



Université Louis Pasteur

THESE

Présentée pour obtenir le grade de

Docteur de l'Université Louis Pasteur de Strasbourg

Discipline : Physique

Spécialité : Physique de la matière condensée

par

Julien VENUAT

*Etude statique et dynamique du renversement d'aimantation de petits
objets d'anisotropie perpendiculaire*

Soutenue le 24 Novembre 2006 devant la Commission d'examen :

M. Bernard DOUDIN

Rapporteur interne

M. Dominique GIVORD

Rapporteur externe

M. Michel VIRET

Rapporteur externe

M. Jean-Yves BIGOT

Examinateur

M. Jean-Paul KAPPLER

Directeur de thèse

M. Eric BEAUREPAIRE

Invité

Introduction	1
1^{ère} partie	5
Chapitre 1 – Structuration et micro-fabrication	7
I. Lithographie	9
I.A. Principe général	9
I.B. Comparaison et spécificités	11
I.B.1) Lithographie optique	11
I.B.2) Lithographie électronique	14
II. La lithographie, une étape délicate	17
II.A. Rôle du microscope	18
II.A.1) La colonne du microscope	18
II.A.2) Réglages optiques du faisceau	19
II.A.3) Energie et intensité du faisceau	20
II.B. Effets de proximité	22
II.B.1) Interaction électron-matière	22
II.B.2) Diffusion dans la résine	24
II.B.3) Rétrodiffusion dans le substrat	25
II.C. Influence de la résine	28
II.C.1) Propriétés intrinsèques de la résine	29
II.C.2) Importance du révélateur	32
II.C.3) Effet de la taille des chaînes de polymères	35
II.D. Des facteurs moins contrôlables	36
II.D.1) Le vieillissement	37
II.D.2) Perturbations extérieures	38
II.D.3) La lithographie pour des applications réelles	39
III. Transfert	41
III.A. Techniques additives	41
III.A.1) Electrodeposition	42
III.A.2) Lift-off	42
III.A.3) Contraintes spécifiques au lift-off	43

III.B.	Techniques soustractives	46
III.B.1)	Gravure chimique	47
III.B.2)	Gravure ionique sèche (ou Ion Beam Etching)	48
III.B.3)	Gravure ionique réactive (RIE)	49
III.C.	Mécanismes de la gravure ionique sèche	50
III.C.1)	Interaction ions-matière	51
III.C.2)	Vitesse de gravure	53
III.C.3)	Problèmes induits par la gravure ionique sèche	56
	Conclusions du chapitre	59
	 Chapitre 2 –	 61
	Réalisation et étude des nanostructures	
I.	Protocoles expérimentaux	62
I.A.	Réalisation des plots	62
I.B.	Réalisation des micro-bobines	63
I.B.1)	Par lithographie électronique	64
I.B.2)	Par lithographie optique	65
I.C.	Description du dispositif	66
I.C.1)	Principe du générateur	66
I.C.2)	Connexion du dispositif	67
I.C.3)	Caractérisation des impulsions	68
II.	Gravure des réseaux de plots	72
II.A.	Dispositif expérimental	72
II.A.1)	Enceinte et fixation de l'échantillon	72
II.A.2)	Canon	74
II.A.3)	Conditions opératoires	75
II.B.	Détermination des vitesses de gravure	77
II.B.1)	Gravure des films magnétiques	77
II.B.2)	Choix du masque de gravure	79
III.	Caractérisation des structures	83
III.A.	Description des motifs gravés	83
III.B.	Impact de la gravure sur la forme des plots	86
III.B.1)	Profil des flancs	87
III.B.2)	Diamètre des plots	88
III.B.3)	Surépaisseur des structures gravées	89
	Conclusions du chapitre	96

2^{ème} partie		97
Chapitre 3 –		99
Etude des films minces magnétiques		
I.	Elaboration et structure des films	100
I.A.	Alliage CoPt ₃	100
I.A.1)	Elaboration des échantillons	101
I.A.2)	Caractérisations structurales	103
I.B.	Multicouches Co/Pt	107
I.B.1)	Elaboration des échantillons	107
I.B.2)	Caractérisation structurale	108
II.	Propriétés magnétiques des films	116
II.A.	Alliage CoPt ₃	116
II.A.1)	Mesures magnétométriques	116
II.A.2)	Anisotropie des films	117
II.B.	Multicouches	120
II.B.1)	Propriétés des films après dépôt	120
II.B.2)	Propriétés magnétiques des films recuits	127
	Conclusions du chapitre	133
Chapitre 4 –		135
Propriétés magnétiques des plots en régime statique		
I.	Impact du procédé de fabrication sur les films	136
I.A.	Protocole de l'étude	136
I.B.	Effet des différentes étapes du procédé de fabrication	138
II.	Propriétés magnétiques des réseaux de plots	139
II.A.	Description des échantillons	139
II.B.	Etude des plots d'alliage CoPt ₃	141
II.C.	Etude des multicouches Co/Pt	146
II.C.1)	Etude des plots de (Co _{0,4} /Pt _{1nm}) _{8x}	146
II.C.2)	Etude des plots de (Co _{0,6} /Pt _{1nm}) _{7x}	149

III.	Etude du renversement en régime quasi-statique	153
III.A.	Deux comportements distincts	153
III.B.	CoPt ₃ et (Co _{0,4} /Pt _{1nm}) _{8x} : un comportement semblable	154
III.B.1)	Retour sur les propriétés des films continus	154
III.B.2)	Effet de la structuration : apport à l'étude du renversement	156
III.B.3)	Interprétation des configurations magnétiques désaimantées	160
III.C.	Renversement d'aimantation des plots de (Co _{0,4} /Pt _{1nm}) _{8x}	162
III.C.1)	Principe de l'étude	162
III.C.2)	Propriétés magnétiques de l'échantillon étudié	163
III.C.3)	Résultats	165
	Conclusions du chapitre	168
 Chapitre 5 –		169
Renversement sous champ pulsé		
I.	Réalisation de l'étude	170
II.	Description de l'état rémanent	173
II.A.	Plots de 1µm	173
II.B.	Plots de 200nm	181
III.	Etude quantitative du renversement	186
III.A.	Description du modèle de renversement	186
III.B.	Expériences de traînage	191
III.B.1)	Description des mesures	191
III.B.2)	Résultats et interprétation	193
III.C.	Champ coercitif dynamique	196
III.C.1)	Description de l'étude	196
III.C.2)	Résultats	197
	Conclusions du chapitre	200
 Conclusion générale		203
 Références bibliographiques		209

Introduction

En août dernier, le disque dur fêtait son 50^{ème} anniversaire. C'est en 1956 en effet qu'IBM a lancé le premier modèle de son RAMAC (Random Access Method Accounting & Control). Pour l'occasion, les médias, en bons professeurs, ont pu dispenser quelques cours de « paléo-technologie ». On imagine la perplexité qu'a dû éprouver M. Tout-Le-Monde en comparant ce glorieux « dinosaure » d'une tonne à son baladeur MP-3, qui, lui dit-on, intègre un disque dur. Car les 50 ans du RAMAC représentent avant tout 50 ans d'un succès non démenti ; 50 ans de diffusion de cette technologie des centres de recherche vers le grand public. Ainsi, aujourd'hui, le disque dur n'est plus cantonné aux applications informatiques : du téléphone mobile au magnétoscope numérique, on le retrouve dans de nombreux secteurs de la vie quotidienne. Les disques durs sont devenus tellement courants, et l'évolution de leurs performances tellement rapide, qu'il faut des occasions comme celles-ci pour prendre la mesure du chemin parcouru.

Si l'histoire du disque dur est aussi l'histoire d'un succès commercial, cette réussite retrace avant tout 50 ans de recherche et d'innovation, qui nous ont conduit du RAMAC aux disques d'un pouce qui équipent les baladeurs vidéo. Dans l'évolution de cette technologie, le développement de nouveaux matériaux magnétiques et, plus généralement, les progrès accomplis dans la compréhension fondamentale du magnétisme jouent un rôle de premier plan.

Dans un disque dur, le support d'enregistrement est constitué d'une couche mince d'un alliage granulaire, dont les grains sont partiellement découplés du point de vue magnétique. L'unité élémentaire d'information enregistrée sur le disque, le bit de donnée, est alors définie par la direction de l'aimantation d'un ensemble de ces grains magnétiques (une centaine environ pour les disques produits actuellement).

Selon que l'aimantation collective des grains pointe vers l'avant ou vers l'arrière, le secteur codera pour un « 1 » ou un « 0 » logique. Pour passer des 100ko enregistrés sur un des disques de 24'' du RAMAC aux densités de stockage actuelles, l'essentiel des progrès accomplis ces cinquante dernières années a consisté d'une part à réduire la surface occupée par un bit de donnée, et d'autre part à accroître parallèlement la sensibilité du dispositif de lecture.

Toutefois, cette stratégie ne suffit désormais plus à elle seule. Chaque grain doit en effet occuper un volume minimum, car en deçà de cette valeur limite, l'aimantation est susceptible de se renverser d'elle-même, en l'absence de champ extérieur. Cette limite physique est connue sous le nom de « superparamagnétisme ». Pour poursuivre la miniaturisation des bits de donnée et accroître encore la densité d'information stockée sur un disque, il est nécessaire de s'appuyer sur de nouvelles configurations d'enregistrement. Très récemment, les premiers disques à enregistrement perpendiculaire ont été mis sur le marché. A plus long terme, différentes technologies sont envisagées. Parmi celles-ci, l'enregistrement sur des supports structurés (ou Patterned Magnetic Media) semble emporter l'adhésion des acteurs majeurs du secteur, comme Hitachi^[Hit] ou Seagate^[Sea]. Contrairement aux dispositifs actuels pour lesquels les bits de donnée sont définis sur un support continu par l'aimantation collective d'un ensemble de grains découplés, ici chaque bit sera codé par l'aimantation d'une nanostructure discrète. Schématiquement, cela signifie que là où il faut aujourd'hui une centaine de grains pour coder un bit, il n'en faudra plus qu'un seul dont l'aimantation ne prendra que deux orientations bien définies (up et down par exemple).

Même si la course vers des densités de stockages toujours plus élevées constitue l'axe principal des recherches menées dans le secteur de l'enregistrement, la question de la vitesse du transfert des données va de pair et ne saurait être occultée. En effet, si la quantité d'information enregistrée sur les disques durs s'accroît exponentiellement depuis 50 ans, encore faut-il pouvoir transférer cette masse de données. En 2005, la vitesse d'écriture était déjà de l'ordre de 50Mo/s, ce qui signifie que l'aimantation d'un bit de donnée est manipulée sur une durée de l'ordre de la nanoseconde. Concrètement, pour que le saut technologique que constitue le passage

au Patterned Magnetic Media puisse s'effectuer, il faudra pouvoir renverser l'aimantation dans des nanostructures magnétiques monodomaines à l'échelle de la nanoseconde au plus.

Ce travail apporte une contribution à l'étude du renversement de l'aimantation dans des nanostructures d'anisotropie perpendiculaire soumises à des champs magnétiques de quelques nanosecondes. Les échantillons qui ont été étudiés se présentent sous la forme d'un réseau de plots submicroniques (de 1 μ m à 200nm), surmonté d'une microbobine lithographiée à même le réseau. Connectée à un générateur d'impulsions, celle-ci permet de délivrer des champs intenses de quelques nanosecondes à même de renverser l'aimantation des plots.

Ces échantillons constituent les premières nanostructures réalisées entièrement au laboratoire. De ce fait, il a donc été nécessaire de mettre au point les conditions opératoires pour l'ensemble des techniques expérimentales auxquelles les procédés de nanofabrication font appel.

Ce mémoire s'organise en deux parties. La première partie, constituée des chapitres 1 et 2, détaille les techniques et procédés de nanofabrication.

Dans le chapitre 1, nous donnerons une description générale des différentes techniques de lithographie et de gravure en s'attachant à mettre en évidence leurs spécificités, ainsi que leurs limitations. En particulier, on essaiera de faire apparaître les paramètres à prendre en considération lorsque l'on cherche à établir un nouveau procédé de fabrication.

Le chapitre 2 détaille plus spécifiquement les protocoles utilisés pour réaliser nos échantillons à partir des films minces magnétiques d'anisotropie perpendiculaire. Cette présentation est suivie de l'étude « topographique » des réseaux de plots par microscopie en champ proche.

La deuxième partie de ce manuscrit, constituée des chapitres 3 à 5, est consacrée à l'étude des propriétés magnétiques des échantillons. Elle est organisée comme suit.

Le chapitre 3 donne une description des propriétés magnétiques des films d'alliage CoPt_3 et des multicouches (Co/Pt) à partir desquels les nanostructures ont été élaborées. Une étude des propriétés structurales des films permet de mettre en perspective le magnétisme et la cristallographie des échantillons.

Le chapitre 4 rapporte les résultats de l'étude menée sur les réseaux de nanostructures par Effet Kerr Magnéto-Optique (MOKE) et Microscopie à Force Magnétique (MFM). Nous montrerons en quoi l'évolution des propriétés magnétiques observée lorsque l'on structure un film continu sous forme de plots de dimension décroissante renseigne sur le mode de renversement d'aimantation.

Enfin, le chapitre 5 est consacré à l'étude du renversement d'aimantation des plots sous l'effet d'impulsions de champ magnétique d'une vingtaine de nanosecondes. Cette étude repose sur l'observation par MFM de la configuration rémanente après l'application d'un certain nombre d'impulsions d'amplitude variable. Cette étude nous a permis en particulier d'imager les premiers stades des processus d'aimantation.

1^{ère} partie

Chapitre 1

Structuration et micro-fabrication

Avec le développement des techniques de dépôt en couche mince, l'étude du magnétisme s'est portée vers des systèmes de dimensionnalité réduite, passant des structures massives à des systèmes 2D. Le développement des techniques d'élaboration a donc rendu possible la découverte ultérieure des phénomènes physiques prépondérants dans ces systèmes 2D, différents de ceux qui prévalent dans les échantillons massifs. Cette tendance à la miniaturisation s'est poursuivie depuis lors, et les efforts portent aujourd'hui sur la compréhension de systèmes à une, voire zéro dimension. Mais avant de pouvoir comprendre les phénomènes mis en jeu dans ces systèmes, ou avant même de pouvoir tout simplement les observer, encore faut-il réaliser de tels systèmes.

Pour ce faire, de nombreuses techniques, plus ou moins sophistiquées ont été proposées. Parmi celles ci, on peut citer la technique dite de « décoration » de surfaces reconstruites. Les surfaces « reconstruites » adoptent une morphologie caractérisée par l'existence d'une superstructure sur laquelle il est possible de déposer et de piéger des atomes. Cette technique de décoration a permis d'obtenir des îlots d'atomes, ou encore des lignes, régulièrement espacés suivant la reconstruction. Nous pouvons également citer une autre technique qui permet d'obtenir des systèmes unidimensionnels : l'électrodéposition dans une matrice poreuse ^[Mar 94]. Cette méthode consiste à électrodéposer un matériau, un métal magnétique par exemple, à travers une couche poreuse. On obtient alors un ensemble de structures filiformes réparties sur la surface, reproduisant là encore la structure et la morphologie du matériau initial.

Ces deux techniques sont à la fois élégantes, en ce sens qu'elles ne nécessitent que relativement peu de moyens, et efficaces puisqu'elles permettent d'atteindre des dimensions caractéristiques de l'ordre de quelques nanomètres. Toutefois toutes deux

présentent le même inconvénient majeur : leur manque de souplesse. En effet, s'il est possible d'obtenir des structures régulières, celles-ci ne font que reproduire le réseau défini par la nanostructure préexistante. Si l'on souhaite réaliser des structures de formes complexes, comme une couronne (dispositifs type VMRAM [Zhu 00]) ou un transistor, ou bien si l'on recherche des périodicités régulières et arbitraires, il est alors indispensable de faire appel à d'autres techniques, plus lourdes, comme la lithographie ou la gravure.

Ces techniques s'organisent suivant un processus en deux étapes. Dans un premier temps, on va « dessiner » les motifs que l'on cherche à réaliser, pour les transférer sur le substrat désiré dans un deuxième temps. Il est possible d'imaginer de très nombreux protocoles différents pour réaliser une micro/nano-structure particulière. Il existe de nombreuses techniques différentes pour chacune de ces deux étapes. Mais en fin de compte, toutes s'articulent les unes aux autres selon ce schéma : lithographie puis transfert du motif. Ainsi, dans le principe, peindre des étoiles à la bombe avec un pochoir ou déposer l'oxyde de grille d'un transistor sont deux opérations analogues sauf, bien sûr, qu'il s'agit ici de motifs de taille nanométrique.

I. Lithographie

La lithographie s'apparente à la première étape de ce processus au cours de laquelle est dessiné le motif recherché. Le terme « lithographie » ne désigne donc pas une technique en particulier, mais regroupe au contraire un ensemble de procédés qui diffèrent entre eux par la méthode effective employée pour réaliser le dessin du motif. De la plus ancienne, la lithographie optique, jusqu'aux plus récentes, comme la lithographie par absorption à deux photons, en passant par la lithographie interférentielle, on parle chaque fois de « lithographie ».

Dans la mesure, où seule les lithographies optique et électronique ont été employées au cours de ce travail de thèse, seules ces deux techniques seront décrites ici.

I.A. Principe général

La lithographie consiste à réaliser une empreinte du motif souhaité dans un film de matière sensible à un rayonnement particulier, qui dépend de la méthode utilisée. Plus spécifiquement, pour les deux techniques mises en œuvre durant ce travail : la lithographie optique utilise une source UV, tandis qu'il s'agit d'un faisceau d'électrons dans le cas de la lithographie électronique. Indépendamment de la technique choisie, ceci s'opère en trois temps. :

- sur l'échantillon à structurer (a) est déposée à la tournette une couche la plus homogène possible d'un film photosensible, communément appelé résine (b)
- l'échantillon est ensuite exposé au rayonnement (c). Sous l'action de ce rayonnement, les propriétés physico-chimiques de la résine, comme sa solubilité par exemple, sont modifiées. C'est véritablement lors de cette étape d'exposition que l'on définit le motif à transférer : en « éclairant » sélectivement la surface photosensible, on définit deux régions aux propriétés bien différentes.

- l'échantillon est révélé dans un solvant spécifique (d). Suivant le protocole observé, le révélateur peut éliminer sélectivement la zone soumise au rayonnement lors de l'exposition ou, au contraire, celle qui n'a pas été exposée.

Le choix de conditions opératoires appropriées, et notamment de la résine utilisée, permet d'aboutir, à partir d'une même exposition, à deux images complémentaires l'une de l'autre. Traditionnellement, on appelle « lithographie positive » le processus au cours duquel on élimine la zone exposée, et « lithographie négative » celui où, à l'inverse, c'est la zone non-exposée qui est éliminée.

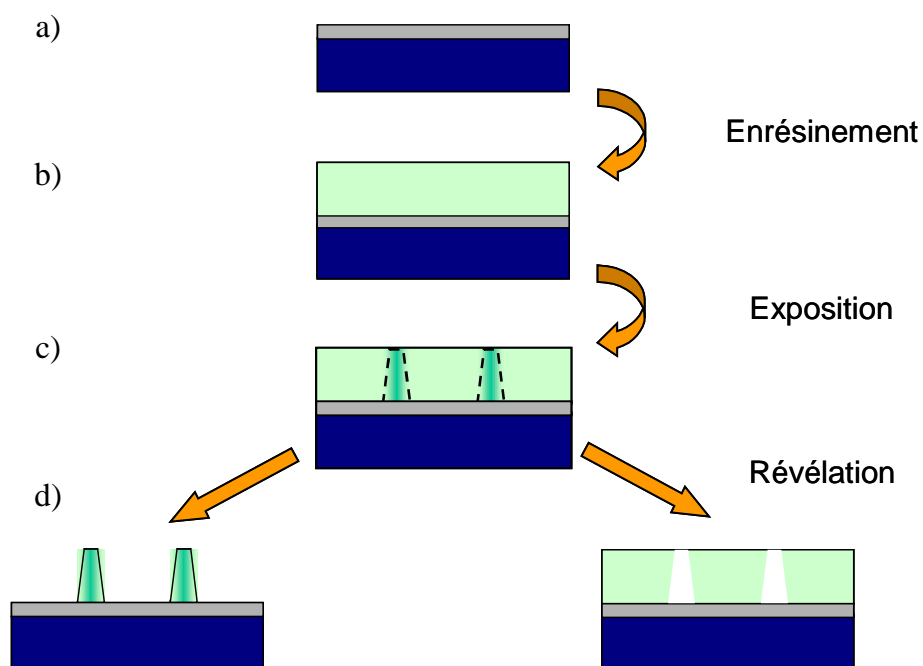


Figure 1-1 : Schéma de principe général de l'étape de lithographie. Après la révélation, l'image de gauche montre le résultat d'un procédé « négatif » ; l'échantillon schématisé sur l'image de droite est obtenu par un procédé « positif ».

I.B Comparaison et spécificités

Si ces deux types de lithographies, optique et électronique, procèdent de la même idée générale, l'utilisation de sources différentes pour l'exposition introduit malgré tout des différences notables quant à leur fonctionnement et leurs performances.

1) Lithographie optique

L'exposition en lithographie optique consiste à éclairer brièvement l'échantillon à travers un masque par une lampe UV. On projette donc l'ombre du masque sur l'échantillon.

Du point de vue des applications, la lithographie optique est essentiellement destinée aux motifs microniques, de taille caractéristique comprise entre 1 μ m et 1mm. C'est du moins pour ce genre d'applications que cette technique est employée à l'IPCMS. On peut en effet noter que c'est aussi par lithographie optique que sont aujourd'hui réalisés les transistors des micro-processeurs, dont la grille n'excède pas 100nm de large. Toutefois, les spécifications techniques requises pour atteindre ce genre de résolutions imposent un appareillage de fait limité à l'industrie des circuits-imprimés. Nous nous limiterons donc à la description des « aligneurs de masques », tels que le MJB3 utilisé au cours de cette thèse, dont les performances sont certes limitées, mais qui offrent l'immense avantage d'être accessibles aux laboratoires de recherche.

Fonctionnement d'un aligneur de masque

Les masques les plus répandus sont constitués d'une plaque de quartz, transparente aux UV, sur laquelle est déposée une couche de chrome qui reproduit, à l'échelle 1/1, le motif que l'on veut réaliser.

Le masque est solidaire d'une platine mobile par rapport à l'échantillon. Le motif présent sur le masque est alors positionné précisément par rapport à l'échantillon, à la verticale de la région que l'on souhaite exposer. C'est cette caractéristique qui

donne son nom à ce type d'appareils de lithographie optique. Lorsque le process mis en œuvre fait appel à plusieurs étapes de lithographie, comme c'est toujours le cas pour n'importe quelle structure un peu complexe, l'alignement puis le réaligement des motifs au cours des lithographies successives devient crucial. Il est alors nécessaire de se donner des repères bien caractéristiques. Pour ce faire, on a recours à des croix d'alignement que l'on retrouve à la même position sur tous les masques utilisés au cours du process. Ces marques sont lithographiées sur le substrat lors d'une première exposition, puis tous les autres masques sont ensuite alignés sur ces repères.

Une fois le masque positionné à la verticale de la région désirée, celui-ci est approché de la résine. Au cours de l'exposition, l'ensemble du masque est éclairé par un faisceau collimaté : on projette sur la résine l'ombre du motif qui figure à la surface du masque. Là où le quartz est nu, l'échantillon est éclairé, et la résine sera impressionnée par les UV, tandis que sous les zones chromées la résine ne sera pas modifiée.

Performances et limitations

La résolution de cette technique est limitée par deux facteurs principaux : la diffraction de la lumière incidente sur le motif du masque et l'espace (ou gap) entre la résine et le masque.

Le phénomène de diffraction au niveau du masque dépend de la taille caractéristique du motif et de la longueur d'onde du rayonnement utilisé. Dans la plupart des appareils de laboratoire, la source utilisée est une lampe au mercure. Ce type de lampes délivre un spectre de raies, dont les radiations utiles pour la lithographie optique sont comprises entre 440 et 360 nm.

