios de los ciclos de histéresis.

Las imágenes de MFM de la figura 4.28 muestran una selección asociada al proceso de rotación observado sobre el cuadro de control no atacado, anexo a un sistema de zanjas con periodo $T_4 = 0.5\mu$ m. El sistema parte de un estado con las bandas orientadas según la dirección de difícil imanación en el plano y el campo se encuentra orientado según la dirección de E.A. En cada imagen se encuentra indicado el sentido y la intensidad del campo externo aplicado.

La estructura de bandas permanece prácticamente inalterada hasta los ~490Oe (c), momento en el cual comienzan a aparecer regiones en las que la orientación de las bandas tiende hacia la dirección del campo (región resaltada en amarillo).

El siguiente punto en campo (d) muestra que la región cuya orientación caía hacia el campo se ha alineado mas con este creciendo además en superficie.



Fig.4.28 Selección de imágenes de MFM del proceso de rotación de las bandas desde H.A. hacia E.A. en la región de control no atacada, asociada al cuadro nanoestructurado en zanjas con periodo T₄ = 0.5μm.

El proceso observado se repite en las siguientes imágenes, logrando aumentar la cantidad de bandas alineadas con la nueva dirección del campo hasta alcanzar la totalidad de la superficie barrida a partir de los ~650Oe. Tras este punto la orientación de las bandas permanece cualitativamente estacionaria a medida que se incrementa la intensidad del campo.



El comportamiento del cuadro nanoestructurado anexo (fig.4.29), presenta en general un comportamiento muy similar al mostrado por el sistema continuo.

Fig.4.29 Selección de imágenes de MFM del proceso de rotación de las bandas desde H.A. hacia E.A. en la región nanoestructurada en zanjas con periodo $T_4 = 0.5 \mu m$.

La selección de imágenes mostrada indica, al igual que ocurría en el caso de la figura 4.28, las intensidades y sentidos del campo externo enfatizando las posiciones de los escalones de la estructura de zanjas diferenciando entre transición de zona atacada a no atacada (línea discontinua blanca) y viceversa (línea discontinua negra). En el caso de la nanoestructura, la aparición de las primeras regiones cuyas bandas se encuentran orientadas más próximas a la dirección del campo magnético se produce a valores de campo más bajos (~3000e). Al incrementar el campo (c), esa región consolida su orientación, las cuales continúan creciendo (d) hasta que al alcanzarse los ~4900e de campo externo, prácticamente toda la superficie barrida por el microscopio presenta dominios a bandas orientados según la nueva dirección. En la imagen (e) se han representado en color rojo semitransparente algunas de las regiones que presentan aun tendencias en la orientación original.

A partir de este punto, se observa una ondulación en la estructura de dominios que intenta mantenerse paralela a los bordes de escalón [16]. A campos altos, el comportamiento muestra una tendencia a aumentar la homogeneidad del sistema de dominios, los cuales se van aproximando cada vez más a la dirección del campo externo aplicado.

El comportamiento observado tanto en el sistema nanoestructurado como en la región de control, plantean un mecanismo basado en la nucleación de regiones con la orientación de las bandas próxima a la nueva dirección del campo, y el crecimiento de las mismas produciendo la reorientación de todo el sistema de dominios. Este mecanismo ya se había observado en sistemas con PMA [37], donde, al igual que en este caso, la reorientación no se produce mediante mecanismos basados en la evolución de los defectos de la red de dominios, sino en el plegado de las propias bandas.

Recordemos que los dominios a bandas indican la dirección de la componente de la imanación en el plano de la muestra [29, 30], por tanto lo que nos están indicando es que se están nucleando dominios magnéticos con esta componente de la imanación orientada según la nueva dirección de las bandas, los cuales aumentan de tamaño al incrementarse la intensidad del campo. Por tanto podríamos decir que en un primer paso, los procesos de rotación de los dominios magnéticos a bandas en muestras con una leve anisotropía en el plano, orientados inicialmente según la dirección de H.A., se produce mediante la nucleación y crecimiento de dominios cuya componente de la imanación (E.A.) (fig.4.30).



Fig.4.30 Esquema de los dominios en el plano formados durante el proceso de rotación de las bandas en el cuadro de control (a) y nanoestructura (b) tomadas a diferentes campos externos aplicados.

Cabe destacar que en el caso de la nanoestructura (b), no se observa un efecto claro de anclaje de las paredes de dominio en los bordes de las zanjas, salvo por el hecho ya mencionado, de la tendencia de las bandas a colocarse paralelas o perpendiculares a los escalones [16].

Una vez que los nuevos dominios abarcan la totalidad de la superficie, el efecto del campo sobre el sistema es aproximar la orientación global de la imanación en el plano a la dirección del campo mediante un proceso de rotación. Esta rotación no acumula energía Zeeman asociada al campo magnético, como sucede en el caso de los ciclos de H.A. en el contexto de la analogía antes utilizada, sino que cuando se retira el campo externo, la orientación de las bandas permanece inalterada (fig.4.34). La razón por la cual el sistema de bandas se queda congelado es la mencionada anisotropía rotatoria [29, 31].



Fig.4.31 Imágenes de MFM obtenidas de la región de control a campo máximo (a), campo remanente del electroimán (b) y campo invertido (c). Abajo esquema del sistema de bandas empleado para modelar la acción de la anisotropía rotatoria.

El campo efectivo de anisotropía rotatoria se puede escribir para configuraciones de bandas próximas al régimen de saturación como se indica en la ecuación 4.5 [31].

$$H_{Krot} \approx 8M_{S} \frac{J_{2}^{2}(\theta_{0})}{J_{0}(\theta_{0})} \left(\pi - \frac{\Lambda}{4D} \left[1 - \exp\left(-\frac{4\pi D}{\Lambda}\right)\right]\right) \quad (4.5)$$

Donde M_s representa la imanación de saturación, J_i representa las funciones de Bessel de primer tipo y de orden i, θ_0 es el ángulo máximo de salida de la imanación fuera del plano, Λ es el periodo de los dominios a bandas y D el espesor de la lámina magnética. El modelo que se plantea asume que solamente se tiene imanación según las direcciones Y y Z, además de imponer una sinusoide para la distribución de ángulos de salida del plano $\theta(x)$ (fig.4.31).

$$\frac{M_Z}{M_S} = \frac{1}{\pi} \int_0^{\pi} \cos(\theta_0 \sin(x)) dx \rightarrow \frac{M_Z}{M_S} = J_0(\theta_0) \quad (4.6)$$

La condición para la distribución de $\theta(x)$ impone un límite al valor mínimo de la componente de la imanación en el plano, debido a que como máximo la amplitud θ_0 puede ser $\pi/2$, obteniéndose para este valor una $M_Z \approx 0.47 M_s$. Este hecho, en combinación con la restricción a solamente componentes Z e Y de la imanación hace que el modelo sea solamente válido en configuraciones próximas a la nucleación de las bandas.

Podemos estimar los valores del campo efectivo de anisotropía rotatoria inducido por la red de dominios a bandas utilizando la expresión 4.5, utilizando los periodos de dominios a bandas Λ medidos en la segunda rama del ciclo de E.A. asociado a la región de control (fig.4.13). Estos periodos están medidos a ciertos valores de campo, los cuales pueden utilizarse para estimar los valores de θ_0 a partir de la componente normalizada de la imanación en el plano M_Z/M_S para los mismos valores de campo, extraída a partir del ciclo de histéresis mostrado en la figura 4.7.

| Λ (nm) | H (Oe) | M _z /M _s | θ ₀ (°) |
|----------------|--------|--------------------------------|--------------------|
| 156 | 403 | 0.79 | 54.23 |
| 156 | 449 | 0.81 | 51.44 |
| 156 | 493 | 0.82 | 50 |
| 156 | 561 | 0.84 | 47.03 |
| 156 | 655 | 0.87 | 42.34 |
| 151 | 786 | 0.9 | 37.03 |
| 148 | 935 | 0.92 | 33.15 |
| 141 | 1051 | 0.95 | 26.22 |

Tabla 4.2 Tabla de los valores para Λ , H, componente imanación en el plano M_z/M_s y amplitud máxima angular θ_0 .

Se ha elegido este rango de valores de campo, para estar próximos al régimen de nucleación de las bandas, donde el modelo es más preciso.

Utilizando los valores mostrados en la tabla 4.2 como entradas para la ecuación 4.5 se obtiene la tendencia del campo efectivo asociado a la anisotropía rotatoria (fig.4.35), la cual muestra un aumento del campo efectivo equivalente a medida que el peso de la componente en el plano de la imanación (M_Z/M_S) disminuye, o lo que es lo mismo, a medida que la contribución a la imanación total por parte de la componente perpendicular crece.



Fig.4.32 Curva de evolución del campo efectivo asociado a la anisotropía rotatoria (H_k Rot), en función del valor de la componente de imanación en el plano normalizada (M_z/M_s). Curva obtenida con $M_s = 1100 \text{ emu/cm}^3 \text{ y } D = 80 \text{ nm}$.

En el rango próximo a la saturación, el término dominante que define el comportamiento magnético de la muestra es el debido al campo externo aplicado. A medida que este disminuye, las bandas se nuclean y la amplitud θ_0 comienza a aumentar, aumentando consigo la intensidad del efecto de la anisotropía rotatoria. Cuando la acción del campo externo es pequeña comparada con el resto de términos de energía, el peso que alcanza la anisotropía rotatoria es grande, haciendo que el sistema de bandas se quede fijo en la orientación marcada por el último campo que orientó el sistema de dominios. Se puede entender la aparición de esta anisotropía como un efecto colectivo del sistema de bandas [29, 31], estando su intensidad directamente asociado a la importancia de la componente de la imanación perpendicular que conforma la bandas.

Puede realizarse un análisis del proceso de rotación de una forma más cuantitativa filtrando las imágenes adquiridas mediante MFM, estudiando el comportamiento de cada una de las regiones que componen las zanjas por separado. En este tipo de experimentos se analiza la evolución del ángulo de orientación de las bandas con respecto a la estructura topográfica de la muestra (fig.4.33), comparando los comportamientos presentes en la región de control y en la nanoestructura, referenciando ambas orientaciones a la obtenida a partir de la imagen de topografía.



Fig.4.33 Imágenes de topografía (a) y señal magnética (b) adquiridas simultáneamente. Las figuras añadidas en cada una se corresponden a las FFT-2D de las imágenes indicando los ángulos de orientación tanto de la estructura de zanjas, como de las bandas magnéticas.

Se definen dos ángulos de orientación diferentes, $\theta_{Estructura}$ y θ_{Bandas} , los cuales se obtienen a partir de las FFT-2D de las imágenes de topografía y señal magnética respectivamente. La medida de ambos permite referenciar la orientación de las bandas a la estructura topográfica de zanjas. Todo el proceso se realiza de forma interactiva mediante un código implementado en la plataforma de programación MATLAB[®].

Representando la diferencia entre los ángulos de orientación de las bandas y la estructura ($\theta_{Bandas} - \theta_{Estructura}$) frente al valor del campo aplicado según la dirección de E.A., se obtiene la evolución de la orientación del sistema de dominios (fig.4.34).



Rotacion H.A. - E.A., $T_4 = 0.5 \mu m$

Fig.4.34 Representación de los ángulos de orientación de los dominios a bandas referenciados a la estructura topográfica, medidos en la región de control (cuadros), zonas atacadas (triángulos) y no atacadas (círculos) de la nanoestructura con T=0.5µm. Rotación H.A. - E.A.

La corrección de los ángulos medidos por la orientación de la estructura topográfica implica que el valor 0 de la diferencia (θ_{Bandas} - $\theta_{Estructura}$), corresponde a una orientación de las bandas perfectamente alineada con la estructura de zanjas. La dirección real del campo externo, la estimamos a partir de la orientación de los dominios en las imágenes correspondientes al campo máximo aplicable en el sistema nanoestructurado, poniendo de manifiesto la dificultad para conseguir un buen control sobre la colocación de la muestra en el sistema de medida. En este caso particular se tiene un desalineamiento del orden de 10 grados entre el campo y la estructura topográfica.

Con líneas azul y negra discontinuas están indicados los campos de nucleación de dominios asociados a la nueva orientación, siendo la primera referente al sistema nanoestructurado y la segunda a la región de control. La existencia de dos ángulos para un mismo campo se debe a que en una misma imagen de MFM se observan dos orientaciones bien diferenciadas, como se puede ver en las figuras 4.28 [d - g] y 4.29 [c, d].

La curva muestra claramente los dos regímenes, el primero asociado a los procesos de nucleación y crecimiento de los nuevos dominios, y el segundo a la rotación progresiva de la estructura de bandas hacia la dirección del campo externo. Ambos regímenes se encuentran desfasados en campo entre la región nanoestructurada y el cuadro de control, encontrándose los asociados a este último desplazados hacia valores de campo mas intensos. Las velocidades de rotación mostradas en ambas regiones (nanoestructura y control) es del orden de los 1.6°/Oe.

El análisis de la misma estructura ($T_4 = 0.5 \mu m$) bajo la rotación desde la configuración de E.A. hacia H.A. muestra un comportamiento diferente con el anterior (fig.4.35).



Rotacion E.A. - H.A., $T_{4} = 0.5 \mu m$

Fig.4.35 Representación de los ángulos de orientación de los dominios a bandas referenciados a la estructura topográfica, medidos en la región de control (cuadros), zonas atacadas (triángulos) y no atacadas (círculos) de la nanoestructura con T=0.5µm. Rotación E.A. - H.A.

En este caso, se parte de un estado con la red de bandas orientada según la propia red de zanjas topográficas (desalineamiento ~12°). Al igual que en el caso anterior se distingue entre el cuadro de control (cuadrados negros) y las regiones atacada y no atacada de la nanoestructura (triángulos verdes y círculos rojos respectivamente). El comportamiento según esta orientación es mucho mas continuo que en el caso anterior, presentando principalmente un único mecanismo de rotación, el cual tiene lugar a diferentes velocidades. Desde la remanencia hasta los ~4000e, la orientación de las bandas de la nanoestructura se mantiene constante. A partir de este punto, la región nanoestructurada nuclea dominios con una orientación de ~45° con la estructura de zanjas, comenzando a rotar dicha orientación a una velocidad de ~0.14°/Oe. Esta tendencia se conserva hasta los ~6200e, momento en el cual la velocidad de rotación desciende hasta los ~0.06°/Oe, alcanzando un valor estacionario en torno a los 90° con la dirección longitudinal de las zanjas a partir de los 8800e.

El sistema continuo se comporta de igual forma que el nanoestructurado hasta los 4000e, manteniendo constante su orientación. A partir de este punto comienza una leve rotación de 0.09°/Oe que se mantiene hasta un valor de campo de ~500Oe. Tras esto se produce un salto brusco en la orientación global, tras el cual la velocidad de rotación aumenta hasta los 0.16 °/Oe. Presenta otro salto brusco de la orientación entorno a los 600Oe seguido por un intervalo en el que la orientación permanece constante, hasta que finalmente el sistema comienza de nuevo a rotar hasta alcanzarse el campo máximo aplicable a una velocidad de 0.09°/Oe. Cabe destacar que el ángulo de orientación promedio alcanzado es inferior al obtenido en el sistema nanoestructurado.

Las diferencias existentes entre ambos procesos de rotación (H.A. - E.A. y E.A. - H.A.) puede ser debido a la anisotropía en el plano de la muestra, la cual hace que el primer proceso esté dominado por una nucleación y crecimiento de dominios, seguido por una rápida rotación (1.6°/Oe), mientras que el segundo está basado en rotaciones principalmente, cuyas velocidades son muy inferiores (del orden de un 10% de la velocidad para la rotación H.A. - E.A.). Así mismo también es importante destacar que los procesos medidos están realizados partiendo desde estados lo mas similares posibles, pero sin saturar las muestras, por tanto los resultados obtenidos pueden estar condicionados por la memoria magnética de la muestra, así como por efectos debidos al carácter local de la medida.

También se han analizado los procesos de rotación desde la orientación paralela a la dirección de difícil imanación, hacia la alineada con la estructura de zanjas (H.A. - E.A.) en los sistemas con $T_2 = 1.4 \mu m$ y $T_3 = 1 \mu m$ (fig.4.36), mostrando comportamientos en las regiones de control, similares al ya observado en el sistema con periodo de zanja $T_4 = 0.5 \mu m$. Sin embargo, la región nanoestructurada en el caso del sistema con periodo $T_3 = 1 \mu m$, presenta principalmente tres procesos de rotación continua entre los estados inicial y final cuya velocidad es de 0.01°/Oe para el rango de campos desde la remanencia del electroimán hasta los 360Oe, aumentando a 0.24°/Oe hasta alcanzarse los 650Oe. El último proceso de rotación continua hasta el campo máximo, desarrollándose a un ritmo similar al del primero.



Fig.4.36 Gráficas de rotación de los dominios a bandas desde orientación según H.A. hacia E.A., para las estructuras con periodo de zanja de T = 1 μ m (izquierda) y T = 1.4 μ m (derecha), diferenciando entre regiones atacadas, no atacadas y cuadro de control.

Todo esto indica que los fenómenos que condicionan los procesos de rotación de las bandas, en las condiciones de las medidas son altamente dependientes del estado inicial de la muestra, tanto desde el punto de vista de la configuración magnética, como de la orientación de la muestra con el campo externo. Para poder realizarse con precisión y poder extraer conclusiones razonables de un posible efecto de la nanoestructuración en los procesos de rotación sería necesario realizar una estadística repitiendo el mismo tipo de proceso, en la misma muestra varias veces, partiendo desde el mismo estado magnético (muestra saturada) y con la misma orientación campo muestra (sistema de control fino de alineamiento).

De todas formas, la conclusión antes mencionada del efecto de la anisotropía en el plano, la cual induce el proceso de nucleación parece ser correcta en base al comportamiento mostrado por las regiones de control.

4.2 Muestra con estructura topográfica acusada (D≈28nm)

Estudiaremos a continuación el comportamiento de los sistemas de la muestra NdCo5MarcoDef#1. El esquema de las estructuras es idéntico al ya descrito para la muestra NdCo5MarcoDef#4, con la salvedad de que el escalón transferido a las zanjas posee una altura del orden de los 28 nanómetros (fig.4.37).



Fig.4.37 Estructura de zanjas donde se muestra a escala el escalón transferido a la lámina magnética, así como la dirección del eje de fácil imanación en el plano inducido por el crecimiento.

La caracterización incluye análisis mediante técnicas magneto-ópticas (L-MOKE focalizado y microscopía Kerr), así como medidas de microscopía de sonda (MFM) para una caracterización local del comportamiento de los dominios magnéticos a bandas.

4.2.1 Caracterización Magneto-Óptica

Los ciclos de histéresis correspondientes a cada una de las estructuras fabricadas en la muestra NdCo5MarcoDef#1, son medidos, al igual que en el caso de la muestra anterior, mediante el sistema de L-MOKE focalizado NanoMOKE2[®] de la empresa *Druham Magneto Optics LTD*, y posteriormente filtrados para eliminar las deformaciones introducidas por la técnica de medida magneto-óptica en estos materiales con PMA (Apéndice 1).

Las medidas con el campo orientado según la dirección de fácil imanación indican que el proceso de ataque, como cabía esperar, ha tenido un mayor efecto sobre el sistema magnético que en el caso de la muestra anterior.



Ciclos E.A. NdCo5MarcoDef#1

Fig.4.38 Comparativa ciclos de E.A. de la muestra NdCo5MarcoDef#1. Sistemas nanoestructurados de todos los periodos y cuadro de control (LC) atacado analizados.

Como se observa en la figura 4.38, el ciclo asociado a la región de control ha perdido gran parte de la componente de la imanación remanente según la dirección perpendicular al plano de la muestra, pasando de poseer el sistema de control no atacado una remanencia reducida según la dirección de fácil imanación en el plano de 0.56M_s (fig.4.7), a un valor de 0.88M_s en el caso de la región atacada. Esto indica que el peso de la componente en el plano de la muestra en las regiones expuestas durante el ataque es mucho mayor que la correspondiente a la orientación perpendicular.

El comportamiento de las regiones nanoestructuradas en esta configuración de medida es muy similar no presentando diferencias importantes en función del periodo de estructura. El valor asociado a la remanencia reducida es del orden de 0.71M_s,

siendo este superior al correspondiente a la muestra con menor profundidad de zanja (valor promedio de remanencia reducida según E.A. en muestra poco atacada 0.63M_s), estando esta diferencia de acuerdo con el aumento de la importancia de la componente de la imanación en el plano.

Las medidas realizadas según la dirección de difícil imanación muestran sin embargo un comportamiento muy distinto al que cabría esperar (fig.4.39).



Fig.4.39 Ciclos de histéresis según la configuración de medida de H.A. en el plano para cada una de las regiones nanoestructuradas y cuadro de control atacado de la muestra NdCo5MarcoDef#1. Los ciclos mostrados no han sido filtrados para eliminar las deformaciones debidas a efectos pares.

Los ciclos mostrados en la figura están asociados a cada una de las estructuras nanoestructuradas de la muestra (T_i) y a una región de control atacada (LC). Se representan los datos en bruto tal y como son adquiridos en el sistema de medida, sin haber sido filtrados debido a la clara asimetría existente entre las dos ramas de los mismos. Cada ciclo posee una figura insertada correspondiente a la región del mismo recuadrada con una línea discontinua roja, la cual está ajustada a la zona donde se manifiesta un pico en la señal magneto-óptica. Cabe destacar que este comportamiento solamente se presenta en la rama ascendente en campo en todas las estructuras salvo en la correspondiente a un periodo de zanja de $T_4 = 0.5 \mu m$ y a la lámina de control atacada donde el ciclo es simétrico, en el primer caso sin pico y en el segundo con este presente en ambas ramas.

La aparición de picos como los observados en la figura 4.39 puede estar asociado a un desalineamiento entre la dirección de aplicación del campo y el eje de difícil imanación en el plano. El modelo de Stoner–Wohlfarth [23, 24] predice la aparición de estos picos para sistemas monodominio debido a un giro de la imanación hacia la dirección de fácil imanación tras rebasar la orientación paralela al H.A. durante el proceso de inversión (fig.4.40).



Fig.4.40 Esquema del proceso de inversión que da lugar a la aparición de los picos en los ciclos de histéresis.

El esquema de la figura 4.40 muestra el proceso de inversión de la imanación explicado en base al modelo de Stoner-Wolhfarth, el cual solamente considera el término de anisotropía uniáxica en el plano y el término asociado al campo magnético externo para calcular la energía del sistema magnético. Se definen los ángulos α y α_0 como los conformados entre la dirección del campo, el vector imanación (flecha roja) y el eje de anisotropía (flecha negra E.A.) respectivamente.

Para valores de campo altos, la imanación se encuentra orientada según la dirección y sentido del campo (a). A medida que la intensidad del mismo comienza a disminuir, la acción de la anisotropía tiende a llevar al vector imanación hacia su dirección. La anisotropía es indiferente al sentido de la imanación, y debido a que α_0 no es estrictamente 90°, existe un sentido preferente de rotación de la imanación (flecha discontinua negra en imagen a). Cuando el campo se hace cero, toda la imanación se encuentra alineada según la dirección del eje fácil (b), y al comenzar a invertirse el sentido del campo esta continuará rotando según el sentido descrito. Al alcanzar α el valor exactamente perpendicular al E.A., se alcanza un punto de equilibrio inestable en el término de energía asociado a la anisotropía, el cual es resuelto por la acción del campo externo haciendo rotar la imanación hacia el sentido contrario del eje de anisotropía (c1). En este proceso el vector imanación llega a alinearse perfectamente con la dirección del campo externo, conformando el pico que se observa en el ciclo. El hecho de que el valor de dicho pico no alcance el mínimo del coseno de α , es debido al carácter numérico de la minimización de la energía. La orientación de máxima aproximación al E.A. (línea discontinua negra) dependerá de la relación entre los términos Zeeman y de anisotropía. Tras alcanzar esta orientación (c2), el proceso de rotación de la imanación cambia de sentido aproximándose de nuevo a la dirección del campo externo hasta alcanzar la saturación (d).

Para estudiar si la aparición del pico medido en la muestra analizada es debido al efecto de un desalineamiento entre el verdadero eje de fácil imanación con respecto a la dirección longitudinal de las zanjas y por tanto al campo, se han estudiado los ciclos de histéresis en la región nanoestructurada con periodo $T_2 = 1.4 \mu m$ y en el cuadro de control atacado contiguo, en función del ángulo relativo entre la estructura nanofabricada y el campo aplicado (fig.4.41).



Fig.4.41 Esquema del experimento de medida de los ciclos de histéresis en función del ángulo relativo entre el campo externo aplicado y la orientación de la estructura de zanjas nanofabricadas.

Las imágenes muestran las configuraciones de medida extremas (izquierda y derecha), referidas al desalineamiento entre el campo y la estructura de zanjas. En el centro se muestra la configuración intermedia, en la cual el campo conforma un ángulo de 90°



con la estructura litografiada. Cada medida se realiza con una diferencia en orientación $\Delta\beta$ = 1° desde el valor de β_{min} hasta β_{max} .

Fig.4.42 Evolución de los ciclos de histéresis medidos sobre la lámina nanoestructurada con $T_2 = 1.4 \mu m$, en función de la orientación relativa entre la dirección de aplicación del campo y la estructura de bandas nanofabricada.

La evolución del pico presente en los ciclos de histéresis correspondientes a la región nanoestructurada, muestra una disminución de su amplitud a medida que el ángulo entre el campo y la estructura se aproxima a los 95 grados. Al alcanzarse esta orientación el ciclo se vuelve simétrico, y una vez rebasados los 95 grados, el pico vuelve a manifestarse en la rama descendente.

La presencia de este pico asimétrico se puede explicar en base al modelo antes descrito, añadiendo a la anisotropía uniáxica otra unidireccional dando constancia de la dificultad para saturar la muestra en el plano (fig.4.43). El término asociado a la energía magnética debido a esta es mínimo cuando la imanación apunta en la dirección y sentido definido por la anisotropía unidireccional.



Fig.4.43 Esquema del proceso de inversión de la imanación para un sistema con anisotropías unidireccional y uniáxica.

En la parte superior de la figura se muestran los ciclos de histéresis calculados para un desalineamiento de -5 (izquierda) y +5 (derecha) grados con respecto a la orientación perpendicular al campo. Las figuras representadas en la parte inferior muestran el proceso de inversión de la imanación teniendo en cuenta el efecto de la anisotropía unidireccional. El sentido de giro de la imanación desde el estado saturado (a) al disminuir el campo externo, es definido por la suma de los efectos de las anisotropías uniáxica y unidireccional, haciendo que la imanación gire en sentido anti horario.

Debido al desalineamiento existente entre el campo y las anisotropía uniáxica, la imanación gira rebasando la dirección del campo hasta alcanzar una orientación definida por la intensidad del campo, y el peso relativo entre las anisotropías uniáxica y unidireccional (b). Tras esto, la imanación tiende a la orientación del campo hasta alcanzar la saturación (c). Cabe destacar aquí que la anisotropía unidireccional cambia de dirección y sentido debido a la acción del campo externo, ya que con ella se pretende introducir el hecho de que no se consiga saturar completamente la muestra en el plano.

Al comenzar de nuevo a disminuir la intensidad del campo, la imanación gira hacia la dirección de la anisotropía unidireccional (sentido horario). Al invertir el sentido del campo, el efecto que provoca la aparición de los picos en el ciclo de histéresis, no tiene lugar ya que la imanación gira hacia la dirección definida por la anisotropía uniáxica (d) y tras alcanzarla cae suavemente hacia saturación (a).

La líneas negra discontinua indica la orientación máxima alcanzada por la imanación durante la generación del pico, el cual se manifiesta solamente en una de las ramas, dando como resultado la asimetría de los ciclos.

Así mismo, se confirma un desalineamiento de ~5 grados entre la orientación de las estructuras y el eje de fácil imanación en la muestra, lo cual es razonable desde el punto de vista de la fabricación, ya que la anisotropía en el plano nos viene inducida por el proceso de crecimiento de la lámina magnética [22], y no se dispone de un sistema de control fino para la adecuada colocación de la muestra.

La presencia de picos en la región de control atacada, al igual que en las áreas nanoestructuradas con periodos de zanja superiores a los 0.5µm (fig.4.39), así como su explicación a partir del modelo de Stoner-Wolhfarth considerando la imanación en el plano, parece indicar que la aparición de este efecto es debido a la evolución de las regiones bombardeadas, donde la importancia de la imanación en el plano es dominante frente a la componente perpendicular. El hecho de que no se manifieste el pico en el sistema de zanjas de menor periodo, indica al igual que sucedía en el caso de la muestra con zanjas poco profundas, que el acoplamiento entre las regiones expuestas y protegidas durante el proceso de bombardeo se hace mas fuerte a medida que disminuye el periodo de las nanoestructuras, condicionando los mecanismos de inversión de la imanación. También es importante destacar que la asimetría de los ciclos se puede explicar en base a la adición de una anisotropía unidireccional, cuyo origen puede estar en el hecho de no alcanzarse la saturación completa de la muestra, de forma que los procesos de inversión queden condicionados por un estado anterior.

4.2.2 Caracterización de los procesos de inversión de la imanación por MFM.

Al igual que en el caso del sistema de zanjas poco atacadas, se ha realizado una caracterización de los procesos de inversión de la imanación mediante la utilización del sistema de MFM con capacidad de aplicación de campo magnético en el plano de la muestra, estudiando el comportamiento de los dominios magnéticos a bandas en las configuraciones de orientación relativa campo–muestra paralela (~E.A.) y perpendicular (~H.A.) a la estructura de zanjas.

Las medidas se han realizado en todas las regiones patronadas, mostrando tendencias cualitativamente iguales entre si las estructuras con periodos de zanja mayores (T_i=2,

1.4 y 1µm) tanto en la configuración paralela como perpendicular a las nanoestructuras. Por este motivo el análisis se centrará en las regiones con periodos de zanja T₂=1.4 µm (Grande) y T₄=0.5 µm (Pequeño), analizando por separado cada una de las orientaciones de medida.



Comportamiento según orientación E.A

Fig.4.42 Selección de imágenes de MFM de la medida del ciclo de histéresis según la dirección de fácil imanación, en la muestra con profundidad de zanja de ~28nm, y periodo de estructura $T_2 = 1.4 \mu m$.

Comenzamos por el estudio del comportamiento del sistema con periodo de zanjas $T_2=1.4\mu m$ en la configuración de medida con el campo paralelo a las estructuras. El protocolo de inicialización de la muestra antes de comenzar el estudio es el mismo descrito en el apartado 4.1.2.1.

La figura 4.42 muestra una selección de imágenes adquiridas mediante MFM durante la realización del ciclo de histéresis de la muestra, donde se ha trabajado con campos de ~4x4 y ~6x6µm², utilizando este último para analizar el comportamiento de la estructura de bandas en el rango de campos en el entorno del campo coercitivo de la estructura (H_c ≈ 120Oe), y el primero para campo superiores.

Las diferencias entre las regiones que conforman las zanjas (atacadas y no atacadas) es clara en esta muestra debido a la mayor altura de escalón transferido (~28nm), mostrando un mayor contraste magnético en las regiones protegidas en comparación con las expuestas [a - I], llegando incluso a desaparecer la estructura de bandas en las zonas atacadas a partir de los 3500e. Esta diferencia es debida al hecho de que la imanación en el plano predomina frente a la componente perpendicular en las regiones atacadas, como muestran los ciclos de histéresis medidos en esta configuración (fig.4.38).

Analizando los periodos asociados a los dominios a bandas en ambas regiones (atacadas y protegidas) (fig.4.43), se observa un comportamiento completamente diferente al mostrado por la muestra con escalón poco profundo.



Periodos Ciclo E.A. $T_2=1,4\mu m$

Fig.4.43 Gráfica de la evolución de los periodos de los dominios a bandas de la región con periodo de zanja $T_2=1.4\mu m$ en función del campo externo aplicado, obtenidos diferenciando entre las regiones atacadas y protegidas de las zanjas.

En la gráfica se muestra la evolución de los periodos en las zonas protegidas (Λ_2) y expuestas (Λ_1) durante el proceso de bombardeo, en función del campo externo aplicado. Además se indica con líneas discontinuas azul y verde el valor del campo

coercitivo de la región nanoestructurada y el valor del campo a partir del cual ya no se observan los dominios de bandas en la región atacada de las zanjas.

Los periodos Λ_1 muestran valores inferiores a los asociados a las regiones no atacadas como cabría esperar en base a su menor espesor. Además en el entorno del campo coercitivo parece haber un incremento en el valor de los periodos Λ_2 y Λ_1 . Una vez rebasada la coercitividad, los periodos de la zona superior comienzan a disminuir lentamente y los de la zona inferior tienden a aproximarse al valor de los primeros hasta que dejan de observarse.

Analizando en detalle las imágenes de MFM de la inversión en el entorno del campo coercitivo (fig.4.42,[b-h]), se observa una atenuación en el contraste magnético asociado a los dominios a bandas pertenecientes a las regiones atacadas, la cual se manifiesta en distintas zanjas a diferentes campos. La disminución en la señal magnética recogida por el microscopio no es debida a efectos del campo sobre la configuración magnética de la punta, ya que en la misma imagen (mismas condiciones de campo externo), se observan regiones bombardeadas con una amplitud asociada al contraste magnético más intensa. Este hecho puede indicarnos que se está produciendo la inversión de la componente en el plano de la imanación, correspondiente a la región atacada de la zanja (fig.4.44).



Fig.4.44 Esquema de la inversión de las regiones atacadas de las zanjas y de su detección en base a la intensidad de la señal magnética.

El esquema mostrado, analiza la inversión de un área atacado de la nanoestructura a partir de las imágenes (b) y (c) de la figura 4.42. Para enfatizar el cambio de contraste se ha ocultado bajo una capa semitransparente las regiones de la imagen irrelevantes, donde la imanación en el plano no sufre ninguna alteración. Se observa claramente que en la imagen (b) la amplitud de la estructura de dominios a bandas es más intensa que la mostrada por la imagen (c) tras haber incrementado el campo externo aplicado de los 85 a los 97Oe. Bajo las imágenes de MFM se muestran las componentes de la imanación en la estructura de bandas según las componentes perpendicular al plano y

paralela a dirección del campo, la cual, en la configuración de fácil imanación, coincide con la componente longitudinal de la banda. Si la imanación en el plano no se ha invertido (imagen b), la amplitud de la oscilación de los dominios a bandas (A₁) se ve aumentada con respecto a la asociada al estado remanente (A₀) debido al efecto del campo magnético, el cual tiende a orientar la imanación según su dirección y sentido. Al producirse la inversión, la amplitud de oscilación (A₂) disminuye bruscamente ya que la acción del campo tiende a tumbar la imanación al plano, mermando la componente perpendicular de la misma.

A medida que se va incrementando el campo magnético, otras regiones atacadas van mostrando la misma fenomenología. Observando el orden de inversión, se aprecia que esta no tiene porqué producirse de forma consecutiva, invirtiéndose una zanja y luego las adyacentes, sino que se produce de forma escalonada dando a entender que estos procesos se desarrollan de forma aislada entre cada una de las regiones (fig.4.45).



Fig.4.45 Selección de imágenes mostradas en la figura 4.42, donde se muestra la inversión de las zonas atacadas de las zanjas en función del campo magnético.

De este modo, por ejemplo entre las imágenes (c) y (d) de la figura 4.45 se observa como encontrándose ya invertida la 5ª región bombardeada comenzando a contar desde la parte superior de las imágenes, al incrementar el campo no se invierten las zanjas contiguas, sino que lo hace la 2ª región. Las zonas no atacadas parecen evitar que la propagación de los dominios se realiza de forma transversal a la estructura de zanjas, permitiendo esta fenomenología. Así mismo cabe destacar que en la imagen (e) se observa que la parte superior de la 3ª región atacada comienza la adquisición de la imagen sin mostrar un estado invertido, y tras completarse varias líneas, transita al estado invertido (recuadro punteado negro). Este efecto es debido a una perturbación de la configuración de la imanación en la muestra inducido por la propia punta del MFM como ya se ha visto en otros trabajos [38, 39].