Comme la plupart des appareils ne comportent qu'une seule source lumineuse, la qualité d'exposition d'un motif de dimension caractéristique donnée dépendra

principalement de l'espace entre le masque et la résine. Dans le cas où le masque est espacé d'une distance résiduelle g de l'échantillon, la résolution w du dispositif (qui correspond à la largeur minimale d'une ligne) est donnée par l'équation 1 :

$$w = \sqrt{\lambda g} \quad (\text{équation 1})$$

Pour atteindre une résolution optimale, il est donc essentiel de rendre ce « gap » entre l'échantillon et le masque aussi étroit que possible. La qualité du contact dépend de la façon dont le masque est plaqué contre l'échantillon. Il existe en effet plusieurs modes de contact disponibles pour les appareils de lithographie optique :

- Le plus courant est le mode « soft-contact ». L'échantillon est fixé (souvent par aspiration) sur une plate-forme porte-échantillon, mobile verticalement. Lorsque le motif du masque est aligné verticalement sur la région à exposer, on élève la plate-forme porte-échantillon jusqu'à ce que l'échantillon vienne toucher le masque. Si la couche de résine n'est pas d'épaisseur uniforme ou s'il existe des poussières sur le masque, alors le contact n'est pas parfait sur l'ensemble de l'échantillon.
- Le mode « hard contact » permet de réduire l'espace entre l'échantillon et le masque éventuellement créé par des poussières ou des surépaisseurs locales de résine. L'échantillon est mis en contact mécaniquement contre le porte-masque à la façon du mode « soft contact ». On crée alors une dépression dans l'espace résiduel pour augmenter la force du contact.

Dans ces deux modes de contact, le masque est directement plaqué contre l'échantillon afin de limiter les effets de diffusion. Toutefois, le gain en terme de résolution s'accompagne d'un certain nombre d'inconvénients :

- détérioration plus rapide du masque,
- contamination du masque, et éventuellement de l'échantillon si le masque n'est plus très propre,
- risque d'adhésion du masque sur l'échantillon.

Un troisième mode de contact est possible pour les appareils de lithographie optique :

- Mode « non-contact ». L'échantillon est positionné à quelques micromètres de la surface du masque, sans pour autant le toucher.

Avec les appareils utilisés couramment au laboratoire, la qualité de la lithographie dépend essentiellement des conditions d'exposition et de développement. En effet la résolution est intrinsèquement limitée par l'optique utilisée dans l'appareil et le mode de contact. Le choix du mode de contact répond alors à un compromis entre les performances en terme de résolution, et la durée de vie des masques.

2) Lithographie électronique

Si la lithographie optique est essentiellement destinée aux motifs de quelques μm à quelques $100\mu\text{m}$, la lithographie électronique permet quant à elle d'atteindre des résolutions largement sub-microniques. Dans des conditions idéales, il est possible d'atteindre une résolution de 10 à 20 nm.

Toutefois la finesse d'écriture n'est pas le seul élément qui distingue ces deux techniques. Là où la lithographie optique a recours à un masque pour projeter l'image du motif sur la résine, la lithographie électronique permet d'écrire directement sur la couche photosensible. Schématiquement, le faisceau joue le rôle d'un stylo : pour réaliser le motif, le faisceau parcourt sur la résine la surface occupée par le motif.

Les dispositifs de lithographie électronique s'apparentent fortement aux microscopes électroniques, et plus particulièrement aux microscopes à balayages (MEB) : il s'agit de produire un faisceau d'électrons et de le guider à la surface de l'échantillon. L'analogie est d'ailleurs tellement marquée que de nombreux systèmes, dont celui utilisé au laboratoire, sont en fait des MEB reconvertis, dont le déplacement du faisceau est piloté par un ordinateur de commande.

L'analogie se comprend bien si l'on considère le fonctionnement d'un tel dispositif.

Tout d'abord, les électrons sont produits et accélérés par un canon à électrons. En fonction de la source, ceux-ci peuvent être extraits par effet thermique, à partir d'un filament de tungstène par exemple, ou par effet de champ dans les systèmes plus récents. Les électrons sont ensuite accélérés par une haute tension jusqu'à quelques dizaines de keV.

Les électrons traversent la colonne « optique » jusqu'à l'échantillon situé à l'opposé du canon. Pour que le dispositif soit opérationnel, le libre parcours moyen des électrons doit être supérieur à la longueur de la colonne optique. Pour limiter la diffusion des électrons, la colonne est maintenue sous vide secondaire, généralement de l'ordre de quelques 10^{-6} mbar.

Les éléments qui composent la colonne « optique » sont en fait des lentilles électromagnétiques. Ces électro-aimants assurent trois fonctions principales:

- focaliser le faisceau à la surface de l'échantillon,
- corriger les effets d'aberration, comme les aberrations chromatiques et sphériques ainsi que l'astigmatisme du faisceau,
- assurer le déplacement du faisceau à la surface de l'échantillon.

Cette dernière fonction constitue la différence principale entre la colonne d'un MEB et celle d'un dispositif de lithographie. Dans un MEB le faisceau balaye simplement la surface de l'échantillon, ligne après ligne : l'utilisateur n'intervient pas sur le déplacement du faisceau. A l'inverse la lithographie suppose la possibilité de déplacer le faisceau arbitrairement sur l'échantillon, suivant le motif que l'on cherche à définir. Ceci se traduit par les modifications suivantes au schéma classique d'un MEB

- la colonne intègre un élément supplémentaire : un obturateur, appelé également « beam-blanker ». Il s'agit d'une pièce métallique percée d'un orifice, dont l'ouverture est placée sur le trajet du faisceau. On peut appliquer sur cette pièce une tension jusqu'à quelques centaines de volts, et dévier ainsi le faisceau de l'axe optique. Le blanker agit donc comme un interrupteur, laissant ou non passer le faisceau. L'obturation du faisceau évite l'exposition

accidentelle de la résine lors du déplacement d'une partie du motif vers une autre par exemple.

- les bobines de déflexions qui assurent le balayage du faisceau sont interfacées à un ordinateur, qui pilote les déplacements suivant le motif prédéfini. L'amplitude du déplacement autorisé par ces bobines est limitée et dépend directement du grandissement. Plus le grandissement est fort, et plus le champ d'écriture est restreint. Toutefois, pour des grandissements compatibles avec la lithographie de motifs nanométriques, la course du faisceau est généralement de quelques dizaines de micromètres tout au plus. En conséquence, ceci limite bien souvent l'écriture du motif désiré.
- Les moteurs qui actionnent la platine porte-échantillon sont également interfacés à l'ordinateur de commande. La course des moteurs se compte en millimètres, avec une précision qui dépend du système : quelques microns dans le cas d'une platine guidée par des moteurs pas à pas ; largement sub-micronique avec une platine interférométrique.

II. La lithographie, une étape délicate

La réalisation d'une microstructure est un processus délicat, en plusieurs étapes qui nécessitent toutes le plus grand soin. Toutefois, puisque la lithographie constitue la première d'entre elles, on comprend aisément qu'il faille y accorder une attention toute particulière. C'est au cours de cette étape qu'est défini le motif, et on imagine difficilement que le résultat final, obtenu après plusieurs traitements encore, puisse être plus fidèle que l'empreinte réalisée dans la résine.

Ce travail de thèse a largement fait appel à la lithographie électronique, réalisé sur un Jeol J840 nouvellement reconverti en dispositif de lithographie. La maîtrise de cet instrument a donc constitué une étape importante de ce travail : elle s'est d'ailleurs révélée bien plus exigeante que la prise en main de la lithographie optique. Pour la lithographie optique, j'ai ainsi pu m'appuyer sur des travaux réalisés au CEA Saclay [Bai. 02] sur un appareillage similaire à celui utilisé à l'IPCMS, et pour des applications plus exigeantes en terme de résolution que nos microbobines.

Je souhaite donc apporter ici quelques précisions sur les facteurs à prendre en compte lors de cette étape de lithographie. J'insisterai en particulier sur les conditions à remplir pour obtenir une lithographie la plus fidèle et la plus fine possible. Ces facteurs sont de natures diverses : la résolution ultime que l'on puisse atteindre dépend en effet non seulement du dispositif de lithographie (le microscope reconverti dans notre cas) et de la résine, mais aussi de l'échantillon que l'on souhaite réaliser, ainsi que de l'environnement extérieur. Nous détaillerons donc quelque peu chacun de ces aspects.

II.A. Rôle du microscope

La colonne optique du microscope a pour fonction de focaliser le faisceau d'électrons sur l'échantillon, en un « spot » circulaire le plus fin possible. Il s'agit d'ailleurs là d'un impératif valable aussi bien pour la lithographie que pour l'observation.

1) La colonne du microscope

Le microscope joue donc un rôle important dans la qualité de la lithographie puisque ce sont les éléments « optiques » de la colonne qui définissent la forme et la taille du faisceau focalisé sur l'échantillon. En ce sens la lithographie dépend du matériel, par les caractéristiques des éléments qui composent la colonne, et par sa conception plus généralement. De la même façon que les optiques de deux microscopes ne se valent pas forcément, la source d'électrons et les lentilles utilisées sont déterminantes dans la finesse du spot obtenu.

- Pour obtenir un spot idéalement focalisé, il faudrait que les électrons produits par le canon proviennent d'une source ponctuelle et soient tous de même énergie. La dispersion en énergie des électrons tout comme l'extension spatiale de la source constituent donc deux facteurs directement liés au canon qui limitent la finesse de la focalisation du faisceau.
- Par ailleurs, les lentilles électromagnétiques sont particulièrement sensibles aux effets d'aberrations, sphériques et chromatiques. Qui plus est, contrairement aux systèmes optiques, les distorsions du faisceau ne peuvent pas être corrigées en associant des lentilles convergentes et divergentes.

Dans les deux cas, il s'agit d'effets inhérents à la colonne du microscope : c'est lors de la conception de l'appareil qu'il faut les prendre en compte et en minimiser les effets. Tout ce que peut faire l'utilisateur, c'est travailler avec les électrons les plus proches de l'axe optique. Pour ce faire, il est possible de limiter l'extension du faisceau à l'aide d'un diaphragme. Toutefois, la réduction de la section du faisceau

entraîne du même coup la réduction de la densité de courant sur l'échantillon. De ce point de vue, la finesse de la focalisation se fait au prix de la vitesse d'écriture.

2) Réglages optiques du faisceau

Les phénomènes d'aberration peuvent donc limiter l'écriture des motifs les plus fins ; toutefois leur influence reste généralement limitée. En effet, dans des conditions appropriées, il est tout à fait possible de focaliser le faisceau sur quelques nanomètres. Si le matériel impose la limite de résolution ultime, la géométrie du spot s'avère beaucoup plus liée aux réglages effectués par l'utilisateur.

- Le premier d'entre eux réside dans la finesse de la mise au point : si le faisceau n'est pas parfaitement focalisé, sa section à la surface de l'échantillon peut passer du spot idéal, de quelques nanomètres, à une tache d'une dizaine de nanomètres ou plus. La mise au point n'est pas forcément chose facile dans la mesure où la résine est sensible au faisceau d'électrons : il faut donc effectuer les réglages rapidement en utilisant assez peu de courant sous peine de dénaturer l'échantillon localement. Nous avons obtenu de bons résultats en étalant un peu de laque d'argent sur la résine : la mise au point est alors effectuée sur les petits grains d'argent. Il faut également s'assurer que la surface est bien horizontale, car si tel n'est pas le cas, toute la surface n'est pas au point simultanément et les conditions d'exposition peuvent varier au sein d'un même motif.

- La correction de l'astigmatisme du faisceau est un autre réglage « optique » crucial, laissé au soin de l'utilisateur. Les lentilles, et a fortiori les lentilles électromagnétiques, occasionnent des aberrations. Celles-ci entraînent une asymétrie du faisceau par rapport à l'axe optique connue sous le nom d'astigmatisme. Cette déformation est corrigée par une lentille multipolaire, généralement quadri- ou octopolaire. Les électroaimants, répartis autour de l'axe optique, produisent un champ ovale à même de contrecarrer l'asymétrie du faisceau. Ce réglage, nécessaire également en microscopie pour obtenir une image de bonne qualité, est souvent plus délicat que la mise au point. Par ailleurs,

l'erreur de correction de l'astigmatisme, difficile à évaluer avant l'exposition, a des conséquences considérables dans le cas des motifs les plus fins. L'image 1-2 montre l'effet de l'astigmatisme du faisceau lors de l'exposition d'une série de points en mode « Single Dot Exposure ». Dans ce mode d'exposition, la forme des motifs obtenus après révélation reproduit la géométrie du faisceau d'électrons. L'asymétrie observée ici est complètement rédhibitoire si l'on cherche à atteindre les meilleures résolutions accessibles par lithographie électronique.

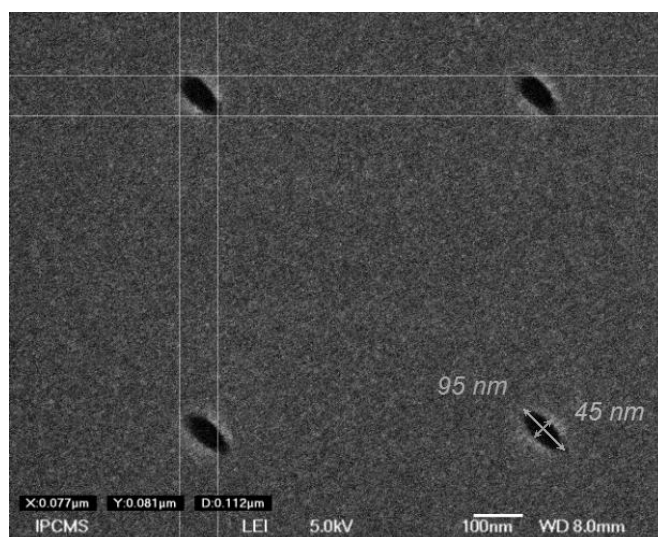


Figure 1-2 : Observation, après révélation, d'un réseau de plots exposés en mode « Single Dot Exposure » dans une couche de PMMA ^[Vla]. L'astigmatisme du faisceau est à l'origine de la dissymétrie des plots révélés dans la couche de résine.

3) Energie et intensité du faisceau

Même avec une mise au point parfaite et une correction rigoureuse de l'astigmatisme du faisceau, le spot obtenu n'est pas toujours idéalement fin. La géométrie du faisceau en général et sa section en particulier dépendent très fortement du choix des conditions d'exposition, comme la tension d'accélération et le flux d'électrons produits par le canon.

La figure 1-3^[Com 1] donne une idée de la taille du spot sur l'échantillon pour un MEB J840, comme celui que nous utilisons au laboratoire en dispositif de lithographie,

tous réglages supposés idéaux par ailleurs. Il apparaît sur cet abaque que la section du faisceau au niveau de l'échantillon s'élargit fortement lorsque la tension d'accélération diminue ou que la densité de courant libéré par le canon augmente. Les expositions sont donc généralement réalisées avec les tensions d'accélération les plus élevées possibles ; les appareils de lithographie actuels peuvent d'ailleurs produire une tension d'accélération de 100kV.

Il n'est toutefois pas toujours pratique de travailler avec les flux les plus faibles. En effet, la durée de l'exposition dépend de la densité de courant utilisée. Idéalement, il faudrait donc utiliser un courant faible avec des expositions plus longues. En fonction de l'importance de la dérive en courant de l'appareil, cette possibilité n'est toutefois pas toujours offerte. Dans notre cas, nous étions limités à des expositions de moins de 3 heures alors que des appareils plus récents offrent une stabilité suffisante pour effectuer des exposition durant toute une nuit.

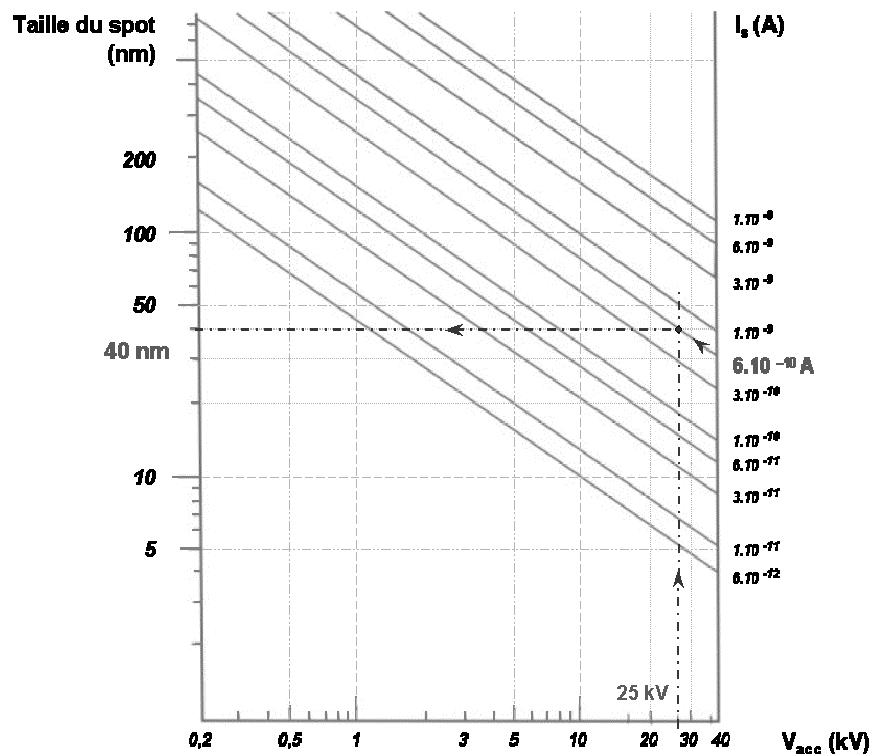


Figure 1-3 : Evolution de la taille de sonde du faisceau d'électrons produit par un JEOL 840 en fonction de la tension d'accélération et de l'intensité du faisceau. Les micro-structures magnétiques étudiées au cours de cette thèse ont été réalisées à 25kV avec un courant dans la gamme du pA.

II.B. Effets de proximité

Même avec un dispositif de lithographie comme notre JEOL J-840 reconverti, il est tout à fait possible d'obtenir un faisceau de section inférieure à 10 nm (cf. fig. 1-3). Pour autant, à ma connaissance, les motifs les plus fins réalisés sur cet appareil ont une dimension caractéristique bien supérieure, de l'ordre de 80 nm. Si la taille de sonde du faisceau constitue bien la limite ultime de la résolution, ce n'est généralement pas le facteur limitant. La finesse de la lithographie dépend de fait bien plus de la diffusion du faisceau dans la résine que de la géométrie du faisceau incident. C'est ce que l'on appelle les effets de proximité.

1) Interaction électrons-matière

La couche de résine est sensible au passage des électrons. Elle va donc conserver l'empreinte des trajectoires suivies par les électrons. Le profil du motif obtenu après révélation résulte donc de l'effet cumulé de toutes les trajectoires des électrons. Il importe donc de revenir sur les phénomènes qui ont lieu dans la résine lors de l'exposition par des électrons de quelques dizaines de keV.

L'interaction entre le faisceau et l'échantillon se traduit par une cascade de phénomènes élastiques et inélastiques qui se poursuivent tant que les électrons ont suffisamment d'énergie. Parmi les phénomènes qui découlent de l'interaction électrons/matière, citons les suivants :

- Absorption d'énergie par les atomes de la résine ou du substrat. L'énergie déposée dans la résine pourra entraîner la scission des chaînes de polymères (dans le cas du PMMA par exemple) ou l'amorce de réactions photoactivées, dans le cas de résines optiques. Quel que soit le mécanisme précis, c'est ce transfert d'énergie qui est à l'origine de l'exposition de la résine.
- Parallèlement aux réactions induites dans la résine, l'absorption d'énergie peut aussi entraîner l'éjection d'électrons secondaires arrachés aux niveaux plus ou moins profonds des atomes percutés.

- Ces interactions inélastiques s'accompagnent d'un ralentissement des électrons incidents ainsi que d'une modification de leur trajectoire.
- Enfin, les électrons peuvent aussi subir une diffusion élastique sur un atome de la résine ou du substrat, dans une direction liée à l'énergie de l'électron incident et à l'importance du nuage électronique de l'atome en question.

Le détail de ces interactions est complexe. Toutefois, dans la mesure où nous cherchons à comprendre les limitations expérimentales de la lithographie, ces phénomènes de diffusion indiquent simplement que l'énergie déposée dans la résine n'est pas confinée dans la zone balayée par le faisceau. En fonction des conditions expérimentales, comme la nature du substrat ou l'épaisseur de la couche de résine, ces effets, dits « de proximités », peuvent s'étendre sur quelques micromètres. Il s'agit donc d'un effet capital, notamment pour des motifs rapprochés les uns des autres. La réalisation de motifs périodiques de ce genre implique donc de tenir compte des effets coopératifs liés à l'exposition des régions alentours.

Comprendre la nature de ces effets de proximité, et les quantifier constitue donc un enjeu majeur pour la réalisation de structures nanométriques. L'intuition suggère que l'empreinte laissée dans la résine, après révélation, suit les contours de lignes de même densité d'énergie absorbée. Cette hypothèse, d'abord proposée par Herzog et coll. ^[Her. 72] a donné lieu à de nombreuses études visant à déterminer ces profils isoénergétiques. C'est là toutefois chose difficile. Pour évaluer l'énergie totale déposée dans la résine, il faut en effet prendre en compte toutes les contributions citées précédemment : le faisceau incident, les électrons diffusés dans la résine, les électrons rétrodiffusés dans le substrat, ainsi que les électrons secondaires.

Ces travaux, s'appuyant sur des simulations Monte-Carlo et la mise au point de modèles analytiques ont permis de développer des programmes de correction des effets de proximité, lesquels équipent aujourd'hui certains logiciels de lithographie électronique. D'un point de vue plus fondamental, ces travaux ont aussi permis d'expliquer la forme des empreintes dans la résine et de relier l'étendue des effets de proximité à différents paramètres expérimentaux. Nous évoquerons donc l'effet de ces facteurs expérimentaux sur la lithographie.

2) Diffusion dans la résine

La diffusion du faisceau incident dans la résine se traduit par une cascade d'évènements tels que ceux décrits plus haut. La figure 1-4, tirée des travaux de Herzog^[Her. 72], montre que l'empreinte laissée dans la résine après développement reproduit la « poire d'interaction » caractéristique de l'interaction électrons / matière. Dans cette expérience, les électrons d'énergie 29,5 kV ont exposé la résine jusqu'à 9 μm sous la surface, sur une largeur proche de 7 micromètres.

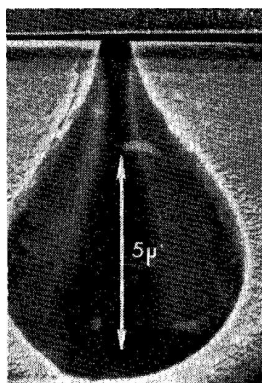


Figure 1-4 : Echantillon de PMMA, observé en coupe au MEB après révélation. Exposition réalisée à 29,5 kV.

Dans la majorité des processus utilisés en lithographie électronique, la résine est étalée pour former une couche d'épaisseur comprise entre 100 et 500 nm. Pour de telles épaisseurs, l'élargissement du faisceau par diffusion dans la résine reste faible. Toutefois, cet effet existe et l'on constate expérimentalement que les flancs des motifs ne sont jamais rigoureusement verticaux ; au contraire, ils possèdent une légère inclinaison : on parle « d'undercut » ou de profil inversé. En conséquence, bien que cet effet reste modéré la plupart du temps, la recherche de résolutions ultimes impose de le prendre en compte, ce qui conduit généralement à l'utilisation de couches de résine ultrafines.

Notons toutefois que le profil inversé obtenu dans la résine après la révélation, qui constitue souvent une limitation à la finesse des motifs, peut être mis à profit pour le transfert des motifs par « lift-off » (cf. partie III.A.2)

3) Rétrodiffusion dans le substrat

Si la diffusion du faisceau incident dans la résine explique pour partie les effets de proximité, la contribution principale provient des électrons rétrodiffusés dans la résine depuis le substrat. A la suite d'une succession de collisions, les électrons peuvent ainsi être amenés à retourner dans la couche de résine une, voire plusieurs fois. L'ampleur des effets de proximité est donc liée au nombre d'électrons rétrodiffusés de la sorte, ainsi qu'à l'énergie qu'ils transportent lors de leur réincidence. On s'attend donc à ce que le substrat joue un rôle capital dans la qualité de la lithographie.

De nombreux modèles ont été développés pour décrire ce phénomène ^[Haw. 74]. Ceux-ci permettent d'évaluer l'influence du substrat par la détermination de grandeurs objectives comme le pourcentage d'électrons incidents diffusés vers la résine depuis le substrat, ou leur distribution en énergie et dans l'espace. Ces données peuvent alors être réutilisées pour quantifier l'énergie totale déposée dans la résine.

Il apparaît que le nombre d'électrons rétrodiffusés et leur distribution sont étroitement liés au numéro atomique des atomes du substrat. Ainsi, le pourcentage d'électrons rétrodiffusés, évalué par le coefficient de réflexion η , croît avec Z . Le tableau 1-1 reproduit les valeurs de η présentées par Hawryluk et col. dans le même article pour différents matériaux de Z croissant.

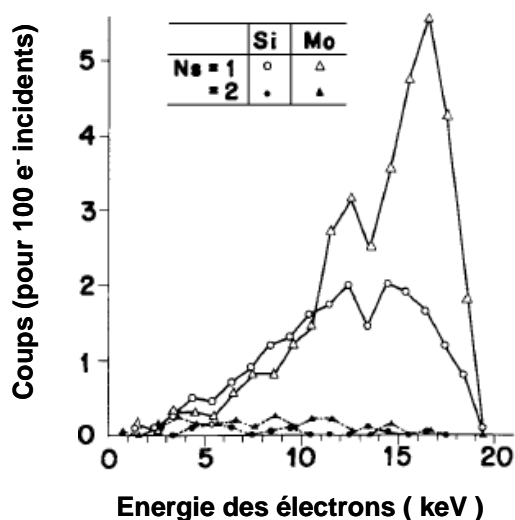
Tableau 1-1 Coefficient de réflexion obtenu par simulation Monte Carlo pour des électrons de 20 kV et un échantillon constitué d'une couche de PMMA (400nm) déposée sur différents substrat. Données tirées de la référence ^[Haw 74].

Matériau	Z	Coefficient de réflexion η
Si	14	0,301
Cu	29	0,332
Au	79	0,538

De la même façon, l'importance du nuage électronique des atomes du substrat influence directement les distributions spatiale et énergétique des électrons diffusés. En effet, suite à une collision sur un atome, la direction de propagation des électrons

est déviée d'un angle qui dépend de Z. Plus le cortège électronique est important, plus cet angle de diffusion sera grand. Concrètement (cf. figure 1-5), la rétrodiffusion sur un substrat plus lourd sera plus directionnelle : les électrons seront diffusés avec une énergie supérieure, sur une zone plus restreinte.

a)



b)

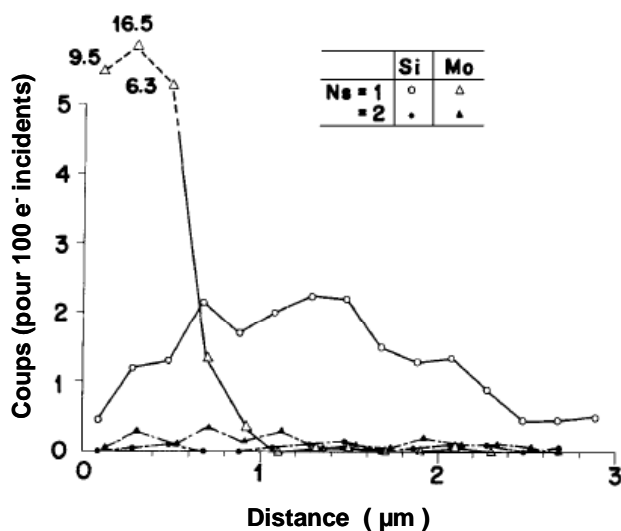


Figure 1-5 : Simulation Monte-Carlo montrant l'influence du substrat sur les caractéristiques des électrons rétrodiffusés vers la couche de résine. Les distributions sont données en discriminant suivant le nombre de réincidences des électrons, N_s . (a) Distribution des électrons en fonction de leur énergie. (b) Distribution spatiale des électrons rétrodiffusés. Résultats tirés des travaux de Aizaki ^[Aiz. 79].

La nature du substrat influence donc directement la rétrodiffusion des électrons vers la résine. Par conséquent, le profil de densité d'énergie absorbée dans la résine est également lié à la densité électronique du substrat. Les mêmes études, par simulation Monte Carlo ou modèles théoriques, ont permis de représenter ces distributions de densité d'énergie en fonction de la position par rapport au point d'incidence du faisceau. La figure 1-6, tirée des travaux de Gentili et col. ^[Gen. 90], rend compte de la contribution d'un électron à la densité d'énergie totale jusqu'à 8 μm du point d'incidence, pour différents substrats. L'or d'une part, et le silicium d'autre part donnent lieu à des comportements opposés. Pour un substrat d'or, l'essentiel de l'énergie est déposée sur une zone restreinte, de l'ordre de 1 micromètre, et la densité d'énergie décroît très rapidement au-delà. A l'inverse, pour un substrat de silicium, la densité d'énergie est faible mais décroît très lentement : un ordre de grandeur sur 6 μm .

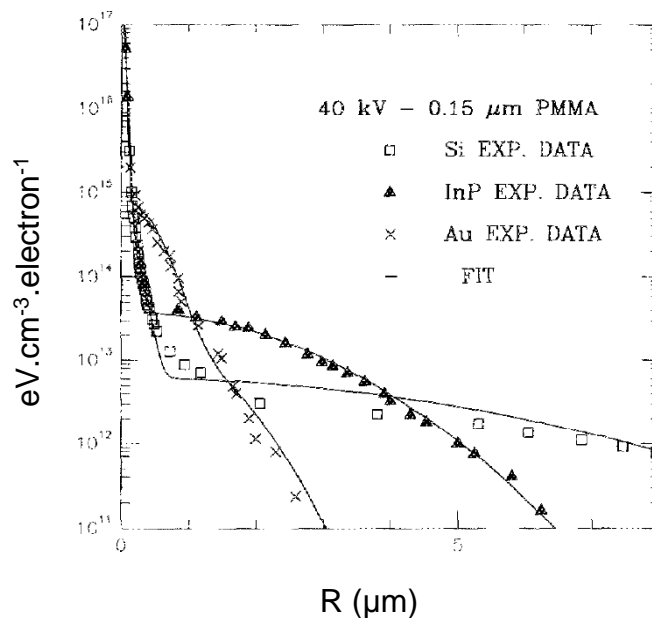


Figure 1-6 Distribution spatiale expérimentale et théorique de l'énergie absorbée dans la résine. La position $R=0$ représente le point d'incidence du faisceau d'électrons. Les résultats expérimentaux sont tirés d'expositions de points dans une résine PMMA 950K pour des doses croissantes. La densité d'énergie expérimentale est comparée au modèle de triple gaussienne. Figure tirée de la référence ^[Gen 90].

Ce que l'on a coutume d'appeler « effets de proximité » regroupe en fait un ensemble de phénomènes physiques résultant de l'interaction du faisceau d'électrons avec l'échantillon. Ces effets conduisent à l'exposition partielle de la résine en dehors des régions définies par l'utilisateur lors du dessin du motif. Concrètement, au lieu d'avoir une transition abrupte entre les régions balayées par le faisceau et les régions adjacentes, on obtient des distributions de densité d'énergie comme celles représentées à la figure 1-6. La qualité de la lithographie passe donc par la prise en compte de ces effets de proximité. Certains logiciels de lithographie intègrent des algorithmes de correction, mais le choix du substrat ou de l'épaisseur de résine permet aussi de limiter les effets collectifs.

II.C. Influence de la résine :

A cause des effets de proximité, la résine est partiellement exposée au-delà des zones balayées par le faisceau, parfois même jusqu'à 10 μm du point d'incidence (cf. fig. 1-6). Il est clair que si l'empreinte obtenue dans la résine à la fin du process s'étendait à toutes ces régions, la lithographie électronique n'aurait aucun intérêt. En pratique, des résolutions bien inférieures, de l'ordre de la dizaine de nanomètres, ont été démontrées avec cette technique.

La conclusion qui s'impose est donc que si la fidélité du motif dépend de la quantité d'énergie absorbée en dehors des zones définies lors de la lithographie, elle dépend également de la réponse de la résine à l'exposition et de la faculté du révélateur à discriminer entre les régions « souhaitées » et les autres. A cet égard, le rôle de la résine ne se conçoit vraiment que dans son association à un solvant donné. On parle d'ailleurs parfois de « couple résine - révélateur ». Nous allons essayer de détailler quelque peu ce que l'on entend par là.

1) Propriétés intrinsèques de la résine

Les effets de proximité traduisent l'interaction des électrons avec la résine dans des régions qui peuvent être relativement éloignées du point d'incidence du faisceau. Toutefois l'énergie réellement transférée à la résine de même que la nature des effets photochimiques résultants dépendent de la structure chimique du matériau (souvent un polymère) utilisé comme résine. D'une molécule à une autre, et donc d'une résine à une autre, les réactions photochimiques mises en jeu ne seront pas nécessairement les mêmes. On s'attend donc à ce que deux résines différentes possèdent des caractéristiques distinctes en matière de lithographie.

Il existe de très nombreuses résines, même en se restreignant aux résines destinées à la lithographie électronique. Pour essayer d'y voir un peu plus clair, il est pratique de regrouper ces résines en catégories. Pour ce faire, plusieurs critères peuvent être retenus :

- la tonalité de la résine : il existe des résines positives et négatives. Les premières conduisent à l'élimination des zones exposées lors de la révélation, tandis qu'avec les secondes, au contraire, seules les zones exposées subsistent.
- la structure chimique : on distingue alors les résines organiques, comme le PMMA, et les résines organo-minérales, comme le HSQ. Ces dernières sont généralement plus robustes à la gravure ionique et constituent de bons masques de gravure.
- le mode d'action du rayonnement utilisé pour l'exposition. Pour certaines résines, la transformation photochimique est limitée à la durée de l'irradiation, tandis que d'autres nécessitent une étape supplémentaire, généralement un recuit, pour achever l'exposition. Ces dernières qui font appel à une réaction chimique annexe thermiquement activée sont dites à « amplification chimique ».

L'objectif n'est pas de donner ici une description complète de l'ensemble des résines disponibles sur le marché. On se contentera de mentionner l'existence de ces grandes

familles de produits. Toutefois le lecteur intéressé par la question pourra trouver sur le site internet de l'université de Cornell^[Cor] le détail des résines utilisées en routine dans les laboratoires de cette université, ainsi qu'un chapitre du Handbook of Microlithography^[Rai] dédié aux résines.

Pour comparer ces différentes résines entre elles, il est important de disposer de critères d'évaluation objectifs. Dans l'optique de comprendre quels sont les facteurs qui interviennent dans la lithographie, deux grandeurs peuvent être retenues : la *sensibilité* et le *contraste*. Ces deux indicateurs sont déterminés en mesurant l'épaisseur de résine restant après le développement en fonction de la dose utilisée pour l'exposition. Ceci est illustré à la figure 1-7 :

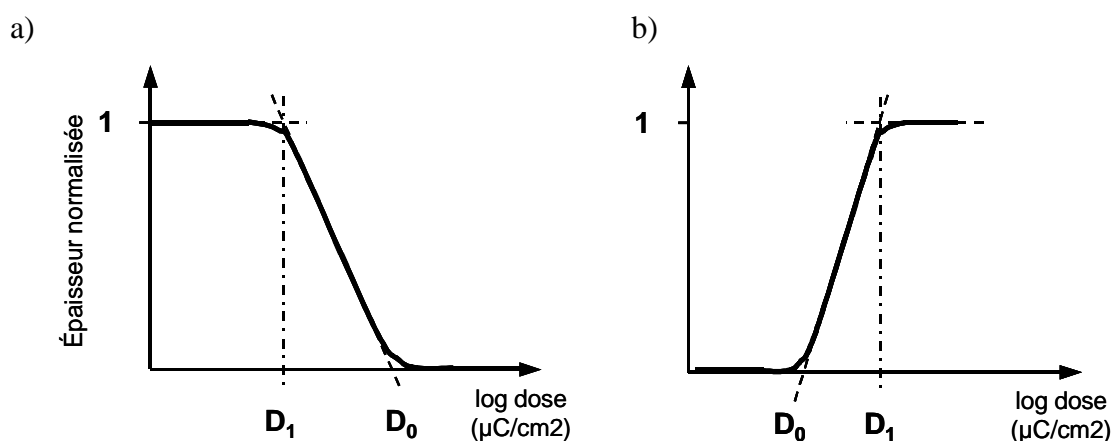


Figure 1-7 : Courbes de contraste pour une résine positive (a) et une résine négative (b). Ces courbes représentent l'épaisseur de résine normalisée restant après la révélation, en fonction du logarithme de la dose utilisée lors de l'exposition. Les doses D_0 et D_1 représentent respectivement la dose seuil pour laquelle toute la résine est éliminée, et celle pour laquelle la résine n'est pas affectée.

A partir de ces courbes, on peut donner plusieurs définitions pour la sensibilité et le contraste d'une résine. Nous pourrions retenir celles-ci^[Ber. 92] :

- La sensibilité correspond à la dose nécessaire pour achever complètement la réaction photochimique que subit la résine sous l'effet du rayonnement incident.

Dans le cas d'une résine positive (cf. figure 1-7 a), cela correspond à la dose D_0 pour laquelle toute la résine a été éliminée à la révélation. Pour une résine

négative au contraire (cf. figure 1-7 b) la sensibilité correspond à la dose D_1 pour laquelle l'épaisseur de résine restante est égale à l'épaisseur déposée.

- Le contraste correspond à la plus grande pente de la courbe obtenue lorsque l'on représente l'épaisseur de résine normalisée en fonction de la dose appliquée, comme dans les graphes de la figure 1-7. Le contraste γ s'exprime par :

$$\gamma = \left| \frac{1}{\log\left(\frac{D_1}{D_0}\right)} \right| \quad (\text{équation 2})$$

Concrètement, la sensibilité représente la quantité d'énergie à fournir pour exposer complètement la résine. C'est donc la sensibilité qui détermine la durée d'une exposition ; dans le contexte d'applications à la production, il est alors préférable d'utiliser des résines très sensibles, pour lesquelles la dose seuil D_s est la plus faible possible.

Le contraste mesure quant à lui la capacité du système résine-révéléateur à discriminer entre des zones ayant reçu des doses légèrement différentes, proches de la sensibilité de la résine. La valeur de γ obtenue dans les conditions expérimentales utilisées traduit donc l'étendue effective des effets de proximité une fois la révélation effectuée. Un contraste plus élevé donnera un résultat plus fidèle au motif attendu.

La réponse d'une résine au rayonnement utilisé lors de l'exposition s'évalue par sa sensibilité, et par la résolution accessible avec le révéléateur utilisé, c'est à dire son contraste γ . Il est remarquable, quoique déplorable, que la plupart des résines offrant de bonnes sensibilités présentent aussi des contrastes médiocres. L'utilisateur est donc souvent amené à trouver un compromis entre la durée de la lithographie et la résolution désirée. Il semble toutefois que certaines résines mises au point récemment permettent de réconcilier sensibilité et contraste. Par rapport au PMMA, qui est encore la résine la plus largement répandue, la ZEP 520 de Nippon Zeon offre

ainsi une sensibilité inférieure d'un ordre de grandeur (de 15 à 30 $\mu\text{C}/\text{cm}^2$ à 25 kV) pour des résolutions comparables (une dizaine de nanomètres).

L'ensemble des lithographies électroniques réalisées au cours de cette thèse ont été effectuées en utilisant des résines acryliques comme le PMMA, dont la structure chimique est représentée à la figure 1-8. Situons donc le PMMA dans la grande famille des résines : il s'agit d'une résine organique, non amplifiée chimiquement. Par ailleurs, le PMMA est généralement utilisé comme résine positive, avec une sensibilité médiocre, de l'ordre de $350\mu\text{C}/\text{cm}^2$. Toutefois, à forte dose, son comportement change et le PMMA peut être utilisé comme résine de tonalité négative : la sensibilité est alors plus faible encore, de l'ordre de $5000\mu\text{C}/\text{cm}^2$. Bien que le PMMA ait été l'une des premières résines utilisées, son usage est encore d'actualité aujourd'hui. La raison principale réside dans l'extrême finesse des motifs réalisés avec cette résine : utilisée comme résine positive, dans des conditions favorables (en limitant les effets de proximité par exemple) et avec un matériel adéquat, on a pu démontrer des résolutions inférieures à 10 nm ^[Che. 93], jusqu'à 7 nm ^[Gaa. 90].

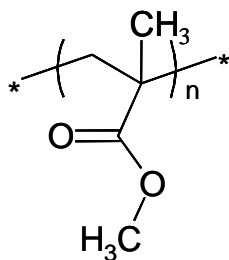


Figure 1-8 : Unité monomère d'une chaîne de PMMA.

2) Importance du révélateur

La structure chimique d'une résine détermine en grande partie ses propriétés vis à vis de l'exposition, notamment la résolution que l'on peut espérer obtenir ^[Rai]. Toutefois, pour une même résine, les conditions de développement ont également une influence sur le contraste, et donc sur la résolution. Pour un process donné, la résolution accessible n'est donc pas tant une caractéristique intrinsèque de la résine, que la conjugaison des propriétés de la résine et du solvant. Pour comprendre l'influence du

révélateur, il convient de revenir sur l'effet du rayonnement électronique sur la structure chimique de la résine.

Pour les résines polymères, qui sont les produits les plus couramment employés, la couche obtenue à la tournette est constituée d'un enchevêtrement de macromolécules. Ces chaînes polymères sont initialement de taille comparable, caractérisée par leur masse molaire M_i , d'autant plus grande que les chaînes sont longues. Sous l'effet du faisceau, la résine subit une transformation chimique, dont la nature exacte dépend de la structure de la résine. On peut toutefois regrouper ces réactions en deux mécanismes généraux qui ne dépendent que de la tonalité de la résine :

- pour une résine positive, l'énergie transférée provoque la scission des chaînes pour former des chaînes plus courtes,
- dans le cas d'une résine négative, les chaînes réagissent entre elles pour former un réseau : on dit que les chaînes ont réticulé.

Dans un cas comme dans l'autre, l'irradiation provoque un changement de la masse moléculaire des chaînes dans les régions exposées. Là où l'on trouvait initialement des chaînes de masse M_i , on obtient des polymères de masses variables, distribuées autour d'une valeur moyenne M_f . Dans le cas de résines négatives, les chaînes sont réticulées et la masse moyenne M_f est supérieure à M_i , tandis que M_f est inférieure à M_i pour les résines positives. La distribution exacte de la masse des chaînes après irradiation (autour de la moyenne M_f) dépend de la densité d'énergie absorbée localement par la résine. Compte tenu des effets de proximité, l'énergie reçue par la résine dans une zone donnée, et donc sa morphologie dépend de l'éloignement au point d'incidence du faisceau.

Quelle que soit la tonalité de la résine toutefois, la révélation consiste à éliminer les chaînes de plus petites masses : les petits fragments obtenus à partir des résines positives ou les chaînes partiellement (ou pas du tout) réticulées dans le cas de résines négatives. Le respect du motif, évalué par le contraste γ , dépend donc de la faculté du révélateur à dissoudre sélectivement les chaînes en fonction de leur masse.

γ sera d'autant plus grand que le solvant pourra éliminer les chaînes de petites masses, sans dissoudre les plus longues. Le contraste est toutefois limité par l'existence d'une distribution de chaînes de tailles variables : partout dans la résine (même au point d'incidence du faisceau) coexistent des polymères de masses différentes. Ainsi, la révélation complète du motif qui suppose l'élimination des chaînes de masses les plus élevées dans les régions exposées, provoque du même coup la dissolution partielle de la résine alentour.

Le contraste est donc intimement lié à la vitesse de dissolution de la résine dans le révélateur^[Ber. 92]. Plus précisément, pour un couple résine-révélateur donné, γ dépend du différentiel de vitesse de dissolution en fonction de la masse molaire des chaînes. A l'extrême, un révélateur tellement efficace qu'il pourrait facilement dissoudre les chaînes de toutes tailles, à des vitesses comparables, donnerait un contraste nul. Ceci a des implications directes quant à l'effet du révélateur :

- Pour un couple résine-révélateur donné, le contraste est une grandeur thermiquement activée. En particulier, autour de l'ambiante, le contraste est meilleur lorsque la température augmente^[Ber. 92].
- Paradoxalement, les meilleures lithographies ne sont pas obtenues avec les révélateurs les plus efficaces, c'est à dire avec les meilleurs solvants de la résine. Ainsi, pour un couple donné, il est possible d'améliorer encore le contraste en diluant le révélateur dans un solvant inerte pour la résine. Greeneich^[Gre. 75] a montré que lorsque l'on développe une couche de PMMA dans une solution diluée de MIBK (4 methyl- 2 pentanone), le contraste se détériore à mesure que la concentration en MIBK augmente.

En pratique, les révélateurs utilisés sont des mélanges « solvant / non-solvant ». Un bon solvant, chimiquement proche des macromolécules utilisées, est dilué dans une espèce inerte pour la résine. Généralement, l'espèce chimique choisie pour diluer le solvant est une molécule de petite taille, comme l'éthanol, qui peut s'insinuer entre les chaînes et « démêler » l'enchevêtrement formé par les chaînes de polymères.

3) Effet de la taille des chaînes de polymères

La masse des chaînes qui constituent la couche de résine apparaît donc comme un élément déterminant. La plupart des résines se déclinent d'ailleurs en plusieurs solutions de polymères de masses molaires différentes. Pour le PMMA par exemple, on peut trouver des solutions composées de chaînes avec des masses moléculaire variant dans un rapport 60, de 15 000 à 950 000 g.mol⁻¹ (souvent abrégées en 15K et 950K respectivement). On s'attend à ce que les paramètres de la lithographie dépendent de la taille des polymères utilisés dans la résine.

Pour autant, des travaux récents^[Kho. 96] semblent indiquer que la résolution accessible dépend très peu de la masse initiale des chaînes M_i , ou du moins seulement dans la limite des résolutions « ultimes ». Ces auteurs sont en effet parvenus à définir des lignes de 10nm dans plusieurs types de résines PMMA, du PMMA 950K au 15K. Il semble donc que si la taille des polymères influence le contraste, c'est uniquement la distribution en masse post-exposition (M_f) qui importe. Or la valeur de M_f dépend en fait assez peu de la taille initiale des chaînes, comme le montre la figure 1-9 tirée de la référence^[Dob. 00].

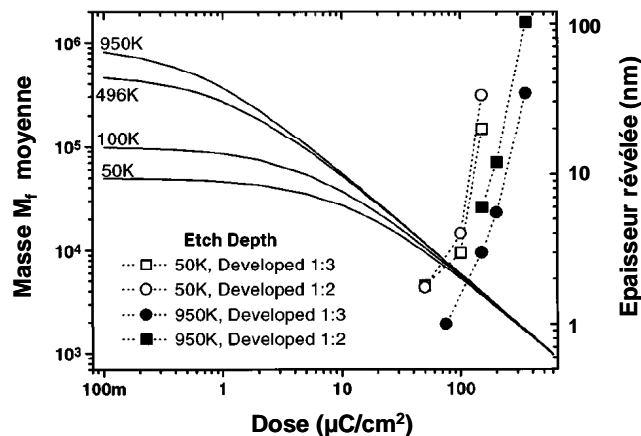


Figure 1-9. Axe de gauche : simulation de la masse moyenne des fragments obtenus après exposition pour différentes doses appliquées (courbes pleines). Axe de droite : exposition d'une couche de 100 nm de PMMA 950 000 et 50 000 g.mol⁻¹, révélée dans un mélange MIBK:IPA. Mesure de l'épaisseur éliminée lors de la révélation.

La taille initiale des chaînes en solution dans la résine semble donc avoir une influence modeste sur la résolution et le contraste, dans la limite où le révélateur ne dissout pas les molécules qui n'ont pas subi de réaction photochimique. Toutefois, la masse initiale M_i joue tout de même un rôle important dans la lithographie, non pas sur le contraste, mais sur la sensibilité de la couche. Ceci s'observe déjà sur la figure 1-9. Par ailleurs Khoury et Ferry rapportent^[Kho. 96] que pour obtenir des lignes de même largeur dans du PMMA 950Ket 15K, la dose nécessaire est 10 fois supérieure avec la résine faite des polymères les plus longs.

L'utilisation de polymères de masses molaire différentes présente alors un intérêt dans les procédés multicouches. En superposant des couches de sensibilité différente, il est possible d'obtenir des profils de résine très particuliers comme le profil inversé requis pour le transfert de motif par le lift-off (cf. partie III.A).

II.D. Des facteurs moins contrôlables

La durée d'une lithographie, la résolution que l'on est en droit d'attendre, ou plus généralement le respect du motif, sont influencés par de nombreux facteurs. A l'utilisateur alors de définir judicieusement chacun de ces paramètres expérimentaux, comme la résine à employer ou l'énergie des électrons appropriée pour parvenir au résultat souhaité. Il existe toutefois un certain nombre de facteurs qui influencent fortement cette étape de lithographie, mais sur lesquels l'utilisateur a peu de prise ou dont les effets sont difficile à cerner a priori. Le but n'est pas d'en dresser ici une liste exhaustive (est-ce même possible ?), mais de mettre en évidence l'étendue des critères à prendre en compte pour maîtriser sa lithographie. Certains des aspects évoqués dans la suite correspondent à des faits observés au laboratoire ; d'autres concernent des considérations plus générales. Tous ces éléments expliquent cependant que le développement d'un process de lithographie nécessite beaucoup d'efforts, malgré la connaissance a priori des critères évoqués précédemment.