La utilización de la señal asociada al contraste magnético obtenida mediante un MFM, depende de las configuraciones magnéticas tanto de la punta como de la muestra, y por supuesto de las condiciones de campo externo, las cuales actúan no solo sobre la muestra sino también pueden modificar el contraste obtenido por la punta. En general, para llevar a cabo medidas cuantitativas en base a dicha señal, es necesario calibrar el comportamiento de la punta de forma individual para poder aislar la contribución a la señal proveniente de la muestra [40]. En nuestro caso, no se han llevado a cabo dichas calibraciones, de forma que los datos obtenidos tienen tanto contribución de la punta como de la muestra, pero al haber sido adquiridos en la misma serie de medida, y con la misma punta, podemos compararlos para obtener información cualitativa del fenómeno asociado a la disminución de la amplitud de las bandas.

Para llevar a cabo este análisis se ha realizado un código basado en MATLAB[®], el cual primero elimina la información de la señal magnética ajena a la estructura de bandas, y tras esto aísla cada una de las regiones que conforman las zanjas para extraer la amplitud de oscilación de los dominios a bandas en cada una de ellas. Es necesario realizar el primer paso, debido a que la señal asociada a las bandas se encuentra montada sobre un fondo con parte magnética y parte topográfica. Esta última se hace mas fuerte a medida que se aumenta el campo externo, en parte porque la imanación fuera del plano de la muestra disminuye y también debido a que la evolución con el campo de la configuración magnética de la punta hace que esta sea menos sensible a la señal magnética perpendicular a la superficie.



Fig.4.46 Esquema del proceso de filtrado para la substracción del fondo magnético.

La corrugación topográfica de pequeño tamaño no es eliminada mediante este procedimiento, ya que para calcular el fondo magnético se realiza un proceso de suavizado de la imagen original mediante un promediado por áreas (30x30pixels), el cual elimina la contribución de las bandas. La sustracción de la imagen suavizada y la original elimina la contribución del fondo, mostrando la estructura de bandas y la corrugación topográfica de pequeño tamaño. Una vez hecho esto, se puede introducir la imagen obtenida en el código para el estudio de las áreas expuestas y no expuestas de la estructura de zanjas, consiguiendo aislar cada una de ellas y pudiendo así calcular la amplitud de la oscilación promedio por cada región (fig.4.47).



Fig.4.47 Gráfica de las amplitudes promedio de oscilación de la señal MFM analizadas de forma aislada para cada región de zanja (regiones protegidas -> Altas, y regiones expuestas -> Bajas).

La figura muestra las amplitudes de oscilación de la señal magnética promediadas en cada región de las zanjas, diferenciando entre zonas Altas (no atacadas) y Bajas (atacadas). La imagen de la derecha se corresponde con la señal topográfica del sistema MFM, donde se identifica cada una de las series de datos mostradas en la gráfica con su procedencia en la estructura. El hecho de que haya series que no se extienden en todo el rango de campo, es debido a que al cambiar de campo de trabajo de ~6x6µm² en el rango de la coercitividad a ~4x4µm² para campos más intensos, no se recoge información de todas las regiones inicialmente observadas.

Las amplitudes de las regiones bajas y altas se ven claramente diferenciadas, dando a entender que la componente perpendicular de la imanación es mucho más intensa en las zonas protegidas de la nanoestructura.

La tendencia general de ambas regiones es muy similar; partiendo de la remanencia, la amplitud de oscilación de ambas tiende a aumentar hasta alcanzar un máximo en el entorno del campo coercitivo de la muestra (línea discontinua vertical negra), tras el cual se produce la inversión de la imanación en el plano, reduciendo la amplitud de oscilación. Llegado a este punto, cabe destacar que no solamente se observa el efecto de la inversión de la imanación en el plano, mediante una disminución de la amplitud de oscilación de las bandas en las regiones bajas, sino que también sucede en las regiones protegidas de la nanoestructura. Calculando la variación relativa de amplitud durante el proceso de inversión, se observa que en el caso de las regiones altas, dicha variación es del orden de un 22% de la inicial, mientras que en el caso de las zonas

atacadas implica una reducción del 43%. La diferencia en las disminuciones relativas es debida a que la acción de la anisotropía perpendicular es menor en el caso de las regiones atacadas, facilitando que para un mismo campo externo la componente de la imanación en las bandas perpendicular a la superficie de la muestra sea menor.

Tras la inversión de la imanación en el plano, la tendencia de ambas amplitudes es a disminuir hasta alcanzarse, en el caso de las regiones atacadas, un valor estacionario. Las zonas altas presentan una reducción de la amplitud de oscilación mucho más intensa tras la coercitividad que sus vecinas, tendiendo a campos elevados hacia el mismo valor estacionario. Esta amplitud residual está asociada al fondo de corrugación topográfica de pequeño tamaño, que no ha sido sustraído en el proceso de filtrado.



Fig.4.48 Detalle de la gráfica mostrada en la figura 4.47 donde se observa el orden de las inversiones, así como la diferencia en el rango de campos de inversión entre las zonas altas y bajas de la estructura de zanjas.

Ampliando la región de campos próximos a la inversión se puede observar el orden en el cual van transitando al nuevo estado de imanación las diferentes áreas de la nanoestructura. De esta forma se observa el orden de inversión mostrado en la figura 4.45, teniendo en cuenta que la leyenda de la gráfica mostrada es la misma que la que aparece en la figura 4.47. Es importante destacar que los procesos de inversión comienzan en las regiones atacadas a partir de los ~970e, y las regiones superiores no se ven afectadas hasta los ~1180e, indicando que el campo coercitivo de estas últimas áreas es superior al de sus vecinas bombardeadas. La inversión de todas las zanjas presentes en las imágenes se completa entorno a los ~1500e.

Para concluir con el estudio del sistema con periodo $T_2 = 1.4 \mu m$, se ha observando la región nanoestructurada mediante el sistema de microscopía Kerr (apartado 2.4.2.3) confirmándose el comportamiento mostrado por las medidas de MFM (fig.4.49).



Fig.4.49 Imágenes obtenidas mediante microscopia Kerr de la muestra con periodo $T_2 = 1.4 \mu m$, durante el desarrollo de un ciclo de histéresis en la configuración de E.A.

Las imágenes muestran el comportamiento de la imanación en el plano de la muestra paralela a la dirección de aplicación del campo en la misma región nanoestructurada que se analiza con el MFM. Así mismo se observa a la izquierda de la región patronada en zanjas, la lámina de control asociada. El contraste oscuro está asociado a la componente de la imanación en el plano con orientación hacia la izquierda (flecha negra), mientras que el claro se corresponde con la orientación hacia la derecha (flecha roja). La región nanoestructurada muestra un comportamiento de inversión línea a línea, al igual que se observa en las imágenes locales de MFM. Las regiones altas de la estructura de zanjas no muestran un proceso de inversión similar al observado en las zonas expuestas. La diferencia de contraste entre ambas regiones confirma el hecho de que la importancia de la componente en el plano es muy superior en las regiones atacadas comparada con las no atacadas, como muestran los ciclos de histéresis medidos en la región de control atacada (fig.4.38).

El comportamiento del sistema nanoestructurado con menor periodo de zanja ($T_4=0.5\mu m$) muestra diferencias con el asociado a las regiones con tamaños de estructura más grandes (fig.4.50).



Fig.4.50 Selección de imágenes de MFM de la medida del ciclo de histéresis según la dirección de fácil imanación, en la muestra con profundidad de zanja de ~28nm, y periodo de estructura $T_4 = 0.5 \mu m$.

La figura muestra una selección de las imágenes adquiridas mediante el sistema MFM de la región con periodo estructural $T_4=0.5\mu m$ obtenidas según la configuración de

aplicación de campo paralela al sistema de zanjas. De forma global se aprecia la disminución del contraste magnético a medida que se incrementa el campo externo aplicado, mostrando una desaparición de los dominios a bandas en las regiones atacadas a partir de los 3500e. La inversión de la imanación en el plano se observa en la imagen (e) de una forma cualitativamente distinta comparada con las estructuras con periodos de zanja superiores, ya que en vez de llevarse a cabo mediante la inversión de la imagen (mitad superior derecha) incluyendo regiones altas y bajas de la estructura de bandas. En dicha imagen se ha resaltado la pared entre los dos dominios de imanación en el plano (línea punteada negra), remarcando con flechas roja y negra la nueva y vieja orientación respectivamente.

A diferencia del retardo en campo observado en el sistema con periodo $T_2=1.4\mu m$ existente entre la inversión de las regiones altas y bajas de la estructura de zanjas (fig.4.48), el análisis de las amplitudes de oscilación muestra que ambas regiones se invierten a la vez, indicando que la zona de estudio se comporta mas como un sistema continuo que como una estructura patronada (fig.4.51).



Amplitudes de Oscilacion E.A. $T_4=0.5\mu m$

Fig.4.51 Amplitudes de oscilación de las bandas asociadas a las regiones atacadas y no atacadas del cuadro patronado con periodo de zanjas $T_4=0.5\mu$ m, en función del campo externo aplicado según la orientación de E.A.

En la figura no se presenta la leyenda de correspondencia debido al gran número de regiones altas y bajas presentes en las imágenes (fig.4.50). Las series de datos de mayor amplitud está asociada a las regiones altas, mientras que las de menor amplitud pertenecen a las regiones bajas de la estructura de zanjas. El comportamiento global es similar al mostrado en la figura 4.48 con un aumento de la amplitud de oscilación de las bandas desde el estado remanente, hasta alcanzar el entorno del campo coercitivo.

Del mismo modo se observa una caída brusca de la amplitud cuando comienza la inversión de la imanación en el plano (128Oe). La transición de las regiones elevadas situadas por encima de la línea discontinua negra en la imagen (e) de la figura 4.50, sufren dicha disminución para el mismo valor de campo que las regiones bajas situadas en el mismo área, permaneciendo solamente con una amplitud de oscilación de bandas elevada, las zanjas (tanto zonas atacadas como no atacadas) situadas bajo la línea discontinua antes indicada. El proceso de inversión de la región observada, es completado al adquirir la siguiente imagen a un campo 10 Oe superior al anterior.



Fig.4.52 Imágenes microscopia Kerr de región de control y nanoestructura con periodo T₄=0.5μm.

Las imágenes de microscopia Kerr obtenidas en esta región en la configuración de medida con el campo externo paralelo a la dirección de las zanjas, describen el mismo proceso observado por MFM. El campo está orientado según la dirección horizontal de las imágenes, indicando tanto su sentido como intensidad, las flechas negras colocadas en la región superior izquierda de cada imagen. No se observa estructura de zanjas, debido a poseer un tamaño inferior al límite óptico de resolución del microscopio. Al igual que en la figura 4.49, el contraste oscuro está asociado a una orientación de la imanación, y el claro a la contraria.

Durante la inversión de la imanación se observa que los dominios nucleados en los bordes de la estructura se propagan por el interior de la misma siguiendo la dirección de las zanjas (crecimiento horizontal), pero a diferencia de como sucedía en la estructura de periodo de zanja superior, no se producen inversiones aisladas, sino que los dominios magnéticos formados engloban varias zanjas en su interior, haciendo que el proceso de inversión sea más parecido al existente en un sistema continuo.

Comportamiento según orientación H.A.



Fig.4.53 Selección de imágenes de MFM obtenidas de la región nanoestructurada con periodo de zanja T₂=1.4µm con el campo externo perpendicular al E.A.

Las imágenes de MFM adquiridas según la orientación campo-muestra perpendicular a la estructura de zanjas, en la nanoestructura con periodo $T_2=1.4\mu m$, muestra un comportamiento claramente diferenciado entre la evolución de la imanación en las regiones atacadas y no atacadas. Las regiones altas de la estructura de zanjas presentan una estructura de dominios a bandas orientadas paralelas a la dirección del
campo externo aplicado, mientras que las regiones bombardeadas muestran un sistema de bandas, cuya orientación gira a medida que si invierte e incrementa la intensidad del campo [imágenes(b-j)], llegando incluso a conformar un ángulo de 90° con la dirección de los dominios pertenecientes a las regiones altas [imagen (g)]. Este último hecho implica que en este estado, la imanación en el plano se está orientando alternativamente de forma paralela y perpendicular a la dirección de aplicación del campo [29,30,41], independientemente de que el sistema magnético se encuentre acoplado por canje.

Los dominios a bandas asociados a las regiones altas de la estructura de zanjas, presentan un comportamiento llamativo en el entorno de campos correspondientes al máximo desalineamiento entre las estructuras de bandas (zonas altas y bajas), mostrando un incremento en el número de defectos de la red entre las imágenes (f) y (h).

En base a estos dos hechos, parece claro que rige la inversión de la imanación en ambas regiones es diferente, siendo un proceso de rotación continua el responsable en las zonas bajas, y una nucleación y desplazamiento de defectos en la red de bandas el mecanismo asociado a las áreas protegidas [41].

Así mismo, las imágenes asociadas a los campos máximos aplicados [imágenes (a, l)], indican la existencia de un campo de fugas en los bordes de las regiones altas que indican la inversión de la imanación en el plano en dichas regiones, alternando de contraste claro-oscuro [imagen (a)] al opuesto cuando se invierte el sentido del campo [imagen (l)].



Fig.4.54 A la izquierda gráfica de orientaciones relativas al borde de escalón de las redes de bandas magnéticas en las regiones altas y bajas de la estructura de zanjas. A la derecha esquema de la muestra, indicando el ángulo representado en la gráfica, así como la modulación lateral de la imanación M_i y periodo de dominio magnético Λ_i .

Representando la orientación relativa de los dominios a bandas con respecto a los bordes de escalón topográficos, diferenciando entre las zonas altas y bajas de la estructura de zanjas, se observa claramente como la orientación promedio de las zonas gruesas de la estructura permanece prácticamente inalterada, mientras que la

asociada a las regiones atacadas gira de forma continua, tendiendo a orientarse paralela a su vecina a medida que aumenta la intensidad del campo.

Este proceso de rotación de imanación en las zonas delgadas de la lámina magnética puede ser debido a una anisotropía de forma efectiva, inducida por las discontinuidades del flujo magnético en los bordes de la estructura de zanjas, debidas a la modulación lateral de la imanación [42] (M₁ zonas bajas, M₂ zonas altas) (fig.4.54).

En este contexto, podemos escribir la densidad de energía magnética *e* en base al efecto de las regiones altas y al campo magnético externo como una modificación del modelo de Stoner-Wohlfarth [23,24].

$$e = 2\pi N_x (M_1 \sin \theta - M_2)^2 - HM_1 \cos(\theta - \theta_0) \quad (4.6)$$

Donde N_X es el factor desimanador perpendicular a la zanja, M_1 y M_2 son las imanaciones en el plano asociadas a las regiones adelgazadas y protegidas respectivamente, H es el campo y, θ y θ_0 son los ángulos que conforma la imanación y el campo con el borde de la estructura topográfica. M_2 permanece con una orientación constante de $\theta \approx 90^\circ$.

Para calcular la orientación de equilibrio a un cierto campo se busca el mínimo de energía en función del ángulo, derivando la energía respecto a θ e igualando a 0.

$$\frac{\partial e}{\partial \theta} = 4\pi N_x M_1 \frac{\sin\theta\cos\theta}{\sin(\theta - \theta_0)} - 4\pi N_x M_2 \frac{\cos\theta}{\sin(\theta - \theta_0)} + H = 0 \quad (4.7)$$
$$H = -4\pi N_x M_1 \frac{\sin\theta\cos\theta}{\sin(\theta - \theta_0)} + 4\pi N_x M_2 \frac{\cos\theta}{\sin(\theta - \theta_0)} \quad (4.8)$$

La ecuación 4.8 es la misma que la 4.7, tras haber despejado el valor del campo externo *H*. El primer término de esta ecuación corresponde a un proceso de rotación bajo un campo de anisotropía $H_K = 4\pi N_x M_1$, mientras que el segundo introduce el efecto del campo generado por las regiones altas de las zanjas $H_D = 4\pi N_x M_2$ multiplicado por un factor angular próximo a la unidad para el caso que tratamos ($\theta_0 \approx 90^\circ$).

$$H \approx -H_{K} \frac{\sin \theta \cos \theta}{\sin(\theta - \theta_{0})} + H_{D} \Longrightarrow \frac{\sin \theta \cos \theta}{\sin(\theta - \theta_{0})} \approx -\frac{1}{H_{K}} H - \frac{H_{D}}{H_{K}} \quad (4.9)$$

Teniendo en cuenta las consideraciones realizadas, podemos escribir la expresión 4.9, la cual permite estimar los valores tanto de H_K como de H_D en base a los datos experimentales obtenidos (fig.4.55).

Representando $\sin(\theta)\cos(\theta)/\sin(\theta-\theta_0)$ frente al campo H, aparecen dos comportamientos lineales para H < 50 Oe y H > 175Oe. La orientación relativa entre la dirección de aplicación del campo magnético y el borde de estructura (θ_0) se ajusta buscando que las pendientes de ambos rangos sean iguales, ya que el valor de las

mismas está relacionado con el campo efectivo de anisotropía H_{K} (eq. 4.9). Dicha condición se obtiene para un valor de $\theta_{0} \approx 95^{\circ}$.



Ajuste Modelo

Fig.4.55 Gráfica de ajuste para la obtención de los parámetros $H_K y H_D$ mediante la utilización del modelo, a partir de los datos experimentales.

En base a esto se obtienen un valor para el campo de anisotropía efectivo de $H_{K}\approx 2350e$, y unos valores para los campos generados por las discontinuidades del flujo magnético en los bordes de las regiones altas (M_2) de -135 y 700e para los rangos H < 500e y H > 1750e respectivamente. El cambio de signo asociado se puede interpretar como una prueba de la inversión de la imanación de las regiones con imanación M_2 debido al efecto del campo externo. Este hecho está de acuerdo con los ciclos magneto-ópticos medidos, y la explicación de la asimetría de los mismos debido al efecto de una anisotropía unidireccional, la cual estaría asociada al sentido de la imanación M_2 .

La región de campos intermedia (500e < H < 1750e) está asociada a los procesos de inversión de la imanación M₂, los cuales se caracterizan por una transformación en la estructura de dominios magnéticos a bandas (fig.4.53 imágenes [e - j]). El análisis de los periodos de las regiones altas y bajas permite calcular la tensión debida al desajuste de los periodos, obteniéndose su máximo en dicho rango de campo (fig.4.56 (b)). Debido a esta tensión, aparecen estructuras de bandas laberínticas [1,2] con numerosos defectos en la red. Todos estos efectos son consecuencia directa de la rotación de la imanación M₁ en las regiones bajas durante la inversión de la muestra.

El cálculo de la deformación asociada al desajuste de los periodos, ha de tener en cuenta que las bandas de las regiones atacadas están rotando, y por tanto la proyección de su periodo sobre el borde de escalón varía con el campo.

$$\Lambda_1^{\parallel} = \frac{\Lambda_1}{\sin \theta} \quad \rightarrow \quad \delta_{Periodo} = \frac{\Lambda_1^{\parallel} - \Lambda_2}{\Lambda_2} \quad (4.10)$$

 $\Lambda^{||}_1$ representa el valor proyectado sobre la frontera entre las regiones asociadas a M_1 y M_2 , del periodo de banda de las zonas bajas.



Fig.4.56 Gráficas de la evolución de los periodos en las regiones altas y bajas de la estructura de zanjas (a) y de la deformación de desajuste entre ambos periodos (b) en función del campo magnético externo.

La gráfica de evolución de los periodos de dominio a bandas en las regiones altas y bajas (fig.4.56 (a)), muestra un aumento de ambos valores en el entorno del campo coercitivo (H_C≈900e), tras el cual los valores asociados a las regiones altas permanecen prácticamente constantes, mientras que los de las zonas atacadas decrecen en el intervalo de campos H_C < H < 1750e, para tender al valor de los primeros a campos más intensos. El esquema mostrado en la gráfica (b) muestra la razón de la introducción del factor angular de corrección 1/sinθ para el cálculo de Λ^{II}_1 , mostrando el caso particular en que la proyección sobre el borde de escalón del periodo Λ_1 coincide con el periodo Λ_2 . En este caso, el $\delta_{Periodo}$ introducido sería nulo debido a que se daría continuidad a la banda magnética al transitar de una región a otra.

Debido a la gran cantidad de tensión generada por la rotación de la imanación M₁, se generan numerosos defectos en la estructura de dominios a bandas de la región M₂. La distancia promedio entre defectos se puede estimar en base a la expresión L=b/ $|\delta_{Periodo}|$ [20,21], donde b es el vector de Burgers. Para un valor de b= Λ_2 , la distancia entre defectos alcanza su mínimo para un valor de $|\delta_{Periodo}|$ =1, con lo que para relajar la tensión creciente, es necesario generar defectos con vectores de Burgers asociados mayores b= $2\Lambda_2$, $3\Lambda_2$, etc.

Los defectos con vectores de Burgers superiores a la unidad Λ_2 , conforman estructuras en la red de bandas denominadas disclinaciones, las cuales aparecen en detrimento de las dislocaciones [1,3,43].

La figura 4.57 muestra el comportamiento antes descrito, siguiendo la evolución de un conjunto de defectos a medida que se aumenta el campo magnético externo, incrementando el valor de δ_{Periodo} . La imagen (a) muestra una dislocación sencilla con

vector de Burgers b= Λ_2 , este defecto evoluciona a un par de disclinaciones +1/2 (bola roja) y -1/2 (bola azul) para relajar la tensión creciente (imagen b). Cabe destacar que una dislocación con vector de Burgers b= $3\Lambda_2$, es equivalente a una pareja de disclinaciones como la mostrada, en la cual ambos núcleos (+1/2 y -1/2) se encuentran superpuestos [43]. Esto último se muestra en el esquema final de la figura 4.57.



Fig.4.57 Detalle de la evolución de un sistema de defectos en la red de dominios magnéticos a bandas de la región con imanación M₂.



Defectos vs Campo

Fig.4.58 Evolución del número de disclinaciones +1/2 como de las dislocaciones, en función del campo magnético externo.

El número de disclinaciones y de dislocaciones presentes en la estructura de bandas de la región alta de las zanjas en función del campo magnético externo, presente una máximo en el entorno del campo coercitivo de la muestra ($H_C \approx 900e$) (fig.4.58), coincidiendo con el máximo de la deformación por desajuste de los periodos (fig.4.56 (b)), lo cual está de acuerdo con lo anteriormente expuesto. El retardo presente entre los máximos para ambos tipos de defectos se puede explicar en base al decaimiento de las disclinaciones a dislocaciones.

A medida que la rotación de la imanación M_1 va aproximando la orientación de las bandas hacia la dirección del campo, el valor de $\delta_{Periodo}$ comienza a disminuir, haciendo que el número de defectos disminuya (aumenta la distancia promedio entre defectos). Así mismo, las disclinaciones formadas comienzan a contraerse reduciendo el valor del vector de Burgers asociado a las mismas hasta llegar a colapsar de nuevo en dislocaciones sencillas con $|b| = \Lambda_2$ (fig.4.59).



Fig.4.59 Detalle de la reconversión de una pareja de disclinaciones, en una dislocación sencilla.

Los defectos de la figura corresponden a una zona diferente de la anteriormente mostrada, esto es debido a que la región antes expuesta transita directamente a un sistema de bandas sin defectos.

Estas singularidades +1/2 en la red de dominios magnéticos a bandas, están directamente relacionadas con la imanación en el plano de la muestra, debido al hecho de que las paredes de dominio entre las regiones claras y oscuras de la red bandas son de tipo Bloch [29,30]. En este contexto las disclinaciones +1/2 (bola roja), se pueden interpretar como paredes de dominio de 180° en la región con imanación M₂, con una estructura de cierre en torno a la singularidad (medio vórtice) (fig.4.60).



Fig.4.60 Esquema de la estructura de dominios de cierre conformados en base a las disclinaciones presentes en la red de bandas.

La imagen de MFM mostrada en la figura 4.60 se corresponde con un valor de campo externo del oren de los 1000e. Sobre ella se han resaltado las singularidades +1/2 con bolas rojas, así como las líneas de separación de las diferentes orientaciones de la estructura de bandas. Representando cada una de estas orientaciones, se obtiene la imagen derecha de la figura, donde se observa claramente una estructura de dominios de cierre.

Esta analogía entre la existencia de singularidades +1/2 y la configuración de los dominios magnéticos, ya ha sido utilizada para explicar la presencia de pares de defectos topológicos en los bordes de nanohilos magnéticos con imanación en el plano [44].

La estructura de bandas laberíntica mostrada en la región con imanación M₂, asociada a la aparición de pares de disclinaciones durante el proceso de inversión de la muestra, es equivalente a la nucleación de estructuras de dominios en el plano como las mostradas en la figura 4.60. La aparición de los dominios de cierre favorece la disminución de la densidad de polos magnéticos en los bordes de la zanja, debido a que las componentes en el plano de M₁ y M₂ se colocan paralelamente, mientras que las nuevas áreas nucleadas con la orientación de M₂ paralela al sentido del campo, son las responsables de la inversión de la imanación en esta región. Por tanto, podemos concluir que los procesos de inversión de la imanación en estas nanoestructuras, según la orientación del campo externo perpendicular a las zanjas, consta de dos mecanismos fundamentales: una rotación de la imanación M₁ debida a la anisotropía de forma de las zanjas y un proceso incoherente en la imanación M₂ basado en la nucleación de paredes de dominio de 180°, las cuales están asociadas a la aparición de disclinaciones +1/2 en la red de bandas magnéticas producidas por la tensión de desajuste entre los periodos de los dominios a bandas en ambas regiones.

En el caso de la estructura de zanjas con menor periodo ($T_4=0.5\mu$ m), el comportamiento es completamente diferente, y al igual que ocurría anteriormente, la observación directa de las imágenes parece indicar que el proceso de inversión de la imanación se encuentra completamente condicionado por el hecho de que el tamaño de los defectos de la red de dominios a bandas es del orden del semiperiodo de la nanoestructura litografiada ($T_4/2\approx 250$ nm).

Las imágenes de MFM con el campo aplicado según la dirección perpendicular a la estructura de zanjas (fig.4.61), muestran un proceso de rotación de la imanación tanto en las regiones altas como bajas de la nanoestructura. Al igual que ocurría en la figura 4.53, para los campos más intensos aplicados en el plano de la muestra, aparece un contraste claro-oscuro sobre los bordes de las regiones de mayor grosor, el cual se torna oscuro-claro al invertir el sentido del campo, indicando que la imanación de la región se ha invertido (imágenes [a, I]). Las configuración de la red de bandas a bajo campo (H<500e) presentan una estructura muy similar a la mostrada en las nanoestructuras con mayor periodo, mostrando una estructura escalonada en la que las regiones con imanación M₂ permanecen alineadas con la dirección del campo, mientras que las zonas atacadas poseen un sistema de bandas cuya orientación es oblicua con el borde de escalón. Una vez superados los 500e de campo externo, comienzan a formarse regiones en las zonas altas de las zanjas, en las que la orientación de las bandas comienza a rotar aproximándose a la de sus vecinas .



Fig.4.61 Selección de imágenes de MFM obtenidas de la región nanoestructurada con periodo de zanja T₄=0.5µm con el campo externo perpendicular al E.A.

El proceso de rotación continua sin un retardo aparente entre la orientación de las regiones altas con respecto a las bajas (imágenes [d - i]), hasta completarse el proceso como se observa en la imagen (j). Los dominios a bandas en las regiones delgadas dejan de apreciarse a partir de los ~400Oe.

Analizando la curva de orientaciones promedio, diferenciando entre ambas regiones (altas y bajas), se observa claramente todo lo comentado anteriormente (fig.4.62).



Fig.4.62 Gráfica de la evolución con el campo externo de la orientación de la estructura de dominios a bandas, diferenciando entre las regiones altas (cuadrados negros) y las bajas (círculos rojos).

La figura muestra la evolución de las orientaciones relativas de la estructura de bandas con respecto al borde de escalón (θ) en función del campo, diferenciando entre regiones atacadas y no atacadas. Como se deducía de las imágenes de MFM (fig.4.61), para campos menores de 500e, existe un desalineamiento entre las orientaciones de ambas regiones, permaneciendo orientada según la dirección del campo la zona alta de la nanoestructura. Una vez rebasado este punto, las bandas de ambas regiones comienzan a rotar presentando un pequeño retraso las regiones no atacadas frente a las atacadas. Cabe destacar la atenuación del efecto de rotación al acercarse θ a la orientación propia de las zanjas ($\theta = 0^\circ$), indicando que la red de bandas siente el efecto de la anisotropía de forma según esa dirección.

Al superar el campo coercitivo, se produce un salto brusco en la orientación promedio de ambas regiones, siendo este debido al hecho de haber sacado el sistema de una configuración estable (Imanación en el plano paralela Anisotropía de Forma y E.A.). El proceso de rotación continua hasta que la estructura de bandas queda de nuevo alineada con el campo magnético externo según el nuevo sentido del mismo.

Los procesos de inversión de la imanación según la orientación del campo externo perpendicular a la estructura topográfica de la región nanoestructurada con menor periodo de zanja (T₄=0.5µm), se encuentra completamente condicionado por esta. A diferencia de lo que sucede para periodos estructurales superiores (T_i=[2 - 1µm]), el mecanismo de rotación de la imanación controla la evolución de la imanación, siendo esto debido a la incapacidad del sistema de bandas para generar defectos que permitan diferenciar los comportamientos de las regiones gruesas y delgadas de la lámina. Esta incapacidad es debida al hecho de que el propio tamaño del defecto es del

orden del tamaño de la estructura, provocando que el comportamiento magnético de la lámina se asemeje mas al de una región continua, que al de un sistema nanoestructurado. <u>Capítulo 5</u>

<u>Sistema de Microscopia de Barrido</u> <u>Óptica de Campo Cercano con</u> <u>capacidades Magneto-Ópticas (MO-</u> <u>SNOM)</u> Desde el descubrimiento de que un trozo de vidrio con una cierta curvatura permite aumentar el tamaño aparente de un objeto, posibilitando la observación de detalles de la estructura del mismo inapreciables a simple vista, la curiosidad del ser humano ha motivado el desarrollo de dispositivos y técnicas que nos permiten explorar el mundo microscópico mediante el empleo de la luz. Sin embargo todo sistema óptico convencional lleva asociada una limitación en la capacidad de resolver objetos de menor tamaño debida a la difracción. Este límite también es conocido como el criterio de Rayleigh [1], el cual expone que la resolución máxima que se puede obtener con, por ejemplo un microscopio óptico, es proporcional a la longitud de onda λ empleada para realizar la observación, e inversamente proporcional al producto de la apertura numérica del objetivo empleado (NA) y el índice de refracción del medio por el que se propaga la luz (n) (eq.5.1).

$$\Delta x = \frac{0.62\lambda}{nNA} \quad (5.1)$$

Para los objetivos de inmersión en agua o aceite, dicho límite de resolución es aproximadamente del orden de la mitad de la longitud de onda de la radiación utilizada, situándolo en el rango del espectro visible en torno a los 200nm.

Este límite parecía insuperable hasta que en 1928, Edward Hutchinson Synge, propone por sugerencia de un amigo, el empleo de una nanopartícula de oro, sobre la que se focaliza la luz proveniente de la fuente mediante un condensador de tipo cardioide, como sonda para analizar una muestra, barriendo la superficie de la misma a una distancia muy inferior a la longitud de onda de la radiación empleada [2] (fig.5.1).



Fig.5.1 Esquema de la idea original de Synge para la construcción de un microscopio capaz de superar el límite de resolución impuesto por el criterio de Rayleigh.

El empleo de una nanopartícula metálica como sonda posee dos grandes ventajas. En primer lugar permite la excitación de modos electromagnéticos resonantes, para ciertas longitudes de onda de la luz, los cuales generar un aumento del campo eléctrico justo en el exterior de la nanopartícula; y en segundo lugar, al tratarse de una sonda de tamaño nanométrico (r<< λ), este efecto se encuentra altamente localizado en el espacio, permitiendo mediante el barrido de la superficie de la muestra, obtener

información local de la misma con resolución lateral del orden del tamaño de la nanopartícula. En este punto la separación entre la sonda (nanopartícula) y la muestra es crítica y ha de ser suficientemente pequeña como para que la región en la que el campo eléctrico es potenciado se solape con la propia muestra (d<< λ).

La información de la interacción local de la sonda y la muestra puede ser recogida por el objetivo de un microscopio, y representando dicha intensidad en función de la posición del barrido, es posible reconstruir la imagen de la superficie.

El propio Synge menciona que la mayor dificultad del sistema experimental propuesto es el control de los movimientos requeridos, tanto para mantener la separación sondamuestra en el rango deseado, así como para realizar el barrido de la superficie con la precisión requerida, pero la clave de la idea de Synge es el empleo de las componentes de los campos electromagnéticos no radiativos o evanescentes, los cuales están confinados en las proximidades tanto de la sonda como de la muestra, para la obtención de resoluciones laterales inferiores a la longitud de onda de luz ($\lambda/20$), cambiando el paradigma de la microscopía. Dichos campos evanescentes no son detectables en campo lejano de forma natural, y por tanto la información asociada a ellos no se utiliza mediante el empleo de técnicas de microscopía óptica convencional; sin embargo, debido a la proximidad entre sonda y muestra, la interacción entre la ambas permite que estos términos no radiativos sean difractados, transformando los campos evanescentes en radiativos, y por tanto, permitiendo que la información asociada a los mismos alcance el detector [3,4] (fig.5.2).



Fig.5.2 Esquema para ilustrar las diferencias entre la microscopía óptica convencional y la de campo cercano.

En la figura 5.2 se muestran dos esquemas comparando la microscopia óptica convencional y la basada en el campo cercano. En el esquema asociado a la microscopía clásica se muestran el frente de la radiación incidente (líneas azules) impactando contra la muestra, representada por una esfera azul con la letra M en su interior. En el entorno de la misma se generan ondas evanescentes, las cuales debido a su carácter no radiativo, permanecen confinadas en el entorno próximo de la muestra. Las líneas rojas representan el frente de onda fruto de la interacción de haz incidente con la muestra, portando información limitada por el criterio de Rayleigh.

El esquema asociado a la microscopia de campo cercano, es similar al anterior con la salvedad de que se introduce una sonda, representada por una esfera con la letra S en su interior, la cual se encuentra a una distancia d<< λ de la muestra, lo cual hace que los campos evanescentes de ambos objetos (sonda y muestra), interaccionen de forma que parte de la información local asociada a los mismos puede salir de la región de campo cercano adquiriendo carácter radiativo (líneas verdes), permitiendo obtener la ultra-resolución.

Una forma de evitar el problema técnico asociado al rango de desplazamientos nanométricos, es el empleo de una radiación de longitud de onda superior a la visible, ya que la extensión espacial de la región de campo próximo será mayor. De esta forma en 1972 Ash y Nicholls consiguen probar la violabilidad experimental del criterio de Rayleigh mediante el empleo de microondas [5], pero no fue hasta la invención del microscopio de efecto túnel (STM) [6,7] y el desarrollo de nuevas técnicas de microscopía basadas en el empleo de dispositivos piezoeléctricos, cuando la microscopía de barrido óptica de campo cercano (SNOM) ve la luz. La invención de los primeros sistemas experimentales fue llevada a cabo por dos grupos simultáneamente en el año 1984 [8,9], los cuales consiguen superar el límite clásico de resolución óptica en un orden de magnitud gracias al empleo de las ondas evanescentes tal y como propuso Synge 50 años atrás.

Para clasificar brevemente los diferentes tipos de sistemas SNOM es usual dividirlos en dos clases: SNOM con apertura (fig.5.3(b)) y SNOM sin apertura (fig.5.3(a)).

En la figura 5.3 presentamos los esquemas de funcionamiento tanto de los sistemas SNOM sin apertura (a) como de los que si poseen esta (b), diferenciando en estos últimos en distintas configuraciones de iluminación-detección posibles.

El principio de detección en todas ellas es fundamentalmente idéntico al planteado por Synge y expuesto en la figura 5.2, en el que la interacción entre la sonda y la muestra en el rango donde están presentes los campos evanescentes (d<< λ) permite conseguir la ultra-resolución óptica. Así mismo, ambos tipos de sistemas constan de una punta muy afilada (~10⁰-10²nm) la cual actúa como sonda, sin embargo, en el caso del sistema sin apertura, se opera mediante iluminación externa del conjunto puntamuestra, colectando la luz mediante detectores en campo lejano [10], mientras que los sistemas con apertura poseen puntas, las cuales suelen ser fibras ópticas afiladas y recubiertas por una fina capa metálica (~60nm) para evitar pérdidas de luz, salvo en su extremo más fino donde se define la apertura [11,12]. La configuración de este tipo de puntas permite trabajar en el modo de iluminación y colección en campo cercano (b1) [13], iluminación desde campo lejano y colección en campo cercano (b2) [14] e iluminación en campo cercano y colección en campo lejano (b3) [15], siendo válidas todas ellas para trabajar tanto en reflexión como en transmisión.