1) Le vieillissement

En premier lieu, différents produits qui interviennent dans la lithographie sont sensibles au vieillissement. C'est tout particulièrement le cas des produits chimiques utilisés, des résines aux révélateurs. Les causes ou les mécanismes exacts de ce vieillissement sont difficiles à déterminer ; les conséquences quant à elles sont toutefois assez nettes. Que le produit vieilli voie son efficacité diminuée ou que ses conditions optimales d'utilisation se trouvent modifiées, l'utilisation d'un tel produit se traduit toujours par une perte de reproductibilité des résultats. Un procédé fiable devient au mieux hasardeux, voire inadapté. On peut citer deux exemples pour illustrer ce propos : l'un relatif à la lithographie optique, l'autre plus général.

Pour la plupart des résines utilisées en lithographie optique, la réaction photochimique qui a lieu lors de l'exposition produit un acide carboxylique. Les révélateurs utilisés sont alors des solutions alcalines : la présence de cet acide carboxylique permet la dissolution plus rapide des zones exposées, comparativement aux zones non exposées. Un des mécanismes de vieillissement concernant ce type de révélateurs est bien connu : c'est l'absorption de CO_2 . A chaque cycle d'ouverture et fermeture de la bouteille de révélateur, une certaine quantité d'air y est emprisonnée. Le gaz carbonique présent dans l'air se dissout et acidifie le milieu, réduisant du même coup l'activité du révélateur. Dans un procédé abouti, l'utilisation de ce révélateur vieilli conduira à des motifs sous-exposés.

Il existe un autre mécanisme de vieillissement bien connu, qui celui-là concerne l'ensemble des résines. Il s'agit de l'évaporation du solvant. La résine est une solution de polymères généralement assez peu concentrée (quelques % en masse). L'ouverture fréquente de la bouteille de résine peut toutefois conduire à une évaporation du solvant suffisante pour provoquer une modification notable de la concentration en polymères. Si les propriétés chimiques de la résine ne changent pas ici, la viscosité de la solution peut s'en trouver fortement affectée. Déposée à la

tournette dans les conditions habituelles, la couche de résine obtenue sera plus épaisse que la couche de référence avec laquelle le procédé a été mis au point. En lithographie électronique comme en lithographie optique, cette surépaisseur donnera lieu à des effets de diffusions plus importants, et la résolution en sera affectée.

Ces mécanismes de vieillissement imposent le renouvellement fréquent des produits utilisés, parfois même avant leur épuisement. On peut toutefois essayer de ralentir le vieillissement, à défaut de pouvoir l'éviter complètement: en évitant d'ouvrir trop souvent les bouteilles de produits chimiques, et en conservant les réactifs au frais, pour inhiber les réactions de dégradations.

2) Perturbations extérieures

Dans l'enceinte sous vide du dispositif de lithographie, également isolée des perturbations mécaniques extérieures, l'échantillon semble à l'abri de toute perturbation. Du moins, c'est ce que nous pensions jusqu'à ce que l'on se rende compte que la colonne du MEB était sensible au champ rayonné par les appareils électriques alentours. La figure 1-10 présente le résultat d'une exposition au cours de laquelle le faisceau était perturbé par un signal à 50Hz. Dans cet exemple, cela s'est traduit par une ondulation du bord inférieur des plots lithographiés. Dans ce cas, la source de perturbation a pu être identifiée, et ce problème précis a été réglé en éloignant le pico-ampèremètre qui sert à mesurer l'intensité du faisceau d'électrons.

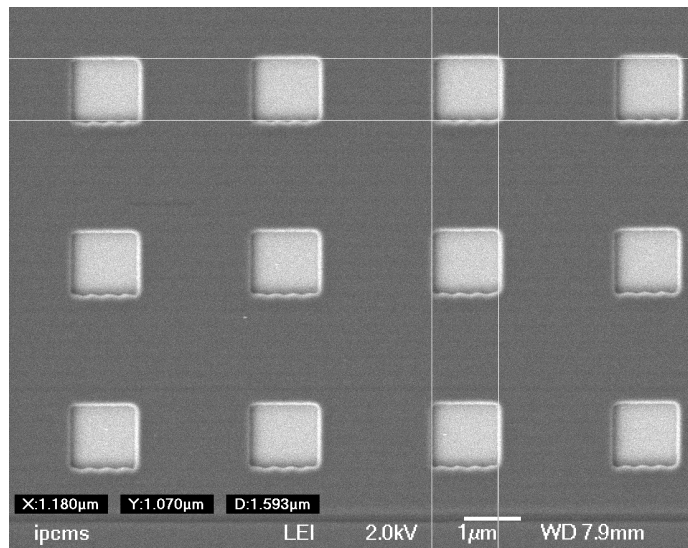


Figure 1-10 : Observation au MEB d'un réseau de plots carrés. Les structures ont été définies à partir d'une couche de PMMA, d'épaisseur 100nm, déposée sur Si. L'arête inférieure de chaque plot présente une oscillation due au champ électrique rayonné par le picoampèremètre.

3) La lithographie pour des applications réelles

Jusqu'à maintenant, nous avons considéré différents facteurs qui influencent plus ou moins directement la qualité de la lithographie. Nous avons essayé de voir comment ceux-ci intervenaient, et comment il était possible d'en limiter les effets néfastes. Nous avons appliqué cette démarche successivement pour chacun des paramètres identifiés.

Pour autant, l'impression qui en résulte, qui laisserait croire que l'utilisateur peut optimiser chacun de ces facteurs indépendamment les uns des autres, est tout à fait trompeuse. Ou plus précisément, si cette possibilité existe, elle ne correspond pas du tout aux conditions de travail réelles, dans laquelle il s'agit de fabriquer un micro-objet avec des caractéristiques bien définies, en vue d'applications précises. Dans le cas réel, l'ensemble des caractéristiques de la microstructure recherchée impose des limitations sur les conditions opératoires, de sorte que la nature même de l'échantillon à réaliser peut parfois limiter les possibilités offertes par le dispositif de lithographie. Comme chaque nouvelle structure comporte des contraintes

particulières, nous nous bornerons à décrire un cas assez général, que nous avons rencontré sur ce projet : la lithographie sur un substrat isolant, comme le saphir.

Le matériau sur lequel est déposée la couche de résine joue un rôle capital dans la fidélité de la lithographie. Nous avons vu que dans le cas de la lithographie électronique, la distribution de l'énergie déposée dans la résine, c'est à dire les effets de proximité, dépendait fortement de la densité électronique du substrat. Le rôle du substrat s'avère capital à un titre supplémentaire au moins, que nous allons expliciter maintenant. Les résines utilisées sont généralement isolantes électriquement. Les charges incidentes de même que celles produites à la suite l'interaction des électrons dans la matière sont écoulées via le substrat, lorsque celui-ci est suffisamment conducteur. Si tel n'est pas le cas, les charges s'accumulent dans le substrat et la résine, et le faisceau d'électrons est dévié sous l'effet du potentiel de surface. Cet effet de charge se traduit par un déplacement voire une distorsion du motif lithographié [Sat. 00]. En conséquence, il s'avère nécessaire de déposer un film conducteur, souvent métallique, en-dessous ou au-dessus de la couche de résine. La plupart des métaux étant beaucoup plus denses que la résine utilisée, cette épaisseur supplémentaire va contribuer à diffuser la faisceau. En fonction de la nature du matériau déposé, et de l'épaisseur nécessaire pour assurer une bonne conduction électrique, on s'attend donc à un accroissement plus ou moins important des effets de proximités (cf. partie II.B).

Bien souvent l'utilisateur se retrouve ainsi contraint d'adopter consciemment une solution éloignée des conditions idéales de lithographie. La mise au point d'un process ne se limite donc pas à trouver les conditions opératoires optimales pour chacune des différentes étapes, considérées indépendamment les unes des autres. Il s'agit aussi d'identifier toutes les contraintes que la réalisation de la structure impose, et d'organiser les étapes de lithographie, et de transfert afin de minimiser les interférences possibles entre ces différentes étapes.

III. Transfert

Quelle que soit la méthode de lithographie particulière employée, à son issue on dispose d'une empreinte, en positif ou négatif, du motif désiré. Il reste alors à transférer ce motif vers l'échantillon que l'on souhaite structurer. Dans l'analogie de la peinture à la bombe, l'étape de lithographie revient à réaliser le pochoir et à le placer sur la zone que l'on souhaite encrer. Pour obtenir le dessin attendu, il faut alors appliquer la peinture sur le pochoir.

Tout comme pour l'étape de lithographie, il existe plusieurs procédés pour transcrire le motif vers le substrat. Ces techniques peuvent toutefois être regroupées en deux grandes catégories selon que l'on dépose de la matière dans le « moule » défini par la lithographie, ou au contraire, que l'on érode sélectivement l'échantillon. On parle parfois de techniques additives dans le premier cas, les secondes étant alors dites soustractives. Dans l'analogie utilisée précédemment, la peinture au pochoir est donc une technique additive. Dans la suite seules les techniques utilisées au cours de cette thèse, le lift-off et la gravure ionique sèche, seront décrites en détail. Nous mentionnerons toutefois quelques unes des autres techniques fréquemment utilisées pour la réalisation de micro/nano-structures afin de pouvoir les comparer.

III.A. Techniques additives

Les techniques de transfert additives sont peu nombreuses : on peut citer l'électrodéposition et la technique dite du « lift-off ». Ces deux techniques ont l'avantage d'être assez simples à mettre en œuvre. Il s'agit dans les deux cas de déposer le matériau souhaité dans l'empreinte du motif, lithographiée dans la couche de résine. Si le motif final est obtenu par l'une ou l'autre de ces techniques, la lithographie est nécessairement positive.

1) Electrodeposition

Cette technique permet de déposer des couches métalliques par réduction des cations du métal en question sur l'échantillon au sein d'une cellule électrolytique. Dans sa version la plus courante, l'échantillon est placé à la borne négative d'un potentiostat, plongé dans une solution saline, si bien qu'il constitue la cathode de la cellule électrolytique. Les résines étant d'ordinaire isolantes, la croissance se fait uniquement là où la résine a été éliminée après révélation. La couche de résine constitue donc un moule dans lequel croît le dépôt métallique.

- L'électrodeposition demande assez peu de matériel : une source de tension stabilisée et une solution saline du métal à déposer. C'est donc une technique facile de mise en place. Par ailleurs, elle permet des dépôts rapides, même pour des épaisseurs conséquentes. Cette dernière caractéristique fait de l'électrodeposition la technique de choix pour réaliser des dépôts épais.
- Les inconvénients de la méthode proviennent de la nécessité de conduire le courant dans la cellule électrolytique. En particulier, il faut que l'échantillon soit conducteur. Si le substrat est isolant, il faut déposer au préalable une fine couche conductrice qui constituera l'électrode de la cellule. De la même façon, il n'est pas possible de déposer de couches isolantes par électrodeposition.

2) Lift-off

Après l'étape de lithographie (étapes a) à c) de la figure 1-11), l'échantillon est recouvert d'une couche de résine où le motif souhaité figure « en creux » (étape d).

La technique du lift off s'effectue en deux temps :

- on commence par déposer sur l'échantillon un film du matériau désiré, à l'aide d'une technique classique de dépôt en couche mince. La couche déposée forme un film continu supporté par la résine, sauf dans les zones exposées lors de la lithographie où la couche repose directement sur l'échantillon (étape e).

- Dans un second temps, la résine est éliminée en plongeant l'échantillon dans un solvant (étape f). La résine entraîne avec elle la couche qu'elle supporte si bien qu'après lift off, seules subsistent du film déposé les parties reposant directement sur le substrat.

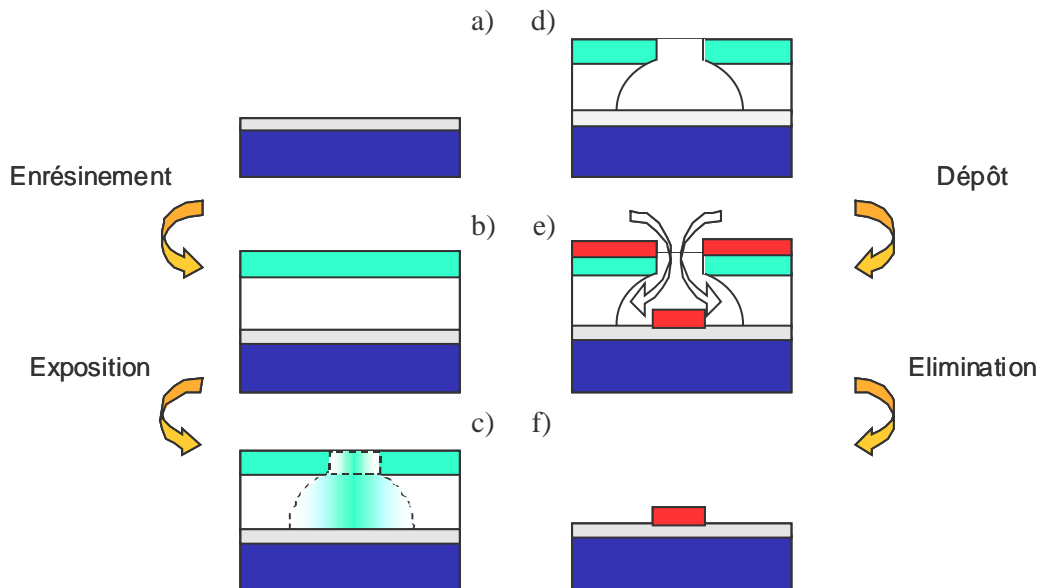


Figure 1-11 : Schéma de principe du transfert d'un motif par lift-off. Les étapes a) à d) correspondent à la lithographie du motif, dans une bicouche de résine. La couche inférieure est ici plus sensible aux rayonnements que la couche supérieure (d'où le profil « inversé » obtenu après révélation, en d). Le transfert du motif se fait par dépôt d'une couche mince du matériau désiré (e), puis élimination de la résine (f).

3) Contraintes spécifiques au lift-off

Le lift off est une technique utilisée très couramment pour la micro/nano-fabrication, notamment parce qu'elle ne nécessite pas d'autres appareils que ceux utilisés pour les dépôts en couche mince. Toutefois, cette technique suppose un certain nombre de prérequis, à l'origine des limitations expérimentales de la méthode.

- Le dépôt du film mince se fait à travers la couche de résine. Cet impératif implique que la technique de dépôt retenue soit compatible avec la présence de la couche de résine.

Le dépôt en couche mince est réalisé avec des techniques comme la pulvérisation cathodique ou l'évaporation thermique. Ces techniques de dépôt n'offrent pas des flux très importants, de sorte que le lift-off est bien adapté pour le dépôt de couches assez fines. Pour des couches plus épaisses, l'électrodéposition est généralement préférée.

Les dépôts se font souvent dans des conditions « hostiles » pour les composés organiques comme les résines polymères. Que ce soit par le plasma utilisé en pulvérisation cathodique ou à cause du rayonnement émis par la charge de matériau évaporé, la résine est soumise à une irradiation susceptible d'endommager sa structure chimique. En particulier, nous nous sommes aperçu au cours de ce travail que le rayonnement émis par une charge de platine, ou de ruthénium chauffée par un faisceau d'électrons entraînait la réticulation du PMMA. Dans ces conditions, il n'est plus possible de dissoudre la résine. Il importe donc de vérifier que les méthodes de dépôt à disposition ne vont pas dénaturer complètement la résine utilisée lors de la lithographie.

- Contrairement à l'électrodéposition où le film ne croît que dans les zones révélées suite à la lithographie, par lift-off, le film est déposé sur toute la surface de l'échantillon ; les zones superflues sont éliminées par la suite. Les parties du film extérieures au motif sont alors décollées de la surface (d'où le nom de la technique) lors de la dissolution de la couche de résine sous-jacente. Cette technique suppose donc la discontinuité du film entre les régions situées à même le substrat et celles supportées par la résine. La figure 1-12 illustre l'un des problèmes qui surviennent lorsque cette condition n'est pas remplie. Ici la partie centrale de la bobine n'a pas été décollée : elle reste « suspendue » à la boucle de cuivre attenante. Des micro/nano-circuits comme cette microbobine peuvent alors être court-circuités, rendant le dispositif inopérant. A l'inverse, certaines parties du motif en contact avec le substrat peuvent rester solidaires du film supporté par la résine ; elles seront donc décollées de la surface, arrachées au reste du film et éliminées lors de la dissolution de la résine.

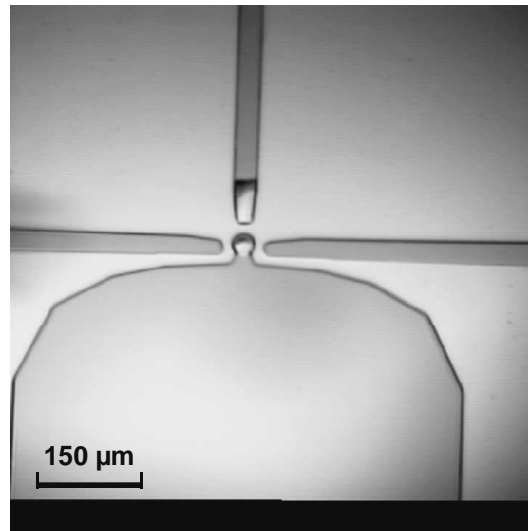


Figure 1-12 : Observation d'un problème de lift-off sur une microbobine de cuivre d'épaisseur $1\mu\text{m}$. La partie centrale du motif, située au centre de la boucle de cuivre, aurait due être éliminée en même temps que la couche de résine lors du lift-off. Ici, la couche de cuivre était continue au niveau de l'anneau de sorte que la partie centrale est restée solidaire de la bobine. Ce dispositif est court-circuité, et la microbobine n'est pas opérationnelle.

Cette exigence entraîne les conséquences suivantes. Tout d'abord, la couche de résine doit présenter un « profil inversé », plus large au contact du substrat qu'à la surface de la couche (cf. fig. 1-11, d). De tels profils peuvent être obtenus de deux façons. On peut réaliser la lithographie dans une couche de résine épaisse, en mettant à profit les effets de diffusion du rayonnement dans la résine. Une solution plus élégante consiste à superposer deux couches de résines de sensibilités différentes, comme deux résines de masses molaire différentes.

D'autre part, les motifs obtenus à la révélation étant plus large à leur base, les dépôts peuvent donner lieu à des « effets d'ombrage ». Ainsi pour que la structure finale conserve les dimensions définies à la lithographie, il faut recourir à des techniques directionnelles. La figure 1-13 montre l'élargissement d'un motif circulaire consécutivement au dépôt par pulvérisation cathodique (technique non directionnelle) à travers des ouvertures de 300 nm de diamètre. On préférera donc des techniques comme l'évaporation thermique.

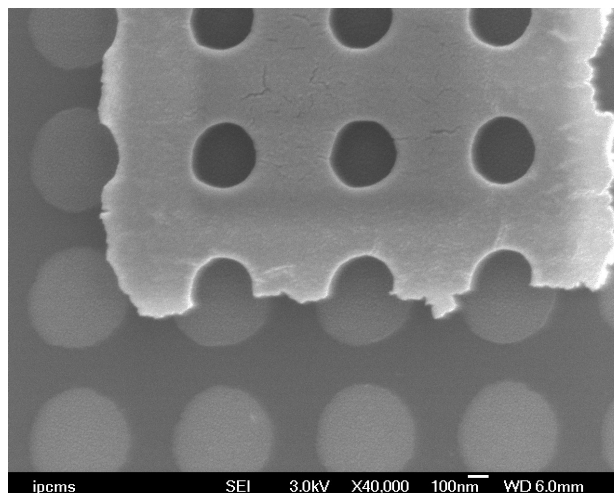


Figure 1-13 Observation au MEB d'un réseau de plots d'or obtenus par pulvérisation cathodique et lift-off incomplet. La présence d'une partie de la bicouche de résine non-éliminée met en évidence l'élargissement des motifs dû au profil inversé créé dans la résine. Dans ces conditions, on obtient des plots de 500nm de diamètre, alors que l'ouverture pratiquée dans la couche de PMMA ne mesure que 300 nm. Le transfert de motifs sub-microniques par lift-off impose l'utilisation de techniques de dépôt directionnelles, ce qui n'est pas le cas de la pulvérisation cathodique.

III.B. Techniques soustractives

L'essor des technologies de pointe, dans le domaine de l'informatique ou de l'optique par exemple, s'est appuyé sur le développement des techniques de dépôt en couche mince. De ce point de vue, l'épitaxie par jet moléculaire a joué un rôle capital en permettant l'élaboration de nouvelles phases hors équilibre. Malheureusement, les techniques additives décrites plus haut ne permettent souvent la réalisation de micro/nano-structures à partir de films élaborés traditionnellement par MBE. Soit les modes de dépôt n'offrent les mêmes performances, en terme de croissance par exemple (c'est le cas pour l'électrodéposition). Soit ces conditions de dépôt ne sont tout simplement pas compatibles avec les conditions opératoires de la MBE : c'est parfois le cas avec le lift-off. La réalisation de micro/nano-structures de la phase CoPt_3 par exemple s'appuie donc sur d'autres techniques de transfert : les techniques

de gravure, appelées aussi soustractives. Un process qui fait appel à l'une de ces techniques de gravure se déroule comme suit :

- un film du matériau voulu, et d'épaisseur donnée est déposé sur le substrat,
- la forme de la structure est lithographiée sur l'échantillon, et le motif ainsi défini est protégé par une couche, appelée « masque de gravure »
- la structure est alors créée en soumettant l'ensemble de l'échantillon à un traitement abrasif. La couche déposée à la première étape sera donc complètement éliminée, sauf là où elle était protégée par le masque de gravure ; le masque, qui est également soumis au traitement, doit donc résister au traitement pour protéger la couche pendant toute la gravure.
- dans une dernière étape, en fonction du process et de la nature du masque de gravure, il est parfois nécessaire d'éliminer la couche de protection.

Il convient d'apporter une remarque sur la nature du matériau utilisé comme masque de gravure, car plusieurs possibilités s'offrent à l'utilisateur. La méthode la plus simple, généralement employée lorsque le motif est défini par lithographie optique, est d'utiliser la couche de résine photosensible comme masque de gravure. L'échantillon est alors gravé directement après la révélation. Toutefois lorsque la résine est éliminée trop vite par la méthode gravure utilisée, il convient de déposer une couche spécifique, pour faire office de masque. Dans ce cas, la gravure sera généralement suivie d'une étape de lift-off. Les différentes techniques de gravure se distinguent alors simplement par la façon d'abraser la surface de l'échantillon et la nature de l'agent abrasif utilisé.

1) Gravure chimique

L'échantillon est plongé dans une solution dont l'une des espèces va réagir avec le matériau déposé. On parle généralement de gravure humide dans la mesure où l'échantillon est plongé dans une solution.

Cette technique offre de nombreux avantages, dont l'extrême facilité de mise en œuvre n'est pas la moindre. Par ailleurs, dans la mesure où le réactif attaque chimiquement la couche déposée, il est très facile d'obtenir une très bonne sélectivité de l'attaque de la couche vis à vis du masque de gravure. Ainsi, les résines polymères sont généralement assez peu sensibles aux réactifs utilisés et forment de très bons masques de gravure humide. Enfin, l'attaque chimique est aussi relativement rapide et l'on obtient dans la plupart des cas des vitesses de gravures élevées.

Naturellement, le mode d'attaque utilisé par la gravure humide induit aussi un certain nombre de limitations. En premier lieu, la gravure est isotrope et le matériau est attaqué dans toutes les directions. Il est donc impossible de conserver rigoureusement la forme du motif obtenu après lithographie. Le silicium gravé par une base forte constitue toutefois un contre-exemple notable : les plans cristallins (111) sont en effet gravés très lentement si bien que l'on obtient tout de même une gravure anisotrope dans ce cas précis. Par ailleurs, la gravure chimique n'est pas très bien adaptée au transfert de motifs dans des multicouches : plusieurs matériaux peuvent ainsi être attaqués simultanément. Enfin, certains matériaux peu réactifs, comme le platine, sont très difficiles à graver spécifiquement par cette méthode.

2) Gravure Ionique Sèche (ou Ion Beam Etching)

Par Ion Beam Etching (IBE), l'échantillon est bombardé par un faisceau d'ions collimaté produit par un canon à ions, à partir d'un gaz neutre (l'argon le plus souvent). Contrairement à la gravure chimique, cette méthode se passe dans une chambre sous vide plus ou moins poussé, de sorte qu'elle est dite « sèche ». C'est la technique de transfert que nous avons utilisée le plus largement au cours de ce travail. Le détail de son fonctionnement sera donc précisé dans la suite. Nous nous contenterons ici d'en décrire brièvement les avantages et les limites afin de pouvoir comparer cette technique aux autres méthodes de gravure.

Contrairement à la gravure chimique, la gravure ionique repose sur un phénomène purement « physique » : la pulvérisation des atomes du matériaux sous l'effet d'ions énergétiques. En conséquence, cette technique permet de graver n'importe quel matériau. La vitesse de gravure dépend alors de l'énergie de liaisons des atomes du matériau à graver et de l'énergie des ions incidents.

Par ailleurs, la gravure ionique est une méthode anisotrope : la directionnalité du faisceau d'ions permet de conserver la verticalité des flancs des motifs.

Si cette technique permet de graver n'importe quel matériau, cet avantage est obtenu au prix de la sélectivité de l'attaque entre la couche à graver et le masque. Il existe certes des différences de vitesses de gravures d'un matériau à l'autre, mais celles-ci restent bien inférieures à ce que l'on peut obtenir par attaque chimique. De façon plus générale, les vitesses de gravure obtenues par abrasion ionique sont assez faibles, si bien qu'il est peu recommandé de graver des couches épaisses par IBE.

3) Gravure Ionique Réactive (RIE)

Cette technique de gravure est très certainement la technique la plus employée dans l'industrie de la microélectronique. L'engouement qu'elle suscite tient au fait qu'elle permet d'associer les principaux avantages des gravures chimique et ionique sans en présenter les inconvénients majeurs. Ainsi, la RIE est une technique de gravure isotrope comme la IBE, et respecte les flancs des motifs lithographiés, tout en offrant les vitesses de gravure et la sélectivité vis à vis du masque d'un processus chimique.

Techniquement, l'échantillon est placé dans une chambre dans laquelle est créé un plasma. Mais contrairement aux plasmas utilisés en pulvérisation cathodique, celui-ci est enrichi en radicaux libres ($F\bullet$, $Cl\bullet$, ou $O\bullet$). Ces radicaux sont directement formés dans la chambre à partir d'un gaz réactif injecté en complément du gaz neutre nécessaire pour maintenir le plasma. Ces espèces, chimiquement très réactives, vont se combiner avec les atomes de la cible pour former des composés volatiles, éliminés par le système de pompage de l'enceinte. La gravure de l'échantillon résulte donc à

la fois de l'érosion « physique » liée au bombardement ionique et de l'attaque chimique de la surface par les radicaux libres présents dans le plasma.

Naturellement, pour que cette technique présente un réel avantage par rapport à la gravure ionique sèche, il faut pouvoir bénéficier de l'attaque chimique. Tout comme la gravure humide, la RIE n'est vraiment appropriée que pour des matériaux présentant des réactions bien spécifiques. Ces matériaux sont ceux qui produisent des composés volatiles par réaction avec un radical libre. Or il se trouve précisément que c'est le cas pour la plupart des semi-conducteurs. De ce point de vue, la chimie des métaux de transition est beaucoup plus limitée si bien que, quelques rares cas comme avec le molybdène mis à part, la RIE se révèle inappropriée pour la gravure des métaux.

III.C. Mécanismes de la gravure ionique sèche

Une partie importante de ce travail de thèse a été consacrée à la structuration de films minces d'alliage CoPt_3 déposés à la MBE. La brève description comparative des techniques de gravure donnée précédemment, explique que nous ayons choisi la gravure ionique sèche. La littérature rapporte quelques essais menés pour tenter d'amplifier chimiquement la gravure du platine^[Gut 00], mais dans le cas des alliages Co/Pt la meilleure solution reste la gravure ionique sèche. Nous donnons dans la suite une description plus détaillée de cette technique, en insistant plus particulièrement sur les facteurs qui influencent la fidélité du transfert de motif.

1) Interaction ions/matière

Généralités

L'irradiation d'un matériau par un faisceau d'ions peut entraîner de nombreux effets, dont la nature dépend de l'énergie des ions incidents. Ces phénomènes s'étendent entre les cas extrêmes suivants :

- Les ions très énergétiques, d'énergie supérieure à quelques dizaines de keV, pénètrent profondément dans le matériau et s'y implantent. L'énergie déposée dans le matériau à la suite des collisions avec les atomes rencontrés induit de nombreux défauts, pouvant aller jusqu'à la dénaturation de l'ordre cristallin de la cible.
- A l'inverse, les ions d'énergie inférieure au keV ne pénétreront pas dans le matériau et seront simplement « réfléchis » à la surface. L'énergie communiquée à la cible lors de la collision entraîne l'éjection d'une partie des atomes de surface : on est en régime de pulvérisation.

Tous ces effets sont mis à profit dans différentes techniques de traitement des matériaux : dopage des semi-conducteurs par implantation, ou encore structuration magnétique d'un alliage CoPt par irradiation sélective aux He^+ [Abe. 05]. Dans le cas de la gravure ionique sèche, les ions produits par le canon sont accélérés jusqu'à quelques centaines d'eV : on se situe dans le régime de pulvérisation. Le transfert d'énergie se produit le plus souvent au cours de collisions élastiques.

Les collisions élastiques

On considère un ion de masse M_1 et d'énergie E_1 qui percute un atome cible de masse M_2 initialement au repos et libre de toute interaction. Suite à la collision, l'ion incident est dévié d'un angle θ , tandis que l'ion cible est éjecté dans une direction ω ,

selon la configuration représentée à la figure 1-14. La collision étant élastique, l'énergie et le moment cinétique sont conservés.

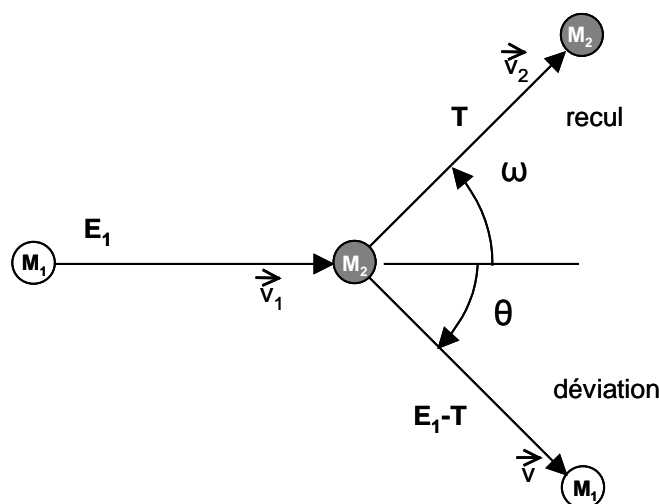


Figure 1-14 : Collision élastique d'un ion incident (de masse M_1 et d'énergie E_1) sur un atome cible de masse M_2 . Lors de la collision, l'énergie T est transmise à la cible. Les angles ω et θ représentent respectivement l'angle de recul de la cible et l'angle de déviation de l'ion incident.

De ces deux relations de conservation, on peut tirer l'expression de l'énergie transmise à l'atome cible T en fonction de l'angle de déviation θ de l'ion incident. L'expression de T est donnée par l'équation 3 ^[Abe 04] :

$$T = \frac{4M_1M_2}{(M_1+M_2)^2} E_1 \sin^2 \frac{\theta}{2} \quad (\text{équation 3})$$

L'énergie maximale transmise à l'atome cible vaut donc :

$$T = \frac{4M_1M_2}{(M_1+M_2)^2} E_1 \quad (\text{équation 4})$$

A partir de l'énergie transférée au matériau par le faisceau d'ions, on peut estimer l'efficacité de l'abrasion ionique de la cible en déterminant le taux de pulvérisation. Cet indicateur, généralement noté S , pour « sputtering yield », représente le nombre

d'atomes expulsés de la surface par ion incident. Sigmund a proposé une relation simple qui lie S à la densité d'énergie déposée dans le matériau^[Vic 04] :

$$S = \frac{3}{4} \frac{E_{d(\alpha)}}{\pi^2 C N E_L} \quad (\text{équation 5})$$

où C est une constante qui vaut $C=1,81 \text{ nm}^2$

Cette relation fait apparaître $E_{d(\alpha)}$, la densité d'énergie élastique (généralement exprimée en eV/nm) déposée par un ion dans le matériau. Comme le suggère l'équation 3, cette densité d'énergie transmise au matériau va dépendre de l'angle d'incidence α du faisceau sur la surface. N et E_L sont alors des caractéristiques du matériau abrasé : le nombre d'atomes par unité de volume et l'énergie de liaison entre 2 atomes respectivement.

2) Vitesse de gravure

Quel que soit le détail exact des mécanismes à l'origine de l'abrasion ionique, l'efficacité du procédé de gravure se juge in fine à sa vitesse de gravure v , c'est à dire à l'épaisseur de matériau abrasée par unité de temps. Naturellement, v dépend du taux de pulvérisation S , mais aussi du nombre d'ions qui impactent la surface. La vitesse de gravure d'une surface bombardée par un faisceau d'ions uniforme de flux Φ , sous un angle α est donnée par :

$$v = \frac{\Phi \cos\alpha}{N} S_{(\alpha)} \quad (\text{équation 6})$$

Nous allons donc considérer quelques uns des facteurs qui affectent ce paramètre essentiel de la gravure.

Energie primaire

L'énergie des ions incidents est évidemment un facteur déterminant : dans la limite du régime de pulvérisation, c'est à dire tant que les ions ne s'implantent pas dans la

cible, le taux de pulvérisation et par suite la vitesse de gravure augmentent lorsque l'énergie augmente. Toutefois, les dégâts occasionnés à la cible par le bombardement ionique imposent de travailler avec des énergies relativement faibles, généralement inférieures à 1keV.

Incidence du faisceau

Des essais réalisés sur divers matériaux ont montré qu'il existait une dépendance, qui peut être assez importante, de la vitesse de gravure avec l'angle d'incidence du faisceau d'ions α ^[Auc 81]. La figure 1-15 reprise dans cette référence, mais tirée des travaux de R.E. Lee ^[Lee 79], reproduit ces résultats. La majorité des métaux testés, à l'exception notable de l'or, présentent le même comportement : la vitesse de gravure croît depuis l'incidence normale ($\alpha=0^\circ$) et atteint son maximum pour un angle α_m compris entre 30 et 50°. Pour des angles d'incidence supérieurs à α_m , la vitesse de gravure diminue alors rapidement.

Lors d'une collision élastique, l'énergie transférée à la cible est maximale quand l'ion incident est renvoyé à 180°, c'est à dire lorsque l'on travaille en incidence normale. Pourtant le maximum de vitesse de gravure n'est généralement pas atteint dans ces conditions. Il s'avère qu'en s'écartant de l'incidence normale, la vitesse communiquée à la cible correspond à une direction bien plus favorable à son expulsion. L'augmentation de la vitesse de gravure observée dans la première partie des courbes s'interprète donc comme un transfert de quantité de mouvement plus favorable, qui compense la perte d'énergie transférée. La deuxième partie de la courbe, marquée par une diminution de la vitesse de gravure pour des angles supérieurs à α_m correspond à la réduction du flux efficace pour graver le matériau.

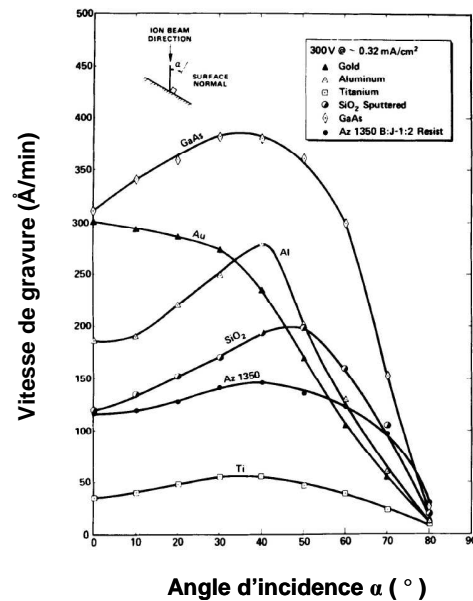


Figure 1-15 : Variation de la vitesse de gravure de différents matériaux en fonction de l'angle d'incidence (par rapport à la normale à la surface) d'un faisceau d'ions Ar⁺ d'énergie 300eV. Figure tirée de la référence [Lee 79].

Nature du matériau à graver

La figure 1-16 montre également que tous les matériaux ne se gravent pas à la même vitesse. Si la sélectivité de l'attaque d'un matériau à un autre n'égale pas ce que l'on peut obtenir en RIE, le rapport entre les vitesses de gravure de GaAs et de Ti peut ici dépasser 7 pour une incidence voisine de 40°. Comme le montrent les équations 4 et 5, la vitesse de gravure d'un matériau donné dépend à la fois de sa masse atomique, et surtout de l'énergie de liaison des atomes. Spencer et Schmidt [Spe 71] ont montré en particulier que pour les métaux de transition, au sein d'une ligne du tableau périodique, le taux de pulvérisation augmente quand le numéro atomique augmente.

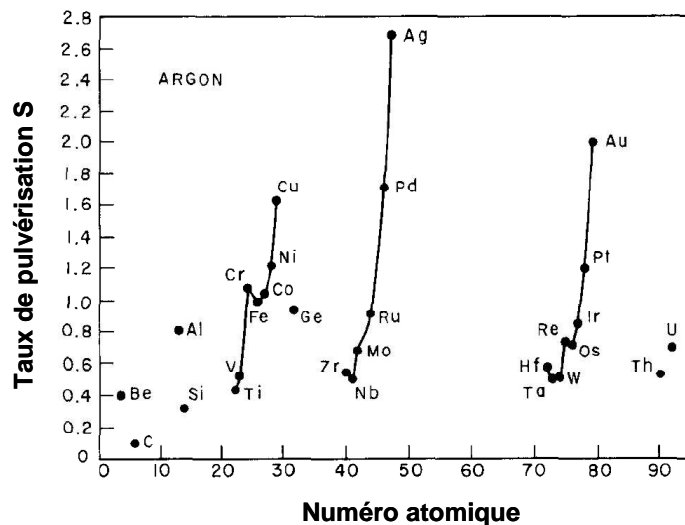


Figure 1-16 : Evolution du taux de pulvérisation d'une sélection d'éléments du tableau périodique en fonction de leur numéro atomique. Le taux de pulvérisation est donné pour un faisceau d'ions Ar^+ d'énergie 400eV en incidence normale. Figure tirée des travaux de Spencer et Schmidt ^[Spe. 71].

3) Problèmes induits par la gravure ionique sèche

L'érosion ionique est une technique qui permet de traiter quasiment tous les matériaux tout en offrant une latitude importante quant aux paramètres utilisés, de l'énergie des ions à l'angle d'attaque de la surface. Toutefois elle s'accompagne, dans le cas de surfaces présentant des reliefs, de deux problèmes bien connus. Et malheureusement, c'est à ce genre de topographies que conduit l'utilisation d'un masque de gravure. Ces deux problèmes rencontrés en IBE sont d'une part le redépôt des atomes pulvérisés sur les flancs des structures alentours, et d'autre part le facetage des structures obtenues.

Contrairement à la RIE, les atomes expulsés ne sont pas évacués sous forme de composés volatiles : ils sont simplement éjectés lors d'une collision dans une direction qui dépend de l'incidence et de l'énergie du faisceau. Dans le cas d'une structure isolée, les atomes de la cibles sont envoyés dans la chambre de gravure ; par contre, dans le cas de motifs rapprochés, une partie des atomes éjectés est

recapturée sur les parois des structures voisines. La gravure ionique sèche n'est donc pas adaptée à la réalisation de motifs très rapprochés, a fortiori s'ils présentent des rapports d'aspect importants.

Une conséquence de ces effets de redépôt est la formation de collerettes qui couronnent les motifs obtenus. La figure 1-17 montre des plots de cobalt, espacés de 200nm, après élimination de la couche d'aluminium utilisée comme masque de gravure. Les plots sont surmontés d'un dépôt irrégulier, identifié comme du cobalt^[Heh. 97]. La encore, ce dépôt provient de l'accumulation de matière sur les surface latérales du masque lors de la gravure. Une fois le masque éliminé, le redépôt subsiste sous la forme de ces couronnes qui entourent le haut des plots. Ce problème est particulièrement préoccupant lorsque l'on cherche à définir des structures conductrices, comme des micro-circuits. Le redépôt n'est pas stable mécaniquement, et lorsqu'il finit par se casser, l'ensemble du microdispositif peut être court-circuité.

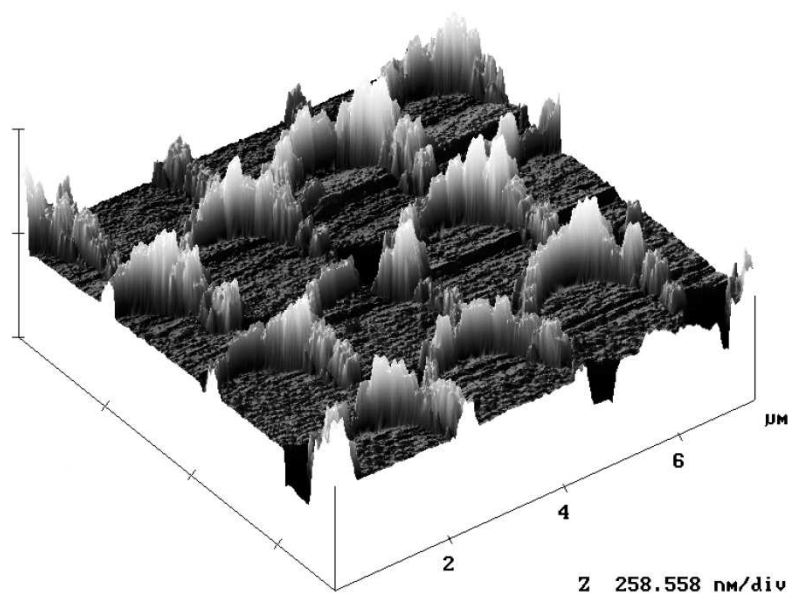


Figure 1-17 : Observation par AFM d'un réseau de plots de cobalt de 2μm espacés de 200nm. Après l'élimination du masque (ici, de l'aluminium), le cobalt qui s'est accumulé sur ses flancs au cours de gravure subsiste sous la forme de ces « collerettes » qui couronnent les plots. La hauteur des collerettes est proportionnelle à l'épaisseur initiale du masque. Figure tirée de la thèse de Michel Hehn^[Heh 97].

La vitesse de gravure dépend de l'angle d'incidence du faisceau d'ions. Cet effet peut être mis à profit pour optimiser la gravure d'une couche plane en orientant le faisceau d'ions suivant l'angle α_m . Toutefois, dans le cas d'une surface préstructurée, les flancs des motifs seront gravés à une vitesse différente du sommet. Stewart et Thompson^[Ste. 69] ont modélisé l'évolution d'une marche soumise à un bombardement ionique. Après gravure, le relief présente un flanc oblique formant un angle α_m par rapport au faisceau d'ions. De même que la marche étudiée par Stewart et Thompson, les parois du masque s'inclinent au cours de la gravure. Ce profil incliné risque alors d'être transféré du masque vers la couche à graver : au lieu d'obtenir des structures au flancs abrupts, on aura alors des motifs biseautés.

La gravure ionique sèche est une technique très largement employée. De nombreuses solutions ont été proposées pour contourner ces problèmes. Ainsi, des essais de gravure sous incidence oblique ont permis d'obtenir des flancs verticaux^[Auc. 81]. Néanmoins, cette méthode ne résout pas le problème de la formation de collerettes. La meilleure solution consiste donc à utiliser un masque aussi fin que possible, afin que l'accumulation de matière sur les parois reste négligeable. Le matériau utilisé comme masque de gravure doit donc satisfaire à deux conditions essentielles :

- Être beaucoup plus « dur » que l'échantillon vis à vis de la gravure ionique. Le rapport des vitesses de gravure entre le masque et la couche détermine en effet l'épaisseur minimale du masque.
- Présenter peu (voire pas du tout, dans le cas idéal) de variation de vitesse de gravure en fonction de l'angle d'incidence du faisceau.

Conclusions du chapitre

Dans ce chapitre, nous avons dressé une liste (non exhaustive) des techniques classiques de nanofabrication, dans une approche « top-down ». Nous avons décrit le principe ainsi que les principaux avantages et limitations des lithographies optique et électronique, ainsi que des techniques de gravure les plus courantes.

De cette analyse comparative, il ressort que pour réaliser des structures sub-microniques avec un matériel qui ne relève pas de l'industrie des semi-conducteurs, il faut recourir à la lithographie électronique. La souplesse d'écriture de la lithographie électronique a également été mise à profit pour la recherche de la géométrie des bobines. La lithographie optique s'est ensuite avérée plus pertinente dès lors qu'une géométrie satisfaisante a été identifiée.

Pour les techniques de transfert du motif, la réalisation de structures d'alliages CoPt_3 exclut quasiment automatiquement l'utilisation des techniques dites additives. L'électrodéposition pourrait certes être envisagée, mais le lift-off est à écarter compte tenu de la température de dépôt de l'alliage (400°C). En conséquence, nous avons dû recourir à des techniques soustractives. Dans le cas de films composés de métaux de transition, la gravure ionique réactive n'a pas réellement d'intérêt, et la gravure chimique n'est pas bien adaptée à l'attaque de matériaux comportant du platine.

Cette analyse des contraintes liées à la réalisation des nanostructures nous a donc amené à développer un procédé de fabrication qui s'appuie sur l'utilisation de la lithographie électronique, et de la gravure ionique sèche.

Chapitre 2

Réalisation et étude des nanostructures

Nous avons vu précédemment le principe de fonctionnement des différentes techniques employées pour la réalisation de micro/nano-structures. Nous en avons présenté les principaux avantages ainsi que leurs limitations. Nous décrivons ici comment ces techniques ont été mises en œuvre pour élaborer nos dispositifs. A cette occasion nous détaillerons le dispositif utilisé pour créer les impulsions de champ magnétique depuis la micro-bobine, jusqu'au générateur d'impulsions. Nous décrivons enfin la géométrie des plots étudiés au cours de ce travail. On s'intéressera plus particulièrement aux effets des procédés de nanofabrication sur les caractéristiques des plots obtenus.

I. Réalisation des dispositifs expérimentaux

Les échantillons que nous avons réalisés se présentent sous la forme de réseaux de plots magnétiques, de dimension variable, surmontés d'une micro-bobine de cuivre. Alimentée par un générateur d'impulsions, ce dispositif permet de soumettre les plots à un champ pulsé intense. Le protocole le plus satisfaisant se déroule en deux temps, de la façon suivante :

- gravure du réseau de plots à partir d'un film magnétique,
- lift-off de la micro-bobine de cuivre sur le réseau.

I.A. Réalisation des plots

Au cours de ce travail, nous avons réalisé des plots à partir de films d'alliage CoPt_3 ainsi que de multicouches Co/Pt . La taille de ces plots est comprise entre $1\mu\text{m}$ et 200nm pour les plus petits. Compte tenu des conditions de croissance de l'alliage CoPt_3 (cf. chapitre 3), nous avons dû recourir à la gravure ionique sèche pour réaliser les structures magnétiques. Cette première étape du protocole de fabrication des échantillons s'organise de la façon suivante.

- Le film magnétique est déposé sur le substrat : les échantillons de CoPt_3 sont déposés par MBE ; les multicouches par pulvérisation cathodique.
- L'échantillon est enduit d'une double couche de résine. Une première couche épaisse (400nm) de copolymère P(MMA/MAA) , très sensible aux électrons, est recouverte d'une couche plus fine (100nm) de PMMA 950K . Ce système en bicouche permet d'obtenir des profils inversés lors de la révélation.
- Les plots sont définis par lithographie électronique pour former un réseau, plus ou moins dense, d'environ $150\mu\text{m}$ de côté. Les caractérisations par effet Kerr nécessitent en effet une surface magnétique suffisante.

- Un masque de gravure est déposé sur l'échantillon par évaporation puis lift-off. Pour limiter les effets de redépôt sur les flancs des motifs lors de la gravure (cf. chapitre 1), on utilise un masque le plus fin possible. Le matériau du masque doit donc se graver à une vitesse bien inférieure à celle du cobalt et du platine. Une étude des vitesses de gravure de différents matériaux nous a conduits à utiliser un masque de titane (cf. II.B.2). Toutefois, le titane est difficile à éliminer sélectivement, par attaque chimique par exemple. En conséquence, le masque qui n'a pas été abrasé à l'issue de la gravure reste sur les échantillons. L'épaisseur déposée à cette étape est donc calculée de sorte que lorsque la couche magnétique est complètement gravée, la quantité de titane résiduelle soit négligeable.
- L'échantillon est légèrement surgravé, là encore pour minimiser l'épaisseur résiduelle de titane qui pourrait affecter les mesures magnéto-optiques.

I.B. Réalisation des micro-bobines

Pour appliquer des champs pulsés intenses sur un film continu, il est très commode d'utiliser une micro-bobine amovible que l'on peut placer où l'on veut sur le film. Toutefois dans le cas de réseaux de plots de 150 μm de côté, il nous a semblé préférable de lithographier le dispositif directement sur les plots. Ceci implique de définir une bobine sur chaque échantillon mais évite de devoir positionner manuellement la bobine à chaque fois.