Fig.5.3 Esquema conjuntos Sonda-Muestra y configuraciones de iluminación para los distintos modos de SNOM con apertura (b) y sin apertura (a).

Las aplicaciones de la técnica SNOM en los diversos campos científicos son muy variadas, abarcando desde la biología y ciencias de la salud [16,17] hasta la ciencia de materiales [18], pasando por la nanofotónica [19,20] y la magneto-óptica en campo cercano [21].

En nuestro caso, se dispone de un equipo SNOM, el cual trabaja en reflexión, empleando la punta como sistema de iluminación local, colectando la luz en campo lejano mediante la utilización de un objetivo. Además esta configuración permite la implementación de un sistema de detección magneto-óptica de ultra-alta resolución mediante la combinación de la resolución típica de un SNOM con el efecto Kerr transversal [21], convirtiendo el SNOM magneto-óptico (MO-SNOM) en una herramienta excelente para la caracterización magnética de sistemas micro y nanoestructurados [21,22,23].

La resolución lateral del MO-SNOM como técnica de caracterización magnética lo equipara con otras como la microscopia de fuerza magnética (MFM) (Apartado 2.4.1) o la microscopia electrónica de barrido con análisis de polarización de spin (SEMPA) [24], pero la naturaleza de la caracterización magneto-óptica introducida por el MO-SNOM presenta grandes ventajas. Con respecto al SEMPA, no es necesario que las muestras sean conductoras, así como tampoco se requiere de un entorno de vacío para llevar a cabo las medidas, y con respecto al MFM, la caracterización magneto-óptica no genera perturbaciones en la configuración magnética de la muestra, mientras que la punta recubierta de material magnético si puede alterar la estructura magnética local [25].

En este capítulo se mostrará como se ha rediseñado, mejorado y reconstruido el sistema MO-SNOM original descrito en el trabajo de J. Schoenmaker et al. [21].

5.1 Equipo MO-SNOM

Como se mencionó anteriormente, una pieza fundamental para el desarrollo de la microscopía óptica de campo cercano fue la invención del STM, debido a la introducción de elementos piezoeléctricos para el control fino de los movimientos asociados al barrido de la muestra (rango nanométrico). Sin embargo, además de precisión en el barrido, también es fundamental controlar la distancia existente entre la punta (sonda) y la muestra para asegurar que se cumple la premisa que permite la obtención de la ultra-resolución óptica (d<< λ). Para controlar dicha separación es necesaria la introducción de un sistema de control automático en base a una interacción que sea sensible a los cambios en esta distancia, de forma que si se mantiene constante dicha interacción, la separación Punta - Muestra no varía.

Muchos autores han propuesto asociar otros microscopios de sonda como el AFM o el STM a un sistema SNOM, de tal forma que la regulación sea llevada a cabo por el primer sistema, pudiendo emplear el SNOM libremente para la obtención de imágenes [15,26,27]. Sin embargo puede emplearse la propia punta del sistema SNOM como sonda a la interacción de regulación, conservando también su función principal desde el punto de vista óptico. En nuestro equipo se emplea el sistema descrito por Karrai y Grober [28] para conseguir reunir ambas sondas en una, controlando la separación Punta - Muestra mediante el empleo de un sistema de detección heterodina (fig.5.4).



Fig.5.4 Esquema funcionamiento del sistema de regulación para controlar la distancia Punta - Muestra obteniendo la topografía.

El principio de regulación empleado es similar al ya descrito modo dinámico del AFM (Apartado 2.4.1). En el caso del SNOM se emplea un actuador piezoeléctrico para llevar al estado de resonancia mecánica el diapasón piezoeléctrico sobre el cual se encuentra pegada la punta de fibra óptica. Esta excitación es introducida mediante un generador de funciones cuya señal de referencia se introduce en un amplificador Lock-In como señal de sincronización. Las oscilaciones provocadas en el diapasón por el actuador piezoeléctrico, generan una señal oscilante de la misma frecuencia que la excitación, con lo que introduciendo dicha señal en el Lock-In se está midiendo una señal proporcional a la amplitud de oscilación del diapasón y por tanto de la punta. Situando el sistema Diapasón + Punta en el estado de resonancia mecánica se obtiene no solo la máxima amplitud de oscilación, sino un estado especialmente sensible a cambios en el sistema mecánico total. De esta forma, cuando comienza a aparecer la interacción con la superficie de la muestra, la amplitud medida cambia drásticamente. Estableciendo una amplitud de regulación en el entorno del 95% de la amplitud libre del sistema Diapasón + Punta, es posible mantener constante la separación entre la punta y la muestra con un valor del orden de ~10nm [28], permitiendo obtener imágenes de topografía de la superficie, y situando la punta en el rango de campo cercano. Al mismo tiempo que se realiza el barrido obteniendo la topografía de la muestra, la

señal óptica introducida a través de la punta es colectada en campo lejano mediante un objetivo para la reconstrucción de la imagen de campo cercano (fig.5.5).



Fig.5.5 Esquema funcionamiento sistema óptico y magneto-óptico del SNOM.

Así mismo, tal y como se muestra en la figura 5.5 el sistema experimental está adaptado para la medida del comportamiento magnético de muestras con propiedades magneto-ópticas mediante el empleo del efecto Kerr transversal (Apartado 2.4.2).

La luz inyectada en la fibra es generada por un láser de diodo. Para la obtención de contraste magneto-óptico en la configuración de efecto Kerr transversal, es necesario que la luz incidente sobre la muestra esté polarizada con la componente de le campo eléctrico contenida en el plano de incidencia de la luz, quedando dicho plano óptico definido por la punta de la fibra óptica y el objetivo colector de luz (Plano ZX). La maximización de la polarización P a la salida de la punta, se consigue mediante el acople al sistema de inyección de un polarizador y una pareja de láminas retardadoras $\lambda/2$ y $\lambda/4$, mediante los cuales es posible controlar el estado de polarización de la luz a la salida de la punta. El segundo elemento fundamental para la obtención de la señal magneto-óptica es la introducción de un segundo polarizador en el objetivo, de forma que es posible analizar la componente P de la radiación saliente mediante un fotodiodo. De esta forma se es sensible a las variaciones en la imanación según la dirección perpendicular al plano de incidencia (dirección sensible Y) [21,29].

Añadiendo un electroimán al sistema con el campo aplicado paralelo al eje Y, es posible obtener ciclos de histéresis locales, que reflejan los procesos de inversión de la imanación en regiones tan pequeñas como del orden de los 100nm, llegando para algunos materiales a ser comparable con el tamaño de las paredes de dominios magnéticos existentes en ellos [22,23].

Cabe destacar que el proceso de medida de la intensidad de luz colectada se realiza de forma heterodina, mediante la modulación de la intensidad del haz láser mediante un generador de funciones, de forma que la fuente de luz se enciende y apaga con una frecuencia controlable. La salida de referencia del generador de funciones es conectada a la referencia externa de un amplificador Lock-In de forma que solamente señales a la misma frecuencia que la excitada serán recogidas. De esta forma conectando la salida del fotodiodo a la entrada de este Lock-In se obtiene la señal debida a la luz proveniente del láser.

5.1.1 Instrumentación y Medida

Una vez descritos los conceptos generales de la técnica, expondremos a continuación los sistemas experimentales concretos que integran el microscopio MO-SNOM, diferenciando entre los equipos empleados para llevar a cabo la regulación, obteniendo así la señal topográfica, y los destinados a la obtención de la señal óptica y magneto-óptica.

<u>Topografía</u>

Los elementos más importantes para la obtención de una buena topografía son sin lugar a dudas el conjunto formado por la punta y el diapasón piezoeléctrico. En el caso del SNOM, las puntas poseen una doble finalidad, ya que actúan tanto como sondas sensibles a la interacción de regulación (topografía), además de ser los elementos clave en la obtención de la ultra-resolución óptica.

La fabricación de las puntas se lleva a cabo a partir de fibra óptica monomodo con diámetros total y de núcleo de 125 y 4µm respectivamente, producidas por la empresa *SEDI-ATI Fibres Optiques*, mediante el fundido parcial y posterior extrusión de las

mismas [12]. Este último paso se realiza gracias a una máquina para la fabricación de micro-pipetas, modelo P-2000 de la empresa *Sutter Instrument*, la cual posee un láser de CO₂ de 25W.

Por otro lado, los diapasones piezoeléctricos empleados son cristales de cuarzo con una frecuencia natural de resonancia de 32768Hz, cuya adquisición es posible en cualquier tienda de electrónica o por internet. Es importante destacar que el tamaño del cristal ha de ser suficientemente grande como para que la masa de la punta y la resina fotopolimeizable empleada como adhesivo, sean pequeñas comparadas con la del propio cristal, ya que de esta manera la oscilación mecánica del conjunto Diapasón + Punta serán más próximas a las del cristal original.

La excitación destinada a llevar el cristal de cuarzo y la punta adherida a él al estado de resonancia mecánica, es introducida en la cabeza del microscopio mediante un actuador piezoeléctrico alimentado por el generador de funciones interno de un amplificador Lock-In modelo 7265 de la empresa *Signal Recovery*. Así mismo, la señal inducida en el diapasón es analizada por el mismo dispositivo eliminando la necesidad de emplear un generador de funciones externo. Dicho Lock-In está dedicado exclusivamente a la detección de la amplitud de oscilación de la punta del microscopio, siendo su salida la empleada para llevar a cabo la regulación de la distancia Punta - Muestra del sistema de microscopía.

La salida del Lock-In Topografía es introducida en el sistema de regulación Proporcional Integral (PI) integrado en una electrónica de control de microscopía de sonda de la empresa *Nanotec*[™], la cual se encarga de mantener constante la separación Punta -Muestra durante la medida. Así mismo, esta electrónica gestiona los procesos de barrido, la aplicación del campo magnético y la adquisición de señales durante el barrido, componiendo las imágenes topográficas, ópticas y magneto-ópticas.

Muy importantes son, para obtener una regulación estable, los parámetros de medida del Lock-In de Topografía, y fundamentalmente lo es el valor de la constante de tiempo del mismo. Este parámetro básicamente ilustra el tiempo que el dispositivo de medida integra la señal entrante antes de devolver una medida, de forma que cuanto mayor es el parámetro más mejora la relación señal ruido debido al efecto del promediado temporal, pero también más lenta se vuelve la respuesta del Lock-In a los cambios existentes en la señal. Debido a la naturaleza de la regulación, no es recomendable emplear constantes de tiempo superiores a los centenares de µs, ya que el retardo introducido por el sistema de detección puede provocar que la punta se estrelle contra la muestra o que el sistema se comporte de forma inestable imposibilitando la medida.

En el sistema SNOM que se describe, la punta permanece estática de forma que los movimientos de barrido y posicionamiento se realizan directamente actuando sobre la muestra. Para este fin, el sistema posee dos conjuntos diferenciados de sistemas activos: los actuadores de posicionamiento y el piezo-tubo de barrido (fig.5.6).

El sistema de aproximación Z es un actuador *Burleigh*^M *Inchworm*[®] con un rango de desplazamiento de ~20mm y precisión del orden de 10⁰nm, mientras que los actuadores XY son dos ANPx51/NUM acoplados de la empresa *attocube*, con rangos de desplazamiento de 3mm y precisión sub-nanométrica. Sobre estos se encuentra montado el piezo-tubo de la empresa *PI* para el barrido fino, el cual posee un rango de desplazamiento XY del orden de las 50x50 μ m² y en Z de aproximadamente 5 μ m.



Fig.5.6 Esquema de la torre piezoeléctrica del sistema SNOM, diferenciando entre el grupo de actuadores pulsados de posicionamiento, y el piezo-tubo de barrido.

La diferencia fundamental entre los sistemas de posicionamiento XY y Z y el piezo-tubo de barrido es el hecho de que los primeros funcionan de forma pulsada y el segundo de forma continua, permitiendo que este último sea el único capaz de realizar los barridos para la reconstrucción de la topografía y las imágenes ópticas de la muestra, mientras que los primeros solamente pueden ser empleados para el posicionamiento inicial y aproximación, permaneciendo estáticos durante el funcionamiento del piezo-tubo. Cabe destacar que ambos posicionadores pulsados son accionados de forma externa al programa WSxM de la empresa *Nanotec*™ [30] que controla la electrónica de adquisición y la actuación del Piezo-tubo de barrido.

Óptica y Magneto-Óptica

La detección de las señales óptica y magneto-óptica también se realiza de forma heterodina. Para ello se dispone de un láser de diodo con una longitud de onda de 690nm y una potencia de salida máxima de 22mW, el cual es electrónicamente modulado mediante una señal TTL, coincidiendo los estados 1 y 0 de la señal externa con los estados encendido y apagado del láser respectivamente.

La luz modulada a una frecuencia ~1kHz, es introducida en la fibra óptica que conforma la punta del microscopio mediante un sistema de inyección compuesto por un objetivo de microscopio con una apertura numérica de 0.25 y un diámetro de lente de 10mm, y un sistema de posicionadores micrométricos XYZ, los cuales permiten colocar el extremo adecuadamente cortado de la fibra óptica, en el foco del sistema óptico descrito.

El tamaño de foco obtenido con el objetivo de microscopio empleado puede calcularse mediante la expresión 5.2.

$$\omega = \frac{\lambda 4 f}{\pi D} \quad (5.2)$$

Donde ω es el tamaño del foco, λ es la longitud de onda de la radiación empleada, f es la distancia focal y D es el diámetro del objetivo. Ha de tenerse en cuenta que el cociente entre la distancia focal y el diámetro de la lente define la apertura numérica del sistema.

La detección óptica se realiza en campo lejano mediante un objetivo acoplado a un fotodiodo de silicio amplificado modelo PDA100A de la empresa *Thorlabs*. La señal generada por este fotodetector es introducida en un amplificador Lock-In SR830 de la empresa *Stanford Research Systems*. Al igual que sucedía con el Lock-In de Topografía, este también posee un generador de funciones integrado, el cual envía la señal TTL de modulación al láser, de forma que solamente la señal modulada a la frecuencia de trabajo del Lock-In es analizada. La salida del Lock-In Óptico es introducida en la electrónica de control del microscopio, permitiendo la reconstrucción de imágenes ópticas durante el proceso de barrido de la muestra.

El análisis magneto-óptico requiere de la introducción de un sistema de control y análisis de la polarización de la luz. El diseño original del microscopio está adaptado al empleo del efecto Kerr transversal para la obtención del contraste magnético, con lo que se requiere de luz planopolarizada P a la salida de la punta del SNOM y un dispositivo que nos permita analizar solamente la misma componente en el fotodetector.

Como ya se mencionó en la descripción general, la polarización de la luz a la salida de la punta se controla mediante la introducción en el banco óptico de inyección, de un polarizador y dos láminas retardadoras $\lambda/2$ y $\lambda/4$ (fig.5.5). El objetivo del polarizador, es definir un estado de polarización inicial en la luz proveniente del láser, el cual aun poseyendo una polarización preferente, no emite de forma planopolarizada. Las láminas retardadoras nos alteran la elipticidad de la radiación tras el polarizador, de forma que son empleadas para compensar los efectos despolarizantes introducidos por la fibra óptica para maximizar la señal P a la salida de la misma.

Para analizar estas variaciones, se introduce un polarizador entre el fotodiodo y el objetivo, el cual solamente permite pasar la luz cuya polarización es paralela al plano de incidencia definido por la fibra y el eje óptico del colector (polarización P).

El efecto Kerr transversal permite ser sensible a los cambios en la componente de la imanación perpendicular al plano de incidencia de la luz, de forma que para poder medir ciclos de histéresis es necesario añadir un electroimán cuyo campo sea aplicado en el plano de la muestra y perpendicular al plano de incidencia de la luz. De esta forma, el sistema SNOM original posee un electroimán cuyo campo máximo es del orden de los 4000e, el cual es controlado mediante la electrónica de control y el software WSxM.

Existen dos modos de adquisición de información magneto-óptica: la medida de ciclos de histéresis locales, y la adquisición de imágenes de susceptibilidad magnética longitudinal [21,22,23].

La adquisición de los primeros se basa en colocar la punta del microscopio sobre la región local a analizar deteniendo el proceso de barrido de la superficie, de forma que la punta permanece estática en regulación sobre dicha región. Una vez hecho esto, se comienzan a enviar rampas de corriente al electroimán para modificar el campo magnético externo. Representando las variaciones de la señal óptica adquirida en función del campo magnético se obtiene el ciclo de histéresis, el cual representa los procesos de inversión de la imanación en la región iluminada. Para mejorar la relación señal - ruido del ciclo resultante se repite varias veces la medida para su posterior promediado.

En el caso de las medidas de susceptibilidad magnética longitudinal, se procede de forma completamente diferente, ya que lo que se realiza es introducir una señal alterna de baja frecuencia (~150Hz) montada sobre una fondo continuo como señal de control del electroimán, de forma que el campo magnético varía a dicha frecuencia sobre un valor prefijado por la intensidad del fondo. Esta señal es producida por un generador de funciones modelo 33220A de la empresa Agilent, cuya salida de referencia es introducida como señal de referencia del Lock-In Óptico, pasando a operar el láser en modo de emisión continua. De esta forma, el sistema de detección heterodina será ahora sensible a las variaciones en la señal óptica que oscilen a la frecuencia de excitación del campo magnético, las cuales estarán principalmente asociadas a la oscilación de las paredes de dominios magnéticos presentes en las nanoestructuras, las cuales por acción del campo tenderán a moverse en una y otra dirección alternamente. Realizando este análisis mientras se barre la superficie de la nanoestructura magnética, se obtiene un mapa de la posición de las paredes de dominio de la muestra, observando así mismo en que regiones de la misma estas se encuentran más o menos libres pudiendo extraer información de efectos de anclaje local [22,23].



Fig.5.7 Fotografía del sistema experimental MO-SNOM descrito. (a) Cabeza del microscopio, (b) Objetivo colector de luz, (c) Electroimán, (d) Diapasón piezoeléctrico.

La figura 5.7 muestra una fotografía de la configuración original del sistema MO-SNOM descrito, centrada en la zona de la cabeza del microscopio (a), sobre la cual se observa la fibra óptica, apreciándose al final de la misma el diapasón piezoeléctrico destinado a realizar la regulación (d). Así mismo, también se aprecia el objetivo del sistema de detección de luz (b) y el electroimán para la aplicación de campo magnético (c).

La presencia de campos magnéticos mientras el sistema se encuentra en regulación (distancia punta-muestra ~10nm), condiciona a que todos los elementos del equipo sean lo más inerte posibles a la acción de dicho campo, ya que de lo contrario podrían introducir perturbaciones en las medidas. De todas formas, en la configuración original del equipo, la proximidad entre el bobinado del electroimán y el piezo-tubo de barrido, propicia que el uso durante un tiempo elevado del sistema de campo con una amplitud de campo magnético del orden de los 300Oe o superior introduzca derivas térmicas en el dispositivo de barrido, llegando a dificultar la adquisición de ciclos de histéresis locales, e introduciendo deformaciones en las imágenes topográficas y ópticas obtenidas.

5.2 Mejoras y Rediseñado del sistema experimental

Durante la estancia realizada en el Laboratorio de Materiales Magnéticos de la Universidad de São Paulo, y bajo la orientación del profesor Antonio Domingues dos Santos, se tuvo acceso a un sistema MO-SNOM el cual motivó el rediseño del sistema inicial descrito.



Fig.5.8 Visión global del equipo MO-SNOM original, y dos imágenes remarcando las partes del sistema inicial que serán modificadas para la mejora de las prestaciones del equipo.

En la imagen de la figura 5.8 se observa de fondo una vista del sistema experimental MO-SNOM en su configuración original, además de dos detalles donde se remarcan las partes a modificar. En el detalle (a) se aprecia rodeado en rojo el soporte del objetivo colector de luz. Este se ha modificado para obtener un rango de ángulos de colección con la normal a la muestra superior al original (~60 ± 10° \rightarrow ~50 ± 30°), así como un control fino sobre la orientación del objetivo, permitiendo optimizar la colección de luz. También se observan en (a) recuadrados en naranja y verde diferentes detalles del sistema de sujeción de la cabeza al bloque del microscopio. El conjunto completo de la sujeción de la cabeza se ha reemplazado para, en primer lugar para permitir el mayor recorrido angular del objetivo, así como facilitar el proceso de cambio de muestra y el control grueso de separación entre la cabeza y el porta sustratos.

Por último, en la imagen de detalle (b) se ha remarcado en violeta el electroimán para la aplicación de campo magnético, el cual se ha reemplazado por otro con unas prestaciones de campo superiores ($H_{max} \approx 4000e \rightarrow H_{max} \approx 6500e$) desplazando el bobinado lejos del piezo-tubo de barrido, evitándose así los problemas asociados a las derivas térmicas por calentamiento.

Cabe destacar, que como ya se ha mencionado anteriormente, la introducción de materiales ferromagnéticos para la fabricación de todas las piezas involucradas en el proceso ha sido evitada, salvo claro está en la implementación del electroimán diseñado.

Colector

Se ha diseñado un nuevo arco de aluminio con una doble acanaladura, la cual actúa de guía del soporte del colector, de forma que el centro de rotación se sitúa sobre la punta del microscopio, permitiendo que este se encuentre siempre orientado hacia ella independientemente del ángulo de incidencia seleccionado (fig.5.9).



Fig.5.9 Diseño en CAD del nuevo arco y sistema de soporte del colector de luz para el MO-SNOM.

Como se puede apreciar en el diseño mostrado en la figura 5.9, el colector va montado en un soporte activo formado por un actuador lineal micrométrico, el cual permite modificar la distancia entre el objetivo y la punta. El soporte también lleva incorporado un rotador con control fino para ajustar la orientación angular del objetivo, de forma que se consiga la máxima intensidad de luz. Ambos actuadores pertenecen a la empresa *OWIS*, siendo el modelo MVT 40B-Z-UM el lineal y el WV40 el angular respectivamente.

Porta-Cabeza

El soporte para la cabeza del microscopio se ha rediseñad por completo, tomando como punto de partida el empleado en el MO-SNOM del profesor A.D. Santos en la universidad de São Paulo.



Fig.5.10 Diseño en CAD del nuevo soporte para la cabeza del microscopio MO-SNOM.

La figura 5.10 muestra el diseño realizado para el soporte de la nueva cabeza del MO-SNOM, donde se aprecia la forma de herradura de la misma para el acceso del objetivo. El sistema de fijación en el sistema original estaba basado en dos tuercas de mariposa con muelles para regular la presión del anclaje (fig.5.8(a)), el cual ha sido reformado, basándose actualmente en el peso de la herradura, fabricada en latón, a diferencia de la original, la cual era de aluminio. Se han introduciendo además tres tornillos de paso fino micrométricos (paso 0.15mm) de la empresa *Fine Adjustment* fabricados en materiales no magnéticos para la regulación gruesa de la separación Punta - Muestra, los cuales se apoyan en tres soportes ajustables fabricados cada uno de ellos con tres rodamientos de 6mm de diámetro de material plástico para definir un punto de apoyo estable. Para una fijación adicional se han introducido dos tensores basados en muelles elásticos, los cuales anclan el porta cabezas al bloque del microscopio durante las medidas (fig5.13).

<u>Electroimán</u>

El último elemento importante modificado ha sido el sistema de aplicación de campo. La razón fundamental para el cambio del electroimán, es como ya se ha descrito, la imposibilidad de aplicar campos intensos de forma mantenida debido a la aparición de derivas térmicas en el piezo-tubo de barrido. Para este fin y también basándonos en el microscopio del profesor dos Santos separamos el bobinado del electroimán del sistema de barrido, introduciendo el campo en la región del portamuestras mediante un circuito magnético.



Fig.5.11 Diseño del electroimán para el MO-SNOM.

El electroimán diseñado consta de un núcleo y dos piezas polares fabricadas en hierro dulce, el cual posee una permeabilidad magnética relativa del orden de 200 y un bobinado realizado en hilo de cobre esmaltado de 1mm de diámetro con 900 vueltas (9capas, 100vueltas/capa). Así mismo, se ha diseñado un soporte para acoplarlo al cuerpo del microscopio, de forma que el entrehierro de 17x17mm² acoja en su centro al portamuestras montado sobre el piezo-tubo de barrido. Se observa claramente que el nuevo diseño aleja el bobinado del electroimán del sistema de barrido para evitar las derivas térmicas. Así mismo, se el grosor del hilo de cobre empleado garantiza una menor resistencia eléctrica, permitiendo un calentamiento menor del electroimán.

Para realizar la estimación de campo en el entrehierro del sistema, se tomará el camino medio del circuito magnético remarcado en la figura 5.12 con una línea roja en el interior del material magnético y azul en el entrehierro. De esta forma las longitudes de este son $L_N = 152$ mm, $L_{P1} = 60$ mm, $L_{P2} = 100$ mm, $L_{P3} = 15$ mm y $L_{EntreHierro} = 17$ mm. La sección del núcleo es superior a la de las piezas polares, de forma que se tiene $S_N = 2.4$ cm² y $S_p = 1.36$ cm².



Fig.5.12 Esquema del electroimán diseñado para el sistema MO-SNOM.

Resolviendo el problema del circuito magnético planteado, se obtiene un campo magnético en el entrehierro del orden de los 2600e/A, asumiendo condiciones ideales en el sistema. Dicho valor estimado a partir de la medida del campo generado en el entrehierro frente a la corriente suministrada al bobinado, difiere en un 21% del teórico calculado siendo el experimental superior al primero (fig.5.13).



Fig.5.13 Gráfica del campo generado por el electroimán construido en el entrehierro del mismo medido mediante una sonda Hall.

Así mismo, también se ha analizado la homogeneidad del campo magnético en función de la posición en el entrehierro desplazando mediante un sistema de posicionadores micrométricos XY la sonda Hall (fig.5.14).



Fig.5.14 Distribución de la componente X del campo magnético en el entrehierro del electroimán para una corriente de 500mA.

La medida se ha realizado con una corriente continua aplicada al bobinado de 500mA. En la figura 5.14 las piezas polares estarían colocadas a derecha e izquierda de los límites de la superficie representada; de aquí el aumento progresivo del campo medido al aproximarse la sonda a los bordes de las piezas polares. Se observa también la existencia de una región de ~9mm² en el centro del entrehierro en la cual la intensidad del campo generado es homogénea con fluctuaciones menores del 3% del valor del campo en esa región. En esta zona del entrehierro es en la que se encuentra situado el portamuestras del microscopio, lo que implica que los campos aplicados en la muestra serán homogéneos. Sin embargo, el campo remanente del electroimán construido es de ~ 90Oe, lo cual es elevado para el estudio de muestras magnéticas blandas (H_{Coercitivo} $\approx 10^{0}$ Oe). A fin de conocer en todo instante el valor del campo externo introducido, se ha introducido una sonda Hall encapsulada en chip (*Honeywell*, SS496A) sobre la superficie de una de las piezas polares del electroimán, la cual da una señal en voltaje proporcional al campo magnético existente.



Fig.5.15 Diseño completo del MO-SNOM.



Fig.5.16 Sistema experimental MO-SNOM final montado.

5.3 Resultados

Debido al tiempo empleado en el diseño y construcción de las diferentes partes del microscopio, los resultados obtenidos hasta el momento son pruebas de regulación y medidas de topografía, además de medidas de ciclos de histéresis magneto-ópticos fuera del régimen de campo cercano. De esta forma, se han empleado como muestras prueba, sistemas microestructurados (estudios de topografía) y láminas continuas de Co (estudios magneto-ópticos).

<u>Topografía</u>

Mediante litografía por haz de electrones (EBL), empleando la técnica del *lift-off* (Apartado 2.2.2), se ha fabricado una muestra conformada por líneas de cobalto con un periodo de estructura de $2\mu m$, y un espesor de lámina magnética de 40nm depositada por pulverización catódica (Apartado 2.1).

El posicionamiento de la estructura bajo la punta, se realiza mediante los actuadores XY piezoeléctricos (fig.5.6), operados de forma manual observando el proceso mediante un binocular óptico de la empresa *Nachet*, mostrado en la figura 5.16 (a). Una vez posicionada la punta sobre la región estructurada, se realiza la aproximación mediante el actuador Z (fig.5.6), hasta entrar en rango de regulación al disminuir la amplitud de oscilación del Diapasón + Punta a un 95% de la amplitud libre.

Una vez en regulación, se opera todo el funcionamiento del microscopio desde el software de control WSxM, comenzando a barrer la superficie de la muestra, a amplitud de oscilación constante, mediante el piezo-tubo de barrido (fig.5.17).



Fig.5.17 Imagen topográfica de la superficie de la muestra de cobalto microestructurada en líneas (a) y perfil de alturas según la línea indicativa (b).

En la figura 5.17 se muestran la medida de topografía obtenida mediante el sistema MO-SNON de la muestra de cobalto microestructurada en líneas (a), y el perfil de alturas según la dirección indicada (b). Se observa claramente que el espesor total medido es superior al doble del espesor depositado.

Realizando un barrido en el borde de la región microfabricada, aparece la razón de este inusual espesor (fig.5.18).



Fig.5.18 Imagen topográfica de la región externa de la muestra microestructura de cobalto (a) y perfiles de alturas según las línea indicativas (b).

En la imagen topográfica de la figura 5.18 (a), se observa que existen tres niveles diferentes. Los niveles más profundo e intermedio analizados mediante el perfil topográfico 1, mientras que el intermedio y el más elevado se muestran en el perfil 2. En base al escalón medido en el perfil 1 (~40nm), la región más profunda se corresponde a la superficie del sustrato de silicio, mientras que la región intermedia está asociada a la superficie de la capa de cobalto depositada sobre el sustrato. Por lo tanto, el perfil topográfico 2 nos está mostrando en ambos niveles la superficie del material magnético depositado, pero en la región más elevada, el cobalto ha sido depositado sobre la resina electrónica PMMA, y debido a un proceso de *lift-off* incompleto, no se ha eliminado el material existente sobre la resina, posiblemente debido a que la máscara de resina depositada no poseía unos bordes bien definidos aumentando la cohesión entre la capa de cobalto depositada sobre el sustrato y la que se encontraba sobre la PMMA (fig.5.19).



Fig.5.19 Esquema del problema de un lift-off inadecuado en una litografía con bordes de estructura redondeados.

El ejemplo de dos procesos de *lift-off* mostrados en la figura 5.19 muestran los efectos de unos bordes de estructura litografiada redondeados, frente a unos bordes verticales. En el primero de los casos, la continuidad de la lámina depositada hace que durante el proceso de eliminación de la resina, la lámina de Co permanezca unida dejando como estructura final la mostrada por el perfil 2 de la figura 5.18.

Las medidas realizadas confirman el adecuado funcionamiento del sistema de regulación del MO-SNOM, permitiendo la obtención de imágenes topográficas de la superficie de muestras, manteniendo la punta del microscopio en el rango de distancia del campo cercano con respecto a la superficie de la muestra.

Magneto-Óptica

Las medidas realizadas para la comprobación del funcionamiento del sistema de adquisición magneto-óptica, se han realizado sobre muestras de cobalto. Estas láminas han sido fabricadas sobre sustrato de silicio monocristalino pulido según la orientación cristalográfica (100) en el sistema de crecimiento de láminas delgadas descrito en el apartado 2.1. El espesor de dichas láminas magnéticas es de 40nm, y estas poseen una anisotropía uniáxica debida a los campos de fugas introducidos por los imanes permanentes de los magnetrones (fig.5.20).



Fig.5.20 Ciclos de histéresis medidos por Kerr transversal en lámina continua de Co con 40nm de espesor.

Los ciclos mostrados en la figura han sido adquiridos mediante el sistema de estudio de propiedades magnéticas de láminas continuas, basado en el efecto Kerr transversal descrito en el apartado 2.4.2.1. Las orientaciones de la muestra con respecto al campo aplicado son aproximadamente las asociadas a los ejes de fácil y difícil imanación de la misma, mostrándose claramente el comportamiento magnético anisótropo de la

lámina crecida. Cabe destacar que esta anisotropía magnética no tiene ninguna relación con la presente en las láminas de aleación, debido a que en el caso de las muestras empleadas para las pruebas del MO-SNOM solamente se ha empleado un magnetrón durante el crecimiento.

La adquisición de los datos mediante el montaje del MO-SNOM se realiza en campo lejano, con la punta del microscopio aproximada a la superficie de la muestra de forma manual sin emplear el sistema de regulación del equipo. Mediante el software WSxM, es posible activar los denominados modos 3D, los cuales permiten analizar la evolución de cualquiera de las señales recogidas por los cuatro canales de entrada de la electrónica de control, en función de una determinada excitación (perfiles de barrido específicos, rampas de voltaje, ...). En el caso de la medida de ciclos de histéresis, la excitación específica son rampas de voltaje bipolares que controlan la intensidad aplicada al electroimán del sistema de microscopia, midiendo por tanto las variaciones con respecto al campo magnético externo de la señal óptica colectada (fig.5.21).



En la figura 5.21 se muestran las imágenes de la intensidad óptica colectada durante la realización de los ciclos de histéresis locales sobre la lámina de cobalto según las orientaciones con respecto al campo, de fácil (a) y difícil imanación (b). Cada una de las líneas que conforman la imagen representa la respuesta óptica a una rampa de campo magnético; en el caso de las Ramas 1 descendente y de las Ramas 2 ascendente. Este hecho se observa claramente en la orientación de eje fácil (fig.5.21(a)), donde las coercitividades se observan en diferentes posiciones de la imagen dependiendo de la rama de medida. Mediante el promediado de todas las líneas que conforman las imágenes, se mejora la relación señal-ruido y se representa el perfil de la respuesta óptica a los cambios en el campo magnético externo recomponiendo de esta forma el ciclo de histéresis.

Podemos concluir que el sistema MO-SNOM desarrollado, permite la adquisición de información magneto-óptica local, convirtiendo dicha técnica en una herramienta útil para la caracterización de las propiedades locales de la imanación en sistemas nanoestructurados. Además, el carácter de la interacción empleada como sonda para obtener información magnética, (efecto Kerr) permite que la configuración de la imanación de la muestra permanezca inalterada, a diferencia de lo que puede suceder con otras técnicas de microscopía de sonda como el MFM. Así mismo, el MO-SNOM posee todas las ventajas de un sistema AFM a la hora de obtener imágenes topográficas de la superficie de la muestra.

<u>Capítulo 6</u>

Desarrollo de un código computacional para la simulación de la interacción Radiación - Materia en el rango visible Las ecuaciones de Maxwell representan la unificación de los campos eléctricos y magnéticos que anteriormente se consideraban separados. Estas ecuaciones fueron calificadas por Richard Feynman como "*el más destacable logro de la ciencia del siglo XIX*". Las ecuaciones nos permiten entender como la radiación interacciona con la materia; y por tanto su correcto entendimiento y aplicación son responsables de gran parte de los avances tecnológicos actuales, más aun, la vida diaria como hoy la conocemos sería impensable sin el conocimiento y la comprensión de estas ecuaciones. Su resolución para un problema o aplicación concreta no tiene normalmente un resultado analítico y se ha de recurrir a aproximaciones y técnicas semianalíticas [1, 2, 3] o a la utilización de sistemas de cálculo numérico [4, 5].

Con el aumento de la potencia de los ordenadores, a partir de mediados de los 60 se comenzaron a enfocar estos problemas de una forma diferente. Las ecuaciones se resolvían de forma numérica en un espacio de simulación en el cual ya se podían incluir estructuras complejas simulando de una forma más fiel la realidad.

Existen dos grandes aproximaciones para la resolución en dominio de tiempo y espacio de las ecuaciones de Maxwell; los esquemas de elementos finitos [6] y los basados en diferencias finitas [7, 8, 9]. Cada una de ellas tiene sus ventajas e inconvenientes, por ejemplo, los elementos finitos están basados en un mallado irregular del espacio con lo que permiten aproximar mejor estructuras con bordes irregulares como poliedros (Fig6.1a). Esta precisión en el mallado requiere de una programación mas complicada para su implementación.

En el caso de las diferencias finitas, el espacio está mallado en celdas de base rectangular con lados arbitrarios, esto hace que la aproximación de estructuras sea en general peor que en el caso de los elementos finitos (Fig6.1b), pero el código resultante gana en simplicidad y comprensión.





Fig6.1a. Esfera mallada para la aplicación de un algoritmo basado en Elementos Finitos.

Fig6.1b. Esfera mallada para la aplicación de un algoritmo basado en Diferencias Finitas.