Les bobines se présentent comme une boucle de cuivre épais (de l'ordre de 1 μm) avec une ouverture centrale assez large (50 μm). Cette géométrie correspond à la version avec laquelle nous avons le plus travaillé, mais différentes géométries ont également été envisagées. La lithographie électronique nous a alors permis de réaliser facilement des bobines de géométries différentes. Puis, quand il a fallu passer à la réalisation de bobines en nombre, la lithographie optique s'est imposée. Nous présenterons donc les protocoles utilisés dans chaque cas dans la mesure où les

résultats présentés dans ce mémoire ont été obtenus avec des bobines définies indifféremment par lithographie électronique et optique.

1) Par lithographie électronique

De par son mode d'écriture direct, la lithographie électronique est mieux adaptée aux motifs de dimensions réduites. Il n'y a toutefois pas d'incompatibilité majeure à réaliser des motifs beaucoup plus larges, comme nos microbobines, par cette technique. Les spécifications de ces motifs particuliers imposent néanmoins quelques modifications par rapport au protocole utilisé pour la réalisation des plots. Ce sont ces modifications que nous exposons ici.

- L'échantillon se présente sous la forme d'un ensemble de réseaux de plots gravés jusqu'au substrat : verre, silicium ou saphir en fonction des échantillons.
- L'échantillon est enduit de résine. Pour pouvoir déposer une couche métallique épaisse par la suite, nous avons étalé successivement 4 épaisseurs du copolymère P(MMA/MAA), pour finir par une couche de PMMA comme dans le protocole habituel. L'épaisseur totale des quatre couches de copolymère s'élève à $1,6\mu\text{m}$ ce qui permet le lift-off du dépôt de cuivre de l'ordre de $1\mu\text{m}$ d'épaisseur.
- Lorsque le substrat utilisé est isolant, comme c'est le cas pour les échantillons de CoPt_3 où nous travaillons sur saphir, il est impératif d'assurer l'écoulement des charges pendant la lithographie. Pour ce faire, nous avons déposé une couche d'or supplémentaire de 25nm au-dessus de la couche de PMMA. Compte tenu de la dimension caractéristique de la bobine (de l'ordre de $10\mu\text{m}$), la diffusion du faisceau dans le film d'or n'a pas d'incidence majeure sur la fidélité du motif. Pour les échantillons réalisés sur Si, nous avons toutefois évité cette étape dans la mesure où le silicium utilisé était suffisamment dopé.

Le reste du protocole est alors analogue à ce qui a été décrit pour la réalisation des plots :

- La micro-bobine est définie par lithographie électronique, avec une densité de courant beaucoup plus forte toutefois, pour garder des temps d'écriture raisonnables. Là encore, la dimension caractéristique du motif autorise l'utilisation de ces conditions, normalement peu compatibles avec une lithographie de bonne qualité.
- Après révélation, les bobines sont obtenues par lift-off d'une couche épaisse de cuivre (de l'ordre de $1\mu\text{m}$). Le film de cuivre est déposé par pulvérisation cathodique : l'électrodéposition mise à part, c'est en effet la seule technique qui permette d'atteindre assez facilement de telles épaisseurs.

2) Par lithographie optique

Cette technique offre à la fois des temps d'exposition réduits et la possibilité d'aligner visuellement les bobines sur les réseaux de plots, par transparence à travers la couche de résine. Dès que nous l'avons pu, nous nous sommes donc tournés vers la lithographie optique.

Nous précisons le protocole utilisé dans la mesure où, sans être novateur, ce n'est pas le protocole le plus standard. Nous avons en effet procédé par « renversement d'image » : cette technique présente l'intérêt de produire des profils inversés. Dans le principe, les résines à « renversement d'images » sont des résines positives ordinairement qui, après recuit spécifique, se comportent comme des résines négatives.

- L'échantillon recouvert d'une couche de AZ5214E ($1,2\mu\text{m}$ d'épaisseur) est exposé légèrement à travers le masque de lithographie. Le masque utilisé est le même que pour une lithographie négative : les bobines y figurent donc « en plein », sous la forme d'un dépôt de chrome.
- L'échantillon est recuit. Ce recuit, dit « d'inversion », provoque la réticulation des chaînes de polymère qui ont subi une transformation

photochimique lors de l'exposition. Les zones exposées lors de la première étape deviennent alors insolubles dans le révélateur.

- Le masque est retiré de l'aligneur et on expose l'ensemble de l'échantillon abondamment. A la révélation, toutes les régions qui n'avaient pas été insolées lors de la première exposition, c'est à dire celles qui se trouvaient sous le masque, seront alors éliminées.

Les bobines sont obtenues de façon analogue au cas précédent, par lift-off d'une couche épaisse de cuivre, déposée par pulvérisation cathodique.

I.C Description du dispositif

Une fois lithographiées sur les réseaux de plots, les bobines doivent être connectées à un générateur d'impulsions. C'est alors des propriétés électriques du générateur que vont dépendre les caractéristiques (durée, temps de montée) des impulsions.

1) Principe du générateur

Le dispositif de production des impulsions de champ magnétique repose sur un générateur bi-polaire conçu et réalisé au laboratoire. Dans le principe, ce générateur consiste à décharger dans la microbobine des capacités chargées par une source haute tension. La décharge des capacités est commandée par un signal extérieur (les fronts montant et descendant d'un signal TTL dans notre cas) par l'intermédiaire d'un transistor de commande.

Ce dispositif offre à l'utilisateur la possibilité de régler l'intensité et la fréquence des impulsions :

- L'intensité des impulsions positives et négatives est déterminée par la valeur des tensions de charge qui alimentent les deux systèmes de capacités. Les sources HV utilisées délivrent une tension maximale de 300V ; compte tenu de l'impédance (non nulle) du dispositif réel, il est possible de produire des impulsions d'intensité allant de 0 à 65A.

- La fréquence des impulsions dépend simplement de la fréquence du signal de déclenchement et de l'écart temporel entre les front montant et descendant dans le signal de commande.

A l'inverse les caractéristiques temporelles des impulsions, comme le temps de montée ou la durée nominale, ne sont pas ajustables par l'utilisateur. Ces caractéristiques dépendent étroitement des propriétés des composants utilisés pour réaliser le dispositif. En particulier, le temps de montée minimal d'une impulsion dépend de la vitesse de basculement du transistor et, dans une moindre mesure, de l'impédance réelle du dispositif.

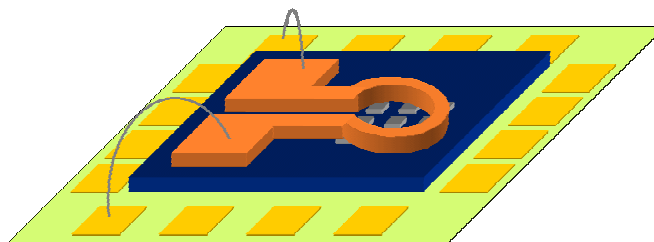
2) Connexion du dispositif

En B, nous avons évoqué le protocole utilisé pour définir les microbobines à même les réseaux de plots. Pour appliquer des impulsions de champ au niveau des plots, il est nécessaire de relier la bobine au générateur d'impulsions. La figure 2-1 présente le système de connexion utilisé.

La région du substrat sur laquelle repose l'ensemble plots/microbobine est découpée et collée sur un support. La microbobine est alors connectée par wedge-bonding aux pads de connexion situé en périphérie du support. Ce support est alors relié au générateur d'impulsions par l'intermédiaire d'une nappe de connexion en cuivre.

Le générateur d'impulsions a été conçu pour débiter dans un court-circuit. Or, dans les faits, l'impédance n'est pas nulle. Outre la résistance propre de la micro-bobine, l'utilisation d'un connecteur souple et les micro-soudures amènent des capacités et des inductances supplémentaires. Concrètement, le dispositif n'est pas adapté en impédance, ce qui limite la bande passante du système. Toutefois, dans la gamme des 100MHz, qui correspond aux temps caractéristiques de nos impulsions, la forme d'onde délivrée par le générateur n'est pas trop altérée.

a) Microsoudure de la bobine



b) Assemblage du support à la nappe de connexion

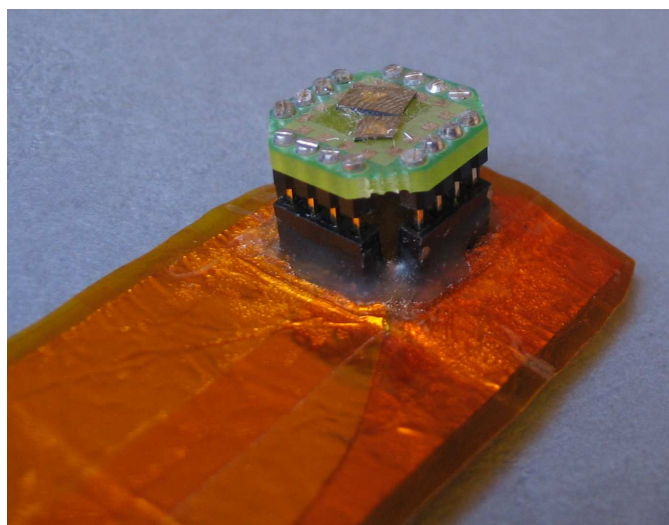


Figure 2-1 : Représentation schématique de la microbobine lithographiée sur un réseau de plots et contactée par wedge-bonding aux pads de connexion du support (a). La photo présentée en (b) montre comment le contact est établi entre le support et la nappe de connexion (isolée par un film de kapton)

3) Caractéristiques des impulsions

Connaissant la forme des impulsions de courant délivrées dans la micro-bobine, il est possible d'en déduire la forme et l'intensité des impulsions de champ magnétique. Les microbobines s'assimilent à une spire de courant dont les caractéristiques géométriques sont reportées dans le tableau 2-1 :

Tableau 2-1 : Rayon intérieur r_i , rayon extérieur r_o et épaisseur e des microbobines. Les paramètres α et β sont des caractéristiques géométriques réduites.

r_i (μm)	r_o (μm)	e (μm)	α	β
25	75	1,5	3	0,02

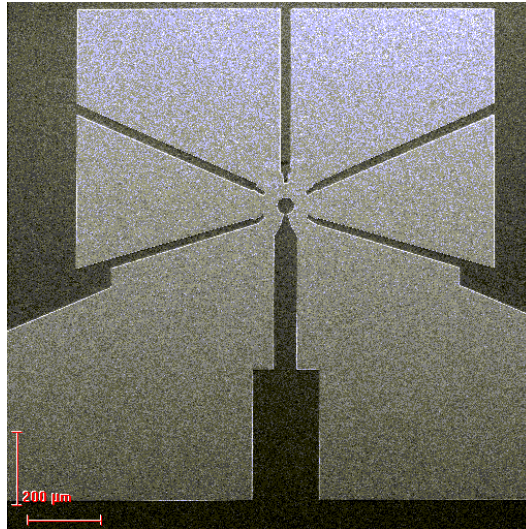


Figure 2-2 : Vue au MEB d'une microbobine réalisée par lithographie électronique. A la différence d'une simple spire de cuivre, cette bobine présente des « ailettes » qui permettent d'augmenter la surface de contact entre le cuivre et le substrat : la dissipation thermique via le substrat est accrue grâce à cette géométrie..

Nous inspirant de la démarche adoptée par M. Bonfim^[Bon 01], nous avons évalué le champ produit en assimilant notre micro-bobine à une spire portant une distribution uniforme de courant. L'induction magnétique B dépend de l'intensité du courant I et d'un facteur de forme F ; au centre de la spire, B est donnée par :

$$B = \frac{\mu_0 I}{r_i} \frac{F(\alpha, \beta)}{2(\alpha-1)\beta} \quad (\text{équation 1})$$

F est un facteur correctif qui tient compte des dimensions de la bobine ; il fait intervenir les paramètres géométriques réduits $\alpha = r_o/r_i$ et $\beta = d/2r_i$. F est donné par la relation suivante^[Mon 63] :

$$F(\alpha, \beta) = \beta \ln \left(\frac{\alpha^2 + \sqrt{\alpha^2 + \beta^2}}{1 + \sqrt{1 + \beta^2}} \right) \quad (\text{équation 2})$$

Pour les bobines que nous avons réalisées (dont les dimensions sont résumées dans le tableau 2-1), l'équation (1) donne l'équivalence courant / induction magnétique suivante : $1A \Leftrightarrow 23 \text{ mT}$. En conséquence, avec les sources HV utilisées pour charger les capacités du générateur d'impulsions, on pourra créer un champ magnétique B d'intensité maximale 1,5T au centre de la bobine.

La forme d'onde des impulsions peut être relevée au moyen d'une résistance de shunt située à la sortie du générateur d'impulsions. Nous avons pu montrer que la forme d'onde de l'impulsion de tension relevée aux bornes de cette résistance de shunt était en tout point comparable celle de l'impulsion de champ magnétique.

Pour ce faire, nous avons suivi par effet Kerr résolu en temps (TR-MOKE) l'évolution de l'aimantation d'un plot de Ni assez large ($15\mu\text{m}$) placé au centre d'une microbobine. La figure 2-3 a) compare le signal magnéto-optique relevé à l'impulsion de tension lue au shunt de mesure. Le champ magnétique créé au centre de la bobine est perpendiculaire au plan, c'est à dire dans une direction de difficile aimantation pour le plot de nickel. On supposera donc que le signal magnéto-optique est directement proportionnel au champ magnétique.

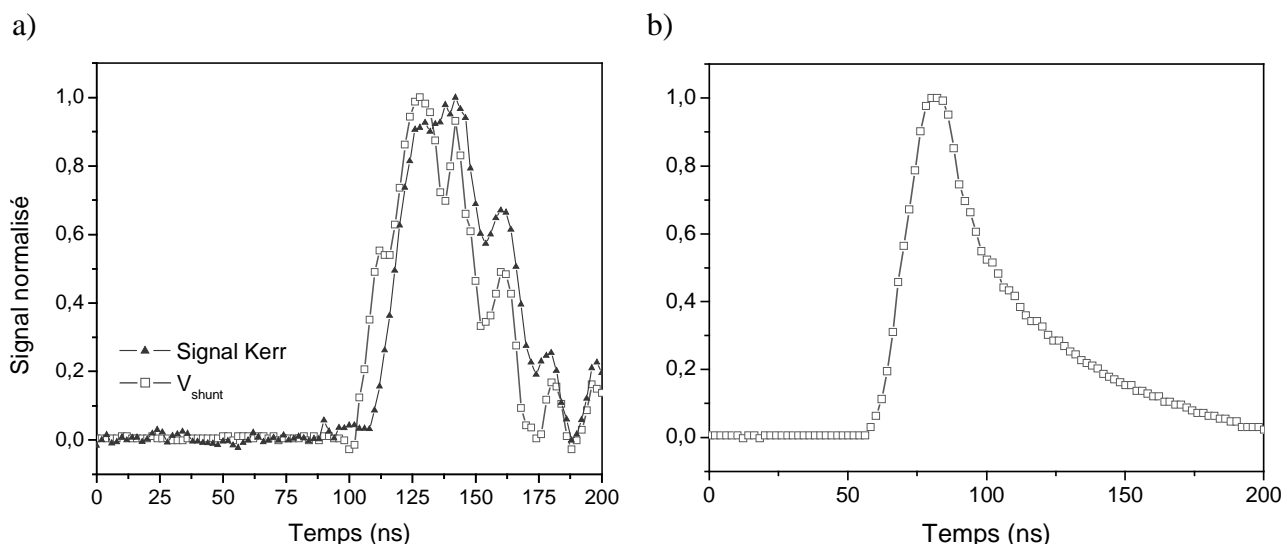


Figure 2-3 : (a) Comparaison de l'onde de champ magnétique créée au centre de la bobine à l'impulsion de tension lue aux bornes de la résistance de shunt du générateur. L'impulsion de champ est obtenue par TR-MOKE en relevant le signal magnéto-optique d'un plot de Ni soumis à une impulsion électrique. La figure (b) présente la forme des impulsions obtenues après modification du générateur afin d'amortir les ondes réfléchies dans la bobine.

La figure 2-3 a) montre que l'impulsion de champ magnétique créée au centre de la bobine reproduit bien le signal relevé aux bornes de la résistance de shunt. En particulier, on note l'existence de pics secondaires dans la descente du signal. Ces pics traduisent l'existence de réflexions multiples de l'impulsion dans la micro-bobine. Comme nous l'avons évoqué en 2), ces réflexions résultent du fait que le système n'est pas adapté en impédance.

Le générateur d'impulsions a été modifié afin d'absorber ces réflexions à l'origine des oscillations du signal. La figure 2-3 b) présente la forme d'onde obtenue après modification du générateur. Le signal a bien été lissé, au prix d'une augmentation de la durée de descente de l'impulsion.

II. Gravure des réseaux de plots

Compte tenu des contraintes liées au mode de dépôt, la gravure ionique sèche est la technique la mieux adaptée pour réaliser les plots magnétiques. La gravure ionique suppose toutefois l'utilisation d'un masque pour protéger la couche magnétique. Avant de réaliser les plots, il a donc d'abord fallu déterminer quel matériau était le mieux adapté à jouer le rôle de masque de gravure. Nous présenterons ici l'appareillage expérimental sur lequel nous avons travaillé ainsi que les résultats obtenus lors de l'étalonnage des vitesses de gravure des différents matériaux que nous avons testés.

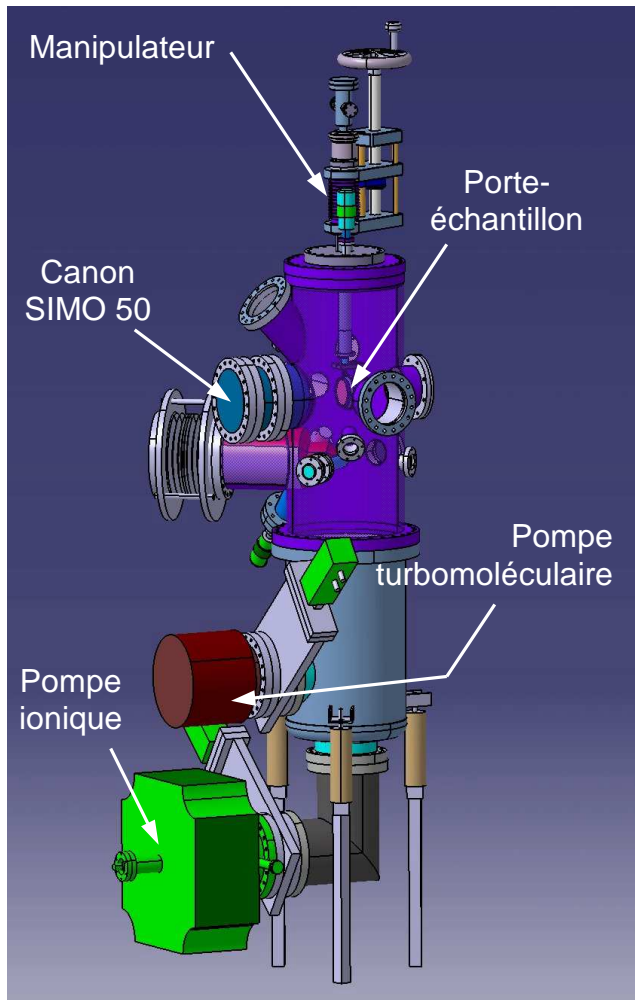
II.A. Dispositif expérimental

1) Enceinte et fixation de l'échantillon

L'échantillon est introduit dans une enceinte maintenue sous vide secondaire par système de pompage composé d'une pompe turbo-moléculaire et d'une pompe ionique. Une vanne permet d'isoler la pompe ionique lorsque l'on fait circuler l'argon dans l'enceinte. Ce dispositif de pompage permet d'atteindre un vide de base de quelques 10^{-8} mbar. La pression de travail, c'est à dire la pression d'argon dans le canon lors de la gravure, est réglée à l'aide d'un débitmètre massique disposé sur la ligne d'arrivée de gaz.

L'échantillon est fixé sur un support en molybdène, maintenu dans le porte-échantillon par un dispositif à baïonnette. Ce porte-échantillon possède un degré de liberté en rotation, ce qui permet de faire tourner l'échantillon dans le faisceau d'ions, et d'homogénéiser la gravure.

a) Vue générale



b) Représentation du porte-échantillon

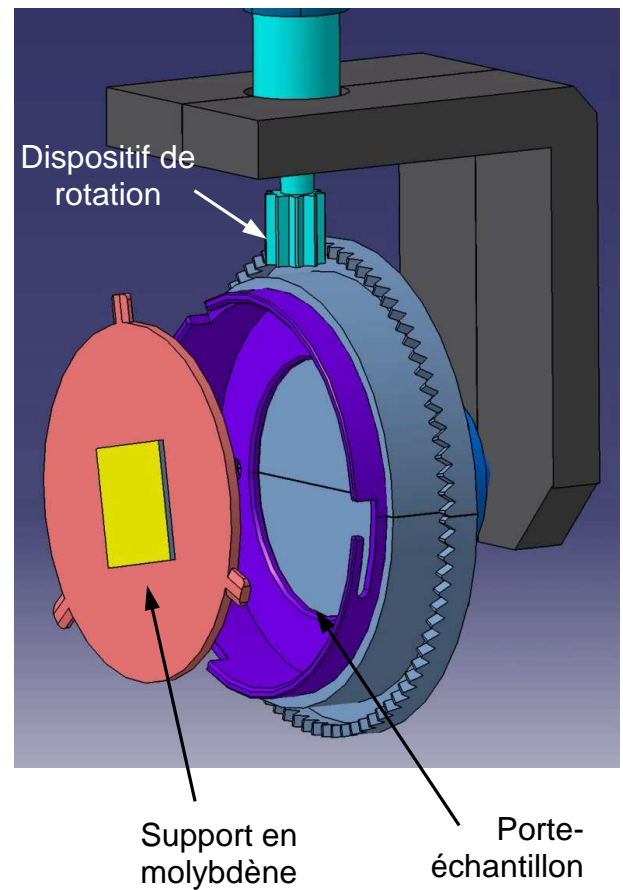


Figure 2-4 : Représentation en trois dimensions des éléments du bâti de gravure. L'image a) montre une vue d'ensemble du bâti, avec les systèmes de pompages et les piquages sur l'enceinte. L'image b) montre comment est fixé l'échantillon.

2) Canon

Nous avons utilisé un canon à ions SIMO 50 commercialisé par Materia Systèmes dont le prototype a été développé par Farouk Boukari ^[Bou 96] lors de sa thèse de doctorat. Les ions sont produits au sein d'un plasma, confiné dans la chambre d'ionisation du canon. Le faisceau est alors formé par extraction et accélération des Ar^+ à l'aide d'une optique spécifique.

Il existe différentes façons de produire et d'entretenir la décharge dans un plasma. Ici, le gaz argon présent dans la chambre d'ionisation est excité par une décharge micro-onde à 2,54GHz délivrée par une antenne qui plonge directement dans la chambre. Le rendement d'ionisation est amélioré par effet de résonance cyclotronique des électrons. Un ensemble d'aimants permanents présents autour de la chambre d'ionisation créent un champ magnétique uniforme dans la chambre d'ionisation. En présence de ce champ magnétique, la trajectoire des électrons est allongée et le taux d'ionisation des neutres présents dans la chambre augmente également.

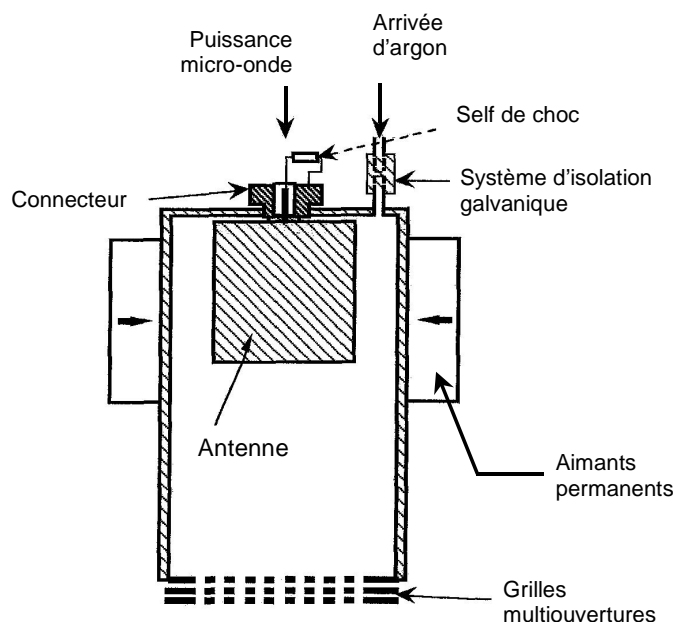


Figure 2-5 : Schéma en coupe de la chambre d'ionisation du canon micro-onde SIMO 50. Six aimants sont disposés tout autour de la chambre.

L'optique d'extraction, d'un diamètre de 50mm, est composée de 3 grilles portées à des potentiels différents : on parle de système triode ou « accel-décel ». Depuis la chambre d'extraction, on rencontre dans l'ordre : les grilles Plasma, Accélétratrice et Décélétratrice.