A lo largo del capítulo se mostrará como se ha implementado un código de Diferencias Finitas en el Dominio del Tiempo (FDTD) eficiente con capacidad para la simulación de dieléctricos, metales e incluso metales con carácter magneto-óptico, y se mostrarán los resultados de los cálculos aplicados al problema concreto de la Microscopia Óptica en Campo cercano (SNOM).

Ecuaciones de Maxwell

Comenzamos estudiando las ecuaciones de Maxwell en su forma diferencial.

$$\nabla \cdot \vec{D} = \rho$$
 (6.1*a*) , $\nabla \times \vec{E} = -\frac{\partial \vec{B}}{\partial t}$ (6.1*b*)
$$\nabla \cdot \vec{B} = 0$$
 (6.1c) , $\nabla \times \vec{H} = \frac{\partial \vec{D}}{\partial t} + \vec{J}$ (6.1d)

E, **D**, **B**, **H** y **J** son los campos vectoriales correspondientes al campo eléctrico, vector desplazamiento eléctrico, flujo magnético, campo magnético y corrientes respectivamente; ρ representa a las fuentes de campo eléctrico.

$$\vec{D} = \varepsilon \vec{E}$$
 (6.2*a*) , $\vec{B} = \mu \vec{H}$ (6.2*b*)

 ϵ y μ son la permitividad eléctrica y la permeabilidad magnética respectivamente. Aplicando las relaciones (6.2a) y (6.2b) a las ecuaciones (6.1) obtenemos las ecuaciones de Maxwell reescritas en términos de los campos **E**, **H** y **J**, y de los parámetros característicos de los materiales existentes en el espacio ϵ y μ .

$$\nabla \cdot \vec{E} = \frac{\rho}{\varepsilon} \quad (6.3a) \quad , \quad \nabla \times \vec{E} = -\mu \frac{\partial \vec{H}}{\partial t} \quad (6.3b)$$
$$\nabla \cdot \vec{H} = 0 \quad (6.3c) \quad , \quad \nabla \times \vec{H} = \varepsilon \frac{\partial \vec{E}}{\partial t} + \vec{J} \quad (6.3d)$$

Asumiendo que no hay distribuciones de carga en el espacio que nos generen campo eléctrico ni magnético, pero si materiales que puedan absorber la radiación electromagnética e interaccionar con ella, obtenemos la expresión de las ecuaciones de Maxwell que nos servirán para implementar el cálculo.

$$\nabla \times \vec{E} = -\mu_0 \mu_R \frac{\partial \vec{H}}{\partial t} \quad (6.4a) \quad , \quad \nabla \times \vec{H} = \varepsilon_0 \varepsilon_R \frac{\partial \vec{E}}{\partial t} + \vec{J} \quad (6.4b)$$

En las ecuaciones (6.4) hemos hecho explicita la dependencia de los campos con los parámetros del material μ_R y ϵ_R . Estas ecuaciones vectoriales las podemos expresar explícitamente en cada una de sus componentes en coordenadas cartesianas.

$$\begin{pmatrix} \frac{\partial E_z}{\partial y} - \frac{\partial E_y}{\partial z} \end{pmatrix} = -\mu_0 \mu_R \frac{\partial H_x}{\partial t} \quad (6.5a) \quad , \quad \begin{pmatrix} \frac{\partial H_z}{\partial y} - \frac{\partial H_y}{\partial z} \end{pmatrix} = \varepsilon_0 \varepsilon_R \frac{\partial E_x}{\partial t} + J_x \quad (6.6a) \\ \begin{pmatrix} \frac{\partial E_z}{\partial x} - \frac{\partial E_x}{\partial z} \end{pmatrix} = \mu_0 \mu_R \frac{\partial H_y}{\partial t} \quad (6.5b) \quad , \quad -\begin{pmatrix} \frac{\partial H_z}{\partial x} - \frac{\partial H_x}{\partial z} \end{pmatrix} = \varepsilon_0 \varepsilon_R \frac{\partial E_y}{\partial t} + J_y \quad (6.6b) \\ \begin{pmatrix} \frac{\partial E_y}{\partial x} - \frac{\partial E_x}{\partial y} \end{pmatrix} = -\mu_0 \mu_R \frac{\partial H_z}{\partial t} \quad (6.5c) \quad , \quad \begin{pmatrix} \frac{\partial H_y}{\partial x} - \frac{\partial H_x}{\partial y} \end{pmatrix} = \varepsilon_0 \varepsilon_R \frac{\partial E_z}{\partial t} + J_z \quad (6.6c) \end{cases}$$

Aquí están todos los posibles problemas que nos podemos plantear en el campo de la interacción radiación electromagnética – materia. Como decíamos previamente toda la información de cómo responden los materiales a las ondas electromagnéticas está contenido en la permitividad eléctrica y permeabilidad magnética, parámetros que en general pueden ser tensoriales, dando lugar a la descripción desde medios dieléctricos, hasta medios metálicos anisótropos magneto-ópticos. Lo único que nos falta, de

momento, es la forma de atacar el problema e implementarlo numéricamente para su resolución de una forma eficiente. Para este fin comenzaremos planteando el problema en una dimensión.

<u>6.1 1D-FDTD</u>

Los conjuntos de ecuaciones (6.5) y (6.6) están fuertemente interrelacionadas, queriendo decir con esto que **E** depende de **H** y **H** depende de **E** además de poseer una dependencia temporal. Cualquier algoritmo numérico para resolver estas ecuaciones en el dominio del tiempo ha de tener en cuenta estas relaciones, y así ocurre con el algoritmo propuesto por Kane Yee en 1966 [10]. El esquema de cálculo propuesto por Yee plantea que como el campo eléctrico y el magnético se retroalimentan dando lugar a las ondas electromagnéticas, han de calcularse en instantes de tiempo y espacio ligeramente diferentes (Fig.6.2).



Fig.6.2. Esquema del cálculo de campos magnético y eléctrico propuesto por Kane Yee. El cálculo de los nuevos estados temporales para el campo eléctrico (magnético) depende del estado anterior de **E** (**H**) y del estado del campo magnético (eléctrico) en un instante intermedio entre el que se pretende calcular y el anterior. Esta separación temporal induce que los campos no solo se calculen en instantes temporales distintos, sino que también se calculen en posiciones levemente desplazadas.

En esencia nos está diciendo que el nuevo estado de campo magnético (eléctrico) dependerá no solo del estado viejo del campo magnético (eléctrico), sino que habrá que tener en cuenta las modificaciones inducidas por el campo eléctrico (magnético) calculado en un instante intermedio. Debido a este desplazamiento temporal entre instantes de campo eléctrico y magnético, los puntos donde estos se calculan en el espacio también estarán desplazados unos respecto de otros.

Para comenzar con el problema de una dimensión hemos de tomar un sistema de referencia seleccionando así con que componentes de los campos nos quedamos (Fig6.3).



Fig6.3. Representación de una onda electromagnética unidimensional. Según la dirección Y el campo eléctrico, según la dirección Z el campo magnético. Dirección de propagación según eje X.

Por tanto tenemos que la variable espacial propagante que consideraremos será la X, mientras que los campos eléctrico y magnético tendrán solamente componentes Y y Z respectivamente. Asumiremos también para este ejemplo que no hay cargas libres que puedan dar lugar a corrientes.

$$\frac{\partial E_{y}}{\partial x} = -\mu_{0}\mu_{R}\frac{\partial H_{z}}{\partial t} \quad (6.7a) \quad , \quad -\frac{\partial H_{z}}{\partial x} = \varepsilon_{0}\varepsilon_{R}\frac{\partial E_{y}}{\partial t} \quad (6.7b)$$

Las ecuaciones (6.5) y (6.6) se reducen a las (6.7a) y (6.7b).

$$\frac{\partial A(i\Delta m)}{\partial m} \to \frac{A(i+1) - A(i)}{\Delta m} + O\left[(\Delta m)^2\right] \quad (6.8)$$

La relación (6.8) es la aproximación de la derivada de la función A para poder ser calculada a partir de los valores en distintas posiciones i del espacio discreto de la variable m.

Utilizando esta relación en (6.7a) y (6.7b) obtenemos el esquema numérico para resolver explícitamente el problema.

$$\frac{H_z^{n+1/2}(i) - H_z^{n-1/2}(i)}{\Delta t} = -\frac{1}{\mu_0 \mu_R} \cdot \frac{E_y^n(i+1) - E_y^n(i)}{\Delta x} \quad (6.9)$$
$$\frac{E_y^{n+1}(i) - E_y^n(i)}{\Delta t} = -\frac{1}{\varepsilon_0 \varepsilon_R} \cdot \frac{H_z^{n+1/2}(i) - H_z^{n+1/2}(i-1)}{\Delta x} \quad (6.10)$$

Nótese que en las ecuaciones (6.9) y (6.10) se observa explícitamente lo antes descrito en el esquema propuesto por Yee. El campo eléctrico en el estado n+1 depende del valor del mismo campo en el mismo punto *i* en el estado *n*, mas contribuciones provenientes de la derivada espacial del campo magnético en el instante n+1/2. También es interesante destacar que no se hace explicita la separación espacial de ambos campos, ya que para simplificar se asume que por cada punto del espacio *i* tenemos una pareja de valores, uno para el campo magnético y otro para el eléctrico (Fig.6.4).



Fig.6.4 Esquema del mallado espacial y las relaciones entre celdas para el cálculo de las derivadas espaciales. El campo E(i) necesita para ser calculado la derivada espacial que se obtiene a partir de los campos magnéticos H(i) y H(i-1). El campo H(i), necesita por el contrario, E(i+1) y E(i) para su actualización.

Sin embargo, para calcular las derivadas espaciales necesarias para la actualización de los estados de los campos, se observa cual es la dependencia del campo eléctrico (magnético) con respecto a los campos magnéticos (eléctricos) vecinos. Para el campo E(i) necesitamos hacer la derivada espacial de H valiéndonos de H(i) y H(i-1); mientras que para el campo H(i) utilizamos E(i+1) y E(i).

Al tratarse de un método explícito, para calcular el nuevo estado de campo eléctrico (magnético) solamente hay que despejar en las ecuaciones el nuevo estado, en función de los términos ya conocidos.

$$H_{z}^{n+1/2}(i) = H_{z}^{n-1/2}(i) - \frac{\Delta t}{\mu_{0}\mu_{R}} \cdot \frac{E_{y}^{n}(i+1) - E_{y}^{n}(i)}{\Delta x} \quad (6.11)$$
$$E_{y}^{n+1}(i) = E_{y}^{n}(i) - \frac{\Delta t}{\varepsilon_{0}\varepsilon_{R}} \cdot \frac{H_{z}^{n+1/2}(i) - H_{z}^{n+1/2}(i-1)}{\Delta x} \quad (6.12)$$

Las expresiones (6.11) y (6.12) representan las ecuaciones de evolución temporal de los campos eléctrico y magnético en el caso de medios materiales dieléctricos sin pérdidas. Como toda expresión explicita, estas ecuaciones tienen el problema de que si los tamaños tanto del paso temporal como del mallado espacial son demasiado grandes, las soluciones no son adecuadas; es mas, el método puede volverse inestable (Fig.6.5). Ambos mallados están interrelacionados y el tamaño máximo de uno es función del tamaño del otro.

$$F_C \equiv \frac{c\Delta t}{\Delta x} \le 1 \quad \rightarrow \quad \Delta t \le \frac{\Delta x}{c} \quad (6.13)$$

La relación (6.13) representa el llamado criterio de *Courant* [11], F_c representa el factor de Courant, c es la velocidad de la luz en el vacío, Δt y Δx representan los tamaños de paso temporal y espacial respectivamente. Para asegurarnos la estabilidad de nuestros cálculos impondremos que la luz tarde dos pasos temporales en atravesar una celda del espacio. Esto nos lleva, utilizando (6.13), a la siguiente expresión para calcular Δt en función de Δx :

$$\Delta t = \frac{\Delta x}{2c} \quad (6.14)$$

Es interesante comentar también que si tuviésemos un problema en el cual la velocidad máxima que alcanzase la luz fuese la de propagación en un medio dieléctrico, podríamos usar esta velocidad de propagación en la expresión (6.14) optimizando así los mallados temporal y espacial para un máximo rendimiento del código.



Fig.6.5 Valores del campo E_v tras 100 pasos temporales excitado por una fuente sinusoide con amplitud de 5x10⁻⁴ V/m en el vacío. La gráfica superior muestra el patrón alternante con crecimiento exponencial en el tiempo característico de un método inestable; para este cálculo el factor de Courant era S=0.95. La gráfica inferior muestra el mismo problema con un factor de Courant S=0.5.

Además de los problemas de estabilidad numérica, las ecuaciones (6.11) y (6.12) tienen un problema cuando se alcanzan los límites del espacio de simulación, ya que no se pueden calcular las derivadas espaciales por la falta de vecinos. Numéricamente esto lleva a reflexiones en los extremos que falsean los resultados de las simulaciones (Fig.6.6).



Fig.6.6 Comparativa entre un cálculo sin condiciones de contorno para la corrección del truncamiento del espacio de simulación (superior) y con estas condiciones implementadas (inferior). El cálculo representa la propagación de una onda electromagnética en el vacío generada por una fuente de campo eléctrico sinusoide con una amplitud de 5x10⁻⁴ V/m. Aparecen interferencias entre la onda falsamente reflejada y la incidente debido al truncamiento del espacio.

En el caso de una dimensión lo que tenemos que hacer para evitar estos efectos, es imponer ciertos valores a los campos eléctrico y magnético en los extremos del espacio de simulación. Para este fin podemos aprovecharnos de que en base al factor de Courant elegido sabemos que, la luz, en el espacio vacío de simulación emplea dos pasos temporales para atravesar una celda espacial, por tanto lo que hemos de hacer es almacenar los valores de los campos eléctrico y magnético en las celdas anteriores a las de los extremos, e imponer estos valores para los campos en las celdas extremo de forma retardada (Fig.6.7).



Fig.6.7 Esquema de la implementación de las condiciones de contorno para evitar las reflexiones no físicas inducidas por el truncamiento del espacio de simulación. Los valores de los campos para un determinado estado temporal t en las celdas contiguas a la frontera del espacio de simulación, son impuestos en base a los valores calculados en las celdas inmediatamente adyacentes a estas dos estados temporales atrás. Este retardo es de dos estados temporales debido al factor de Courant seleccionado.

Con las ecuaciones (6.11) y (6.12), las consideraciones de estabilidad y la adecuada construcción de las condiciones de frontera, tenemos toda la información necesaria para implementar un código que será válido para la simulación de materiales isótropos no dispersivos. La magnitud física que estudiaremos utilizando el código es la intensidad luminosa, por tanto vamos a definirla:

$$\vec{S} = \varepsilon_0 c^2 \left(\vec{E} \times \vec{B} \right) \quad (6.15a) \quad , \quad \left| \vec{B} \right| = \frac{\left| \vec{E} \right|}{c} \quad (6.15b) \quad , \quad \vec{E} \perp \vec{B} \quad (6.15c)$$
$$\left| \vec{S} \right| = \varepsilon_0 c \left| \vec{E} \right|^2 \quad (6.16)$$

En las relaciones (6.15) definimos el vector de Poynting **S**, el cual nos da información de la cantidad de energía electromagnética que se está propagando. **S** se obtiene a partir del campo eléctrico y del campo **B** (6.15a).

Aplicando las relaciones (6.15b) y (6.15c) a (6.15a) obtenemos la expresión (6.16) para el módulo del vector de Poynting. La intensidad luminosa será el valor promediado del vector de Poynting en el tiempo, por tanto necesitamos la expresión para **S**(t).

$$I = \left\langle \vec{S} \right\rangle_{T} \quad (6.17a) \quad , \quad \vec{E}(t) = E_{0} \sin(\omega t) \vec{j} \quad (6.17b) \quad , \quad \vec{B}(t) = \frac{E_{0}}{c} \sin(\omega t) \vec{k} \quad (6.17c)$$
$$\vec{S}(t) = \varepsilon_{0} c E_{0}^{2} \sin^{2}(\omega t) \vec{i} = \varepsilon_{0} c \frac{E_{0}^{2}}{2} [1 - \cos(2\omega t)] \vec{i} \quad (6.18)$$

Para una onda monocromática, el campo eléctrico se puede escribir como una función sinusoide de frecuencia ω en el tiempo donde E₀ representa la amplitud del campo y **j** es el vector unitario según la dirección y.

Aplicando la relación (6.15b) a la expresión (6.17b), obtenemos la ecuación para el flujo magnético en función del tiempo (6.17c), y con estas dos, en el sistema unidimensional en el que estamos, obtenemos aplicando (6.15a), la expresión para el

vector de Poynting en función del tiempo (6.18). Obsérvese que la dirección de propagación de la energía, sigue la dirección de propagación de la onda.

$$I = \left\langle \vec{S}(t) \right\rangle_{T} = \frac{1}{T} \int_{0}^{T} \vec{S}(t) dt \quad (6.19) \quad , \quad I = \frac{\varepsilon_{0} c E_{0}^{2}}{2T} \int_{0}^{T} \left[1 - \cos(2\omega t) \right] dt = \varepsilon_{0} c \frac{E_{0}^{2}}{2} \quad (6.20)$$

Como decíamos, la intensidad luminosa se define como el promedio temporal del vector de Poynting, por tanto, sustituyendo (6.18) en (6.19) e integrando entre t=0 y t=T, siendo T el periodo de la onda, obtenemos la expresión para esta magnitud (6.20).

Apliquemos el código a un problema sencillo; coloquemos en el vacío una lámina de SiO_2 y expongámosla a una radiación monocromática continua (Fig.6.8).



Fig.6.8 Esquema del problema. Fuente de campo eléctrico Ey sinusoide de λ =633nm, con amplitud de 5x10⁻¹V/m. Analizaremos, por un lado, cómo evolucionan en el tiempo las intensidades reflejada y transmitida, y también cómo evolucionan estas magnitudes en función del espesor de la lámina de SiO₂ escogido.

Lo primero que podemos comprobar es el valor que el código implementado resuelve para la longitud de onda en el interior del vidrio (Tabla6.1). Calculamos primero la longitud de onda teórica en el interior del dieléctrico.

$$v = \frac{c_0}{\lambda_0}$$
 (6.21) , $n(v) = \frac{c_0}{c_m}$ (6.22) , $\lambda_m = \frac{c_m}{v}$ (6.23)

La frecuencia de la radiación se conservará independientemente del medio que esté atravesando (vacío o dieléctrico), por tanto en la expresión (6.21) calculamos cual es el valor de la frecuencia v, en función de la velocidad de la luz en el vacío c_0 y la longitud de onda impuesta a la fuente en el vacío λ_0 . Por otro lado utilizando la definición del índice de refracción (6.22), podemos calcular la velocidad de la luz en el medio (c_m), a partir del valor del índice de refracción para la frecuencia de la luz utilizada [12], y con estos valores ya tenemos la longitud de onda teórica en el medio a analizar (6.23). Para extraer la longitud de onda en el SiO₂ a través de la simulación, realizamos un ajuste por mínimos cuadrados del campo eléctrico **Ey** en el interior del dieléctrico a una función sinusoide.

| λ teórica | λ simulación |
|-----------|----------------------|
| 434.45 nm | 434.44 nm |

Tabla6.1. Comparativa entre las longitudes de onda teórica y simulada, para una onda monocromática de 633nm de longitud de onda en el vacío, propagándose por el interior de una lámina de SiO₂.

También podemos estudiar cómo evolucionan en el tiempo las intensidades transmitida y reflejada (Fig.6.9).



Fig.6.9 Gráficas del campo eléctrico total en función de la posición, y de las intensidades reflejada y transmitida en función del tiempo. En la gráfica superior se presenta entre líneas verticales el espacio ocupado por la lámina de SiO₂. En la gráfica inferior se aprecian escalones en las intensidades, esto se debe a como se ha programado la fuente de campo.

La gráfica de la parte superior de la figura representa la amplitud del campo eléctrico **Ey** en función de la posición en el espacio de simulación. Las dos barras verticales delimitan el espacio ocupado por la lámina dieléctrica, en la cual se puede ver la reducción de la longitud de onda. También se aprecia el punto donde se encuentra la fuente de campo a 2μ m del lado izquierdo del espacio de simulación. La mayor amplitud que existe entre el punto fuente y el comienzo de la lámina dieléctrica, es debido a las interferencias entre la onda reflejada en dicha superficie, y la incidente proveniente de la fuente.

La gráfica de la parte inferior nos representa en función del tiempo las intensidades transmitida y reflejada. Los escalones que se observan son debidos a como está programada la fuente de campo eléctrico. Esta funciona de forma que va aumentando su amplitud con el tiempo hasta llegar al máximo de intensidad prefijada de 0.5V/m. Así mismo también se observan subidas y bajadas correlacionadas en ambas intensidades; por supuesto si una sube la otra ha de bajar para conservar la energía total de la onda. Estas subidas y bajadas son debidas a los efectos de interferencia producidos entre la onda reflejada e incidente en el interior de la lámina de vidrio. A raíz de este fenómeno podemos analizar cómo evolucionan la transmitancia y la reflectividad de la lámina en función de su espesor (Fig.6.10).



Fig.6.10 Transmitancia y reflectividad en función del espesor de la lámina de SiO₂. Se ve claramente que las dos curvas están desfasadas π rad, y que la suma de ambas siempre es 100%. La longitud de onda de la señal corresponde a $n\lambda/2$, con n un número natural, dando idea de que proviene de una interferencia.

En la gráfica de la transmitancia y reflectividad en función del espesor de la lámina de SiO₂ se observa un patrón oscilante. La transmitancia está desfasada π radianes con respecto a la reflectividad, lo cual es lógico ya que cuando una es máxima la otra ha de ser mínima para conservar la energía total de la onda. Esto último se observa en el hecho de que la suma de ambas señales da el 100% de la intensidad. Además, analizando la frecuencia espacial de la oscilación que ambas magnitudes presentan en función del espesor de la lámina de dieléctrico, podemos decir que el origen de esta oscilación son las interferencias entre las ondas incidentes y reflejadas dentro de la lámina de SiO₂.

$$\lambda_{Osc} = \frac{n\lambda_m}{2} \quad (6.24)$$

La expresión (6.24) es la condición de interferencia destructiva en la que λ_{Osc} representa la longitud de onda de la oscilación de la transmitancia y la reflectividad, λ_m es la longitud de onda de luz en el interior del dieléctrico y n es un número entero. Esto nos está diciendo que cuando el tamaño de nuestra lámina dieléctrica es un número entero de veces la longitud de onda de la luz en el interior del material tenemos interferencia constructiva y por tanto la radiación transmitida es máxima; mientras que si su espesor es múltiplo de un medio de la longitud de onda tenemos interferencia destructiva y la transmitividad se minimiza.

Los valores medios obtenidos para la transmitancia y reflectividad son 94% y 6% respectivamente, los cuales son del orden de los parámetros tabulados para el material [12, 13].

Démonos cuenta de que el material simulado no es más que un dieléctrico ideal sin pérdidas, i.e. la energía de la onda incidente se conserva tras la interacción con el medio ya que la suma de la energía de las ondas reflejada y transmitida es igual a la de la original. Para introducir absorción por parte del medio podemos incluir la conductividad como parámetro característico del mismo, lo que es lo mismo que considerar que las corrientes en el material ya no son despreciables, y por tanto parte de la energía de la onda se irá a mantener estas.

Para implementarlo en el código basta con volver a las ecuaciones generales de Maxwell (eq. 6.6) e introducir un término de corriente $J=\sigma E$ y particularizar para el caso unidimensional.

$$\frac{\partial E_{y}}{\partial x} = -\mu_{0}\mu_{R}\frac{\partial H_{z}}{\partial t} \quad (6.25a) \quad , \quad -\frac{\partial H_{z}}{\partial x} = \varepsilon_{0}\varepsilon_{R}\frac{\partial E_{y}}{\partial t} + \sigma E_{y} \quad (6.25b)$$

Pasando a dominio discreto las ecuaciones diferenciales anteriores, resolvemos mediante la aplicación de la ecuación 6.8 las derivadas expuestas, en el contexto del algoritmo de Yee [7-10].

$$-\mu_{0}\mu_{R}\frac{H_{z}^{n+1/2}(i)-H_{z}^{n-1/2}(i)}{\Delta t} = \frac{E_{y}^{n}(i+1)-E_{y}^{n}(i)}{\Delta x} \quad (6.26a)$$

$$\varepsilon_{0}\varepsilon_{R}\frac{E_{y}^{n+1}(i)-E_{y}^{n}(i)}{\Delta t} + \sigma\frac{E_{y}^{n+1}(i)+E_{y}^{n}(i)}{2} = -\frac{H_{z}^{n+1/2}(i)-H_{z}^{n+1/2}(i-1)}{\Delta x} \quad (6.26b)$$

Cabe destacar que el término σE_y se ha discretizado calculando el promedio entre estados temporales contiguos. Despejando el nuevo estado temporal para ambos campos (E^{n+1} y $H^{n+1/2}$), se obtienen las expresiones para resolver la evolución temporal del sistema.

$$H_{z}^{n+1/2}(i) = H_{z}^{n-1/2}(i) - \frac{\Delta t}{\mu_{0}\mu_{R}} \cdot \frac{E_{y}^{n}(i+1) - E_{y}^{n}(i)}{\Delta x} \quad (6.27a)$$
$$E_{y}^{n+1}(i) = \frac{2\varepsilon_{0}\varepsilon_{R} - \sigma\Delta t}{2\varepsilon_{0}\varepsilon_{R} + \sigma\Delta t} E_{y}^{n}(i) - \frac{2\Delta t}{2\varepsilon_{0}\varepsilon_{R} + \sigma\Delta t} \cdot \frac{H_{z}^{n+1/2}(i) - H_{z}^{n+1/2}(i-1)}{\Delta x} \quad (6.27b)$$

El efecto de la conductividad sobre el campo eléctrico es la disminución progresiva de la amplitud del mismo, atenuando la transmitancia del material (fig.6.11).



Fig.6.11 Simulación del campo eléctrico total e intensidades refl. y trans. derivados de la interacción con un medio absorbente. Se ha simulado la interacción de una radiación monocromática con $\lambda = 633$ nm que impacta con un medio con un $\epsilon_R = 2.12$ y una conductividad de $\sigma = 1 \times 10^4$ S/m. La región de simulación ocupada por el medio se encuentra acotada por líneas rojas discontinuas. La gráfica superior muestra la configuración del campo eléctrico total en función de la posición en el espacio de simulación, mientras que la curva inferior se corresponde a las intensidades transmitida y reflejada por el medio. La evolución del campo eléctrico al penetrar en el material absorbente presenta una disminución exponencial de la amplitud del mismo, la cual se ve reflejada en una intensidad transmitida del orden del 0.4‰ referida a la intensidad de la fuente.

6.1.1 Medios Dispersivos

El código mostrado resuelve de forma satisfactoria problemas en los que los materiales involucrados son dieléctricos con pérdidas, pero la permitividad eléctrica es independiente de la frecuencia de la radiación incidente.

En general todos los medios materiales son dispersivos en mayor o menor medida, y por tanto presentan variaciones en sus propiedades en función de la energía de la radiación a la que son expuestos [12]. En el caso de la realización de simulaciones de experimentos de microscopía óptica de campo cercano, se hace imprescindible incluir esta característica de los materiales para conseguir resultados realistas, ya que en estas simulaciones no solamente aparecen dieléctricos o semiconductores con una baja conductividad, sino que también se incluyen elementos metálicos como la plata o el aluminio.

A continuación se expondrá la técnica empleada para implementar de forma eficiente un código FDTD unidimensional que permita la introducción de metales mediante la utilización de un modelo tipo Drude para caracterizar el comportamiento de la permitividad eléctrica en función de la energía de la onda mediante la utilización de un esquema de ecuaciones diferenciales auxiliares (ADE)[7,14,20].

Como trabajaremos en el dominio de frecuencias, es conveniente re-expresar las ecuaciones de Maxwell en este entorno. Para ello utilizamos el convenio de $e^{-i\omega t}$ para describir las ondas electromagnéticas, con lo que se tiene que **E**=**E**₀ $e^{-i\omega t}$ y **H**=**H**₀ $e^{-i\omega t}$, siendo E₀ y H₀ las amplitudes, ω la frecuencia de la radiación y t la variable temporal.

$$\frac{\partial E_{y}(\omega)}{\partial x} = i\omega\mu_{0}\mu_{R}H_{z}(\omega) \quad (6.28a) \quad , \quad -\frac{\partial H_{z}(\omega)}{\partial x} = -i\omega\varepsilon_{0}\varepsilon(\omega)E_{y}(\omega) \quad (6.28b)$$
$$\varepsilon_{R}(\omega) = \varepsilon_{\infty} - \underbrace{\frac{\omega_{p}^{2}}{\omega^{2} + i\omega\Gamma}}_{Drude} \underbrace{-\frac{\sigma}{i\omega\varepsilon_{0}}}_{Conductividad} \quad (6.29)$$

Las expresiones 6.28 muestran la reformulación de las ecuaciones de Maxwell en el dominio de frecuencias, particularizadas al caso del problema unidimensional, mientras que la relación 6.29 representa la dependencia planteada por el modelo de Drude para la permitividad eléctrica, donde ε_{∞} , ω_p y Γ son la permitividad relativa en el infinito, la frecuencia de plasma de los electrones libres y el factor de de amortiguamiento de los mismos respectivamente. También incluye el término asociado a la conductividad independiente de la frecuencia. Cabe destacar aquí que

tanto el término de Drude como el que introduce el parámetro σ , llevan asociados una absorción del campo eléctrico debido a la introducción de corrientes en el material. La presencia de ambos en la definición de la permitividad tiene el objeto de generar unas ecuaciones de evolución que permitan tanto la simulación de dieléctricos con absorción, como de metales representados por el modelo de Drude.

Como la permitividad eléctrica solamente afecta a la ecuación poseedora de la derivada temporal del campo eléctrico (eq.6.28b), dejando inalterada la asociada al cálculo del campo magnético (eq.6.28a), trabajaremos solamente con la primera. Substituyendo la forma de la permitividad en la expresión 6.28b podemos separar las corrientes de polarización provenientes del término de Drude.

$$-\frac{\partial H_{z}(\omega)}{\partial x} = -i\omega\varepsilon_{0}\varepsilon_{\infty}E_{y}(\omega) + i\omega\varepsilon_{0}\left(\frac{\omega_{p}^{2}}{\omega^{2} + i\omega\Gamma}\right)E_{y}(\omega) + \sigma E_{y}(\omega) \quad (6.30)$$

Aislando dicho término y multiplicando ambos miembros de la ecuación para la corriente de polarización por el denominador del término de Drude se obtiene.

$$J_{y}(\omega) = i\omega\varepsilon_{0} \left(\frac{\omega_{p}^{2}}{\omega^{2} + i\omega\Gamma}\right) E_{y}(\omega) \Longrightarrow -\omega^{2}J_{y}(\omega) - i\omega\Gamma J_{y}(\omega) = -i\omega\varepsilon_{0}\omega_{p}^{2}E_{y}(\omega) \quad (6.31)$$

Utilizando el teorema de derivación para la transformada de Fourier, podemos realizar la transformada inversa de cada término de la ecuación 6.31 obteniendo una ecuación diferencial para la corriente de polarización dada por el modelo de Drude en el dominio de tiempos.

$$\frac{\partial^2 J_y(t)}{\partial t^2} + \Gamma \frac{\partial J_y(t)}{\partial t} = \varepsilon_0 \omega_p^2 \frac{\partial E_y(t)}{\partial t} \xrightarrow{\text{Integrandoen } \partial t} \frac{\partial J_y(t)}{\partial t} + \Gamma J_y(t) = \varepsilon_0 \omega_p^2 E_y(t) \quad (6.32)$$

Esta ecuación es susceptible de ser discretizada y resuelta numéricamente del mismo modo en que se resuelven las asociadas a los campos magnético y eléctrico.

$$\frac{J_{y}^{n+1} - J_{y}^{n}}{\Delta t} + \Gamma \frac{J_{y}^{n+1} + J_{y}^{n}}{2} = \varepsilon_{0} \omega_{p}^{2} \frac{E_{y}^{n+1} + E_{y}^{n}}{2} \quad (6.33)$$

La expresión 6.33 nos proporciona el valor de la corriente J_y en el estado temporal n+1, conocido el valor de la corriente en el estado anterior de tiempo y los valores del campo eléctrico E_y en los instantes n+1 y n. Para poder incluir la corriente en la expresión del campo eléctrico (eq.6.4b), es necesario tenerla en el estado temporal intermedio n+1/2. Para llevar a cabo esto, primero resolvemos J_y en n+1.

$$J_{y}^{n+1} = \frac{2 - \Gamma \Delta t}{2 + \Gamma \Delta t} J_{y}^{n} + \frac{\omega_{p}^{2} \varepsilon_{0} \Delta t}{2 + \Gamma \Delta t} \left(E_{y}^{n+1} + E_{y}^{n} \right) \quad (6.34)$$

~

La utilización del método ADE plantea la introducción de una nueva ecuación auxiliar a ser resuelta para obtener los valores actualizados de la corriente (eq.6.34). Tras esto calculamos el valor de J_y en el estado temporal intermedio n+1/2 haciendo el promedio entre los estamos n y n+1.

$$J_{y}^{n+1/2} = \frac{J_{y}^{n+1} + J_{y}^{n}}{2} = \frac{1}{2} \cdot \left[\left(1 + \frac{2 - \Gamma \Delta t}{2 + \Gamma \Delta t} \right) J_{y}^{n} + \frac{\omega_{p}^{2} \varepsilon_{0} \Delta t}{2 + \Gamma \Delta t} \left(E_{y}^{n+1} + E_{y}^{n} \right) \right] \quad (6.35)$$

Sustituyendo la ecuación 6.35 en el término de la corriente podemos calcular el valor del campo eléctrico en el estado n+1 a partir de los valores del mismo en el estado n, así como del campo magnético en t = n+1/2 y la corriente en el estado n.

$$-\frac{H_z^{n+1/2}(i) - H_z^{n+1/2}(i-1)}{\Delta x} = \varepsilon_0 \varepsilon_\infty \left(\frac{E_y^{n+1}(i) - E_y^n(i)}{\Delta t}\right) + \sigma \left(\frac{E_y^{n+1}(i) + E_y^n(i)}{2}\right) + \frac{1}{2} \cdot \left[\left(1 + \frac{2 - \Gamma \Delta t}{2 + \Gamma \Delta t}\right) J_y^n(i) + \frac{\omega_p^2 \varepsilon_0 \Delta t}{2 + \Gamma \Delta t} \left(E_y^{n+1}(i) + E_y^n(i)\right) \right] \quad (6.36)$$

El primer término del segundo miembro de la ecuación 6.36 es equivalente al caso de tratar solamente con un dieléctrico cuya permitividad relativa es ε_{∞} , el segundo incorpora la conductividad, mientras que el tercer término está asociado a la permitividad dada por el modelo de Drude en forma de corriente de polarización.

El estado temporal asociado a todos los campos involucrados (E_y , $H_z y J_y$), permite el cálculo explicito del valor de E_y en el nuevo estado temporal n+1 a partir de información de estados temporales anteriores, por tanto para obtener la ecuación de evolución temporal para el campo eléctrico solamente resta despejar E_y^{n+1} (eq.6.37).

$$E_{y}^{n+1}(i) = \frac{2\varepsilon_{0}\varepsilon_{\infty} - \Delta t \left(\frac{\omega_{p}^{2}\varepsilon_{0}\Delta t}{2 + \Gamma\Delta t} + \sigma\right)}{2\varepsilon_{0}\varepsilon_{\infty} + \Delta t \left(\frac{\omega_{p}^{2}\varepsilon_{0}\Delta t}{2 + \Gamma\Delta t} + \sigma\right)} E_{y}^{n}(i) - \frac{1}{2} \cdot \frac{2\Delta t \left(1 + \frac{2 - \Gamma\Delta t}{2 + \Gamma\Delta t}\right)}{2\varepsilon_{0}\varepsilon_{\infty} + \Delta t \left(\frac{\omega_{p}^{2}\varepsilon_{0}\Delta t}{2 + \Gamma\Delta t} + \sigma\right)} J_{y}^{n}(i) - \frac{2\Delta t}{2\varepsilon_{0}\varepsilon_{\infty} + \Delta t \left(\frac{\omega_{p}^{2}\varepsilon_{0}\Delta t}{2 + \Gamma\Delta t} + \sigma\right)} \cdot \frac{H_{z}^{n+1/2}(i) - H_{z}^{n+1/2}(i-1)}{\Delta x} \quad (6.37)$$

El algoritmo de evolución temporal para el cálculo de los nuevos valores asociados a los campos E_y, H_z y J_y se realiza según indica el esquema de la figura 6.12.



Fig.6.12 Esquema de orden de cálculo de variables para la construcción del algoritmo ADE.

Partiendo del valor previamente computado para el estado temporal t = n del campo eléctrico E_y se calcula el valor del campo magnético H_z en el estado temporal t = n+1/2 (eq.6.38a). Con este último y la corriente J_y en el momento t = n, se procede a calcular el valor del campo eléctrico E_y en el instante t = n+1 (eq.6.38b), actualizando finalmente la corriente J_y a este mismo estado temporal (eq.6.38c). La ejecución continua volviendo a desarrollarse en el mismo orden.

$$H_{z}^{n+1/2}(i) = H_{z}^{n-1/2}(i) - \frac{\Delta t}{\mu_{0}\mu_{R}} \cdot \frac{E_{y}^{n}(i+1) - E_{y}^{n}(i)}{\Delta x} \quad (6.38a)$$

$$E_{y}^{n+1}(i) = \frac{2\varepsilon_{0}\varepsilon_{\infty} - \Delta t \left(\frac{\omega_{p}^{2}\varepsilon_{0}\Delta t}{2 + \Gamma\Delta t} + \sigma\right)}{2\varepsilon_{0}\varepsilon_{\infty} + \Delta t \left(\frac{\omega_{p}^{2}\varepsilon_{0}\Delta t}{2 + \Gamma\Delta t} + \sigma\right)} E_{y}^{n}(i) - \frac{1}{2} \cdot \frac{2\Delta t \left(1 + \frac{2 - \Gamma\Delta t}{2 + \Gamma\Delta t}\right)}{2\varepsilon_{0}\varepsilon_{\infty} + \Delta t \left(\frac{\omega_{p}^{2}\varepsilon_{0}\Delta t}{2 + \Gamma\Delta t} + \sigma\right)} J_{y}^{n}(i)$$

$$- \frac{2\Delta t}{2\varepsilon_{0}\varepsilon_{\infty} + \Delta t \left(\frac{\omega_{p}^{2}\varepsilon_{0}\Delta t}{2 + \Gamma\Delta t} + \sigma\right)} \cdot \frac{H_{z}^{n+1/2}(i) - H_{z}^{n+1/2}(i-1)}{\Delta x} \quad (6.38b)$$

$$J_{y}^{n+1}(i) = \frac{2 - \Gamma\Delta t}{2 + \Gamma\Delta t} J_{y}^{n}(i) + \frac{\omega_{p}^{2}\varepsilon_{0}\Delta t}{2 + \Gamma\Delta t} \left(E_{y}^{n+1}(i) + E_{y}^{n}(i)\right) \quad (6.38c)$$

El empleo de unos buenos parámetros ε_{∞} , ω_p y Γ introducidos por el modelo de Drude para la simulación de metales es fundamental para obtener resultados fieles a la realidad. La obtención de los buenos parámetros se lleva a cabo a partir del ajuste en el rango de frecuencias seleccionado para realizar la simulación, de los valores experimentales obtenidos para el índice de refracción complejo del metal seleccionado [15,16,19,20].

$$N = n + i\kappa$$
 (6.39), $\varepsilon_R = N^2$ (6.40)

El índice de refracción complejo N, se compone de una parte real n, la cual se corresponde con el índice de refracción real, y el término complejo κ que introduce la absorción debida a las corrientes generadas en los metales (eq.6.39). Para relacionar este índice con la permitividad eléctrica de un material se utiliza la expresión 6.40. No introduciremos el término de la conductividad σ en el cálculo, ya que la absorción en el caso de los metales nos la introduce la parte compleja del propio modelo de Drude.

Sustituyendo la ecuación 6.39 en 6.40 y separando el resultado en parte real e imaginaria obtenemos las expresiones 6.41.

$$\operatorname{Re}(\varepsilon_{R}) = n^{2} - \kappa^{2}$$
 (6.41*a*) , $\operatorname{Im}(\varepsilon_{R}) = 2n\kappa$ (6.41*b*)

A partir de las ecuaciones 6.41 podemos calcular los valores de las partes real e imaginaria asociadas a la permitividad eléctrica del material, utilizando los datos de n y κ tabulados [12,17,18], los cuales pueden ser introducidos en un modelo de ajuste por mínimos cuadrados a las funciones para ϵ_R dadas por Drude.

$$\operatorname{Re}\left(\varepsilon_{R}^{Drude}\right) = \varepsilon_{\infty} - \frac{\omega_{p}^{2}}{\omega^{2} + \Gamma^{2}} \quad (6.42a) \quad , \quad \operatorname{Im}\left(\varepsilon_{R}^{Drude}\right) = \frac{\omega_{p}^{2}\Gamma}{\omega^{3} + \omega\Gamma^{2}} \quad (6.42b)$$

Observando las ecuaciones 6.42, observamos que el parámetro ε_{∞} solamente se ajusta a partir de la parte real, y que en función de ambos comportamientos (parte real y parte imag. vs frecuencia) se pueden obtener distintos valores para el mismo parámetro. Para realizar el ajuste de todos los parámetros al mismo tiempo, la función introducida será la resta de las partes real e imaginaria de la permitividad.

$$\left[\operatorname{Re}\left(\varepsilon_{R}^{Drude}\right)\right] - \left[\operatorname{Im}\left(\varepsilon_{R}^{Drude}\right)\right] = \left(\varepsilon_{\infty} - \frac{\omega_{p}^{2}}{\omega^{2} + \Gamma^{2}}\right) - \left(\frac{\omega_{p}^{2}\Gamma}{\omega^{3} + \Gamma^{2}\omega}\right) \quad (6.43)$$

Realizaremos un ejemplo del procedimiento de ajuste en el caso de que el material seleccionado sea el aluminio, en un rango de longitudes de onda desde los 400 - 700nm, el cual barre el espectro visible.



Componentes Indice Refraccion AI

Fig.6.13 Comportamiento de las componentes real (n) y compleja (κ) del índice de refracción complejo del aluminio en el rango de longitudes de onda de los 400 - 700nm.

Partimos de los datos medidos por Palik [18] para el índice de refracción complejo del aluminio (fig.6.13). Se observa directamente que en el rango de frecuencias seleccionado para el ajuste, la parte compleja de N es mayor que la parte real del mismo, indicando que la absorción en el medio es importante.

Para realizar de una forma eficiente el ajuste, es recomendable expresar la frecuencia de la radiación en su número de onda (cm⁻¹), debido a que al trabajar en un rango del orden de 10⁴ en el eje de abscisas en el primer caso, el algoritmo de ajuste tiene problemas para alcanzar la convergencia.



Fig.6.14 Gráfica de ajuste de la función $|\epsilon_R|$ para la obtención de los buenos parámetros (a) en el rango de los 400 - 1000nm, y comparativa de las partes real e imaginaria obtenidas por el modelo de Drude y datos experimentales.

La gráfica 6.14a muestra los valores de la función de ajuste, evaluados en el intervalo de 400 - 700nm de longitud de onda. La línea roja continua representa el comportamiento de dicha función descrita mediante el modelo de Drude para los valores ajustados por mínimos cuadrados de $\varepsilon_{R, } \omega_{P} \gamma \Gamma$. Las curvas de la figura 6.14b muestran los valores calculados a partir de las medidas del índice de refracción complejo, asociados a las partes real e imaginaria de la permitividad eléctrica relativa, comparándola con los valores de las mismas calculados. En el caso del aluminio, el comportamiento obtenido por Drude tanto para la parte real como imaginaria de la permitividad eléctrica relativa del material es satisfactoria, en el rango de ajuste seleccionado.

El empleo de la función de ajuste mostrada en la ecuación 6.43, es fruto de un proceso de ensayo y error, mientras que otros autores prefieren utilizar otras diferentes [15]. En cualquier caso, es fundamental independientemente de la función elegida, comparar la predicción del modelo con los datos experimentales ya que, por ejemplo en nuestro caso, la función resta (eq.6.43) es insensible a un desplazamiento colectivo de ambas curvas hacia valores mayores o menores de la permitividad (adición de un fondo continuo) y más efectos.

Los parámetros finales obtenidos para las distintas constantes del material han de ser reconvertidos a las unidades naturales de frecuencia empleadas en el código para su correcta implementación, las cuales son en nuestro caso rad/s.

En base a lo anteriormente expuesto, se muestra a continuación una tabla con los mejores parámetros obtenidos para el ajuste de diferentes metales que serán empleados en futuras simulaciones.

| Metal | £∞ | $\omega_{\sf p}$ (x10 ¹⁶ rad/s) | Γ (x10 ¹⁴ rad/s) |
|-------|-----|--|------------------------------------|
| Al | 1.0 | 2.3681 | 12.7504 |
| Ag | 1.0 | 1.201 | 4.9929 |
| Au | 1.0 | 1.1349 | 4.8357 |
| Со | 1.0 | 1.5762 | 28.791 |

Tabla6.2 Parámetros de ajuste del modelo de Drude a partir de los datos del índice de refracción complejo para diferentes metales.



Numero de Onda (cm⁻¹)

Fig.6.15 Curvas de comparación de los valores para las partes real e imaginaria de la permitividad eléctrica relativa, obtenida mediante el modelo de Drude con los parámetros de la tabla 5.2, y a partir de los datos experimentales.

Se observa en las gráficas mostradas en la figura 6.15 que los metales que mejor se ajustan al modelo de Drude en el rango visible del espectro electromagnético son la plata y el aluminio. Tanto el cobalto como el oro, presentan discrepancias en los valores ajustados en todo el rango, las cuales introducen errores y artefactos numéricos en las simulaciones. Estas discrepancias son debidas a que el modelo de Drude describe adecuadamente el comportamiento de los electrones libres del material y por tanto, todos los procesos ópticos originados por transiciones electrónicas inter-banda no pueden ser reproducidos [16]. Para simular estas contribuciones, existen modelos de permitividad más complejos que incorporan al modelo Drude ya descrito [7,20], un comportamiento Lorentziano que localiza la energía de dichas transiciones [7,16,19].

$$\varepsilon_{R}(\omega) = \varepsilon_{\infty} - \underbrace{\frac{\omega_{D}^{2}}{\omega^{2} + i\omega\Gamma_{D}}}_{Drude} - \underbrace{\frac{\sigma}{i\omega\varepsilon_{0}}}_{Conductividad} - \underbrace{\sum_{n=1}^{N} \frac{\Delta\varepsilon_{n} \, \omega_{n}^{2}}{\omega_{n}^{2} + 2i\omega\delta_{n} + \omega^{2}}}_{Lorentz} \quad (5.44)$$

Partiendo de la relación de dispersión para la permitividad relativa descrita en la ecuación 6.44, el procedimiento para obtener las ecuaciones de evolución temporal es el mismo ya descrito para el modelo de Drude. En la expresión se aprecian claramente cada uno de los términos asociados a los diferentes comportamientos, teniendo en cuenta, que al igual que en el caso anterior, el término de conductividad se incluye para generalizar el modelo.

Cabe destacar que se obtendrán tantas corrientes de polarización J_n^{Lorentz} como polos Lorentz sean introducidos en el modelo (n=1,2,...,N), además de la introducida por el propio modelo de Drude J^{Drude}. Esto significa que los requerimientos de memoria para el cálculo aumentan en "3dn" nuevas variables al introducir el último término de la permitividad, donde d es la dimensionalidad del problema y n el número de polos Lorentz utilizados para el ajuste [7]. En el caso unidimensional, este incremento no supone un problema, pero al irse a sistemas bidimensionales los requerimientos comienzan a ser excesivos para los ordenadores convencionales. Por esta razón el código que se describirá a continuación para la resolución del problema bidimensional solamente incluye un término Drude para la simulación de los materiales metálicos.

6.2 2D-FDTD

Al igual que en el caso de una dimensión partimos de las ecuaciones de Maxwell (eq.6.5 y 6.6), las cuales han de ser particularizadas al problema bidimensional a tratar. Existen dos enfoques diferentes el base a la configuración de campos a ser representados en el esquema computacional, siendo estos los modos transversal magnético y eléctrico [7-9]. En el primero de los modos, las componentes de los campos empleados en el cálculo son la terna $[H_x, H_y, E_z]$, y el segundo emplea las componentes $[E_x, E_y, H_z]$.

Transversal Magnético (TM)

$$\frac{\partial E_z}{\partial y} = -\mu_0 \mu_R \frac{\partial H_x}{\partial t} \quad , \quad \frac{\partial E_z}{\partial x} = \mu_0 \mu_R \frac{\partial H_y}{\partial t} \quad , \quad \frac{\partial H_y}{\partial x} - \frac{\partial H_x}{\partial y} = \varepsilon_0 \varepsilon_R \frac{\partial E_z}{\partial t} \quad (6.45a, b, c)$$

Transversal Eléctrico (TE)

$$\frac{\partial H_z}{\partial y} = \varepsilon_0 \varepsilon_R \frac{\partial E_x}{\partial t} \quad , \quad -\frac{\partial H_z}{\partial x} = \varepsilon_0 \varepsilon_R \frac{\partial E_y}{\partial t} \quad , \quad \frac{\partial E_y}{\partial x} - \frac{\partial E_x}{\partial y} = -\mu_0 \mu_R \frac{\partial H_z}{\partial t} \quad (6.46a, b, c)$$

La elección de una u otra representación se realiza en base al objetivo del código a desarrollar, y a sus capacidades. En nuestro caso se ha desarrollado un código con

capacidad de simulación del comportamiento magneto-óptico en el rango visible, de nanoestructuras metálicas en la configuración de efecto Kerr transversal.

6.2.1 Metales Magneto-Ópticos

El efecto es introducido en la simulación en base a la permitividad eléctrica del material, para lo cual es necesario utilizar el carácter tensorial de la misma.

$$\widehat{\varepsilon}_{R}(\omega) = \begin{pmatrix} \varepsilon_{11}(\omega) & \varepsilon_{12}(\omega) & 0\\ \varepsilon_{21}(\omega) & \varepsilon_{22}(\omega) & 0\\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} \quad (6.47a)$$
$$\varepsilon_{11}(\omega) = \varepsilon_{22}(\omega) = \varepsilon_{\infty} - \frac{\omega_{p}^{2}}{\omega^{2} + i\omega\Gamma} - \frac{\sigma}{i\omega\varepsilon_{0}} \quad (6.47b)$$
$$\varepsilon_{12}(\omega) = -\varepsilon_{21}(\omega) = i \left(\varepsilon_{\infty} - \frac{\omega_{p}^{2}}{\omega^{2} + i\omega\Gamma} - \frac{\sigma}{i\omega\varepsilon_{0}}\right) Q \quad (6.47c)$$

Las expresiones 6.47 muestran la forma del tensor permitividad eléctrica de un metal magneto-óptico particularizado para la configuración del efecto Kerr transversal [2]. El comportamiento dispersivo metálico es simulado introduciendo un término Drude, mientras que el carácter magneto-óptico es introducido en los términos no diagonales del tensor mediante el factor Q, el cual será considerado independiente de la frecuencia de la radiación en primera aproximación. En vista de la forma del tensor magneto-óptico del efecto Kerr transversal, queda claro que la configuración bidimensional para el desarrollo del código es la transversal eléctrica.

A continuación se mostrará el proceso de derivación de las ecuaciones de evolución temporal del algoritmo FDTD en este contexto, centrándonos en el caso del cálculo del campo eléctrico (eq. 6.46a,b), ya que la expresión para el campo magnético (eq. 6.46c) lleva asociado el tensor permeabilidad magnética μ_R , el cual para el rango visible se puede aproximar la unidad [21], y por extensión, su tensor asociado por la matriz identidad.

$$\nabla \times \vec{H}(\omega) = -i\omega\varepsilon_{0}\widehat{\varepsilon}_{R}(\omega)\vec{E}(\omega) \Rightarrow \begin{vmatrix} \vec{u}_{x} & \vec{u}_{y} & \vec{u}_{z} \\ \frac{\partial}{\partial x} & \frac{\partial}{\partial y} & \frac{\partial}{\partial z} \\ H_{x}(\omega) & H_{y}(\omega) & H_{z}(\omega) \end{vmatrix} = \\ -i\omega\varepsilon_{0} \left(\frac{\varepsilon_{\infty} - \frac{\omega_{p}^{2}}{\omega^{2} + i\omega\Gamma} - \frac{\sigma}{i\omega\varepsilon_{0}}}{0} i\left(\varepsilon_{\infty} - \frac{\omega_{p}^{2}}{\omega^{2} + i\omega\Gamma} - \frac{\sigma}{i\omega\varepsilon_{0}}\right)Q & 0 \\ -i\left(\varepsilon_{\infty} - \frac{\omega_{p}^{2}}{\omega^{2} + i\omega\Gamma} - \frac{\sigma}{i\omega\varepsilon_{0}}\right)Q & \varepsilon_{\infty} - \frac{\omega_{p}^{2}}{\omega^{2} + i\omega\Gamma} - \frac{\sigma}{i\omega\varepsilon_{0}} & 0 \\ 0 & 0 & 1 \\ \end{vmatrix} \cdot \begin{pmatrix} E_{x}(\omega) \\ E_{y}(\omega) \\ E_{z}(\omega) \end{pmatrix} \quad (6.48)$$

La ecuación 6.48 muestra la relación vectorial dada por la ley de Ampere. En ella es patente ya la necesidad de utilizar el modo transversal eléctrico para la implementación del código 2D-FDTD, ya que los términos que se van a interrelacionar debido al efecto Kerr transversal son los correspondientes al campo eléctrico contenido en el plano de incidencia de la luz (E_x E_y). La diferencia entre el tensor para el efecto Kerr transversal mostrado en la ecuación 2.4c del capítulo segundo es debida a las diferencias entre el sistema de coordenadas tomado en uno y otro caso, coincidiendo en ambos con las componentes del campo eléctrico pertenecientes al plano de incidencia.

Separando la expresión 6.48 en componentes se obtienen las expresiones 6.49.

$$\frac{\partial H_{z}(\omega)}{\partial y} = -i\omega\varepsilon_{0} \left(\varepsilon_{\infty} - \frac{\omega_{p}^{2}}{\omega^{2} + i\omega\Gamma} - \frac{\sigma}{i\omega\varepsilon_{0}} \right) E_{x}(\omega)$$
$$-i\omega\varepsilon_{0} \left[\left(\varepsilon_{\infty} - \frac{\omega_{p}^{2}}{\omega^{2} + i\omega\Gamma} - \frac{\sigma}{i\omega\varepsilon_{0}} \right) \cdot (iQ) \right] E_{y}(\omega) \quad (6.49a)$$
$$-\frac{\partial H_{z}}{\partial x} = -i\omega\varepsilon_{0} \left[\left(\varepsilon_{\infty} - \frac{\omega_{p}^{2}}{\omega^{2} + i\omega\Gamma} - \frac{\sigma}{i\omega\varepsilon_{0}} \right) \cdot (-iQ) \right] E_{x}(\omega)$$
$$-i\omega\varepsilon_{0} \left(\varepsilon_{\infty} - \frac{\omega_{p}^{2}}{\omega^{2} + i\omega\Gamma} - \frac{\sigma}{i\omega\varepsilon_{0}} \right) E_{y}(\omega) \quad (6.49b)$$

Las ecuaciones 6.49 se pueden separar por términos diferenciando entre los debidos a las partes diagonales y no diagonales del tensor permitividad descrito en las expresiones 6.47.

Términos Diagonales:

$$-i\omega\varepsilon_{0}\left(\varepsilon_{\infty}-\frac{\omega_{p}^{2}}{\omega^{2}+i\omega\Gamma}-\frac{\sigma}{i\omega\varepsilon_{0}}\right)E_{x}(\omega) \quad (6.50a)$$
$$-i\omega\varepsilon_{0}\left(\varepsilon_{\infty}-\frac{\omega_{p}^{2}}{\omega^{2}+i\omega\Gamma}-\frac{\sigma}{i\omega\varepsilon_{0}}\right)E_{y}(\omega) \quad (6.50b)$$

Términos No Diagonales:

$$-i\omega\varepsilon_{0}\left[\left(\varepsilon_{\infty}-\frac{\omega_{p}^{2}}{\omega^{2}+i\omega\Gamma}-\frac{\sigma}{i\omega\varepsilon_{0}}\right)\cdot(iQ)\right]E_{y}(\omega)\quad(6.51a)$$
$$-i\omega\varepsilon_{0}\left[\left(\varepsilon_{\infty}-\frac{\omega_{p}^{2}}{\omega^{2}+i\omega\Gamma}-\frac{\sigma}{i\omega\varepsilon_{0}}\right)\cdot(-iQ)\right]E_{x}(\omega)\quad(6.51b)$$

Dichos términos son iguales, dando lugar en todos los casos a corrientes de polarización en el material debidas al modelo dispersivo de tipo Drude, con la salvedad de que en el caso de los términos no diagonales 6.51, ambas corrientes van multiplicadas por los términos iQ y -iQ. Al considerar los factores magneto-ópticos Q independientes de la frecuencia de la radiación, podemos aislarlos y pasar al dominio de tiempo las ecuaciones 6.49 introduciendo las corrientes de polarización J^{Drude} en la expresión para los campos E y H, y calculando dicha corriente en base a la ecuación diferencial auxiliar 6.32 (método ADE).

$$\frac{\partial H_z(t)}{\partial y} = \varepsilon_0 \varepsilon_\infty \frac{\partial E_x(t)}{\partial t} + \sigma E_x(t) + J_x^{Drude}(t) + (iQ) \cdot \left(\varepsilon_0 \varepsilon_\infty \frac{\partial E_y(t)}{\partial t} + \sigma E_y(t) + J_y^{Drude}(t)\right) \quad (6.52a) - \frac{\partial H_z(t)}{\partial x} = \varepsilon_0 \varepsilon_\infty \frac{\partial E_y(t)}{\partial t} + \sigma E_y(t) + J_y^{Drude}(t) + (-iQ) \cdot \left(\varepsilon_0 \varepsilon_\infty \frac{\partial E_x(t)}{\partial t} + \sigma E_x(t) + J_x^{Drude}(t)\right) \quad (6.52b)$$

$$\frac{\partial J_x^{Drude}(t)}{\partial t} + \Gamma J_x^{Drude}(t) = \varepsilon_0 \omega_p^2 E_x(t) \quad , \quad \frac{\partial J_y^{Drude}(t)}{\partial t} + \Gamma J_y^{Drude}(t) = \varepsilon_0 \omega_p^2 E_y(t) \quad (6.52c, d)$$

Las ecuaciones para los campos y corrientes 6.52 serán nuestras expresiones de partida para el discretizado de las mismas e introducción en el algoritmo de evolución temporal. Al igual que en el caso unidimensional, los campos eléctricos y magnéticos están desfasados en tiempo y espacio según describe el esquema de Yee para dos dimensiones [7-10].



Fig.6.16 Esquema de Yee para los campos eléctricos y magnéticos en la resolución de problemas 2D-FDTD modo TE.

La figura 6.16 muestra el esquema de Yee para los campos eléctricos y magnéticos en el modo transversal eléctrico. La separación espacial entre las posiciones de los campos eléctricos (componentes x e y correspondientes a flechas azules y verdes respectivamente) y magnético (círculos rojos) es explícita. También se han agrupado en celdas indexadas (i,j) las ternas de campos $[E_x, E_y, H_z]$ para el cálculo de las derivadas numéricas según la aproximación mostrada en la ecuación 6.8, donde los tamaños de celda son Δx y Δy según las direcciones x e y respectivamente.

Aplicando este esquema a las ecuaciones 6.52 y a la 6.46c, se obtienen las siguientes expresiones para el cálculo de la evolución temporal de los campos eléctrico y magnético pertenecientes a la celda (i,j).

Campo Magnético:

$$\frac{E_{y}^{n}(i,j) - E_{y}^{n}(i-1,j)}{\Delta x} - \frac{E_{x}^{n}(i,j+1) - E_{y}^{n}(i,j)}{\Delta y} = -\mu_{0} \frac{H_{z}^{n+1/2}(i,j) - H_{z}^{n-1/2}}{\Delta t} \quad (6.53)$$

Campos Eléctricos:

$$\frac{H_{z}^{n+1/2}(i,j) - H_{z}^{n+1/2}(i,j-1)}{\Delta y} = \varepsilon_{0}\varepsilon_{\infty} \frac{E_{x}^{n+1}(i,j) - E_{x}^{n}(i,j)}{\Delta t} + \sigma \frac{E_{x}^{n+1}(i,j) + E_{x}^{n}(i,j)}{2} \\
+ \frac{1}{2} \cdot \left[\left(1 + \frac{2 - \Gamma\Delta t}{2 + \Gamma\Delta t} \right) J_{x}^{n}(i,j) + \frac{\omega_{p}^{2}\varepsilon_{0}\Delta t}{2 + \Gamma\Delta t} \left(E_{x}^{n+1}(i,j) + E_{x}^{n}(i,j) \right) \right] \\
+ (iQ) \cdot \left[\varepsilon_{0}\varepsilon_{\infty} \frac{E_{y}^{n+1}(i,j) - E_{y}^{n}(i,j)}{\Delta t} + \sigma \frac{E_{y}^{n+1}(i,j) + E_{y}^{n}(i,j)}{2} \\
+ \frac{1}{2} \cdot \left[\left(1 + \frac{2 - \Gamma\Delta t}{2 + \Gamma\Delta t} \right) J_{y}^{n}(i,j) + \frac{\omega_{p}^{2}\varepsilon_{0}\Delta t}{2 + \Gamma\Delta t} \left(E_{y}^{n+1}(i,j) + E_{y}^{n}(i,j) \right) \right] \right] (6.54a)$$

$$-\frac{H_{z}^{n+1/2}(i+1,j)-H_{z}^{n+1/2}(i,j)}{\Delta x} = \varepsilon_{0}\varepsilon_{\infty}\frac{E_{y}^{n+1}(i,j)-E_{y}^{n}(i,j)}{\Delta t} + \sigma\frac{E_{y}^{n+1}(i,j)+E_{y}^{n}(i,j)}{2} + \frac{1}{2}\cdot\left[\left(1+\frac{2-\Gamma\Delta t}{2+\Gamma\Delta t}\right)J_{y}^{n}(i,j)+\frac{\omega_{p}^{2}\varepsilon_{0}\Delta t}{2+\Gamma\Delta t}\left(E_{y}^{n+1}(i,j)+E_{y}^{n}(i,j)\right)\right] - (iQ)\cdot\left[\varepsilon_{0}\varepsilon_{\infty}\frac{E_{x}^{n+1}(i,j)-E_{x}^{n}(i,j)}{\Delta t} + \sigma\frac{E_{x}^{n+1}(i,j)+E_{x}^{n}(i,j)}{2} + \frac{1}{2}\cdot\left[\left(1+\frac{2-\Gamma\Delta t}{2+\Gamma\Delta t}\right)J_{x}^{n}(i,j)+\frac{\omega_{p}^{2}\varepsilon_{0}\Delta t}{2+\Gamma\Delta t}\left(E_{x}^{n+1}(i,j)+E_{x}^{n}(i,j)\right)\right]\right]$$
(6.54b)

Corrientes:

$$J_x^{n+1}(i,j) = \frac{2 - \Gamma \Delta t}{2 + \Gamma \Delta t} J_x^n(i,j) + \frac{\omega_p^2 \varepsilon_0 \Delta t}{2 + \Gamma \Delta t} \left(E_x^{n+1}(i,j) + E_x^n(i,j) \right) \quad (6.55a)$$

$$J_{y}^{n+1}(i,j) = \frac{2 - \Gamma \Delta t}{2 + \Gamma \Delta t} J_{y}^{n}(i,j) + \frac{\omega_{p}^{2} \varepsilon_{0} \Delta t}{2 + \Gamma \Delta t} \left(E_{y}^{n+1}(i,j) + E_{y}^{n}(i,j) \right) \quad (6.55b)$$

Dejaremos de lado por el momento las expresiones asociadas al cálculo del campo magnético y las corrientes, centrándonos en las correspondientes a la evolución de las componentes del campo eléctrico. De esto modo, podemos re-expresar las ecuaciones 6.54 factorizándolas en función de las componentes E_x y E_y , en sus distintos estados temporales (t=n,n+1), e introduciendo que el factor magneto-óptico se expresa como Q=Q_R+iQ_I [3].

$$\frac{H_{z}^{n+1/2}(i,j) - H_{z}^{n+1/2}(i,j-1)}{\Delta y} = E_{x}^{n+1} \left(\frac{(2\varepsilon_{0}\varepsilon_{\infty} + \sigma\Delta t) \cdot (2 + \Gamma\Delta t) + \varepsilon_{0}\omega_{p}^{2}\Delta t^{2}}{2\Delta t(2 + \Gamma\Delta t)} \right)$$
$$-E_{x}^{n} \left(\frac{(2\varepsilon_{0}\varepsilon_{\infty} - \sigma\Delta t) \cdot (2 + \Gamma\Delta t) - \varepsilon_{0}\omega_{p}^{2}\Delta t^{2}}{2\Delta t(2 + \Gamma\Delta t)} \right) + \frac{1}{2} \cdot \left[\left(1 + \frac{2 - \Gamma\Delta t}{2 + \Gamma\Delta t} \right) J_{x}^{n} \right]$$
$$+i(Q_{R} + iQ_{I}) \cdot \left[E_{y}^{n+1} \left(\frac{(2\varepsilon_{0}\varepsilon_{\infty} + \sigma\Delta t) \cdot (2 + \Gamma\Delta t) + \varepsilon_{0}\omega_{p}^{2}\Delta t^{2}}{2\Delta t(2 + \Gamma\Delta t)} \right) - E_{y}^{n} \left(\frac{(2\varepsilon_{0}\varepsilon_{\infty} - \sigma\Delta t) \cdot (2 + \Gamma\Delta t) - \varepsilon_{0}\omega_{p}^{2}\Delta t^{2}}{2\Delta t(2 + \Gamma\Delta t)} \right) + \frac{1}{2} \cdot \left[\left(1 + \frac{2 - \Gamma\Delta t}{2 + \Gamma\Delta t} \right) J_{y}^{n} \right] \right] \quad (6.56a)$$

$$-\frac{H_{z}^{n+1/2}(i+1,j)-H_{z}^{n+1/2}(i,j)}{\Delta x} = E_{y}^{n+1} \left(\frac{(2\varepsilon_{0}\varepsilon_{\infty}+\sigma\Delta t)\cdot(2+\Gamma\Delta t)+\varepsilon_{0}\omega_{p}^{2}\Delta t^{2}}{2\Delta t(2+\Gamma\Delta t)} \right)$$
$$-E_{y}^{n} \left(\frac{(2\varepsilon_{0}\varepsilon_{\infty}-\sigma\Delta t)\cdot(2+\Gamma\Delta t)-\varepsilon_{0}\omega_{p}^{2}\Delta t^{2}}{2\Delta t(2+\Gamma\Delta t)} \right) + \frac{1}{2} \cdot \left[\left(1+\frac{2-\Gamma\Delta t}{2+\Gamma\Delta t}\right)J_{y}^{n} \right]$$
$$-i(Q_{R}+iQ_{I})\cdot \left[E_{x}^{n+1} \left(\frac{(2\varepsilon_{0}\varepsilon_{\infty}+\sigma\Delta t)\cdot(2+\Gamma\Delta t)+\varepsilon_{0}\omega_{p}^{2}\Delta t^{2}}{2\Delta t(2+\Gamma\Delta t)} \right) \right]$$
$$-E_{x}^{n} \left(\frac{(2\varepsilon_{0}\varepsilon_{\infty}-\sigma\Delta t)\cdot(2+\Gamma\Delta t)-\varepsilon_{0}\omega_{p}^{2}\Delta t^{2}}{2\Delta t(2+\Gamma\Delta t)} \right) + \frac{1}{2} \cdot \left[\left(1+\frac{2-\Gamma\Delta t}{2+\Gamma\Delta t}\right)J_{x}^{n} \right] \right]$$
(6.56b)

Las expresiones 6.56 poseen términos complejos debido a la presencia de los factores $\pm i(Q_R+iQ_l)$, con lo que podemos separar dichas ecuaciones en sus partes real e imaginaria, para lo cual re-escribimos los campos magnético y eléctrico, además de la corriente, en sus componentes real y compleja.

$$\frac{\partial \left(H_{zR}^{n+1/2} + iH_{zI}^{n+1/2}\right)}{\partial y} = \left(E_{xR}^{n+1} + iE_{xI}^{n+1}\right)C_1 - \left(E_{xR}^n + iE_{xI}^n\right)C_2 + \frac{1}{2}\cdot\left(J_{xR}^n + iJ_{xI}^n\right)C_3 + i\left(Q_R + iQ_I\right)\cdot\left[\left(E_{yR}^{n+1} + iE_{yI}^{n+1}\right)C_1 - \left(E_{yR}^n + iE_{yI}^n\right)C_2 + \frac{1}{2}\cdot\left(J_{yR}^n + iJ_{yI}^n\right)C_3\right] \quad (6.57a)$$

$$-\frac{\partial \left(H_{zR}^{n+1/2} + iH_{zI}^{n+1/2}\right)}{\partial x} = \left(E_{yR}^{n+1} + iE_{yI}^{n+1}\right)C_{1} - \left(E_{yR}^{n} + iE_{yI}^{n}\right)C_{2} + \frac{1}{2} \cdot \left(J_{yR}^{n} + iJ_{yI}^{n}\right)C_{3} - i\left(Q_{R} + iQ_{I}\right) \cdot \left[\left(E_{xR}^{n+1} + iE_{xI}^{n+1}\right)C_{1} - \left(E_{xR}^{n} + iE_{xI}^{n}\right)C_{2} + \frac{1}{2} \cdot \left(J_{xR}^{n} + iJ_{xI}^{n}\right)C_{3}\right] \quad (6.57b)$$

$$H_{z} = H_{zR} + iH_{zI} \quad , \quad E_{x} = E_{xR} + iE_{xI} \quad , \quad E_{y} = E_{yR} + iE_{yI} \\ J_{x} = J_{xR} + iJ_{xI} \quad , \quad J_{y} = J_{yR} + J_{yI} \quad (6.58a, b, c, d, e)$$

$$C_{1} = \frac{\left(2\varepsilon_{0}\varepsilon_{\infty} + \sigma\Delta t\right) \cdot \left(2 + \Gamma\Delta t\right) + \varepsilon_{0}\omega_{p}^{2}\Delta t^{2}}{2\Delta t(2 + \Gamma\Delta t)} \quad , \quad C_{2} = \frac{\left(2\varepsilon_{0}\varepsilon_{\infty} - \sigma\Delta t\right) \cdot \left(2 + \Gamma\Delta t\right) - \varepsilon_{0}\omega_{p}^{2}\Delta t^{2}}{2\Delta t(2 + \Gamma\Delta t)} \\ C_{3} = 1 + \frac{2 - \Gamma\Delta t}{2 + \Gamma\Delta t}$$

Se han definido las constantes C_1 , C_2 y C_3 para simplificar la escritura de los términos, así como re-escrito cada una de las variables de campo en sus componentes real y compleja (relaciones 6.58). El objetivo de este procedimiento es desdoblar los campos eléctrico y magnético, así como la corriente, en dos variables asociadas a las partes real e imaginaria de cada uno de ellos. De esta forma buscamos resolver las ecuaciones para las componentes real e imaginaria de los campos y la corriente de forma independiente, por lo que a continuación separaremos en parte real y compleja las expresiones 6.57 obteniendo un sistema de cuatro ecuaciones (eq.6.59).