La première grille, la grille Plasma, est polarisée au potentiel positif V_P : ce potentiel permet à la fois de confiner le plasma dans la chambre d'ionisation, et détermine également l'énergie des ions. En effet, la grille Décélétratrice est reliée à la masse, de sorte que les ions extraits auront l'énergie E_P directement reliée à V_P : $E_P = e.V_P$

La grille Accélétratrice est portée au potentiel négatif V_{Acc} . L'utilisation d'une grille intermédiaire polarisée négativement présente un double intérêt. En premier lieu, elle évite que les électrons secondaires produits par collision des ions sur les atomes du gaz résiduel ne rentrent dans le canon : ceci aurait tendance à déstabiliser la décharge. Elle permet ensuite d'ajuster l'optique d'extraction de sorte que le flux d'ions intercepté par les grilles soit aussi faible que possible. En ce sens, le réglage de V_{Acc} permet d'accroître l'intensité du faisceau et de limiter la pulvérisation des grilles, et par suite, la contamination de l'échantillon en cours de gravure.

Un filament de tungstène thorié est fixé immédiatement à la sortie du canon. Chauffé, ce filament produit suffisamment d'électrons pour neutraliser globalement le faisceau d'ions. La neutralisation du faisceau évite ainsi l'accumulation des charges à la surface des échantillons réalisés sur substrats isolants.

3) Conditions opératoires

L'ensemble des gravures, et en particulier les essais visant à déterminer les vitesses de gravure des différents matériaux, ont été réalisées dans les conditions suivantes.

Tableau 2-2 : Réglages utilisés pour l'ensemble des gravures. $P_{travail}$ représente la pression d'argon dans le canon en cours de gravure. \mathcal{P}_i est la puissance micro-onde fournie au canon. V_P et V_{Acc} sont les tensions des grilles Plasma et Accélétratrice respectivement.

$P_{travail}$ (mbar)	\mathcal{P}_i (W)	V_P (V)	V_{Acc} (V)
$1,5.10^{-4}$	50	200	-200

Ces conditions opératoires ont été établies pour répondre à un certain nombre d'exigences, liées à la fois aux conditions de travail désirées et à la pérennité du matériel. En particulier, nous avons cherché à obtenir :

- Des vitesses de gravure assez lentes. Dans la mesure où nous ne travaillons qu'avec des couches fines, les durées d'exposition aux ions resteront de toute façon assez brèves, tout en permettant de contrôler la gravure. Nous avons donc utilisé des ions assez peu énergétiques (200 eV). Par ailleurs, les conditions de travail choisies donnent lieu à un flux d'ions assez faible puisque la densité de courant relevée au niveau de l'échantillon s'élève à : $I_b^* = 0,15 \text{ mA/cm}^2$;
- La puissance micro-onde réfléchie vers l'alimentation \mathcal{P}_r la plus faible possible. \mathcal{P}_r dépend à la fois de la pression de travail P_{travail} et de la puissance micro-onde \mathcal{P}_i fournie par l'alimentation. Dans les conditions opératoires utilisées, nous avons toujours relevé \mathcal{P}_r inférieure à 5W ;
- Le minimum de courant sur la grille accélératrice, ce qui correspond à la bonne adaptation de l'optique d'extraction au plasma. Pour ces conditions, I_{Acc} s'établit à 1,5mA, ce qui reste conforme aux recommandations spécifiées par le constructeur ^[Mat 02].

Le tableau 2-3 présente un résumé des paramètres obtenus pour le jeu de réglages que nous avons utilisés lors des gravures.

Tableau 2-3 : Récapitulatif des paramètres de gravure obtenus avec les réglages présentés dans le tableau 2-2. \mathcal{P}_r représente la puissance micro-onde réfléchie vers l'alimentation. I_b^* est la densité de courant mesurée sur le porte-échantillon, et I_{Acc} , le courant relevé sur la grille accélératrice.

\mathcal{P}_r (W)	I_b^* (mA/cm ²)	I_{Acc} (mA)
< 5	0,15	1,5

II.B. Détermination des vitesses de gravures

1) Gravure des films magnétiques

Nos échantillons ont été réalisés à partir de multicouches Co/Pt et de films d'alliage CoPt₃. Des essais conduits sur un alliage équiatomique CoPt ont montré que la vitesse de gravure de ce matériau était très proche de celle obtenue pour le platine seul [Abe 04]. A fortiori, on peut penser que la vitesse de gravure du CoPt₃ sera plus proche encore de celle du platine pur. Ainsi, pour évaluer les conditions de gravure de nos échantillons, nous nous sommes restreints à l'étude de films de Co et de Pt. La figure 2-6 présente l'épaisseur abrasée en fonction de la durée de gravure pour les matériaux constitutifs de nos échantillons.

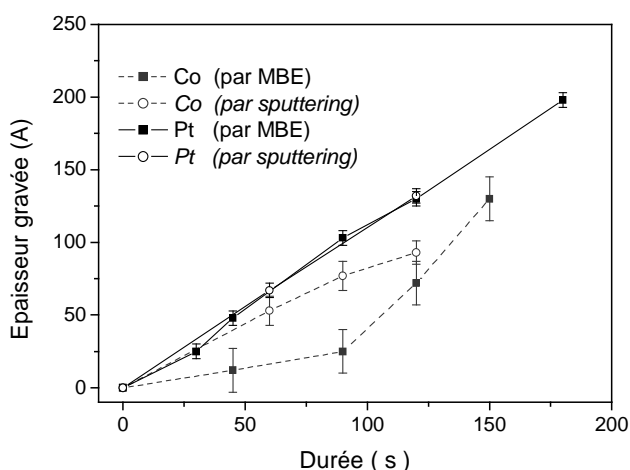


Figure 2-6 : Epaisseur de cobalt et de platine gravée en fonction du temps, pour des échantillons déposés par MBE (carrés pleins) ou sputtering (cercles ouverts). Les films de cobalt sont initialement recouverts d'une barrière d'oxydation, qui sera donc gravée avant la couche de Co. Dans le cas des échantillons élaborés par MBE, la barrière est constituée d'une couche de Ru (3nm) ; pour les films déposés par sputtering, on a déposé 3nm de Pt. Les épaisseurs sont déterminées par réflectométrie des rayons X.

Les multicouches sont obtenues par pulvérisation cathodique tandis que l'alliage CoPt₃ est déposé par épitaxie par jet moléculaire. Nous avons donc étudié les vitesses de gravure du cobalt et du platine pour des films élaborés par l'une et l'autre de ces deux techniques. La vitesse de gravure des films de platine ne dépend pas de la

technique de dépôt utilisée. A l'inverse, les films de cobalt élaborés par pulvérisation cathodique sont plus résistants à la gravure que ceux obtenus par MBE.

Il est difficile d'identifier une cause simple pour expliquer ce phénomène. La description donnée par Michel Hehn ^[Heh. 97] de l'évolution de la vitesse de gravure de l'aluminium en fonction de différents paramètres, dont la pression résiduelle dans l'enceinte de dépôt, apporte quelques éléments de réflexion. Il a ainsi été montré que lorsque la pression résiduelle augmentait (de 10^{-6} à $2 \cdot 10^{-5}$ mbar), la vitesse de gravure d'un film d'aluminium diminuait. Cet effet a été attribué à une oxydation partielle de l'aluminium en cours de dépôt. La couche n'est alors plus simplement de l'aluminium métallique, mais un composé partiellement oxydé, plus dur vis à vis de la gravure ionique. La figure 2-6 montre une tendance comparable pour le cobalt, métal qui, comme l'aluminium, s'oxyde facilement. Il est alors tentant d'attribuer la différence de vitesse de gravure des films de cobalt à un tel effet d'oxydation partielle. Cette hypothèse serait alors étayée par le fait qu'une couche d'un métal noble comme le platine présente le même comportement lors de la gravure, quelle que soit la technique de dépôt employée.

Toutefois, le vide de base atteint dans les enceintes de dépôts utilisées ($5 \cdot 10^{-11}$ dans le bâti de MBE et quelques 10^{-8} par sputtering) est bien plus poussé que ce qu'a décrit M. Hehn pour ses essais sur aluminium. S'il est possible d'envisager une oxydation très partielle des atomes de cobalt en cours de dépôt, l'effet doit donc rester limité. Une autre hypothèse pourrait provenir d'un mode de croissance différent (peut être lié à la pression de base dans l'enceinte), selon que la couche de cobalt est élaborée par MBE ou par sputtering. Nous n'avons toutefois pas mené l'ensemble des études structurales nécessaires pour étayer cette hypothèse. Nous nous contenterons donc de prendre acte de cette différence de vitesse de gravure.

Que la variation de la vitesse de gravure des films de cobalt provienne ou non d'un phénomène d'oxydation partielle en cours de dépôt, le cobalt reste très sensible à l'oxydation à l'air. Nous avons donc dû ajouter une couche de protection sur les films de cobalt. Les films MBE ont ainsi été recouverts d'une fine couche de

ruthénium (3nm) tandis que ceux réalisés par pulvérisation cathodique ont été protégés par un dépôt de Pt, de 3nm également. L'épaisseur portée sur la figure 2-6 est l'épaisseur totale abrasée, indépendamment de la nature du métal. Ainsi, la courbe obtenue pour les films de Co déposés par MBE présente deux parties bien distinctes : aux temps courts, on observe la gravure de la couche de ruthénium, tandis que la gravure du cobalt commence après la discontinuité. La démarcation est beaucoup moins visible dans le cas des échantillons obtenus par pulvérisation cathodique. Il s'avère en effet que les vitesses de gravure du Co ($0,7\text{\AA}/\text{s}$) et du Pt ($1,1\text{\AA}/\text{s}$) sont assez proches pour qu'il soit difficile, compte tenu de l'incertitude, de déterminer précisément la transition entre les deux couches.

2) Choix du masque de gravure

Différents matériaux susceptibles de jouer le rôle de masque de gravure ont été envisagés : l'aluminium, le titane, et le PMMA utilisé comme résine de lithographie électronique. D'autres matériaux (comme le ruthénium) ont été écartés car le rayonnement produit lors de son dépôt provoquait la réticulation de la résine. La vitesse de gravure de ces matériaux se déduit des résultats présentés sur la figure 2-7.

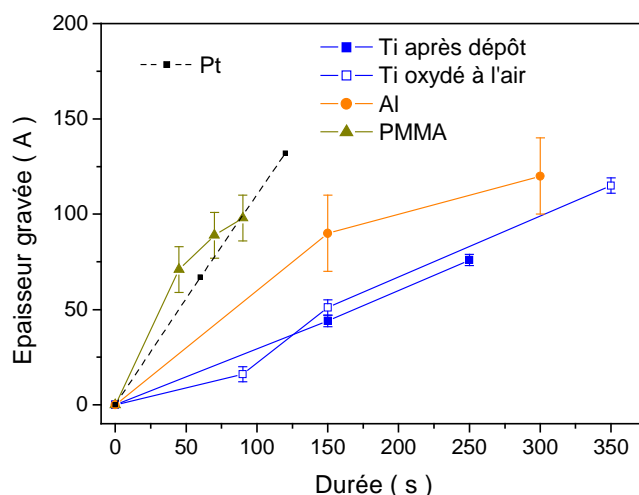


Figure 2-7 : Gravure de différents matériaux susceptibles de servir de masque. Epaisseur abrasée en fonction de la durée de la gravure. Les résultats obtenus pour les films de platine déposés par pulvérisation cathodique figurent en pointillés, et servent de référence. Les épaisseurs sont déterminées par réflectométrie des rayons X.

Pour minimiser l'effet de redépôt en cours de gravure, la meilleure solution consiste à utiliser un masque le plus fin possible (cf. chapitre 1). Le masque doit donc avoir la vitesse de gravure la plus faible possible, ou du moins bien plus faible que celle des couches à graver. Parmi les matériaux que nous avons testés, l'aluminium apparaît donc comme un candidat possible, mais que c'est le titane qui constitue le choix le plus avantageux.

Nous avons également évalué la vitesse de gravure de la résine PMMA 950K, dans la mesure où l'utilisation de la résine de lithographie comme masque permet d'éliminer une étape du procédé. Nos essais confirment que cette résine organique s'abrase plus facilement que le platine. La différence est toutefois relativement faible. Par ailleurs, la figure 2-7 semble indiquer un ralentissement de la gravure du PMMA pour des durées supérieures à une minute. Il est possible qu'au cours de la gravure, si la charge du faisceau d'ions n'est pas exactement compensée par le flux d'électrons, la résine accumule des charges en surface et que la gravure s'en trouve affectée. Une autre explication possible tiendrait à la modification chimique de la résine au cours de la gravure. De la même façon qu'une exposition à forte dose peut provoquer la réticulation des chaînes de polymère, il est possible que le rayonnement produit par le filament de neutralisation dénature la résine. Nous avons ainsi constaté lors d'une gravure à travers un masque de PMMA que de la résine restait accrochée sur l'échantillon, à proximité des structures notamment, et ce malgré plusieurs passages dans l'acétone (cf. fig. 2-8). On peut alors imaginer que la réticulation des chaînes et la formation d'une structure tridimensionnelle accroisse la résistance de la couche vis-à-vis de la gravure. Quoiqu'il en soit, nous n'avons pas utilisé la résine comme masque de gravure au-delà de ces quelques essais de faisabilité.

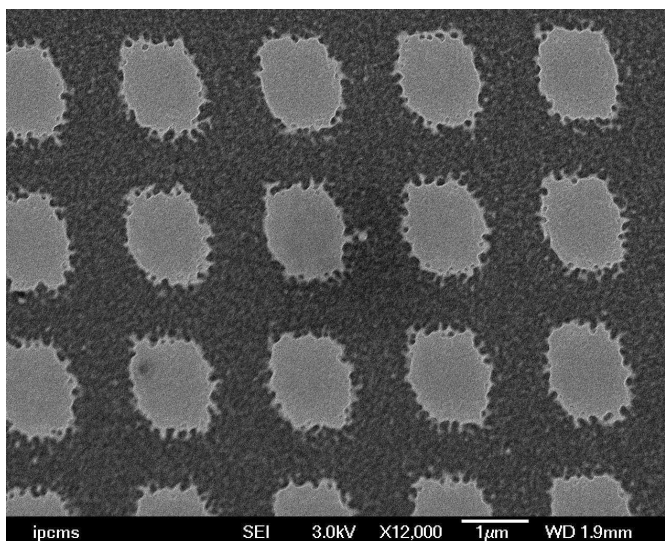


Figure 2-8 : Réalisation d'un réseau de plots par un procédé « négatif » : seules les régions où se trouvent les plots ne sont pas exposées. Après révélation, le PMMA restant joue le rôle de masque de gravure. Les filaments autour des plots ainsi que la rugosité visible sur le substrat témoignent que la résine, dégradée en cours de gravure, n'a pas été complètement éliminée lors du passage à l'acétone.

Dans un dernier temps, nous avons pris en compte l'effet possible de l'oxydation du masque dans l'atmosphère. Dans la mesure où l'échantillon n'est pas conservé sous vide entre le dépôt du masque et la gravure, nous avons évalué l'influence de l'oxydation à l'air ambiant. Pour ce faire, nous avons laissé « vieillir » une série de films de titane pendant 5 jours à l'air ambiant. Bien que la surface des échantillons oxydés semble légèrement plus dure que celle des échantillons gravés juste après dépôt (cf. fig. 2-7), les vitesses de gravure sont globalement comparables dans les deux cas, de l'ordre de $0,3\text{\AA}/\text{s}$. Il n'est donc pas nécessaire de tenir compte de la durée écoulée entre le dépôt du masque et la gravure, dans la limite, raisonnable expérimentalement, de quelques jours.

Tableau 2-4 : Récapitulatif des vitesses de gravure obtenues pour les différents matériaux que nous avons été amenés à utiliser. Ces valeurs sont obtenues par régression linéaire des courbes présentées dans les figures 2-6 et 2-7. Cette modélisation peut parfois se discuter (voir texte), mais permet néanmoins de comparer les matériaux entre eux.

Matériau	Vitesse (Å/s)
Co (MBE)	$1,8 \pm 0,3$
Co (Sputtering)	$0,7 \pm 0,2$
Pt (MBE)	$1,1 \pm 0,1$
Pt (Sputtering)	$1,1 \pm 0,1$
Ti	$0,30 \pm 0,01$
Ti 'vieilli 5 jours'	$0,32 \pm 0,01$
Al	$0,45 \pm 0,07$
PMMA	$1,2 \pm 0,1$

III. Caractérisation des structures

Nous avons essentiellement travaillé avec des plots circulaires. Quelques essais ont été conduits sur des plots à base carrée, mais nous avons noté une détérioration de leur géométrie lorsque la taille latérale diminuait : ainsi, les plots de $1\mu\text{m}$ de côté sont bien carrés mais pour les plots de 200nm , les coins ont tendance à s'arrondir fortement. La plupart des échantillons avec lesquels nous avons travaillé se présentent donc sous la forme de réseaux de plots circulaires, de diamètre nominal $1\mu\text{m}$, 500nm et 200nm . Notons que dans le but d'en apprendre davantage sur l'impact de la gravure, nous avons été amenés à réaliser des motifs plus larges : des réseaux de plots de $6\mu\text{m}$ et des motifs isolés de $300\mu\text{m}$. Toutes ces structures ont été caractérisées par microscopie à force atomique : dans la suite, nous nous intéresserons plus particulièrement à la géométrie des plots, et nous discuterons l'effet de la réduction en taille des structures.

III.A. Description des motifs gravés

Le tableau 2-5 présente les principales caractéristiques géométriques des plots que nous avons réalisés, à savoir leur hauteur et leur diamètre. Les valeurs précises portées dans ce tableau concernent les plots réalisés à partir de films de CoPt_3 . Toutefois les conclusions qualitatives que l'on peut tirer de ces données s'appliquent également pour les structures obtenues à partir des multicouches. L'étude que nous avons menée a simplement été plus approfondie dans le cas des plots de CoPt_3 .

Tableau 2-5 : Caractéristiques géométriques des différentes structures, à l'issue du process de fabrication. Il s'agit ici de plots de CoPt_3 , obtenus à partir d'un film d'épaisseur initiale 35nm . Ces grandeurs sont obtenues par analyse des images AFM en moyennant sur un ensemble de plots. Les diamètres portés dans le tableau correspondent aux valeurs à mi-hauteur.

Désignation	200nm	500nm	$1\mu\text{m}$
Hauteur (nm)	59 ± 1	58 ± 1	$56,5 \pm 0,5$
Diamètre réel (nm)	190 ± 3	470 ± 3	960 ± 4

Dans la suite de ce mémoire, on pourra parler de plots de 200nm, 500nm et de 1 μ m : ces valeurs correspondent à la taille caractéristique des motifs obtenus par lithographie électronique. Toutefois, le tableau 2-5 rend compte du fait qu'à l'issue du process, les plots sont en réalité légèrement plus petits que l'empreinte obtenue dans la résine à la révélation. Par souci de simplicité, nous nous en tiendrons néanmoins à cette désignation, sachant qu'elle n'est pas tout à fait exacte.

L'autre conclusion très générale que l'on observe ici pour les plots de CoPt₃ concerne la hauteur des structures. Ainsi, l'ensemble des plots avec lesquels nous avons travaillé sont plus hauts que ce à quoi l'on pourrait s'attendre.

Les films de CoPt₃ ont tous été déposés simultanément à la MBE au cours d'une même séance de dépôt. Leur épaisseur totale, qui inclut la couche tampon et la couche de protection, est de l'ordre de 35nm (cf. partie III). D'après les valeurs que nous avons déterminées pour les vitesses de gravure, il faut un masque de titane épais de 10nm au moins pour pouvoir protéger la couche magnétique. Avec 12nm, la couche effectivement déposée est un peu plus épaisse que ce qui est théoriquement juste nécessaire. De cette façon, nous avons pu légèrement surgraver l'échantillon pour nous assurer que la couche soit bien attaquée jusqu'à la base de la couche tampon. Dans tous les cas, on s'attend à ce que les motifs aient une hauteur comprise entre 35nm, si la gravure s'arrête dans le substrat, et une quarantaine de nanomètres, compte tenu de la légère surgravure. Avec une hauteur comprise entre 55 et 60nm, les structures que nous avons obtenues sont donc anormalement élevées. Nous verrons dans la suite que cette caractéristique provient vraisemblablement d'un effet de surgravure important lorsque les motifs sont proches les uns des autres.

La figure 2-9 donne une idée de la forme générale des plots que nous avons étudiés. Cette figure propose les représentations en relief des vues AFM réalisées sur quelques-uns des plots de 1 μ m et de 200nm.

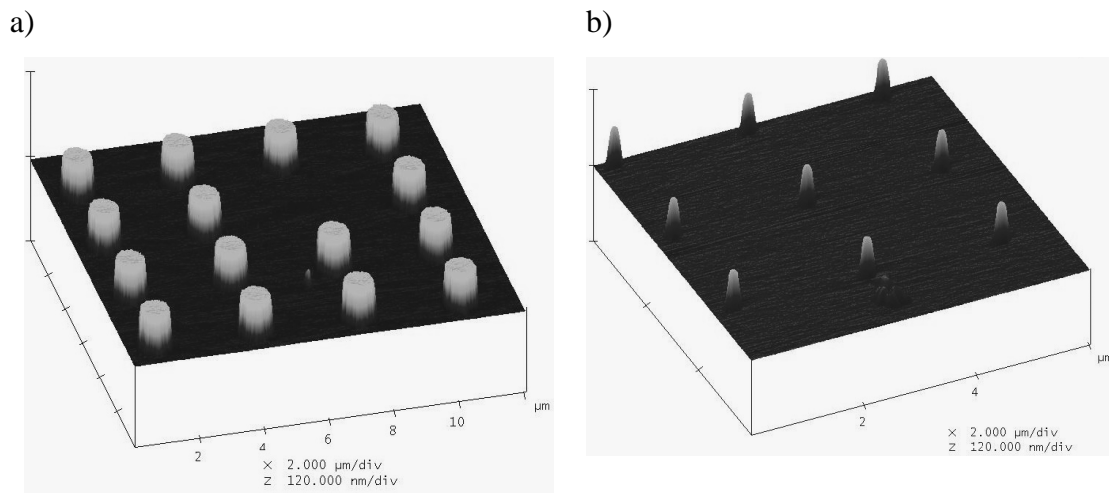


Figure 2-9 : Images AFM des réseaux de plots de CoPt_3 observés après gravure. En a) les plots ont un diamètre de $1\mu\text{m}$, tandis que l'image b) montre des plots de 200nm . Dans les deux cas les plots sont espacés de $2\mu\text{m}$. La lacune au centre du réseau de plots de $1\mu\text{m}$ est volontaire.

A l'issue du process, les plots obtenus ont une section bien circulaire quelle que soit leur taille, comme le montre la figure 2-9. Par ailleurs, l'utilisation d'un masque de gravure fin permet d'éviter la formation de collerettes qui auraient perturbé les caractérisations magnéto-optiques. Toutefois, lorsque la dimension des plots diminue, leur sommet semble s'arrondir. Les plots les plus petits semblent ainsi plutôt coniques là où les plots de $1\mu\text{m}$ paraissent cylindriques. Une coupe effectuée sur les images AFM permet de confirmer l'arrondissement du sommet des plots (cf. figure 2-10).

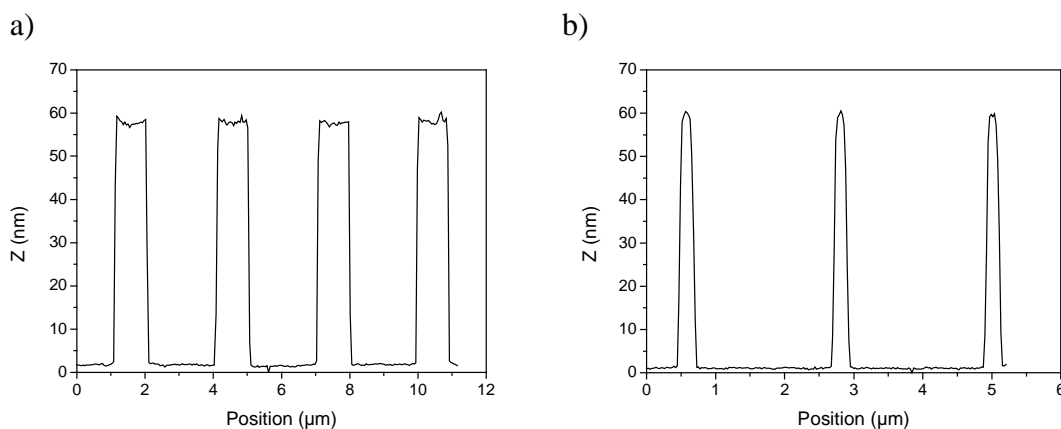


Figure 2-10 : Coupe des images AFM présentées à la figure 2-9. Les plots de $1\mu\text{m}$ sont présentés en a) et ceux de 200nm , en b).