$$\frac{H_{zR}^{n+1/2}(i,j) - H_{zR}^{n+1/2}(i,j-1)}{\Delta y} = E_{xR}^{n+1}C_1 - E_{xR}^nC_2 + \frac{C_3}{2}J_{xR}^n - C_1(Q_I E_{yR}^{n+1} + Q_R E_{yI}^{n+1}) + C_2(Q_I E_{yR}^n + Q_R E_{yI}^n) - \frac{C_3}{2}(Q_I J_{yR}^n + Q_R J_{yI}^n) \quad (6.59a)$$

$$\frac{H_{zI}^{n+1/2}(i,j) - H_{zI}^{n+1/2}(i,j-1)}{\Delta y} = E_{xI}^{n+1}C_1 - E_{xI}^nC_2 + \frac{C_3}{2}J_{xI}^n - C_1(Q_R E_{yR}^{n+1} - Q_I E_{yI}^{n+1}) - C_2(Q_R E_{yR}^n - Q_I E_{yI}^n) + \frac{C_3}{2}(Q_R J_{yR}^n - Q_I J_{yI}^n)$$
(6.59b)

$$-\frac{H_{zR}^{n+1/2}(i+1,j) - H_{zR}^{n+1/2}(i,j)}{\Delta x} = E_{yR}^{n+1}C_1 - E_{yR}^nC_2 + \frac{C_3}{2}J_{yR}^n + C_1(Q_I E_{xR}^{n+1} + Q_R E_{xI}^{n+1}) - C_2(Q_I E_{xR}^n + Q_R E_{xI}^n) + \frac{C_3}{2}(Q_I J_{xR}^n + Q_R J_{xI}^n) \quad (6.59c)$$

$$-\frac{H_{zI}^{n+1/2}(i+1,j) - H_{zI}^{n+1/2}(i,j)}{\Delta x} = E_{yI}^{n+1}C_1 - E_{yI}^nC_2 + \frac{C_3}{2}J_{yI}^n - C_1(Q_R E_{xR}^{n+1} - Q_I E_{xI}^{n+1}) + C_2(Q_R E_{xR}^n - Q_I E_{xI}^n) - \frac{C_3}{2}(Q_R J_{xR}^n - Q_I J_{xI}^n)$$
(6.59d)

Las ecuaciones 6.59a y 6.59c se corresponden a las partes reales de las expresiones 6.57a y 6.57b respectivamente, mientras que las 6.59b y 6.59d están asociadas a las partes imaginarias de las mismas expresiones. Resolviendo el sistema de ecuaciones 6.59, donde las incógnitas son las componentes del campo eléctrico en el estado temporal t=n+1, se obtienen las ecuaciones de evolución temporal para las partes real e imaginaria por separado, de cada una de las componentes E_x y E_y .

$$E_{xR}^{n+1}(i,j) = \frac{C_2}{C_1} \cdot E_{xR}^n(i,j) - \frac{\partial HzR\partial x \cdot Q_1 - \partial HzI\partial x \cdot Q_2 - \partial HzR\partial y \cdot Q_3 + \partial HzR\partial y \cdot Q_4}{C_1 \cdot Q_5} - \frac{C_3}{2C_1} \cdot J_{xR}^n(i,j) \quad (6.60a)$$

$$E_{xl}^{n+1}(i,j) = \frac{C_2}{C_1} \cdot E_{xl}^n(i,j) - \frac{\partial HzR\partial x \cdot Q_2 + \partial HzI\partial x \cdot Q_1 - \partial HzR\partial y \cdot Q_4 - \partial HzR\partial y \cdot Q_3}{C_1 \cdot Q_5} - \frac{C_3}{2C_1} \cdot J_{xl}^n(i,j) \quad (6.60b)$$

$$E_{yR}^{n+1}(i,j) = \frac{C_2}{C_1} \cdot E_{yR}^n(i,j) - \frac{\partial HzR\partial x \cdot Q_3 - \partial HzI\partial x \cdot Q_4 + \partial HzR\partial y \cdot Q_1 - \partial HzR\partial y \cdot Q_2}{C_1 \cdot Q_5} - \frac{C_3}{2C_1} \cdot J_{yR}^n(i,j) \quad (6.60c)$$

$$E_{yl}^{n+1}(i,j) = \frac{C_2}{C_1} \cdot E_{yl}^n(i,j) - \frac{\partial HzR\partial x \cdot Q_4 + \partial HzI\partial x \cdot Q_3 + \partial HzR\partial y \cdot Q_2 + \partial HzR\partial y \cdot Q_1}{C_1 \cdot Q_5} - \frac{C_3}{2C_1} \cdot J_{yl}^n(i,j) \quad (6.60d)$$

$$\partial HzR\partial x = \frac{H_{zR}^{n+1/2}(i+1,j) - H_{zR}^{n+1/2}(i,j)}{\Delta x} , \quad \partial HzI\partial x = \frac{H_{zI}^{n+1/2}(i+1,j) - H_{zI}^{n+1/2}(i,j)}{\Delta x}$$
$$\partial HzR\partial y = \frac{H_{zR}^{n+1/2}(i,j) - H_{zR}^{n+1/2}(i,j-1)}{\Delta y} , \quad \partial HzI\partial y = \frac{H_{zI}^{n+1/2}(i,j) - H_{zI}^{n+1/2}(i,j-1)}{\Delta y}$$
$$Q_{1} = Q_{I}^{3} + Q_{I}Q_{R}^{2} + Q_{I} , \quad Q_{2} = Q_{I}^{2}Q_{R} + Q_{R}^{3} - Q_{R} , \quad Q_{3} = Q_{I}^{2} - Q_{R}^{2} + 1$$
$$Q_{4} = 2Q_{I}Q_{R} , \quad Q_{5} = Q_{I}^{4} + Q_{R}^{4} + 2Q_{I}^{2}Q_{R}^{2} + 2Q_{I}^{2} - 2Q_{R}^{2} + 1$$

En las ecuaciones para las partes real e imaginaria de las componentes del campo eléctrico en el nuevo estado temporal (eq.6.60) se han abreviado las variables provenientes de las derivadas espaciales del campo magnético, así como introducido una serie de constantes Q_i con i=1,...,5, dependientes del factor magneto-óptico Q. Una forma rápida de probar la validez de las soluciones consiste en hacer que el valor de Q sea nulo, haciendo que tanto su parte real como imaginaria sean cero. De esta forma se observa que las derivadas espaciales del campo magnético que persisten en las ecuaciones 6.60 son las asociadas a la constante Q_3 debido a poseer esta un término independiente de los valores derivados del factor Q. Las derivadas persistentes corresponden a las naturales descritas en el modo TE a partir de las ecuaciones 6.46.

Las ecuaciones 6.60 para el campo eléctrico, junto con la 6.53 y las 6.55 para el campo magnético y las corrientes respectivamente, conforman en base al algoritmo explicado en la figura 6.12, el esquema de evolución temporal para el código con capacidad para simular materiales dieléctricos (ε_{∞}), dieléctricos con pérdidas y malos conductores ($\varepsilon_{\infty},\sigma$), metales ($\varepsilon_{\infty},\omega_{p},\Gamma$) y metales con propiedades magneto-ópticas ($\varepsilon_{\infty},\omega_{p},\Gamma$,Q).

El único elemento restante para completar el algoritmo descrito es la introducción de unas condiciones en las regiones más externas del espacio de simulación, de forma que se evite el problema, ya descrito en el sistema unidimensional (fig.6.6), asociado al truncamiento del espacio de simulación, para lo cual se empleará el método de la CPML [9,22].

6.2.2 Condiciones de Frontera en 2D

En el caso bidimensional, la implementación de unas condiciones en las fronteras del espacio de simulación, tales que eviten falsas reflexiones no es tan obvio como sucedía en el problema en una dimensión (fig.6.7), ya que en dos dimensiones, las ondas electromagnéticas simuladas, no poseen una única dirección de propagación sino que tienen libertad para propagarse en el plano (fig.6.17).



Fig.6.17 Ejemplo simulación fuente sinusoidal H₂ puntual en 2D. Simulación realizada con $\Delta x=\Delta y=20$ nm y $\lambda=633$ nm en el vacío $\epsilon_{R}=1.0$.

La figura 6.17 muestra la simulación en el modo TE de una fuente puntual en el campo H_z con dependencia temporal sinusoide en el vacío. El tiempo de simulación ha sido elegido de forma que no se alcancen los bordes del espacio de cálculo. La longitud de onda de la radiación utilizada en la fuente es de λ =633nm en el vacío, y los tamaños de celda empleados han sido de $\Delta x=\Delta y=20$ nm, dando un muestreo razonable por longitud de onda ($\lambda/\Delta x\approx 32$). Se observa el hecho de que la perturbación introducida por la fuente localizada en la posición (2420nm,2420nm), se propaga en todas las direcciones del espacio de cálculo bidimensional.

El enfoque que emplearemos para solventar el problema de las reflexiones espurias, es la definición de un medio en los extremos del espacio de simulación, el cual absorba sin reflejar los campos magnético y eléctrico atenuándolos de forma que al alcanzar los extremos del medio y reflejarse, la amplitud de los campos sea suficientemente pequeña como para no falsear los resultados de la simulación (fig.6.18).



Fig.6.18 Esquema de la distribución del medio artificial absorbente definido en los extremos del espacio de simulación, así como el efecto de dicho medio sobre la amplitud de los campos incidentes.

La región descrita en la figura 6.18 como absorbente, no introduce un cambio de impedancia óptica para una onda que se propaga desde el espacio de simulación incidiendo en el medio ficticio introducido, con lo que la reflexión de energía hacia el interior del espacio de simulación debida a esta intercara es nula. Así mismo, el medio posee conductividades ficticias eléctricas y magnéticas que son las responsables de la disminución de dichos campos. Este método de terminación del espacio de simulación fue introducido por Jean Pierre Berenger en 1993 [23], definiéndolo como "Perfectly Matched Layer" o PML. La PML de Berenger está pensada para terminar espacios de trabajo en los que el medio limítrofe con la propia PML sea el vacío, con lo que la técnica ha evolucionado para adecuarla a la terminación de medios generales. Así nacen la "uniaxial-PML" (UPML) [7,24] y la "convolutional-PML" (CPML) [7,9,22], empleando en nuestro caso esta última.

En nuestro código se ha implementado la CPML para medios dieléctricos con permitividad eléctrica relativa arbitraria, y absorción no dispersiva también arbitraria. En el caso de materiales metálicos, no es necesaria la implementación de la CPML debido a que ellos mismos ya presentan las propiedades de atenuación de los campos eléctrico y magnético de forma natural.

A continuación se muestra como obtener las ecuaciones de evolución temporal en la región CPML para nuestro código 2D-FDTD, partiendo de las ecuaciones de Maxwell en el dominio de frecuencias modificadas para el medio absorbente [25] y particularizadas al modo TE bidimensional.

$$-i\omega\varepsilon_{0}\varepsilon_{r}E_{x} + \sigma E_{x} = \frac{1}{S_{ey}} \cdot \frac{\partial H_{z}}{\partial y} \quad , \quad -i\omega\varepsilon_{0}\varepsilon_{r}E_{y} + \sigma E_{y} = -\frac{1}{S_{ex}} \cdot \frac{\partial H_{z}}{\partial x} \quad (6.61a,b)$$
$$-i\omega\mu_{0}H_{z} = -\frac{1}{S_{Mx}} \cdot \frac{\partial E_{y}}{\partial x} + \frac{1}{S_{My}} \cdot \frac{\partial E_{x}}{\partial y} \quad (6.61c)$$

En las ecuaciones 6.61 se introducen los parámetros característicos del material que hace frontera con la CPML (ε_r, σ). Para la ecuación 6.61c no se introduce una permeabilidad magnética relativa ya que en el rango óptico, como ya se ha mencionado, $\mu_r \approx 1$. En el segundo miembro de todas las expresiones aparecen los términos $1/S_{ei}$ y $1/S_{Mi}$ i=x,y. Estos términos se derivan del planteamiento propuesto por Berenger [23], donde las componentes de los campos electromagnéticos son expandidas en dos partes. En el caso de la CPML los términos añadidos al segundo miembro de las ecuaciones de Maxwell (6.61) quedan definidos como sigue [26]:

$$S_{ex} = k_{ex} - \frac{\sigma_{Pex}}{\alpha_{ex} - i\omega\varepsilon_0} , \quad S_{ey} = k_{ey} - \frac{\sigma_{Pey}}{\alpha_{ey} - i\omega\varepsilon_0} \quad (6.62a, b)$$
$$S_{Mx} = k_{Mx} - \frac{\sigma_{PMx}}{\alpha_{Mx} - i\omega\varepsilon_0} , \quad S_{My} = k_{My} - \frac{\sigma_{PMy}}{\alpha_{My} - i\omega\varepsilon_0} \quad (6.62c, d)$$

Donde σ_{Pei} y σ_{PMi} con i=x,y, se corresponden con las conductividades eléctricas y magnéticas ficticias de la CPML respectivamente, mientras que k_{ei} , k_{Mi} α_{ei} y α_{Mi} con i=x,y son los parámetros que permitirán adaptar adecuadamente la impedancia óptica entre el medio real simulado y la CPML, así como entre diferentes capas de CPML para evitar las reflexiones. Decimos entre distintas capas de la CPML ya que el medio artificial que la conforma va incrementando la absorción a medida que se penetra en el, para de esta forma disminuir el número de celdas necesarias para prácticamente anular la intensidad de los campos eléctrico y magnético.

$$\varepsilon_{0}\varepsilon_{r}\frac{\partial E_{x}}{\partial t} + \sigma E_{x} = \breve{S}_{ey} * \frac{\partial H_{z}}{\partial y} , \quad \varepsilon_{0}\varepsilon_{r}\frac{\partial E_{y}}{\partial t} + \sigma E_{y} = -\breve{S}_{ex} * \frac{\partial H_{z}}{\partial x} \quad (6.63a,b)$$

$$\mu_{0}\frac{\partial H_{z}}{\partial t} = -\breve{S}_{Mx} * \frac{\partial E_{y}}{\partial x} + \breve{S}_{My} * \frac{\partial E_{x}}{\partial y} \quad (6.63c)$$

$$\breve{S}_{ei} = \frac{\delta(t)}{k_{ei}} - \frac{\sigma_{Pei}}{\varepsilon_{0}k_{ei}^{2}} \exp\left[-t\left(\frac{\sigma_{Pei}}{\varepsilon_{0}k_{ei}} + \frac{\alpha_{ei}}{\varepsilon_{0}}\right)\right]u(t) , \quad i = x, y \quad (6.64a)$$

$$\breve{S}_{Mi} = \frac{\delta(t)}{k_{Mi}} - \frac{\sigma_{PMi}}{\varepsilon_{0}k_{Mi}^{2}} \exp\left[-t\left(\frac{\sigma_{PMi}}{\varepsilon_{0}k_{Mi}} + \frac{\alpha_{Mi}}{\varepsilon_{0}}\right)\right]u(t) , \quad i = x, y \quad (6.64b)$$

Pasando a dominio de tiempo las expresiones 6.61 se obtienen las ecuaciones 6.63, en las que \check{S}_{ei} y \check{S}_{Mi} con i=x,y, se corresponde a las transformadas inversas de Laplace de $1/S_{ei}$ y $1/S_{Mi}$ respectivamente (eq.6.64). Dentro de estas, las funciones temporales $\delta(t)$ y u(t) representan respectivamente la distribución delta de Dirac o función impulso y la función escalón o de Heaviside [9,26]. Así mismo, al pasar a dominio de tiempos, el producto en el espacio de frecuencias entre 1/S y las derivadas espaciales de los campos se convierte en una convolución, la cual se indica mediante el símbolo * en las ecuaciones 6.63. La convolución de la Delta con cualquier otra función, da como resultado la evaluación de la función en el instante temporal en la que se localiza la función impulso.

$$\begin{split} \varepsilon_{0}\varepsilon_{r}\frac{\partial E_{x}}{\partial t} + \sigma E_{x} &= \frac{1}{k_{ey}} \cdot \frac{\partial H_{z}}{\partial y} + \xi_{ey} * \frac{\partial H_{z}}{\partial y} \quad , \quad \varepsilon_{0}\varepsilon_{r}\frac{\partial E_{y}}{\partial t} + \sigma E_{y} = -\frac{1}{k_{ex}} \cdot \frac{\partial H_{z}}{\partial x} - \xi_{ex} * \frac{\partial H_{z}}{\partial x} \\ \mu_{0}\frac{\partial H_{z}}{\partial t} &= -\frac{1}{k_{Mx}} \cdot \frac{\partial E_{y}}{\partial x} + \frac{1}{k_{My}} \cdot \frac{\partial E_{x}}{\partial y} - \xi_{Mx} * \frac{\partial E_{y}}{\partial x} + \xi_{My} * \frac{\partial E_{x}}{\partial y} \quad (6.65a, b, c) \\ \xi_{ei} &= -\frac{\sigma_{Pei}}{\varepsilon_{0}k_{ei}^{2}} \exp\left[-t\left(\frac{\sigma_{Pei}}{\varepsilon_{0}k_{ei}} + \frac{\alpha_{ei}}{\varepsilon_{0}}\right)\right]u(t) \quad , \quad i = x, y \\ \xi_{Mi} &= -\frac{\sigma_{PMi}}{\varepsilon_{0}k_{Mi}^{2}} \exp\left[-t\left(\frac{\sigma_{PMi}}{\varepsilon_{0}k_{Mi}} + \frac{\alpha_{Mi}}{\varepsilon_{0}}\right)\right]u(t) \quad , \quad i = x, y \end{split}$$

La convolución de las funciones de Heaviside con las derivadas espaciales de los campos magnético y eléctrico es necesario realizarlas de forma discreta, para lo cual partiendo de las expresiones re-escritas 6.65 planteamos la definición de la operación convolución.

$$\xi_{ei} * \frac{\partial H_z}{\partial i} = \int_{\tau=0}^{\tau=t} \xi_{ei}(\tau) \frac{\partial H_z(t-\tau)}{\partial i} d\tau \quad , \quad \xi_{Mi} * \frac{\partial E_j}{\partial i} = \int_{\tau=0}^{\tau=t} \xi_{Mi}(\tau) \frac{\partial E_j(t-\tau)}{\partial i} d\tau \quad (6.66a,b)$$
$$i = x, y \quad \lor \quad j = y, x$$

Cabe destacar que en la expresión 6.66b, cuando el subíndice es i=x, j=y y viceversa. Analizaremos la discretización de la ecuación 6.66a en el caso de i=x y por tanto j=y, ya que el procedimiento es análogo en el resto de casos.

$$\int_{\tau=0}^{\tau=t} \xi_{ex}(\tau) \frac{\partial H_z(t-\tau)}{\partial x} d\tau \approx \sum_{m=0}^{m=n-1} \left(-\frac{\sigma_{Pex}}{\Delta y \varepsilon_0 k_{ex}^2} \int_{\tau=m\Delta t}^{\tau=(m+1)\Delta t} \exp\left[-\tau \left(\frac{\sigma_{Pex}}{\varepsilon_0 k_{ex}} + \frac{\alpha_{ex}}{\varepsilon_0} \right) \right] d\tau \right) \\ \cdot \left(H_z^{n-m+1/2}(i+1,j) - H_z^{n-m+1/2}(i,j) \right) \quad (6.67)$$

En la expresión 6.67 los índices i y j se refieren a las posiciones de las celdas de campos descritas en la figura 6.16. Para abreviar podemos reescribir la expresión obtenida resolviendo la integral y definiendo la variable a_{ex} (eq.6.68).

$$-\frac{\sigma_{Pex}}{\Delta x \varepsilon_0 k_{ex}^2} \int_{\tau=m\Delta t}^{\tau=(m+1)\Delta t} \exp\left[-\tau \left(\frac{\sigma_{Pex}}{\varepsilon_0 k_{ex}} + \frac{\alpha_{ex}}{\varepsilon_0}\right)\right] d\tau = a_{ex} \exp\left[-\frac{m\Delta t}{\varepsilon_0} \left(\frac{\sigma_{Pex}}{k_{ex}} + \alpha_{ex}\right)\right] \quad (6.68)$$
$$a_{ex} = \frac{\sigma_{Pex}}{\Delta x \left(\sigma_{Pex} k_{ex} + \alpha_{ex} k_{ex}^2\right)} \left[\exp\left(-\frac{\Delta t}{\varepsilon_0} \cdot \left(\frac{\sigma_{Pex}}{k_{ex}} + \alpha_{ex}\right)\right) - 1\right]$$

De esta forma podemos escribir la convolución discreta como se muestra en la expresión 6.69.

$$\psi_{Eydx}^{n+1/2}(i,j) = \sum_{m=0}^{m=n-1} \left(a_{ex} \exp\left[-\frac{m\Delta t}{\varepsilon_0} \left(\frac{\sigma_{Pex}}{k_{ex}} + \alpha_{ex} \right) \right] \right) \cdot \left(H_z^{n-m+1/2}(i+1,j) - H_z^{n-m+1/2}(i,j) \right) \quad (6.69)$$

Empleamos ψ_{Eydx} para referirnos a la convolución discreta asociada al cálculo de la componente E_y del campo eléctrico, obtenida a partir de la derivada espacial del campo H_z con respecto a la coordenada x, por tanto las dos primeras letras del subíndice se refieren a la componente del campo a calcular, mientras que las dos últimas a la derivación espacial asociada. Esta nomenclatura es extensible al resto de términos para describir la convolución discreta.

Analizando la expresión 6.69 se observa que es necesario almacenar en memoria todos los estados temporales del campo H_z para poder calcular la convolución discreta. Esto no es viable desde el punto de vista computacional debido a la gran cantidad de memoria necesaria para ello. Para solventar este problema, podemos escribir la forma general de la convolución discreta como se muestra en la expresión 6.70.

$$\psi(n) = \sum_{m=0}^{m=n-1} A \exp(mT) \cdot B(n-m) \quad (6.70)$$
$$A = a_{ex} \quad , \quad T = -\left(\frac{\sigma_{Pex}}{k_{ex}} + \alpha_{ex}\right) \frac{\Delta t}{\varepsilon_0} \quad , \quad B = H_z^{n-m+1/2}(i+1,j) - H_z^{n-m+1/2}(i,j)$$

En la expresión anterior, la variable n, de la cual es función la convolución discreta, está asociado al estado temporal y no a las posiciones espaciales.

Expandiendo el sumatorio de la expresión 6.70 para un estado temporal t=n y t=n-1 se obtiene.

$$\psi(n) = AB(n) + A\exp(T) \cdot B(n-1) + \dots + A\exp[(n-2)T] \cdot B(2) + A\exp[(n-1)T] \cdot B(1) \quad (6.71)$$

$$\psi(n-1) = AB(n-1) + A\exp(T) \cdot B(n-2) + \dots + A\exp[(n-2)T] \cdot B(1) \quad (6.72)$$

Si comparamos los segundos miembros de las expresiones 6.71 y 6.72, observamos que el primero de ambos se puede escribir como el segundo multiplicado por e^{T} (eq.6.73).

$$\psi(n) = \psi(n-1) \cdot \exp(T) \quad (6.73)$$

Con lo que solamente es necesario conocer el valor de la convolución en el estado temporal anterior $\psi(n-1)$ para poder actualizarla, ya que solamente ha de multiplicarse el valor anterior por la exponencial de una serie de parámetros (σ_{ex} , α_{ex} , ε_0 , Δt y k_{ex}). De esta forma podemos reescribir la expresión 6.69 de forma que no exija una cantidad de memoria proporcional al número de pasos temporales empleados durante la simulación.

$$\psi_{Eydx}^{n+1/2}(i,j) = b_{ex}\psi_{Eydx}^{n-1/2}(i,j) + a_{ex}\left(H_z^{n+1/2}(i+1,j) - H_z^{n+1/2}(i,j)\right) \quad (6.74)$$

$$b_{ex} = \exp\left[-\frac{\Delta t}{\varepsilon_0}\left(\frac{\sigma_{Pex}}{k_{ex}} + \alpha_{ex}\right)\right] \quad , \quad a_{ex} = \frac{\sigma_{Pex}}{\Delta x \left(\sigma_{Pex}k_{ex} + \alpha_{ex}k_{ex}^2\right)} \cdot [b_{ex} - 1]$$

En base a todo lo anterior podemos escribir las ecuaciones de evolución temporal para los campos eléctrico y magnético para la CPML como sigue.

$$b_{ei} = \exp\left[-\frac{\Delta t}{\varepsilon_0} \left(\frac{\sigma_{Pei}}{k_{ei}} + \alpha_{ei}\right)\right] , \quad a_{ei} = \frac{\sigma_{Pei}}{\Delta i \left(\sigma_{Pei} k_{ei} + \alpha_{ei} k_{ei}^2\right)} \cdot [b_{ei} - 1] , \quad i = x, y$$

Los términos dependientes del material real (no de la CPML) que preceden a cada uno de los campos y derivadas de los mismos del segundo miembro de las ecuaciones 6.75, son compatibles con los parámetros definidos en el formalismo general bidimensional para materiales metálicos magneto-ópticos (eq.6.57), haciendo que la forma de incluir la CPML en el formalismo general sea directo, ya que las variables asociadas a las convoluciones serán nulas fuera de la CPML, mientras que k_{ei} y k_{Mi} serán distintas de la unidad solamente en el interior de la región absorbente.

En base al planteamiento introducido por Berenger [23], la distribución de los parámetros de la CPML en el entorno de simulación es el descrito en la figura 6.19.



Fig.6.19 Esquema de la distribución de parámetros de la CPML dependiendo de las distintas regiones de solape con el espacio de simulación.

En la figura 6.19 se observa la distribución de parámetros asociados a la CPML en función de las distintas regiones de solape con el entorno de simulación. Las regiones laterales poseen absorción solamente según la coordenada X, las regiones superior e inferior solamente según la Y, y las esquinas poseen absorción según ambas componentes. Esto permite que para cualquier dirección de propagación de la onda incidente sobre la CPML, la amplitud de los campos asociados E y H decaiga prácticamente a valores nulos antes de alcanzar el extremo del espacio de cálculo, evitándose así reflexiones espurias.

Para finalizar con el formalismo de la CPML solamente resta establecer los buenos valores de los parámetros de la misma, así como su escalado al penetrar en la CPML, para un comportamiento óptimo. La condición para reflexión nula al transitar los campos de una celda a otra de CPML es que $S_{ei}=S_{Mi}$ con i=x,y [7-9,22-26]. De lo que se derivan las condiciones mostradas en las relaciones 6.77.

$$k_{ei} = k_{Mi}$$
 , $\frac{\sigma_{Pei}}{\varepsilon_0} = \frac{\sigma_{PMi}}{\mu_0}$, $\frac{\alpha_{ei}}{\varepsilon_0} = \frac{\alpha_{Mi}}{\mu_0}$ (6.77*a*,*b*,*c*)

El escalado de los parámetros se puede realizar, en base al trabajo de Roden y Gedney [22]. Comenzando por las conductividades ficticias, tanto eléctricas como magnéticas, se puede emplear la forma siguiente.

$$\sigma_{Pei}(p) = \sigma_{\max}\left(\frac{p}{L}\right)^{n} , \quad \sigma_{PMi}(p) = \frac{\mu_{0}}{\varepsilon_{0}} \sigma_{\max}\left(\frac{p}{L}\right)^{n} \quad (6.78a, b)$$
$$\sigma_{\max} = F \cdot \frac{n+1}{150\pi\sqrt{\varepsilon_{r}}\Delta i} , \quad i = x, y$$

Las expresiones 6.78 rigen la forma de aumento de las conductividades eléctricas (6.78a) y magnéticas (6.78b) a medida que se penetra en las celdas de la CPML. El índice p, indica la celda de la región absorbente comenzando a contar desde la frontera Material-CPML. Así mismo, L indica el espesor en celdas de la CPML y n se corresponde al orden del polinomio que rige el incremento de dichas conductividades. El factor σ_{max} marca el valor máximo alcanzable por dichas conductividades, el cual se encuentra definido como el producto de un factor F, con valores típicos ente 0.7 y 1.5 y una función dependiente del tamaño de celda empleado, la permitividad del medio real y el orden del polinomio de escalado de los parámetros de la CPML [9,22]. Cabe destacar, que la única diferencia entre los valores de las conductividades eléctricas y magnéticas, es el factor de proporcionalidad derivado de las condiciones anti-reflectantes 6.77b.

Del mismo modo se calcular en resto de parámetros k_{Mi} , k_{ei} , α_{Mi} y α_{ei} .

$$k_{ei}(p) = 1 + (k_{\max} - 1) \cdot \left(\frac{p}{L}\right)^{n} , \quad k_{Mi}(p) = 1 + (k_{\max} - 1) \cdot \left(\frac{p}{L}\right)^{n} , \quad i = x, y \quad (6.79a, b)$$

$$\alpha_{ei}(p) = \alpha_{\min} + (\alpha_{\max} - \alpha_{\min}) \cdot \left(\frac{p}{L}\right) , \quad \alpha_{ei}(p) = \frac{\mu_{0}}{\varepsilon_{0}} \left[\alpha_{\min} + (\alpha_{\max} - \alpha_{\min}) \cdot \left(\frac{p}{L}\right)\right] \quad (6.80a, b)$$

Los valores de k_{Mi} y k_{ei} son la unidad en la región de la CPML colindante con el espacio de simulación, alcanzando un valor máximo k_{max} en la celda mas externa de la capa absorbente y aumentando gradualmente de igual forma que lo hacen las conductividades. En el caso de estos parámetros, las relaciones de no reflexión al pasar de una celda a otra de la CPML no introducen diferencias entre ellas, sin embargo y de igual forma que ocurre con todos los parámetros, hemos de recordar que las posiciones p son diferentes dependiendo de si tratamos con un parámetro asociado al campo eléctrico o magnético, debido a la separación explicita de las posiciones donde estos son calculados (fig.6.16). Al parámetro k_{max} se le asignan valores entre 5 y 11 [9,22]. El comportamiento asociado al parámetro α tanto eléctrico como magnético, es diferente al del resto, presentando una disminución lineal desde un valor α_{max} en la frontera Material-CPML, a un valor mínimo α_{min} en la región más externa de la capa absorbente. Este último parámetros se encuentra escalado por el cociente μ_0/ϵ_0 debido a las condiciones de no reflexión planteadas en la ecuación 6.77c, y los valores para α_{max} oscilan entre 0 y 0.05, mientras que la única condición para α_{min} es que sea menor que el primero salvo en el caso de que α_{max} = 0, donde α_{min} también es nulo. A continuación se muestra la técnica empleada para la optimización de los parámetros directores de las propiedades de la CPML (fig.6.20).



Fig.6.20 Ejemplo de la técnica empleada para el estudio de los parámetros CPML en el error introducido por las reflexiones espurias.

Para estimar la bondad de los parámetros empleados, se realizan dos simulaciones independientes, donde los valores de Δt , Δi , amplitud y tamaño de la fuente sean los mismos. En la figura 6.20 se muestra el caso concreto de una región de silicio en la que se introduce una fuente puntual de campo H_z situada en el centro del espacio de simulación durante 1250 pasos temporales y un tamaño de celda $\Delta x=\Delta y=5$ nm y un grosor de capa absorbente de 10 celdas.

La primera simulación representa la referencia para medir el efecto de la CPML (fig.6.20(a)). En ella se emplea un área de simulación suficientemente grande como para que en el tiempo total simulado, la onda propagada no alcance los extremos de dicho espacio. Tras esto, se truncan las matrices de campos resultantes a otras más pequeñas en las que la fuente se encuentra en su centro (recuadro negro).

La segunda simulación emplea un área de simulación del tamaño de las matrices de referencia truncadas más el grosor de la CPML, con la fuente de campos centrada en ella (fig.6.20(b)). El tiempo de simulación es el mismo empleado para el primer cálculo,

pero al ser el espacio más pequeño, la onda si alcanza la frontera CPML-Espacio_Simulación. Comparando el resultado de referencia con el obtenido en presencia de la CPML se puede observar el efecto de la misma (fig.6.20(c)), y por tanto, variando los parámetros asociados a la capa absorbente, es posible optimizarlos para cada tipo de material. Los parámetros empleados en el ejemplo para el comportamiento del silicio son los mostrados en la tabla de la figura 6.20, y el error máximo normalizado a la amplitud de la fuente es del orden de 1.5 partes por cada diez mil, indicando la eficacia de la técnica.

6.2.3 Simulaciones

Como se ha mencionado al comienzo del capítulo, el objetivo del desarrollo de este código es proporcionar una herramienta útil que permita facilitar la comprensión de los experimentos realizados mediante un sistema de microscopía de campo cercano con capacidades magneto-ópticas.

A continuación se mostraran los resultados obtenidos mediante la simulación de diversos problemas, comenzando por los más sencillos en los que se pondrá a prueba el funcionamiento del código, y se concluirá con los resultados obtenidos de la simulación de diferentes experimentos relacionados con la microscopía de campo cercano magneto-óptica.

Comenzaremos mostrando el fenómeno de la refracción y reflexión de un haz de luz, al transitar de un medio 1 a un medio 2, siendo el primero el vacío y el segundo el vidrio (fig.6.21).



Fig.6.21 Esquema del espacio de simulación para la comprobación del funcionamiento del código bidimensional mediante la ley de Snell.

Emplearemos una fuente extensa en la componente E_y del campo eléctrico con perfil de intensidad gaussiano y oscilación temporal sinusoide de frecuencia equivalente a una longitud de onda en el vacío λ =690nm. En el espacio de simulación consta de dos regiones; medio 1: vacío, y medio 2: vidrio. Esta última pose un índice de refracción n₂≈1.45, mientras que el en el vacío n₁=1.0. Así mismo, el medio 2 se ha definido de forma que la intercara con el vacío es oblicua a la dirección de propagación del haz gaussiano con un ángulo $\theta i \approx 29^{\circ}$, lo que provocará un fenómeno de refracción al transitar la luz del medio 1 al medio 2, además de la reflexión de parte de la radiación incidente.

La definición del espacio de trabajo se realiza mediante un archivo de imagen de tipo mapa de bits (*.bmp), el cual puede ser generado mediante el programa *Microsoft Paint*[®] presente en todas las versiones de Windows o cualquier otro programa que permita generar este tipo de archivos. La codificación de cada uno de los materiales presentes se realiza mediante la escala de colores, de forma que en el ejemplo mostrado el color negro se asocia al vacío y el verde al vidrio (fig.6.22).



Fig.6.22 Archivo imagen de entrada al código para la definición del espacio de simulación.

Cada uno de los pixeles de la imagen se asocia a una celda del espacio de trabajo, por lo que las dimensiones del mismo, serán idénticas a las de la imagen. Esto es muy importante ya que si la estructura representada posee dimensiones reales, es necesario escoger adecuadamente el tamaño de celda Δi para conservar el tamaño de los motivos. En este caso se ha seleccionado un tamaño de celda de $\Delta x=\Delta y=15$ nm. El paso temporal es ajustado automáticamente en base al criterio de Courant ya descrito. Las condiciones de contorno absorbentes (CPML) son introducidas tras la lectura del archivo de imagen, añadiéndose como un marco al espacio de simulación, lo que implica un aumento en las dimensiones del cálculo dependientes del numero de celdas de la CPML. Para el cálculo realizado se han seleccionado 15 celdas de capa absorbente.

La fuente se introduce en la posición deseada del espacio, definiendo las coordenadas de origen y fin de la misma en base al índice de celda (i,j). Tras esto se ejecuta el código definiendo la longitud de onda de la radiación fuente en el vacío y el número de pasos temporales a simular.

Los campos eléctrico y magnético resultantes del cálculo se almacenan en matrices cuyas dimensiones se corresponden con las del espacio total, siendo estas las dimensiones de la imagen más las celdas correspondientes a la CPML. Es importante previo análisis de las configuraciones de campos resultantes, truncar las matrices salida eliminando las celdas correspondientes a la capa absorbente, obteniéndose
matrices campo con dimensiones idénticas a la imagen de definición del espacio de simulación.



Fig.6.23 Representación del campo H_z tras 4000 pasos temporales de simulación, tanto de forma total, como analizando solamente la radiación reflejada. También se muestra la FFT-2D del campo total, así como una tabla comparativa de los valores medidos a partir de dicha transformación.

Las imágenes mostradas en la figura 6.23 muestran las configuraciones del campo H_z tras los 4000 pasos de simulación, analizando el campo total sobreimpuesto a la estructura de materiales (fig.6.23(a)), y también enfatizando la radiación reflejada en la componente del mismo campo (fig.6.23(b)). Para realizar este tratamiento, solamente ha de calcularse la configuración del campo H_z tras el mismo intervalo temporal y bajo las mismas condiciones de simulación, pero modificando la estructura del espacio de simulación de forma que se elimina la región de vidrio, dejando solamente vacío. La configuración de campos obtenida es restada de la original mostrada en la imagen (a) de la figura 6.23, haciendo nulos los valores situados en el medio 2 ya que carecen de importancia. De esta forma se obtiene el campo reflejado por el vidrio hacia el medio 1.

$$H_z^{Total} = H_z^{Libre} + H_z^{\text{Reflejado}} \Longrightarrow H_z^{\text{Reflejado}} = H_z^{Total} - H_z^{Libre} \quad (6.81)$$

El formalismo mostrado en la expresión 6.81 recibe el nombre de Campo Total -Campo Difractado [7-9], lo cual no es más que una aplicación del principio de superposición.

Sobreimpuesto a las imágenes (a) y (b) se encuentran las direcciones de propagación del haz incidente (flecha roja), el haz reflejado (flecha negra) y el haz transmitido

(flecha naranja). Se observa que cualitativamente se adaptan al esquema mostrado en la figura 6.21.

Es posible analizar de una forma cuantitativa dichas orientaciones y longitudes de onda mediante el cálculo de transformada rápida de Fourier bidimensional (FFT-2D) de la configuración total de campos (fig.6.23(c)). Analizando el resultado de dicha transformación del mismo modo que se realizó en el capítulo 4 con las imágenes de MFM (Apartado 4.1.1.2), es posible obtener tanto las longitudes de onda en ambos medios, así como los ángulos de propagación de los haces tras la refracción y reflexión. La FFT-2D muestra dos picos intensos indicados por una doble flecha roja correspondientes al haz incidente, otro par de señales también intensas situadas con una orientación levemente diferente y con una separación mayor del centro de la imagen (doble flecha naranja) y un último par mucho menos intenso, pero superior al fondo, con la misma separación del centro que los primeros y una orientación sustancialmente diferente (doble flecha negra). Estos corresponden respectivamente a los haces incidente, transmitido y reflejado. Recordemos que la distancia al origen en la imagen de la transformada de Fourier es inversamente proporcional al periodo de la oscilación asociada, de forma que es completamente razonable que el primer y tercer par de picos posean la misma separación al centro, ya que están asociados a ondas de misma frecuencia propagándose por el mismo medio, y por tanto con la misma longitud de onda asociada, mientras que en el caso del segundo par de picos la radiación se está propagando por un medio con un índice de refracción diferente, lo que altera la longitud de onda resultante. Las orientaciones nos permiten medir los ángulos de propagación, pudiendo estimar los valores simulados para la refracción reflexión. Los valores teóricos y simulados para las longitudes de onda y ángulos se muestran en la tabla adjunta en la figura mostrando un gran acuerdo.



Fig.6.24 Espacio de simulación para el estudio del efecto de la apertura de la punta del microscopio SNOM sobre la resolución del mismo, así como datos de las escalas y parámetros empleados para la simulación.

Abordamos ahora un ejemplo ya relacionado con la microscopía óptica de campo cercano (SNOM). El espacio de simulación está diseñado como muestra la figura 6.24, donde se muestra un diseño de una sección de una punta típica empleada en esta técnica fabricada a partir de una fibra óptica, la cual es afilada en uno de sus extremos y recubierta por una capa metálica para evitar las pérdidas de luz [28].Dicho recubrimiento se ha elegido con un espesor de ~60nm, y el ángulo θ_{Punta} se ha fijado a 10°, dando un cono total de 20°. Así mismo, la punta posee una apertura en su extremo cuyo diámetros (D) variaremos en un rango de 30 a 150nm para cuantificar el efecto de este parámetro sobre la imagen obtenida.

Como muestra se emplea un rectángulo de aluminio de 70nm de lado y 50nm de espesor, el cual se encuentra embebido en un sustrato de silicio, quedando su superficie al mismo nivel que la del propio sustrato. Esto se elige así para no introducir contribuciones topográficas a la señal luminosa recogida.

Se simulará un barrido de la punta sobre el motivo metálico diseñado mediante el cambio de posición relativa del rectángulo de aluminio con respecto a la posición de la punta, la cual permanecerá fija en todas las imágenes patrón. La distancia de separación entre punta y muestra permanece constante y fija a 10nm, la cual es una distancia típica de trabajo para este tipo de microscopía [29]

La colección de la información se realiza mediante el almacenamiento de los valores de los campos eléctrico y magnético en función del tiempo, localizados sobre la línea de detección. La naturaleza finita del detector, nos introduce una limitación en el rango de ángulos de observación ($\Delta \theta_{\text{Detector}}$), de igual forma que actúa el objetivo del sistema de colección en el microscopio real (apartado 5.3).

Para que todas las medidas anteriormente descritas coincidan con los tamaños representados en la figura 6.24 el tamaño de celda del espacio de simulación ha de ser $\Delta x = \Delta y = 2$ nm, y el valor de Δt es calculado en base al criterio de Courant.

La fuente de radiación se sitúa en el interior de la punta, empleado solamente la componente E_x del campo eléctrico para definir el estado de polarización inicial. La amplitud de dicha fuente consta de un perfil gaussiano que modula una oscilación sinusoide cuya frecuencia se corresponde a una longitud de onda en el vacío de λ_{Fuent} =690nm.

La salida principal del código son las configuraciones espaciales de los campos eléctrico y magnético, tal y como se muestra en la figura 6.25. En ellas se ha sobreimpuesto la estructura simulada.



Fig. 6.25 Campos eléctrico y magnético tras 10000 pasos temporales de simulación sobreimpuestos a la estructura simulada.

Los campos electromagnéticos son almacenados en las celdas del detector cada 50 pasos temporales para reconstruir la evolución temporal del vector de Poynting (fig.6.26).



Fig.6.26 Valores del vector de Poynting calculados a partir de los campos eléctrico y magnético en la celda 150 del detector.

Realizando el ajuste de ambas series de datos a una función sinusoide del tipo descrito en la ecuación 6.82(a), se obtiene el valor del promedio temporal de cada

una de las componentes (eq.6.82(b)), pudiendo así calcular la intensidad de luz recogida por el detector y el ángulo de propagación de dicha radiación. El signo negativo de la componente Y es perfectamente normal si observamos la escala mostrada en la imagen 6.25, donde el origen en el eje de ordenadas se encuentra en la parte superior de la misma.

$$S_i(t) = a_i \sin(\omega t + \delta_i) + b_i \quad , \quad \langle S_i(t) \rangle_T = b_i \quad , \quad i = x, y \quad (6.82a, b)$$

La ecuación 6.82(a) muestra la función sinusoidal empleada para el ajuste por mínimos cuadrados de los parámetros de la misma, donde a_i representa la amplitud de la oscilación, ω se corresponde con la frecuencia de oscilación en rad/s, t es la variable independiente de ajuste y representa el tiempo, δ_i es la fase de la onda y b_i es el fondo sobre el que se encuentra montada la oscilación. Este último parámetro coincide con el promedio temporal del vector de Poynting tal y como se indica en la ecuación 6.82(b).

Lo mencionado anteriormente referente a la ventana angular inducida por el detector finito puede observarse claramente representando los ángulos del promedio temporal del vector de Poynting obtenidos en función de la celda del detector (fig.6.27).



Apertura Angular Detector

Fig.6.27 Evolución del ángulo del vector de Poynting promediado en el tiempo en función de la posición sobre el detector.

En la figura 6.27 se muestra el ángulo del vector de Poynting promediado temporalmente frente al índice de celda del detector definido, indicando los valores máximo y mínimo de dicho ángulo. El valor de la apertura angular $\Delta \theta_{\text{Detector}} \approx 15^{\circ}$, lo cual equivale a un diámetro de objetivo en el colector situado a 5cm de la punta de ~13mm bajo un ángulo de medida de ~39° con la horizontal. En un experimento real, toda la luz colectada por el objetivo sería focalizada sobre el fotodetector, con lo que para

calcular la intensidad asociada a cada posición del barrido, sumaremos los valores del vector de Poynting promediado en el tiempo, recogido por cada una de las celdas del detector.

Representando los valores obtenidos frente a la distancia relativa entre los centros de la apertura de la punta y del rectángulo metálico reconstruimos el perfil de intensidades del barrido (fig.6.28).

Los puntos de barrido obtenidos muestran un claro aumento de la intensidad de luz colectada al transitar bajo la punta el motivo de aluminio, aun cuando este posee tan solo 70nm de lado. Así mismo, en la figura 6.28 se indica mediante un esquema el criterio seguido para medir la distancia entre los centros del motivo metálico y la apertura de la punta (Distancia P-M), siendo esta negativa cuando el rectángulo de aluminio se encuentra a la izquierda de la punta y positivo al transitar hacia la derecha de la misma. También se ha incluido una región rayada, la cual representa el ancho del motivo para ser comparado con la escala de barrido.



Perfil Intensidad Barrido, Punta 100nm

Fig.6.28 Perfil de intensidades integradas en el detector en función de la distancia entre los centros del motivo metálico y la apertura de la punta.

Si bien se observa el citado aumento de la intensidad colectada al transitar el motivo bajo la punta, el máximo de la misma no se encuentra centrado con relación a la apertura de la punta del SNOM, sino que se encuentra desplazado hacia la derecha aproximadamente 70nm. Esto corresponde aproximadamente a encontrarse el motivo situado bajo el recubrimiento de aluminio de la punta.

Además de este efecto se observan oscilaciones en la intensidad colectada tanto antes como después del pico, siendo estas últimas oscilaciones las más persistentes y extensas en el espacio. Este hecho se puede explicar en base a que la punta actúa como pantalla, evitando que las oscilaciones presentes para valores negativos de la distancia P-M sean observados por el detector, mientras que cuando el motivo transita a valores positivos, el detector es libre de recoger dichas perturbaciones. Estas oscilaciones son observadas en los experimentos reales de SNOM y su origen se atribuye a fenómenos de interferencia.

Variaremos a continuación la apertura de la punta, realizando el mismo barrido con el mismo motivo metálico y analizaremos la evolución de las curvas de intensidad en función de la apertura de la punta para tratar de indicar una tendencia en el desplazamiento del máximo de intensidad antes indicado.

Para poder comparar las señales de intensidad medidas con cada apertura, es necesario normalizar dicha señal. Emplearemos para este propósito la intensidad medida para una lámina de silicio sin rectángulo metálico.



Comparativa Aperturas

Fig.6.29 Comparativa de intensidades colectadas en función de la apertura de la punta.

En la figura 6.29 se muestran los distintos perfiles de barrido obtenidos mediante la simulación de puntas de SNOM de diferentes aperturas (D=30,50,100,150nm), realizando el mismo barrido mostrado por la figura 6.28. Se observa que el corrimiento del valor máximo de la intensidad reflejada guarda relación con el diámetro de la punta empleada. Observando las imágenes de referencia asociadas a cada máximo de intensidad se observa que este se obtiene siempre que el motivo metálico se encuentra situado bajo la región recubierta de aluminio (fig.6.30). Así mismo, los perfiles de obtenidos con puntas de menor diámetro (D=30,50nm) muestran una estructura de doble pico, la cual parece hacerse más intensa a medida que se disminuye la apertura.



Fig.6.30 Detalles de las imágenes patrón asociadas a los máximos de intensidad simulados, para los distintos valores de apertura (D) de la punta.

El desplazamiento observado del máximo es debido por tanto a que al aumentar el diámetro de la apertura, la región derecha del recubrimiento de aluminio de la punta también se desplaza.

El hecho experimental observado es que el diámetro de la apertura está relacionado con la resolución lateral óptica del sistema de microscopía, de forma que cuanto más pequeño es este parámetro, mas alta es la resolución que se puede alcanzar. Sin embargo, en nuestras simulaciones la apertura de la punta no parece afectar drásticamente a la resolución óptica, ya que las anchuras a media altura de los picos de intensidad registrados es esencialmente la misma (~140nm). El que este parámetro permanezca constante puede ser debido a que lo que realmente nos está permitiendo observar el motivo metálico sea el recubrimiento exterior de aluminio, de forma que al permanecer dicho espesor constante, la resolución también permanece inalterada, aunque también puede ser debido al tamaño natural del objeto a observar.

Para discriminar este hecho, se ha alterado la forma final del recubrimiento de forma que este se adelgace a medida que se avanza hacia el extremo de la punta (fig.6.31).

En la figura 6.31, se muestran los valores de intensidad normalizada recogida por el detector para la nueva configuración de punta, la cual se muestra esquemáticamente en la parte superior derecha de la figura. En las simulaciones para esta nueva punta, solamente se han empleado dos aperturas (D) correspondientes a 50 y 100nm. El ángulo θ_{Punta} se ha dejado constante a 10°, y el nuevo ángulo que rige el adelgazamiento de la capa de aluminio $\theta_{Recub.}$ es del orden de los 70°, tomando como origen la horizontal. El máximo de intensidad colectada permanece localizado hacia valores positivos de la posición del barrido, pero en este caso sí que se aprecia una disminución de la anchura a media altura de los picos para el valor de apertura menor, siendo este de 150 y 210nm en los casos de D=50 y 100nm respectivamente. De todas formas, el nuevo diseño no parece introducir una mejora en la resolución ni en la señal relativa al motivo metálico detectada, ya que la intensidad es del orden de un 50% de la obtenida con la configuración de punta anterior.



Fig.6.31 Esquema del nuevo diseño de punta y curvas de intensidad calculadas para las aperturas de D=50,100nm.

Por último mostraremos un ejemplo en el que entre en juego la capacidad magnetoóptica de nuestro código. Simularemos el barrido sobre la discontinuidad de dos láminas metálicas, una compuesta por cobalto y otra de plata como se muestra en la imagen patrón (fig.6.32).



Fig.6.32 Esquema del espacio de simulación diseñado para la simulación de un barrido sobre la discontinuidad existente entre dos láminas metálicas de Co y Ag.

Empleamos la punta original de SNOM diseñada en el ejemplo anterior con una apertura de 100nm y un recubrimiento de aluminio de ~60nm de espesor, con un ángulo de punta de 10° (θ_{Punta}). La posición del detector coincide también con la utilizada anteriormente y por tanto el ángulo de colección es del orden de los 39° con un $\Delta \theta_{Detector} \approx 15^\circ$.

La simulación de las propiedades magneto-ópticas requieren de la comparación de un estado de referencia en el que el material magnético, en este caso el cobalto, se encuentre desimanado (Co MO), y otro en el que la imanación del mismo esté definida (Co M1). Al igual que en el resto de ocasiones en las que se pretende introducir materiales con diferentes propiedades, ambos están codificados bajo colores diferentes.

El análisis de las intensidades obtenidas muestra, al igual que sucedía en el ejemplo anterior, que la discontinuidad entre las distintas láminas metálicas se identifica en el perfil de intensidad localizado bajo el recubrimiento de aluminio de la punta (fig.5.33).

Así mismo, la curva de la figura 6.33 muestra claramente las dos regiones correspondientes a la lámina de plata y de cobalto, las cuales muestran una diferencia en la reflectividad del orden del 34%, siendo la de la plata del 94% y la del material magnético del 60% a la longitud de onda de 690nm seleccionada. En dicha gráfica se muestran las curvas de intensidad correspondientes a asumir una región magnética desimanada (Co M0), e imanada (Co M1), representadas respectivamente por cuadrados negros y círculos rojos. Cabe destacar que en la región correspondiente a la lámina de plata, ambas curvas se encuentran superpuestas, mientras que a medida que la punta se adentra en la región magnética, comienzan a apreciarse diferencias entre ambos perfiles.



Fig.6.33 Gráfica de los perfiles de intensidad recogida para la configuración desimanada (cuadrados) e imanada (círculos) de la lámina de Co.

Estas diferencias se deben a la introducción del factor magneto-óptico Q, el cual para el cobalto en el rango de la longitud de onda seleccionada posee el valor $Q=Q_R+iQ_I$ con $Q_R=0.021$ y $Q_I=-0.007$ [3].

En la configuración de efecto Kerr transversal (Apartado 2.4.2), la respuesta magnetoóptica de un material suele caracterizarse por el parámetro denominado δ Kerr (eq.2.10), el cual en el caso que se nos presenta se calcula como se muestra en la ecuación 6.83.

$$\delta Kerr = \frac{2(I_{M1} - I_{M0})}{I_{M0}}$$
 (6.83)

Donde I_{M1} e I_{M0} se corresponden a las intensidades colectadas en los estados imanado y desimanado respectivamente para cada uno de los puntos de barrido. El factor dos es debido a que no se ha realizado el cálculo del estado con la imanación opuesta al estado M1. Este estado al que podemos denomina como -M1, posee un factor magneto-óptico opuesto al del estado M1, con lo que la diferencia de las intensidades en ambos estados coincide con el doble de la diferencia entre el estado M1 y el desimanado.

Representando los valores de δ Kerr en función de la posición relativa punta - escalón (P-E) se observa claramente que la respuesta magneto-óptica se encuentra localizada en la región de cobalto (fig.6.34).



Evolucion δ Kerr

Fig.6.34 Curva de la evolución de la respuesta Kerr durante el barrido.

El valor usual de la respuesta magneto-óptica según la configuración de Kerr transversal del cobalto en el rango visible, suele ser del orden de 10⁻³, lo cual hace que

el orden de magnitud obtenido por la simulación sea razonable. En la curva se muestra además el valor de δ Kerr obtenido para una lámina continua de cobalto desimanada e imanada según M1, mostrando los datos del barrido una tendencia clara hacia dicho valor, confirmando que a medida que la punta se adentra en la región magnética, la respuesta magneto-óptica tiende hacia el comportamiento de lámina continua.

Podemos concluir que el código desarrollado sirve no solo para modelizar experimentos de microscopía óptica de campo cercano, sino que permite el estudio de cualquier fenómeno basado en la interacción de la radiación con la materia para estructuras arbitrarias. Así mismo se ha particularizado el código, añadiéndole capacidad para la simulación de materiales magneto-ópticos, permitiendo realizar simulaciones adaptadas a motivos magnéticos y estudiar el comportamiento de la señal magneto-óptica en el régimen de campo cercano.

<u>Capítulo 7.</u>

Conclusiones Generales

Las conclusiones y resultados más interesantes presentados en esta tesis doctoral son recogidos en esta sección.

Fabricación de láminas magnéticas nanoestructuradas de NdCo₅ con PMA

- Láminas continuas de aleación amorfa de NdCo₅ han sido fabricadas mediante pulverización catódica simultanea a partir de blancos de elementos puros. Dichas láminas han sido caracterizadas tanto global (técnicas magneto-ópticas) como localmente (MFM), mostrando estructuras de dominios magnéticos a bandas y ciclos de histéresis característicos de sistemas con PMA. Los estudios de MFM muestran que los periodos de dichos dominios aumentan con el espesor de la lámina magnética, siendo el valor de los primeros del orden del doble del espesor.
- Se ha realizado un estudio sobre los efectos que el proceso de litografía electrónica, necesario para la fabricación de muestras nanoestructuradas, presenta en sistemas continuos de aleación amorfa de NdC_{o5} con PMA. Los ciclos de histéresis medidos mediante técnicas magneto-ópticas indican que el curado de la resina disminuye dicha anisotropía, siendo esta disminución más acusada cuanto menor es el espesor de la lámina magnética.
- Se ha descrito un protocolo que permite la nanoestructuración de láminas de NdCo₅ mediante un proceso de litografía electrónica en dos etapas, combinada con un proceso de bombardeo iónico, conservando las muestras fabricadas la PMA y su manifestación en forma de dominios magnéticos a bandas.
- Se han fabricado nanoestructuras en forma de zanja con distintos periodos y dos profundidades de escalón (D₁≈12nm y D₂≈28nm) a partir de láminas de NdCo₅, cuyos tamaños estructurales están en el rango de los periodos característicos del sistema de dominios magnéticos a bandas.

Análisis de láminas nanoestructuradas de NdCo5

- Las nanoestructuras fabricadas han sido caracterizadas mediante un sistema magneto-óptico focalizado y un MFM con capacidad de aplicación de campo magnético en el plano de la muestra.
- Los estudios magneto-ópticos muestran una tendencia hacia la isotropía magnética de las muestras cuanto menor es el periodo de la estructura de zanjas transferida, indicando un acoplamiento entre el comportamiento magnético y los patrones litografiados.
- Mediante la caracterización de MFM se observa una modulación en el periodo de los dominios magnéticos a bandas dependiente de la nanoestructura. Dicha modulación es debida a la variación del espesor de la lámina magnética, introducida por el proceso de fabricación.

- Las diferencias existentes en los periodos de los dominios a bandas entre las distintas regiones, condicionan el comportamiento magnético del sistema. De este modo, se observa que los procesos de inversión de la imanación, se pueden entender cualitativamente mediante modelos de nucleación y propagación de defectos en la red de bandas magnéticas.
- En la muestra con menor profundidad de escalón transferido (D₁≈12nm), las diferencias existentes entre las regiones expuestas y protegidas durante el proceso de ataque, disminuyen con el periodo de las zanjas, haciéndose nulas para el periodo menor (T₄=0.5µm). Este hecho es debido a que el mecanismo de ajuste de una región a otra se basa en los sistemas de defectos en la red de bandas, de forma cuando el tamaño de los defectos se vuelve comparable al de la estructura topográfica, los periodos no pueden ser ajustados mostrando un comportamiento magnético similar al de una lámina sin nanoestructurar.
- Las nanoestructuras con un escalón más acusado (D₂≈28nm), muestran comportamientos en la red de bandas bien diferenciados entre las orientaciones de fácil y difícil imanación en el plano durante las medidas. Según la orientación de E.A., la inversión de la imanación se desarrolla de forma aislada zanja a zanja, existiendo un retraso entre el campo coercitivo de las regiones atacadas y protegidas. Así mismo, con la inversión de la imanación en el plano, se produce una disminución en la amplitud de oscilación de la componente perpendicular de la imanación en las bandas, la cual se explica en base a la acción del campo externo y de la anisotropía en el plano.
- La orientación de H.A. presenta dos procesos de inversión diferentes en las regiones expuestas y protegidas de las zanjas, siendo las primeras regidas por un proceso de rotación de la imanación en el plano, y las segundas por un proceso de nucleación y crecimiento de dominios. Dicha nucleación y propagación está relacionada con la formación de dislocaciones en la red de bandas y su posterior decaimiento en disclinaciones con vector de Burgers de mayor orden.
- Para ambas orientaciones de aplicación del campo magnético externo, se observa una dependencia con el periodo de las zanjas litografiadas, tal que para el periodo de estructura de T₄=0.5µm, no se produce la inversión zanja a zanja según la orientación de E.A. y tanto las regiones bombardeadas como protegidas presentan un proceso de rotación en la configuración de H.A., confirmando de este modo que el tamaño de los defectos de la red condiciona el acoplamiento de la misma con la estructura topográfica transferida.

Sistema MO-SNOM

Se ha rediseñado y puesto a punto un sistema de microscopía de barrido óptica de campo cercano con capacidades magneto-ópticas, donde se han modificado diversos elementos de su montaje original.

- Se ha rediseñado el sistema de soporte de colección de luz para obtener un mayor control sobre el posicionamiento y se ha aumentado el rango angular de adquisición.
- El soporte de la cabeza del microscopio ha sido modificado por completo para adaptarse al nuevo sistema de colección de luz, así como para facilitar el proceso de cambio de muestra y el posicionamiento grueso de la punta del microscopio sobre la muestra.
- Se ha diseñado y fabricado un nuevo sistema de aplicación de campo magnético, el cual aumenta el rango de campos alcanzables, introduce una medición directa del campo aplicado mediante una sonda Hall integrada y elimina el problema del calentamiento y las derivas térmicas en el sistema de barrido.
- Se han obtenido medidas de topografía de nanoestructuras, probando el funcionamiento del sistema de regulación, así como ciclos de histéresis de láminas magnéticas demostrando la capacidad magneto-óptica del equipo.

Desarrollo de un código computacional para la simulación de la interacción Radiación-Materia

- Un código computacional 2D-FDTD basado en el entorno de MatLab[®], ha sido desarrollado para la simulación de problemas arbitrarios de interacción Radiación - Materia.
- Se han implementado materiales tales como dieléctricos, medios absorbentes, metales y metales magneto-ópticos.
- Se ha mostrado la técnica de ajuste empleada para la obtención de los parámetros a introducir en el modelo de Drude para la simulación del comportamiento de los metales, indicando que este modelo posee limitaciones.
- Se han implementado adecuadamente las condiciones de contorno absorbentes basadas en la convolución discreta (CPML), las cuales presentan una reflexión numérica espuria hacia el interior de la zona de cálculo del orden de una parte por diez mil.
- El objetivo final del código es servir como herramienta de soporte teórico al sistema de microscopia de campo cercano, y se han mostrado simulaciones realizadas de barridos de punta sobre distintas muestras, obteniendo información de los perfiles de intensidad de luz colectada y comportamiento magneto-óptico de las mismas.

• El código ha sido optimizado para un mayor rendimiento, disminuyendo en un orden de magnitud el tiempo empleado por cálculo en ejecución en CPU, y en dos órdenes de magnitud si se ejecuta en GPU (Apéndice 2).

Referencias Introducción

- [1] P. Grünberg, R. Schreiber, Y. Pang, M.B. Brodsky, H. Sowers, Phys. Rev. Lett. 57 (1986) 2442.
- [2] M.N. Baibich, J.M. Broto, A. Fert, F. Nguyen Van Dau, F. Petroff, P. Etienne, G. Creuzet, A. Friederich, J. Chazelas, Phys. Rev. Lett. 61 (1988) 2472.
- [3] P.M. Levy, S. Zhang, A. Fert, Phys. Rev. Lett. 65 (1990) 1643.
- [4] S.S.P. Parkin, R. Bhadra, K.P. Roche, Phys. Rev. Lett. 66 (1991) 2152.
- [5] B. Dieny, V.S. Speriosu, S.S.P. Parkin, B.A. Gurney, D.R. Wilhoit, D. Mauri, Phys. Rev. B 43 (1991) 1297.
- [6] J.I. Martín, J. Nogués, Kai Liu, J.L. Vicent, Ivan K. Schuller, J. Mag. Mag. Mat. 256 (2003) 449.
- [7] Y.G. Pogorelov, G.N. Kakazei, J.M. Teixeira, A. Hierro-Rodríguez, F. Valdés-Bango, M. Vélez, J.M. Alameda, J.I. Martín, J. Ventura, J.B. Sousa, Phys. Rev. B 84 (2011) 052402.
- [8] F. Valdés-Bango, A. Hierro-Rodríguez, J.M. Teixeira, G.N. Kakazei, Y.G. Pogorelov, G. Rodríguez-Rodríguez, M. Vélez, J.M. Alameda, J.B. Sousa, J.I. Martín, J. Nanosci. Nanotech. 12 (2012) 7510.
- [9] S.P. Li, W.S. Lew, J.A.C. Bland, L. Lopez-Diaz, C.A.F. Vaz, M. Natali and Y. Chen, Phys. Rev. Lett. 88 (2002) 087202.
- [10] J. McCord, L. Schultz and J. Fassbender, Adv. Mat. 20 (2008) 2090.
- [11] K. Theis-Bröhl, M. Wolff, A. Westphalen, H. Zabel, J. McCord, V. Höink, J. Schmalhorst, G. Reiss, T. Weis, D. Engel, A. Ehresmann, U. Rücker and B.P. Toperverg, Phys. Rev. B 73 (2006) 174408.
- [12] F. Valdés-Bango, F.J. García-Alonso, G. Rodríguez-Rodríguez, L. Moran-Fernandez, A. Anillo, L. Ruiz-Valdepenas, E. Navarro, J.L. Vicent, M. Vélez, J.I. Martín, J.M. Alameda, J. Appl. Phys. **112** (2012) 083914.
- [13] R. Cid, G. Rodríguez-Rodríguez, L.M. Álvarez-Prado, J. Díaz, J.M. Alameda, J. Magn. Magn. Mat. **316** (2007) E446.
- [14] H. Fujiwara, Y. Sugita and N. Saito, Appl. Phys. Lett. 4 (1964) 199.
- [15] A. Hubert and R. Schäfer, *"Magnetic Domains. The Analysis of Magnetic Microstructures"*, Springer-Verlag (1998).
- [16] M. Seul and D. Andelman, Science **267** (1995) 478.
- [17] M. Seul and R. Wolfe, Phys. Rev. A 46 (1992) 7519.
- [18] A. Hierro-Rodriguez, R. Cid, M. Vélez, G. Rodriguez-Rodriguez, J.I. Martín, L.M. Alvarez-Prado, J.M. Alameda, Phys. Rev. Lett. **109** (2012) 117202.
- [19] J. Schoenmaker, M.S. Lancarotte, A.C. Seabra, Y. Souche, A.D. Santos, J. Microsc. 214 (2004) 22.
- [20] J. Schoenmaker, A.D. Santos, Y. Souche, A.C. Seabra, L.C. Sampaio, Appl. Phys. Lett. 88 (2006) 062506.
- [21] J. Schoenmaker, A.D. Santos, A.C. Seabra, Y. Souche, J.P. Jamet, A. Thiaville, J. Ferré, J. Appl. Phys. **98** (2005) 086108.

- [22] "Computational electrodynamics: the finite-difference time-domain method", A. Taflove and S.C. Hagness, Artech House (2005).
- [23] D.M. Sullivan, "Electromagnetic simulation using the FDTD method", IEEE Press Series on RF and Microwave Technology (2000).
- [24] A. Elsherbeni and V. Demir, "The Finite-Difference Time-Domain Method for Electromagnetic with MATLAB Simulations", Scitech Publishing, Inc (2009).

- [1] P. Sigmund. Phys. Rev. 184 (1969) 383.
- [2] J.M. Alameda, F. Carmona, F.H. Salas, L.M. Alvarez-Prado, R. Morales, G.T. Perez, J. Magn. Magn. Mat. 154 (1996) 249.
- [3] C. Vieu, F. Carcenac, A. Pépin, Y. Chen, M. Mejias, A. Lebib, L. Manin-Ferlazzo, L. Couraud, H. Launois, Appl. Surf. Sci. 164 (2000) 111.
- [4] C. Kuan, C.D. Chen, K.J. Ma, IEEE Trans. Electron. Packag. Manuf. 26 (2003) 141.
- [5] F. Watt, A.A. Bettiol, J.A. Van Kan, E.J. Teo, M.B.H. Breese, Int. J. Nanosci. 4 (2005) 269.
- [6] T. Ito, S. Okazaki, Nature 406 (2000) 1027.
- [7] M. Zheng, M. Yu, Y. Liu, R. Skomski, S.H. Liou, D.J. Sellmyer, V.N. Petryakov, Yu.K. Verevkin, N.I. Polushkin, N.N. Salashchenko, Appl. Phys. Lett. 79 (2001) 2606.
- [8] L. Jay Guo, J. Phys. D: Appl. Phys. **37** (2004) R123.
- [9] K. Wiesauer, G. Springholz, J. Appl. Phys. 88 (2000) 7289.
- [10] N. Samoto, R. Shimizu, J. Appl. Phys. 54 (1983) 3855.
- [11] G. Owen, P. Rissman, J. Appl. Phys. 54 (1983) 3573.
- [12] H. Bohlen, J. Greshcner, J. Keyser, W. Kulcke, P. Nehmiz, IBM Journal of Research and Development 26 (1982) 568.
- [13] Y.G. Pogorelov, G.N. Kakazei, J.M. Teixeira, A. Hierro-Rodríguez, F. Valdés-Bango, M. Vélez, J.M. Alameda, J.I. Martín, J. Ventura, J.B. Sousa, Phys. Rev. B 84 (2011) 052402.
- [14] P. Norgate, V.J. Hammond, Physics in Technology 5 (1974) 186.
- [15] H. Jansen, H. Gardeniers, M. Boer, M. Elwenspoek, J. Fluitman, J. Micromech. Microeng. 6 (1996) 14.
- [16] J.A. Stroscio, D.M. Eigler, Science **254** (1991) 1319.
- [17] M. Calleja, J. Anguita, R. García, K. Birkelund, F. Pérez-Murano, J.A. Dagata, Nanotechnology 10 (1999) 34.
- [18] G. Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber, E. Weibel, Phys. Rev. Lett. 49 (1982) 57.
- [19] G. Binnig, C.F. Quate, Ch. Gerber, Phys. Rev. Lett. 56 (1986) 930.
- [20] E. Meyer, Progress in Surf. Sci. **41** (1992) 3.
- [21] I. Horcas, R. Fernandez, J.M. Gomez-Rodriguez, J. Colchero, J. Gomez-Herrero and A. M. Baro, Rev. Sci. Instrum. 78 (2007) 013705.
- [22] D. Rugar, H.J. Mamin, P. Guethner, S.E. Lambert, J.E. Stern, I. McFadyen, T. Yogi, J. Appl. Phys. 68 (1990) 1169.
- [23] C. Dehesa-Martínez, L. Blanco-Gutierrez, M. Vélez, J. Díaz, L.M. Álvarez-Prado, J.M. Alameda, Phys. Rev. B 64 (2001) 024417.
- [24] R.P. Cowburn, D.K. Koltsov, A.O. Adeyeye and M.E. Welland, Appl. Phys. Lett. 73 (1998) 3947.
- [25] A. Hubert and R. Schäfer, *"Magnetic Domains. The Analysis of Magnetic Microstructures"*, Springer-Verlag (1998).
- [26] M. Faraday, Trans. Roy. Soc. 5 (1846) 592.

- [27] W. Voigt, Magneto und Elektroptik. Teuner, Leipzig (1908).
- [28] J. Kerr, Phylos. Mag. 3 (1877) 321.
- [29] A.V. Sokolov, Optical properties of metals. Blackie Son, London (1967)
- [30] A.K. Zvezdin, V.A. Kotov, Modern Magnetooptics and Magnetooptical Materials, 1997, Taylor & Francis Group.
- [31] Z.J. Yang and M.R. Scheinfein, J. Appl. Phys. 74 (1993) 6810.
- [32] C.Y. You and S.C. Shin, Appl. Phys. Lett. 69 (1996) 1315.
- [33] U. Tiwari, R. Ghosh and P. Sen, Phys Rev. B 49 (1994) 2159.
- [34] A. Pérez-Junquera, G. Rodríguez-Rodríguez, M. Vélez, J.I. Martín, H. Rubio, J.M. Alameda, J. Appl. Phys. 99 (2006) 033902.
- [35] F. Schmidt, A. Hubert, J. Magn. Magn. Mat. 61 (1986) 307.

- [1] R. Cid, G. Rodríguez-Rodríguez, L.M. Álvarez-Prado, J. Díaz, J.M. Alameda, J. Magn. Magn. Mat. **316** (2007) E446.
- [2] A. Hubert and R. Schäfer, *"Magnetic Domains. The Analysis of Magnetic Microstructures"*, Springer-Verlag (1998).
- [3] L.M. Álvarez-Prado, J.M. Alameda, Phys. B: Cond. Matt. **299** (2001) 265.
- [4] M.W. Muller, Phys. Rev. **122** (1961) 1485.
- [5] W.F. Brown Jr., Phys. Rev. **124** (1961) 1348.
- [6] G. Suran, K. Ounadjela, F. Machizaud, J. Appl. Phys. **61** (1987) 3658.
- J.M. Alameda, . Carmona, F.H. Salas, L.M. Alvarez-Prado, R. Morales, G.T. Perez, J. Magn. Magn. Mat. 154 (1996) 249.
- [8] L.M. Álvarez-Prado, G.T. Pérez, R. Morales, F.H. Salas and J.M. Alameda, Phys. Rev. B 56 (1997) 3306.
- [9] E. Sallica Leva, R.C. Valente, F. Martinez Tabares, M. Vasquez Mansilla, S. Roshdestwensky and A. Butera, Phys. Rev. B **82** (2010) 144410.
- [10] S. Hameed, P. Talagala, R. Naik, L.E. Wenger, V.M. Naik, R. Proksch, Phys. Rev. B 64 (2001) 184406.
- S. Foss, C. Merton, R. Proksch, G. Skidmore, J. Schimdt, E.D. Dahlberg, T. Pokhil,
 Y.T. Cheng J. Magn. Magn. Mat. **190** (1998) 60.
- [12] H. Fujiwara, Y. Sugita and N. Saito, J. Appl. Phys. **4** (1964) 199.
- [13] Y. Sugita and H. Fujiwara, J. Phys. Soc. Jpn. **20** (1965) 98.
- [14] A. Aharoni, L. Pust and M. Kief, J. Appl. Phys. 87 (2000) 6564.
- [15] Especificaciones de Resina PMMA para litografía por haz de electrones. Empresa *Michrochem: microchem.com/pdf/PMMA_Data_Sheet.pdf*
- [16] L. Blanco-Gutierrez, M. Vélez, J. Díaz, L.M. Álvarez-Prado, J.M. Alameda, Phys. Rev. B **64** (2001) 024417.
- [17] J.M.D. Coey, J. Chappert, J.P. Rebouillat, T.S. Wang, Phys. Rev. Lett. 36 (1976) 1061.
- [18] Página web del programa *ImageJ*: http://rsbweb.nih.gov/ij/index.html.
- [19] "Handbook of Chemistry and Physics 78th Edition", D.R. Lide, H.P.R. Frederikse, CRC-Press (1997).
- [20] R.C. Taylor, T.R. McGuire, J.M.D. Coey, A. Gangulee, J. Appl. Phys. **49** (1978) 2885.
- [21] M.P. Seah, Nucl. Instrum. Meth. B **229** (2005) 348.

- [1] M. Seul and D. Andelman, Science **267** (1995) 478.
- [2] M. Seul and R. Wolfe, Phys. Rev. A 46 (1992) 7519.
- C. Harrison, D.H. Adamson, Z. Cheng, J.M. Sebastian, S. Sethuraman, D.A. Huse, R.A. Register and P.M. Chaikin, Science **290** (2000) 1558.
- [4] P. Kim, M. Abkarian and H.A. Stone, Nature Materials **10** (2011) 952.
- [5] J. Maclennan and M. Seul, Phys. Rev. Lett. **69** (1992) 2082.
- [6] A. Berger, S. Mangin, J. McCord, O. Hellwig and E.E. Fullerton, Phys. Rev. B 82 (2010) 104423.
- [7] E. Sallica Leva, R.C. Valente, F. Martinez Tabares, M. Vasquez Mansilla, S. Roshdestwensky and A. Butera, Phys. Rev. B **82** (2010) 144410.
- [8] D.R. Nelson and B.I. Halperin, Phys Rev. B **19** (1979) 2457.
- [9] N. Saratz, A. Lichtenberger, O. Portmann, U. Ramsperger, A. Vindigni and D. Pescia, Phys. Rev. Lett. **104** (2010) 077203.
- [10] D. Clarke, O.A. Tretiakov and O. Tchernyshyov, Phys. Rev. B **75** (2007) 174433.
- [11] N. Abu-Libdeh and D. Venus, Phys. Rev. B 84 (2011) 094428.
- [12] E. Asciutto, C. Roland and C. Sagui, Phys. Rev. E 72 (2005) 021504.
- [13] Z.F. Huang and J. Viñals, Phys. Rev. E **75** (2007) 056202.
- [14] M. Hehn, K. Ounadjela, J.P. Bucher, F. Rousseaux, D. Decanini, B. Bartenlian and C. Chappert, Science **272** (1996) 1782.
- [15] D. Navas, C. Nam, D. Velazquez and C.A. Ross, Phys. Rev. B **81** (2010) 224439.
- [16] S.H. Lee, F.Q. Zhu, C.L. Chien and N. Markovic, Phys. Rev. B **77** (2008) 132408.
- [17] S.P. Li, W.S. Lew, J.A.C. Bland, L. Lopez-Diaz, C.A.F. Vaz, M. Natali and Y. Chen, Phys. Rev. Lett. 88 (2002) 087202.
- [18] J. McCord, L. Schultz and J. Fassbender, Adv. Mat. **20** (2008) 2090.
- [19] K. Theis-Bröhl, M. Wolff, A. Westphalen, H. Zabel, J. McCord, V. Höink, J. Schmalhorst, G. Reiss, T. Weis, D. Engel, A. Ehresmann, U. Rücker and B.P. Toperverg, Phys. Rev. B 73 (2006) 174408.
- [20] K. Wiesauer and G. Springholz, Phys. Rev. B **69** (2004) 245313.
- [21] Th. Kehagias, Ph. Komninou, G. Nouet, P. Ruterana and Th. Karakostas, Phys. Rev. B **64** (2001) 195329.
- [22] J.M. Alameda, F. Carmona, F.H. Salas, L.M. Alvarez-Prado, R. Morales, G.T. Perez, J. Magn. Magn. Mat. **154** (1996) 249.
- [23] E.C. Stoner, E.P. Wohlfarth, Phil. Trans. R. Soc. A 240 (1948) 599.
- [24] B.D. Cullity, C.D. Graham, "Introduction to Magnetic Materials", Willey (2009).
- [25] Y.Martin, C.C. Willimas, H.K. Wickramasinghe, J. Appl. Phys. **61** (1987) 4723.
- [26] I. Horcas, R. Fernandez, J.M. Gomez-Rodriguez, J. Colchero, J. Gomez-Herrero, A.M. Baro, Rev. Sci. Instrum. **78** (2007) 013705.
- [27] H. Nyquist, Trans. AIEE **47** (1928) 617.
- [28] C.E. Shannon, Proc. Institute of Radio Engineers **37** (1949) 10.
- [29] H. Fujiwara, Y. Sugita and N. Saito, Appl. Phys. Lett. 4 (1964) 199.
- [30] A. Hubert and R. Schäfer, *"Magnetic Domains. The Analysis of Magnetic Microstructures"*, Springer-Verlag (1998).
- [31] L.M. Alvarez-Prado, G.T. Perez, R. Morales, F.H. Salas, J.M. Alameda, Phys. Rev. B 56 (1997) 3306.

- [32] A. Asenjo, D. Garcia, J.M. Garcia, C. Prados, M.Vazquez, Phys. Rev. B 62 (2000) 6538.
- [33] R. Burčas, H. Hafermann, M.I. Katsnelson, I.L. Soroka, O. Eriksson, B. Hjörvarsson, Phys. Rev. B **69** (2004) 064411.
- [34] G. Suran, K. Ounadjela, F. Machizaud, J. Appl. Phys. **61** (1987) 3658.
- [35] S. Hameed, P. Talagala, R. Naik, L.E. Wenger, V.M. Naik, R. Proksch, Phys. Rev. B 64 (2001) 184406.
- [36] S. Foss, C. Merton, R. Proksch, G. Skidmore, J. Schimdt, E.D. Dahlberg, T. Pokhil, Y.T. Cheng J. Magn. Magn. Mat. **190** (1998) 60.
- [37] Y. Sugita and H. Fujiwara, J. Phys. Soc. Jpn. **20** (1965) 98.
- [38] G. Rodríguez-Rodríguez, A. Pérez-Junquera, M. Vélez, J.V. Anguita, J.I. Martín, H. Rubio, J.M. Alameda, J. Phys. D: Appl. Phys. **40** (2007) 3051.
- [39] A. Pérez-Junquera, G. Rodríguez-Rodríguez, M. Vélez, J.I. Martín, H. Rubio, J.M. Alameda, J. Appl. Phys. **99** (2006) 033902.
- [40] A. Asenjo, M. Jaafar, D. Navas, M. Vazquez, J. Appl. Phys. **100** (2006) 023909.
- [41] A. Hierro-Rodriguez, R. Cid, M. Vélez, G. Rodriguez-Rodriguez, J.I. Martín, L.M. Alvarez-Prado, J.M. Alameda, Phys. Rev. Lett. **109** (2012) 117202.
- [42] N. Martin, I. Mönch, R. Schäfer, J. Fassbender, L. Schultz, J. McCord, Phys. Rev. B 83 (2011) 174423.
- [43] M.R. Hammond, E. Cochran, G.H. Fredrickson, E.J. Kramer, Macromolecules 38 (2005) 6575.
- [44] O. Tchernyshyov, G.W. Chern, Phys. Rev. Lett. 95 (2005) 197204.
- [45] Ar. Abanov, V. Kalatsky, V.L. Pokrovsky, W.M. Saslow, Phys. Rev. B 51 (1995) 1023.

- [1] L. Rayleigh, Philos. Mag. **5**(42) (1896) 167-195.
- [2] E.H. Synge, Philos. Mag. 6 (1928) 356.
- [3] F. Zenhausern, M.P. O'Boyle, H.K. Wickramasinghe, Appl. Phys. Lett. **65** (1994) 1623.
- [4] F. Zenhausern, Y. Martin, H.K. Wickramasinghe, Science **269** (1995) 1083.
- [5] E.A. Ash, G. Nicholls, Nature **237** (1972) 510.
- [6] G. Binnig, H. Rohrer, Helv. Phys. Acta **55** (1982) 726.
- [7] G. Binnig, H. Rohrer, Ch. Gerber, E. Weibel, Appl. Phys. Lett. 40 (1982) 178.
- [8] D.W. Pohl, W. Denk, F. Rohner, Appl. Phys. Lett. 44 (1984) 651.
- [9] A. Lewis, M. Isaacson, A. Harootunian, A. Muray, Ultramicroscopy **13** (1984) 227.
- [10] J. Wessel, J. Opt. Soc. Am. B 2 (1985) 1538.
- [11] R. Stöckle, C. Fokas, V. Deckert, R. Zenobi, B. Sick, B. Hetch, U.P. Wild, Appl. Phys. Lett. **75** (1999) 160.
- [12] P. Hoffmann, B. Dutoit, R.P. Salathé, Ultramicroscopy **61** (1995) 165.
- [13] M. Spajer, A. Jalocha, Near Field Optics-1, Arc et Senans 1992, NATO Series E: Applied Sciences (1993) Ed. D.W. Pohl, D. Courjon, Kluwer Academic Publishers.
- [14] L. Agazzi, E.H. Bernhardi, K. Wörhorff, M. Polinau, Appl. Phys. Lett. 100 (2012) 011109.
- [15] U. Dürig, D.W. Pohl, F. Rohner, J. Appl. Phys. **59** (1986) 3318.
- [16] O. Hollricher, R. Brunner, O. Marti, Ultramicroscopy **71** (1998) 143.
- [17] T. Hartmann, R. Gatz, W. Wiegräbe, A. Kramer, A. Hillebrand, K. Liebermann, W. Baumeister, R. Guckenberger, "A Scanning Near-field Optical Microscope (SNOM) for Biological Applications (1993)", Kluwer Academic Publishers.
- [18] P.G. Gucciardi, Rev. Sci. Intrum. **68** (1997) 3088.
- [19] M. Schnell, P. Alonso-González, L. Arzubiaga, F. Casanova, L.E. Hueso, A. Chuvilin, R. Hillebrand, Nature Photonics **5** (2011) 283.
- [20] M. Schell, A. García-Etxarri, A.J. Huber, K. Crozier, J. Aizpurua, R. Hillebrand, Nature Photonics **3** (2009) 287.
- [21] J. Schoenmaker, M.S. Lancarotte, A.C. Seabra, Y. Souche, A.D. Santos, J. Microsc. **214** (2004) 22.
- [22] J. Schoenmaker, A.D. Santos, Y. Souche, A.C. Seabra, L.C. Sampaio, Appl. Phys. Lett. **88** (2006) 062506.
- [23] J. Schoenmaker, A.D. Santos, A.C. Seabra, Y. Souche, J.P. Jamet, A. Thiaville, J. Ferré, J. Appl. Phys. **98** (2005) 086108.
- [24] J. Unguris, M.H. Kelley, D.T. Pierce, R.J. Celotta, Rev. Sci. Instrum. **61** (1990) 2501.
- [25] Articulo Gabi CoSi movimiento Paredes con Punta MFM
- [26] E. Betzig, P.L. Finn, J.S. Weiner, Appl. Phys. Lett. 60 (1992) 2484.
- [27] R. Toledo-Crow, P.C. Yang, Y. Chen, M. Vaez-Iravani, Appl. Phys. Lett. **60** (1992) 2957.
- [28] K. Karrai, R.D. Grober, Appl. Phys. Lett. **66** (1995) 1842.
- [29] C. Dehesa-Martínez, L. Blanco-Gutierrez, M. Vélez, J. Díaz, L.M. Álvarez-Prado, J.M. Alameda, Phys. Rev. B **64** (2001) 024417.

[30] I. Horcas, R. Fernandez, J.M. Gomez-Rodriguez, J. Colchero, J. Gomez-Herrero and A. M. Baro, Rev. Sci. Instrum. **78** (2007) 013705.

- [1] J.B. Keller, J. Opt. Soc. Am. **52** (1962) 116-130.
- [2] R.G. Kouyoumjian and P.H. Pathak, Proc. IEEE **62** (1974) 1448-1461.
- [3] C. Dehesa-Martínez, L. Blanco-Gutierrez, M. Vélez, J. Díaz, L.M. Álvarez-Prado and J.M. Alameda, Phys. Rev. B **64** (2001) 024417.
- [4] R.F. Harrington, New York: Macmillan (1968).
- [5] K.R. Umashankar, Wave Motion **10** (1988) 493-525.
- [6] "The Finite Element Method in Electromagnetics", J. Jianming, Lavoisier S.A.S. (2002).
- [7] "Computational electrodynamics: the finite-difference time-domain method", A. Taflove and S.C. Hagness, Artech House (2005).
- [8] D.M. Sullivan, "Electromagnetic simulation using the FDTD method", IEEE Press Series on RF and Microwave Technology (2000).
- [9] A. Elsherbeni and V. Demir, "The Finite-Difference Time-Domain Method for Electromagnetic with MATLAB Simulations", Scitech Publishing, Inc (2009).
- [10] K.S. Yee, IEEE Trans. Antennas Propagat. **14** (1966) 302-307.
- [11] R. Courant, K. Friedrichs, H. Lewy, Mathematische Annalen **100** (1928) 32.
- [12] "Handbook of Optics", 3º edición, Vol. 4, McGraw-Hill (2009).
- [13] I.H. Malitson, J. Opt. Soc. Am. **55** (1965) 1205.
- [14] M. Okoniewski, M. Mrozowski, M.A. Stuchly, IEEE Microwave Guided Wave Lett. **7** (1997) 121.
- [15] M.A. Ordal, R.J. Bell, R.W. Alexander, L.L. Long, M.R. Querry, Appl. Opt. 24 (1985) 4493.
- [16] A.D. Rakic, Appl. Opt. **34** (1995) 4755.
- [17] P.B. Johnson, R.W. Christy, Phys. Rev. **9** (1974) 5056.
- [18] "Handbook of Optical Constants of Solids", Edward D. Palik. Academic Press, Boston (1985).
- [19] F. Hao, P. Nordlander, Chem. Phys. Lett. **446** (2007) 115.
- [20] C. Oubre, P. Nordlander, J. Phys. Chem. B **108** (2004) 17740.
- [21] G. Shvets, Y.A. Urzhumov, J. Opt. A: Pure Appl. Opt. **7** (2005) S23.
- [22] J. Roden, S. Gedney, Microw. Opt. Technol. Lett. **27** (2000) 334.
- [23] J.P. Berenger, J. Comput. Phys. **114** (1994) 185.
- [24] S.D. Sacks, D.M. Kingsland, R. Lee, J.F. Lee, IEEE Trans. Antennas Propagat. **43** (1995) 1460.
- [25] W.C. Chew, W.H. Weedon, Microw. Opt. Technol. Lett. 7 (1994) 590.
- [26] M. Kuzuoglu, R. Mittra, IEEE Microwave and Guided Wave Lett. **6** (1996) 447.
- [27] D.W. Pohl, W. Denk, M. Lanz, Appl. Phys. Lett. 44 (1984) 651.
- [28] P. Hoffmann, B. Dutoit, R.P. Salathé, Ultramicroscopy **61** (1995) 165.
- [29] K. Karrai, R.D. Grober, Appl. Phys. Lett. **66** (1995) 1842.

Apéndices

Apéndice 1.

<u>Programa para la corrección de los</u> <u>efectos pares en las curvas de</u> <u>imanación medidas por MOKE en</u> <u>muestras con PMA.</u> Las muestras con anisotropía magnética perpendicular (PMA) analizadas tanto en el sistema Kerr enfocado al estudio de láminas continuas (Capítulo 2, apartado 2.4.2.1) como en el sistema focalizado (Capítulo 2, apartado 2.4.2.2) muestran en sus curvas de imanación deformaciones que no aparecen en láminas cuya imanación se encuentra contenida en el plano de la muestra (fig.1).



Fig.1 Comparativa ciclos de histéresis medidos según la orientación de E.A. de una muestra con imanación en el plano (izquierda) y con componente perpendicular (derecha).

El ciclo de la izquierda muestra el comportamiento característico de un sistema con anisotropía uniáxica en el plano de la muestra, con la orientación de medida paralela al eje de fácil imanación sin ningún tipo de filtrado. La gráfica de la derecha muestra los datos brutos obtenidos tras medir, en el mismo sistema experimental, una muestra de NdCo₅ de 60 nanómetros de espesor con PMA. El ciclo presenta deformaciones que falsean la medida de los parámetros característicos del ciclo transcrítico (remanencia reducida, campo de saturación al plano y campo coercitivo). Estas deformaciones son características de la medida magneto-óptica y no aparecen en los ciclos medidos en sistemas de magnetometría de volumen.

Los efectos magneto-ópticos tanto transversal como longitudinal son, a primer orden, funciones impares del campo magnético externo, sin embargo la existencia de términos con dependencia funcional par en el campo puede dar lugar a la aparición de deformaciones. Un ejemplo de respuesta par con el campo, sería el efecto introducido por un portamuestras ferromagnético cuya tendencia sería, independientemente del sentido del campo, acercarse a la pieza del electroimán más próxima a él.

Analizando el problema desde el punto de vista de la dependencia funcional con el campo podemos escribir la respuesta magneto-óptica medida como una combinación de una función cuya respuesta al campo es impar y otra con comportamiento par (Eq.1).

$$MO = f(H) + g(H^2) \quad (1)$$

Las funciones $f \ g$ poseen respectivamente una dependencia impar y par con el campo *H* aplicado, y su combinación representa la señal magneto-óptica total *MO*. Asumiendo que el ciclo de histéresis medido es simétrico es posible eliminar la contribución introducida por la función *g*.

$$MO_{\rightarrow} = f(H) + g(H^2) \quad (2a)$$
$$MO_{\leftarrow} = f(-H) + g((-H)^2) = -f(H) + g(H^2) \quad (2b)$$

La parte positiva en campo del ciclo viene representada por MO_{\rightarrow} y la negativa por MO_{\leftarrow} . Al tratarse f y g de funciones impar y par respectivamente, el cambio de signo en el campo solamente afectará a la contribución introducida por la primera.

$$MO_{\rightarrow} - MO_{\leftarrow} = 2f(H) \Longrightarrow f(H) = \frac{MO_{\rightarrow} - MO_{\leftarrow}}{2} \quad (3)$$
$$MO_{\rightarrow} + MO_{\leftarrow} = 2g(H^2) \Longrightarrow g(H^2) = \frac{MO_{\rightarrow} + MO_{\leftarrow}}{2} \quad (4)$$

Sumando las ecuaciones 2a y 2b es posible calcular el término par en campo (Eq. 4) así como calculando su diferencia se obtiene la respuesta impar (Eq. 3). Una vez aislada esta componente ya es posible representar el ciclo sin deformaciones, reconstruyendo ambas ramas del mismo a partir de la información filtrada.

Para llevar a cabo el proceso de forma sencilla, el algoritmo es implementado en forma de función en el entorno de programación MaTLab[®]. Todo el proceso es completamente automático salvo la determinación de dos puntos del ciclo simétricos en campo magnético, mediante los cuales se referencia el origen de esta variable.



Comparativa Filtrado

Fig.2 Comparativa de ciclo representado a partir de los datos en bruto y ciclo filtrado.

En la figura se aprecia claramente como las deformaciones originales del ciclo han desaparecido tras el proceso de filtrado. Toda la información magneto-óptica con dependencia funcional impar en el campo se conserva.

Código de la Función: Lenguaje de entorno MatLab®

```
function [Campo,Kerr,Par]=FiltradoEfectPar(nombrearchivo)
8***********
                                                      * * * * * * * * * * * * * *
                        ****
2
   Variables Entrada
2
    _____
2
   nombrearchivo: Nombre del archivo a tratar en formato .CSV
2
                 introducido como cadena de caracteres.
2
2
  Variables Salida
8
   _____
8
   Campo: Campo magnético en Oe.
% Kerr: Señal Kerr en las unidades del Osciloscopio.
00
  Par: Intensidad de la señal Par de la deformación.
8
8
   Código implementado para osciloscopio YOKOGAWA con los datos
guardados
% en formato .CSV, el campo magnético en el Ch1. y la señal
% magneto-óptica en el Ch2.
% El campo ha de ser medido en la escala de la sonda Hall de 3kGauss
  para una adecuada conversión de la escala.
8
*****
A=importdata(nombrearchivo,',',16);
CampoBrut=smooth(A.data(:,2)*1000*0.961); %Conversion Campo magnetico.
KerrBrut=A.data(:,3);
%Centrado del ciclo en campo.
plot(CampoBrut,KerrBrut)
xlabel('Campo (Oe)')
ylabel('Señal Kerr (a.u.)')
title('Seleccione dos puntos del ciclo simétricos en campo.')
Datos=ginput(2);
if Datos(1,1)>Datos(2,1)
    CampoCent=CampoBrut-Datos(1,1)+(Datos(1,1)-Datos(2,1))/2;
else
    CampoCent=CampoBrut-Datos(2,1)+(Datos(2,1)-Datos(1,1))/2;
end
%Regiones de Campo.
MaxCamp=max(CampoCent);
MinCamp=min(CampoCent);
for i=1:length(CampoCent)
    if CampoCent(i) == MaxCamp
       imax=i;
    elseif CampoCent(i) == MinCamp
       imin=i;
    else
    end
end
if imax<imin</pre>
    RamaSubida1=CampoCent(1:imax);
    RamaSubida2=CampoCent(imin+1:length(CampoCent));
   RamaBajada=CampoCent(imax+1:imin);
   KerrSubida1=KerrBrut(1:imax);
   KerrSubida2=KerrBrut(imin+1:length(KerrBrut));
   KerrBajada=KerrBrut(imax+1:imin);
    for i=1:length(RamaSubida2)
```

```
if abs(RamaSubida1(1)-RamaSubida2(i))<4</pre>
            empalme=i;
        else
        end
    end
    RamaSubida=[RamaSubida2(1:empalme-1);RamaSubida1];
    KerrSubida=[KerrSubida2(1:empalme-1);KerrSubida1];
else
    RamaBajada1=CampoCent(1:imin);
    RamaBajada2=CampoCent(imax+1:length(CampoCent));
    RamaSubida=CampoCent(imin+1:imax);
    KerrBajada1=KerrBrut(1:imin);
    KerrBajada2=KerrBrut(imax+1:length(CampoCent));
    KerrSubida=KerrBrut(imin+1:imax);
    for i=1:length(RamaBajada2)
        if abs(RamaBajada1(1)-RamaBajada2(i))<4</pre>
            empalme=i;
        else
        end
    end
    RamaBajada=[RamaBajada2(1:empalme-1);RamaBajada1];
    KerrBajada=[KerrBajada2(1:empalme-1);KerrBajada1];
end
pos1=1;
neq2=1;
for i=1:length(RamaSubida)
    if RamaSubida(i)<0</pre>
        CampoNeg2(1, neg2) = RamaSubida(i);
        KerrNeg2(1,neg2)=KerrSubida(i);
        neg2=neg2+1;
    elseif RamaSubida(i)>0
        CampoPos1(pos1)=RamaSubida(i);
        KerrPos1(pos1)=KerrSubida(i);
        pos1=pos1+1;
    else
    end
end
pos2=1;
neg1=1;
for i=1:length(RamaBajada)
    if RamaBajada(i)<0</pre>
        CampoNeg1(1,neg1)=RamaBajada(i);
        KerrNeg1(1,neg1)=KerrBajada(i);
        neg1=neg1+1;
    elseif RamaBajada(i)>0
        CampoPos2(pos2)=RamaBajada(i);
        KerrPos2(pos2)=KerrBajada(i);
        pos2=pos2+1;
    else
    end
end
%Generamos Vectores de interpolación de campo.
CampoPosInt1=linspace(min(CampoPos1),max(CampoPos1),250);
CampoPosInt2=linspace(max(CampoPos2),min(CampoPos2),250);
CampoNegInt1=linspace(min(CampoNeg1), max(CampoNeg1), 250);
CampoNegInt2=linspace(max(CampoNeg2),min(CampoNeg2),250);
%Calculamos las Interpolaciones.
KerrPosInt1=interp1 (CampoPos1, KerrPos1, CampoPosInt1);
KerrPosInt2b=interp1(CampoPos2,KerrPos2,CampoPosInt2);
KerrNegInt1b=interp1(CampoNeg1,KerrNeg1,CampoNegInt1);
KerrNegInt2=interp1(CampoNeg2,KerrNeg2,CampoNegInt2);
```

```
%Simetrizamos las interpolaciones.
for i=1:length(CampoPosInt1)
   KerrNegInt1(1,i)=KerrNegInt1b(length(KerrNegInt1b)+1-i);
    KerrPosInt2(1,i)=KerrPosInt2b(length(KerrPosInt2b)+1-i);
end
KerrPos1=(KerrPosInt1-KerrNegInt1)./2;
KerrPos2=(KerrPosInt2-KerrNegInt2)./2;
KerrPar1=(KerrPosInt1+KerrNegInt1)./2;
KerrPar2=(KerrPosInt2+KerrNegInt2)./2;
%Preparamos Variables de Salida.
Campo1=CampoPosInt2;
Campo2=CampoNegInt2;
Campo3=CampoNegInt1;
Campo4=CampoPosInt1;
Campo=[Campo1';Campo2';Campo3';Campo4'];
for i=1:length(KerrPos1)
    Kerr1(1,i) = KerrPos2(length(KerrPos2)+1-i);
    Par1(1,i)=KerrPar2(length(KerrPar2)+1-i);
    Kerr3(1,i) =-1*KerrPos2(length(KerrPos2)+1-i);
    Par3(1,i) = KerrPar2(length(KerrPar2)+1-i);
end
Kerr2=-1*KerrPos1;
Par2=KerrPar1;
Kerr4=KerrPos1;
Par4=KerrPar1;
Kerr=[Kerr1';Kerr2';Kerr3';Kerr4'];
Par=[Par1';Par2';Par3';Par4'];
```

Apéndice 2.

Vectorización del Código 2D-FDTD para la optimización de la velocidad de cálculo.

El formalismo tradicional de los métodos de resolución numérica de ecuaciones diferenciales basados en esquemas de diferencias finitas, resuelve de forma explícita las ecuaciones planteadas en cada uno de los puntos del mallado en base a al esquema numérico propuesto (fig.1). En este apéndice expondremos un método de resolución más eficiente basado en la vectorización del problema, de forma que ya no se considere el espacio de trabajo de una forma discreta (elemento a elemento), sino entendiéndolo como un todo (matrices de elementos). Mediante esta técnica, es posible explotar la capacidad de paralelizado automático del entorno de MatLab[®], optimizando la velocidad de cálculo, y permitiendo además una migración completa del código para ser ejecutado en procesador gráfico (GPU) aumentando aun más la velocidad de computación.



Fig.1 Esquema de relaciones entre variables Ey y Hz en un código FDTD-1D.

En la figura 1 se muestran las relaciones existentes entre los campos eléctrico y magnético para la resolución de las ecuaciones de Maxwell en un código FDTD unidimensional (Apartado 6.1). Se observa claramente la separación entre los puntos de cálculo del campo eléctrico (flechas azules) y el campo magnético (puntos rojos). Para el cálculo de todos y cada uno de los valores de los campos en cada iteración temporal es necesario emplear un bucle *for* para recorrer el espacio unidimensional de simulación, quedando al final el núcleo de evolución temporal del programa conformado por un doble bucle *for* anidado.

for pasos_t = 1: fin_t for i = 1: tam_esp Cálculo E nuevo Cálculo H nuevo end end

Al pasar a problemas en dos y tres dimensiones, es necesario añadir un bucle *for* y dos más (todos ellos anidados) respectivamente, para poder calcular elemento a elemento la evolución de cada una de las componentes de los campos electromagnéticos, ralentizando enormemente el código resultante.

El entorno de programación de MatLab[®] posee una serie de funciones denominadas "built-in", las cuales actúan sobre tensores n-dimensionales (vectores, matrices y tensores de 3 dimensiones) de tal forma que aprovechan la existencia de múltiples núcleos de los actuales procesadores de los ordenadores de sobremesa, y por supuesto de las estaciones de trabajo para cálculo científico, para paralelizar de forma
transparente al usuario la ejecución de dichas operaciones aumentando el rendimiento del cálculo.



Fig.2 Esquema operación de Matrices elemento a elemento mediante una función "built-in".

En la figura 2 se muestra una operación arbitraria entre dos matrices con las mismas dimensiones, obteniendo otra matriz a su vez con las mismas dimensiones que las anteriores. La operación * puede ser una suma o una resta, así como una multiplicación o división realizada elemento a elemento. En general la implementación de dicha operación sobre todos los elementos de la matriz se realizaría mediante dos bucles *for* anidados, uno en *i* y otro en *j*, escribiendo como argumento del bucle C(i,j)=A(i,j)*B(i,j); sin embargo, la expresión vectorizada C=A*B, siendo * el operador "built-in", permite escribir dicha operación sin necesidad del conjunto de bucles *for* para realizar el cálculo. De esta forma el rendimiento de la operación mejora significativamente.



Fig.3 Tiempo de cálculo empleados para realizar la operación $D(i,j) = A(i,j) \times B(i,j)/C(i,j)$, llevándola a cabo de forma secuencial (elemento a elemento) o vectorizada.

Como ejemplo realizamos una operación tal que escrita indicando los elementos de la matriz a los que afecta quedaría D(i,j)=A(i,j) x B(i,j) / C(i,j), realizando dicha operación

de forma tradicional y de forma vectorizada, comparando los tiempos de cálculo empleados para ejecutarse en función del número de elementos de las matrices argumento A, B y C (fig.3).

En la figura 3 se observa que incluso para matrices pequeñas (100x100 elementos) la implementación vectorizada es casi un orden de magnitud más rápida que la tradicional, incrementándose esta diferencia a medida que las matrices argumento crecen en tamaño. El código empleado para la estimación según ambos puntos de vista es como sigue:

Implementación Tradicional

```
function [tiempo,D]=test1(dimension, repeticiones)
A=randn(dimension);
B=randn(dimension);
C=randn(dimension);
D=zeros(dimension);
T=zeros(1, repeticiones);
for t=1:repeticiones
    tic
    for i=1:dimension
        for j=1:dimension
            D(i,j)=A(i,j)*B(i,j)/C(i,j);
        end
    end
    T(1,t) = toc;
end
tiempo=mean(T);
```

Implementación Vectorizada

```
function [tiempo,D]=test2(dimension,repeticiones)
A=randn(dimension);
B=randn(dimension);
C=randn(dimension);
D=zeros(dimension);
T=zeros(1,repeticiones);
for t=1:repeticiones
    tic
    D=A.*B./C;
    T(1,t)=toc;
end
tiempo=mean(T);
```

Remarcadas se indican las partes de cada uno de los códigos que calculan la operación de prueba. Es clara la diferencia entre ambas, de forma que la primera de ellas (remarcada en amarillo) identifica de forma aislada la relación entre cada uno de los elementos de las matrices argumento para obtener el resultado, mientras que la segunda (remarcada en verde) trabaja con las matrices como conjunto, evitando la necesidad de los bucles *for* anidados y paralelizando de forma implícita las operaciones. El "." antes de la operación (tanto para la multiplicación como para la división) sirve para indicar que esta se realiza elemento a elemento y no como un producto tradicional de matrices.

La implementación vectorizada del código FDTD-2D se realiza a partir de las ecuaciones de Maxwell particularizadas para el modo Transversal Eléctrico (TE) (Eq.6.46). La ecuación de evolución temporal para los campos eléctrico y magnético en base al

esquema de Yee para dos dimensiones (fig.6.16), se puede escribir como sigue asumiendo medios isótropos sin pérdidas y no metálicos.

Campo Magnético

$$H_{z}^{n+1/2}(i,j) = H_{z}^{n-1/2}(i,j) + \frac{\Delta t}{\mu_{0}\mu_{r}} \left[\left(\frac{E_{x}^{n}(i+1,j) - E_{x}^{n}(i,j)}{\Delta y} \right) - \left(\frac{E_{y}^{n}(i,j) - E_{y}^{n}(i,j-1)}{\Delta x} \right) \right]$$
(1)

Campo Eléctrico

$$E_x^{n+1}(i,j) = E_x^n(i,j) + \frac{\Delta t}{\varepsilon_0 \varepsilon_r} \left(\frac{H_z^{n+1/2}(i,j) - H_z^{n+1/2}(i-1,j)}{\Delta y} \right) \quad (2a)$$

$$E_{y}^{n+1}(i,j) = E_{y}^{n}(i,j) - \frac{\Delta t}{\varepsilon_{0}\varepsilon_{r}} \left(\frac{H_{z}^{n+1/2}(i,j+1) - H_{z}^{n+1/2}(i,j)}{\Delta x} \right) \quad (2b)$$

Para poder introducir el formalismo vectorizado, es necesario que los elementos de matriz de cada uno de los campos se encuentren situados en la misma posición (i,j) para poder operar con ellos. A la vista de las ecuaciones 1 y 2, se observa que los únicos términos que introducen problemas son los asociados al cálculo de las derivadas espaciales, pero este hecho puede ser solventado mediante transformaciones de la matriz campo desplazada (fig.4).



Fig.4 Ejemplo de permutación cíclica aplicada para transformar las matrices campo permitiendo calcular la derivada espacial. En la figura 4 se muestra el esquema de cálculo empleando las matrices como entes completos, sin tener en cuenta sus elementos individuales. La C representa una constante tal que C = $\Delta t / \epsilon_0 \epsilon_r \Delta y$. Las matrices campos denominadas como originales no

sufren ninguna transformación, mientras que la transformada ha sufrido una permutación cíclica que desplaza una fila hacia abajo todos los elementos de matriz, alineando de este modo el elemento (i-1,j) con el (i,j) de la original, de forma que ya se puede calcular la derivada espacial del campo magnético como la resta de la matriz original y la transformada. Cabe destacar que la última fila de la matriz pasa a ocupar el lugar de la primera introduciendo un error, pero démonos cuenta que los extremos del espacio de simulación se encuentran en el interior de la CPML y estos poseen valores prácticamente nulos debido a la absorción, con lo que el espacio de simulación no se ve afectado por este hecho.

De esta forma podemos reescribir las ecuaciones 1 y 2.

Campo Magnético

$$H_z^{n+1/2} = H_z^{n-1/2} + \frac{\Delta t}{\mu_0 \mu_r \Delta x \Delta y} \Big[\Delta x \Big(\Big(E_x^n \uparrow \Big) - E_x^n \Big) - \Delta y \Big(E_y^n - \Big(E_y^n \to \Big) \Big) \Big] \quad (3)$$

Campo Eléctrico

$$E_x^{n+1} = E_x^n + \frac{\Delta t}{\varepsilon_0 \varepsilon_r \Delta y} \left(H_z^{n+1/2} - \left(H_z^{n+1/2} \downarrow \right) \right) \quad (4a)$$

$$E_{y}^{n+1} = E_{y}^{n} - \frac{\Delta t}{\varepsilon_{0}\varepsilon_{r}\Delta x} \left(\left(H_{z}^{n+1/2} \leftarrow \right) - H_{z}^{n+1/2} \right) \quad (4b)$$

Donde $E_x \uparrow$, $E_y \rightarrow$, $H_z \downarrow$ y $H_z \leftarrow$, representan las permutaciones cíclicas en las que todos los elementos de matriz son desplazados una fila hacia arriba, una columna a la derecha, una fila hacia abajo y una columna a la izquierda respectivamente.

El ejemplo expuesto es fácilmente transferible al caso del código completo expuesto en el capítulo 6.

Para concluir, es importante destacar que este tipo de enfoque permite la implementación del mismo para ser ejecutado en GPU, con lo que se puede ganar aún más eficiencia en el tiempo de cálculo incluso con tarjetas gráficas, las cuales no son específicas para el cálculo científico, sino que están más enfocadas a ordenadores de sobremesa. Para mostrar un ejemplo de la potencia del cálculo basado en GPU se dispone de una tarjeta gráfica Nvidia GTX550 Ti con 1Gb de memoria de video dedicada, la cual actuará como la memoria RAM del ordenador durante el cálculo, y 190 núcleos CUDA, equivalentes a los núcleos CPU. El propio entorno de MatLab[®] permite una traducción natural del código vectorizado, para su ejecución en GPU sin necesidad de que el usuario profundice en lenguajes de programación adaptados a la ejecución en tarjeta gráfica.



Fig. 5 Comparativa tiempos de cálculo en función del número de elementos de matriz para diferentes enfoques del problema.

El cálculo realizado para comparar los cálculos efectuados por la GPU es el mismo empleado en el ejemplo de la figura 3. Se observa que para un número bajo de elementos de matriz, la eficiencia de la implementación en GPU es inferior a la obtenida en la CPU, pero al aumentar el tamaño de las matrices argumento la capacidad de cálculo de la tarjeta gráfica se impone frente a la CPU, empleando un tiempo de cálculo más de un orden de magnitud inferior al empleado por el código vectorizado en CPU. El problema asociado a esta tarjeta es la limitación de la memoria de video dedicada que posee, ya que al ser solamente de 1Gb el tamaño máximo de matrices evaluables está limitado.