Néanmoins, que ce soit en coupe ou en relief, ces représentations des données acquises à l'AFM sont trompeuses. Ainsi, l'impression que seuls les plots de 200nm seraient coniques n'est pas fondée. En réalité, c'est la différence extrême entre les échelle des axes dans le plan et hors du plan qui fausse l'évaluation de la géométrie des plots. Les flancs des plots, et ce quel que soit leur diamètre, sont en effet loin d'être verticaux. L'analyse plus fine des observations faites par AFM montre même que ce sont les plots les plus larges qui présentent les bords les plus « aplatis ». Si l'on note α l'angle que forment les flancs (restreints à la partie comprise entre 10 et 90% de la hauteur totale du plot) avec le plan du substrat, on observe alors que α diminue à mesure que les plots deviennent plus larges.

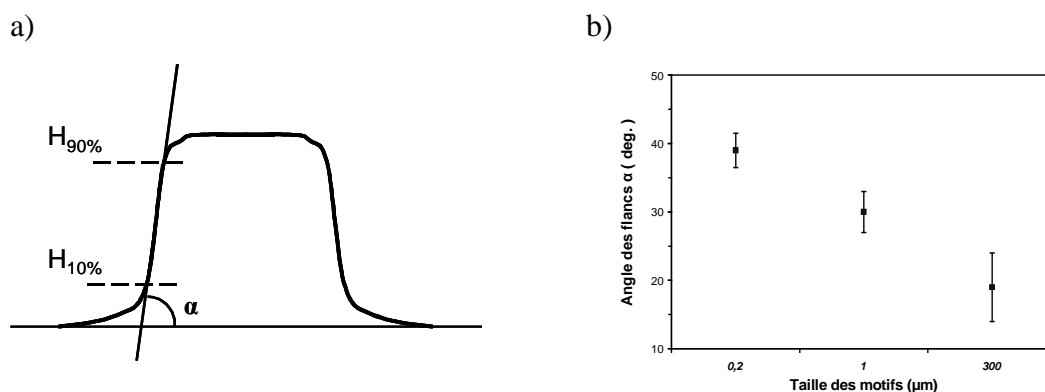


Figure 2-11 : a) Représentation schématique des plots : les flancs ne sont pas verticaux, mais forment un angle α avec la surface, bien inférieur à 90° . Le graphe présenté en b) indique l'évolution de la forme des plots avec la taille du motif. Les valeurs proposées pour les plots de 200nm et $1\mu\text{m}$ correspondent à une moyenne sur plusieurs structures. La valeur fournie pour le motif de $300\mu\text{m}$ repose au contraire sur l'analyse d'une seule marche.

III.B. Impact de la gravure sur la forme des plots

Nous venons de voir que les plots obtenus à l'issue du process se caractérisaient par :

- Des flancs peu abrupts, formant un angle α peu ouvert avec la surface du substrat,
- Un diamètre légèrement inférieur à la taille du motif obtenu par lithographie électronique,
- Une hauteur toujours supérieure à l'épaisseur totale du film initial, indépendamment de la nature de la couche et de la taille des plots.

Nous avons donc cherché à comprendre en quoi la gravure pouvait avoir une influence sur l'une ou l'autre de ces caractéristiques. Pour ce faire, nous avons réalisé des motifs plus larges, de $6\mu\text{m}$ et même de $300\mu\text{m}$. Nous avons donc commencé par caractériser les plots de titane obtenus par lift-off, juste après dépôt, pour nous intéresser ensuite aux motifs obtenus après gravure.

1) Profil des flancs

En premier lieu, si les flancs des plots sont inclinés après l'étape de gravure, la figure 2-12 montre que c'est également le cas pour les plots de titane. Il apparaît même que la pente est plus faible dans le cas des plots de titane que pour les plots gravés. Ainsi, l'analyse des vues en coupe des plots de $1\mu\text{m}$ montre que α passe d'un peu moins de 15° pour les plots de titane, à 30° environ après gravure. Malgré l'incertitude assez importante sur ces valeurs, le phénomène est bien réel ; il s'observe d'ailleurs pour l'ensemble des structures, quelle que soit leur taille.

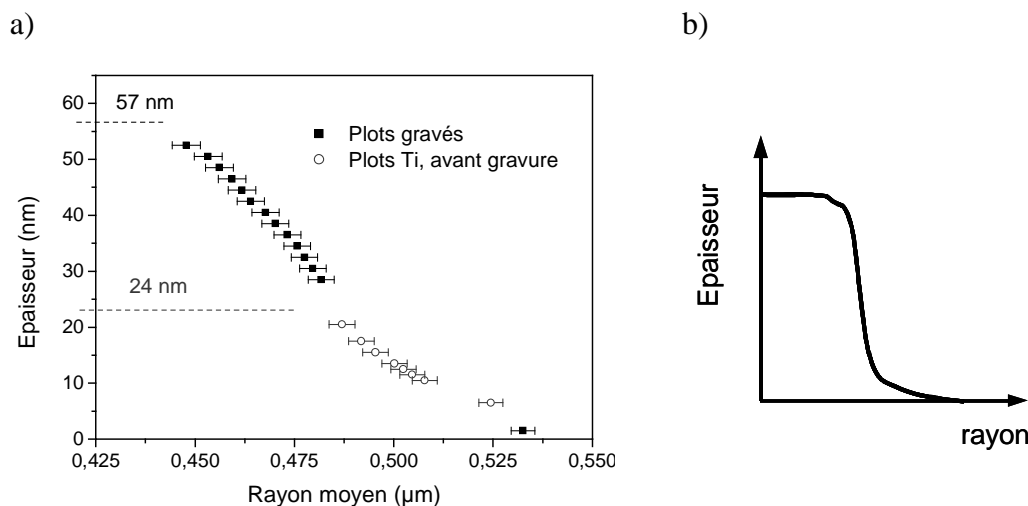


Figure 2-12 : Evolution du profil des plots de $1\mu\text{m}$ avant et après gravure (a). L'image b) montre le profil schématisé d'un plot. Avant gravure, les structures sont des plots de titane ; après gravure, il s'agit de plots de CoPt_3 . Les résultats présentés constituent la reconstruction d'un profil moyen à partir des images AFM des plots. Les données sont obtenues en déterminant, pour un ensemble de plots, la surface totale à différentes altitudes, de la base du plot à son sommet. On détermine alors le rayon moyen des plots à toute épaisseur.

Nous avons vu (cf. figure 1.15) que la vitesse de gravure du titane dépend assez peu de l'angle d'incidence du faisceau. Aussi, l'augmentation de α suite à la gravure s'explique-t-elle vraisemblablement par la différence de vitesse de gravure entre le titane et la couche magnétique qu'il protège. Puisque les plots de titane présentent des flancs inclinés, la durée pendant laquelle la couche magnétique est protégée du faisceau d'ions n'est pas partout la même. Ainsi, à la périphérie des plots, le masque est plus fin et la couche magnétique au dessous sera attaquée plus vite. En première approximation, on s'attendrait donc à ce que la valeur de α évolue dans le même rapport que les vitesse de gravure. Cela s'avère approximativement correct. L'écart peut probablement être imputé à l'existence d'un différentiel de vitesse de gravure, même faible, en fonction de l'angle d'incidence du faisceau d'ions.

Il apparaît donc que le profil des structures magnétiques dépend étroitement de la géométrie initiale du masque. Or, malgré l'utilisation d'un évaporateur offrant un flux relativement directionnel, nous obtenons des masques aux flancs peu abrupts. Un moyen de modifier le profil des structures consisterait à éloigner l'échantillon de la source de sorte que l'angle solide d'évaporation soit plus faible encore.

2) Diamètre des plots

La figure 2-12 permet également de mettre en évidence que la réduction du diamètre des plots résulte de la gravure. Ainsi, pour les structures dites '1 μm ', le diamètre à mi-hauteur des plots de titane vaut réellement 1 μm (à plus ou moins 5nm près). Mais les plots de CoPt_3 obtenus après gravure ont un diamètre légèrement inférieur, de 960 nm seulement. Lors de la gravure ionique, il y a donc une « érosion » radiale des plots en même temps que l'attaque dans l'épaisseur de la couche magnétique. En un sens, cet effet s'apparente au phénomène d'arrondissement des plots : dans les deux cas, il s'agit d'une attaque latérale et non pas seulement verticale de l'échantillon. La plupart du temps, l'arrondissement s'interprète en terme de facettage du masque : à cause de la distribution angulaire du taux de pulvérisation, l'abrasion de certains plans du masque est favorisée. La périphérie des plots se retrouve alors à nu avant le

centre, d'où l'arrondissement observé. Mais, nous l'avons déjà dit, dans le cas du titane cette variation est faible. Il est toutefois possible que cet effet, combiné à la géométrie initiale du masque, explique cette érosion des motifs.

3) Surépaisseur des structures gravées

Épaisseur du masque

Pour essayer d'apporter une réponse quant à la hauteur étonnante des plots il s'est avéré intéressant de réaliser des structures plus larges que celles avec lesquelles nous travaillions d'ordinaire. Pour ce faire, nous avons lithographié sur le même film de CoPt_3 des réseaux de plots de $6\mu\text{m}$ et un motif unique large de $300\mu\text{m}$, en plus des plots habituels. La taille des motifs mise à part, tous les paramètres sont identiques par ailleurs :

- Les mêmes conditions d'exposition ont été utilisées pour tous les motifs,
- Le substrat mesure $1,5\text{cm}$ de côté, si bien que toute la surface de l'échantillon reste dans la zone de bonne homogénéité du dépôt.

Afin de pouvoir déterminer l'épaisseur exacte du dépôt de titane, nous avons également placé un substrat vierge juste à côté de l'échantillon.

L'étude des structures obtenues après lift-off du dépôt de titane réserve déjà quelques surprises. Tout d'abord, la hauteur des plots ne correspond pour aucun d'entre eux à l'épaisseur du film témoin. Qui plus est, la hauteur des structures varie de façon très importante avec leurs dimensions : ainsi, elle double quand on passe du motif de $300\mu\text{m}$ aux plots de 200nm .

Tableau 2-6 : Hauteur moyenne des structures de titane obtenues après lift-off. Les valeurs sont obtenues par l'analyse des distributions de hauteur sur les images AFM.

Motif	Film	$300\mu\text{m}$	$6\mu\text{m}$	$1\mu\text{m}$	500nm	200nm
Hauteur (nm)	12	$13,8 \pm 0,8$	15 ± 1	$23 \pm 1,5$	$25 \pm 1,5$	28 ± 2

L'incertitude sur la hauteur est déterminée par la rugosité RMS des parties planes des structures lorsque cela s'avère possible. Dans le cas des plots de 500 et 200 nm, la valeur proposée est tirée de la largeur des distributions de hauteur sur les images AFM. L'épaisseur du film de titane est obtenue quant à elle par réflectométrie des rayons X.

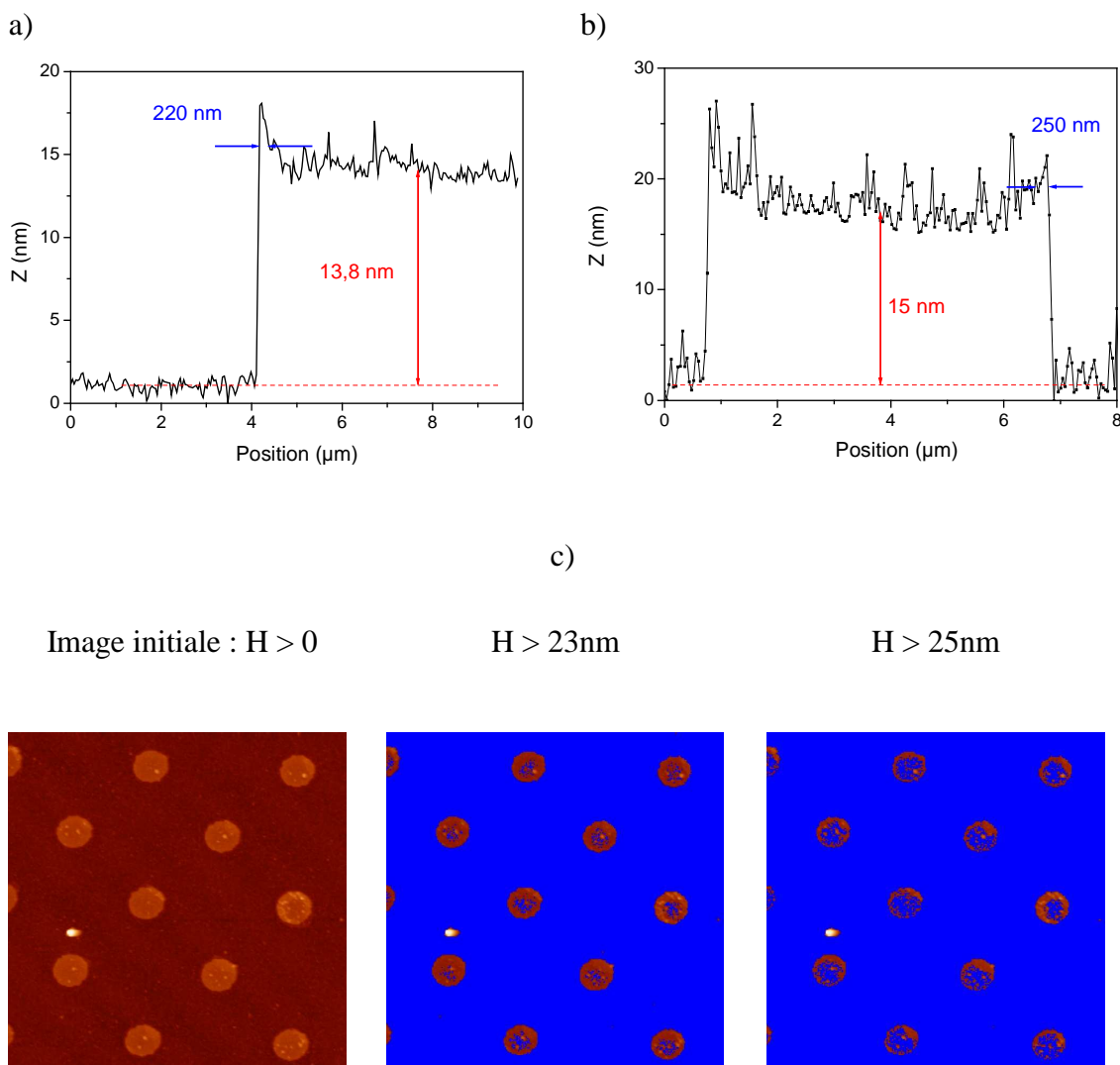


Figure 2-13 : Profil des masques de titane observés à l'AFM après lift-off. Le profil de la structure de 300µm en a), et d'un plot de 6µm en b) sont obtenus par une coupe au centre des motifs. Chacune des trois images présentées en c) fait apparaître, à partir d'une même vue AFM d'un groupe de plots de 1µm, les régions de hauteur supérieure à une certaine valeur seuil. Toutes les régions situées en dessous du seuil sont remplies uniformément. On observe que pour toutes ces structures, la périphérie est plus épaisse que le centre.

L'épaisseur du dépôt de titane a été évaluée par réflectométrie des rayons X sur le film témoin. L'épaisseur du masque est évaluée à 12nm environ. Le motif de 300 μ m et les plots de 6 μ m sont d'épaisseur voisines, proches de 15nm, c'est à dire légèrement plus épais que ce à quoi l'on pourrait s'attendre. Toutefois, cet écart par rapport à l'épaisseur du film continu n'est rien en comparaison avec ce que l'on observe pour les plots plus petits. Ainsi, les plots de 500nm sont-t-ils deux fois plus épais que le film témoin. Cette épaisseur anormalement élevée pour les motifs de titane tient à deux phénomènes.

En premier lieu, il convient de tenir compte du profil des structures. La figure 2-13 présente les profils des motifs de 300 μ m, 6 μ m et de 1 μ m. Malgré l'utilisation d'une technique de dépôt donnant un flux assez directionnel, et l'utilisation d'une double couche de résine pour réaliser le lift-off, ces trois motifs présentent des collerettes : le bord des plots est plus épais que le centre. Par ailleurs, les dimensions de ces couronnes sont voisines : le bord est plus élevé de quelques 3 à 4 nm, et la collerette s'étend sur 200 à 250nm.

Le balayage de la pointe AFM peut conduire à une légère surestimation de la surépaisseur, mais le retour en pente douce vers le centre des plots permet d'être confiant quant à l'épaisseur de la collerette. L'existence de ces collerettes explique alors, pour partie au moins, la hauteur anormale des plots de titane avant gravure. Dans la mesure où les valeurs fournies dans le tableau 2-6 sont obtenues à partir de la distribution des altitudes sur les images AFM, le poids relatif des bords croît à mesure que les structures deviennent plus petites. A l'extrême, et c'est ce qui se produit pour les plots de 200nm, on ne peut plus parler de collerette : les deux bords opposés sont trop proches pour que l'on puisse observer une dépression au centre du motif. On obtient tout simplement des motifs plus épais.

Puisque la surépaisseur aux bords des motifs est de l'ordre de 3 à 4 nm, on peut comprendre que les plots de 200nm, par exemple, soient plus épais que les plots de 1 μ m dans cet ordre de grandeur. Les plots de 1 μ m présentent encore une dépression

en leur centre, alors que ce n'est plus le cas pour les plots de 200nm. Toutefois, cet argument ne permet pas de rendre compte à lui seul de l'écart important qui existe entre le motif de 300 μ m par exemple et ces mêmes plots de 1 μ m.

Un autre phénomène a toutefois pu être mis en évidence. Une analyse EDX de l'échantillon a montré que des composés carbonés étaient présents en quantité très importante à l'emplacement des structures de titane. L'amplitude du signal du carbone au niveau des structures est attribuée à la présence d'une certaine quantité de résine qui n'a pas été éliminée lors de la révélation. D'après les considérations évoquées dans la partie II du chapitre 1, le contraste fini de la résine indique que si la dose reçue localement est légèrement trop faible, il restera une certaine quantité de résine. Suffisamment peu toutefois pour que le dépôt de titane ne soit pas éliminé lors du lift-off. A l'inverse, un motif légèrement surexposé présentera une quantité de matière organique beaucoup plus faible. Malgré tout, il est très difficile d'éliminer complètement le PMMA : après révélation, il reste toujours une rugosité résiduelle, liée à la présence de débris de polymères accrochés sur la surface^[Han 02]. Tous nos motifs ont été exposés avec la même dose, si bien qu'à cause des effets de proximité, les structures les plus larges auront reçu une dose effective supérieure aux plots sub-microniques. On peut donc supposer que sous la couche de titane se trouve une certaine épaisseur de matériau organique, irrégulière, allant de quelques nm dans le cas du motif de 300 μ m à plus de 10nm sous les plots de 200nm. La rugosité accrue des motifs lorsque leur taille diminue accredit également cette interprétation.

Profil des motifs après gravure

Après avoir caractérisé l'ensemble des structures de titane, l'échantillon a été gravé. Là aussi, on peut supposer que les conditions de gravure sont les mêmes pour tous les motifs dans la mesure où l'échantillon tourne sur lui-même au cours du traitement. L'échantillon a été gravé pendant 410s, ce qui correspond, d'après nos étalonnages, au temps nécessaire pour abraser un film de titane sur une épaisseur de 12,3nm. D'après les valeurs du tableau 2-6, le masque est suffisamment épais pour protéger la couche magnétique qui le supporte pour toutes les structures, sauf peut

être, dans le cas du motif de $300\mu\text{m}$ où l'on s'attend à ce que la couche protectrice de platine soit légèrement attaquée.

La figure 2-14 présente les profils des structures gravées 410s, et complète ainsi les observations proposées sur la figure 2-10.

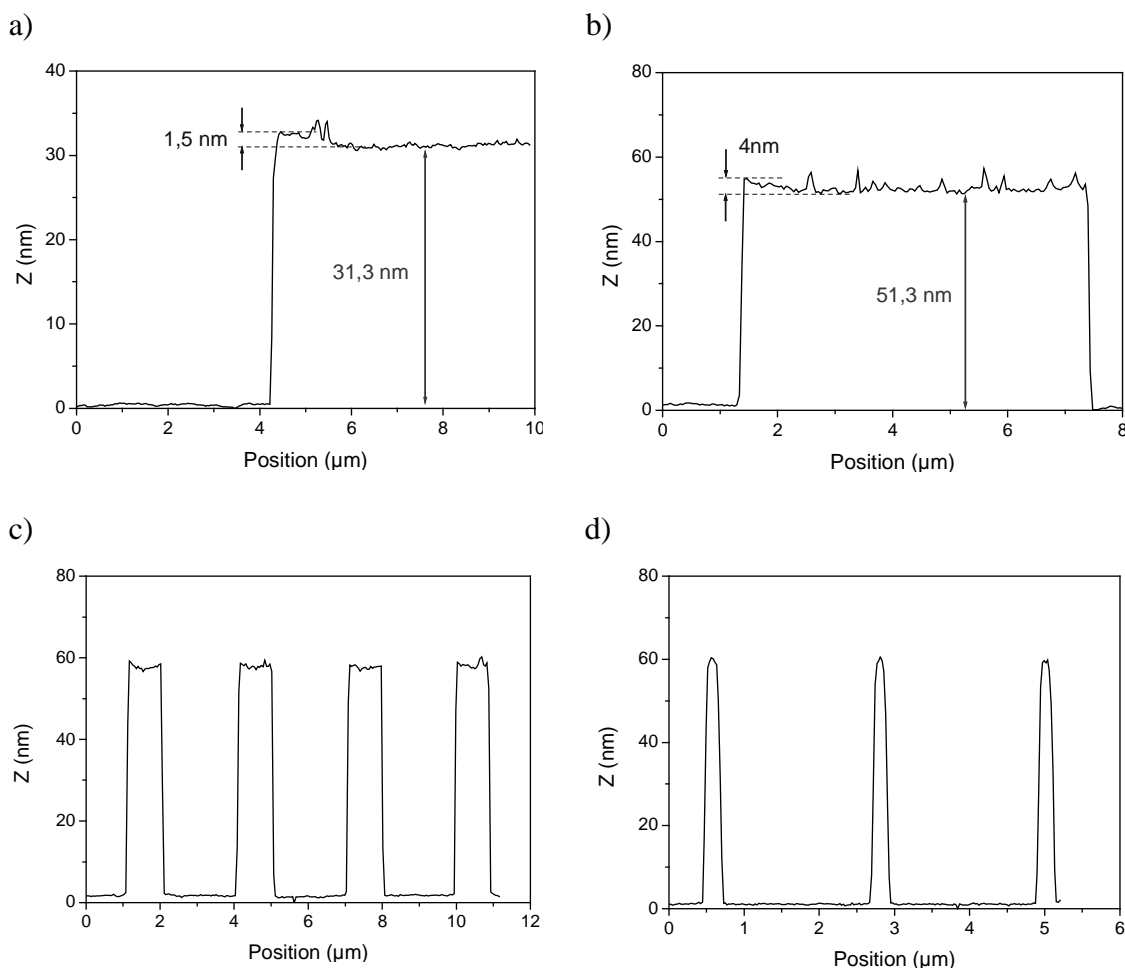


Figure 2-14 : Profil en coupe des différents motifs obtenus après gravure (imágenes par AFM). Les images a) et b) donnent respectivement le profil de la structure de $300\mu\text{m}$ et des plots de $6\mu\text{m}$. Les images c) et d) reproduisent les profils des plots de $1\mu\text{m}$ et 200nm présentés sur la figure 2-10.

Par rapport aux motifs de titane, les structures gravées présentent une rugosité réduite (qui explique l'incertitude plus faible sur les hauteurs données dans le tableau 2-7). Toutes les parties saillantes observées sur la figure 2-13 ont donc été « lissées » lors

de la gravure. De la même façon, même si l'on observe toujours des collerettes, leur profil est beaucoup plus lisse après gravure. Ainsi, pour le motif de 300µm, cette proéminence passe de 4nm avant gravure à moins de 2nm après gravure. L'utilisation d'un masque de gravure très fin a donc permis d'éviter la formation de collerettes liées au redépôt de matière sur les flancs du masque (cf. chapitre 1, partie III.C.).

Le tableau 2-7 regroupe alors la hauteur des plots magnétiques observés par AFM après gravure. On observe une variation importante de la hauteur des structures avec leur taille latérale. Toutefois, il est possible de distinguer deux profils types caractérisés par des hauteurs différentes :

- le motif de 300µm a une épaisseur comparable à celle du matériau déposé,
- les plots (de 6µm à 200nm) sont tous plus épais, avec une hauteur comprise entre 50 et 60 nm.

Tableau 2-7 : Hauteur des structures obtenues après gravure de 410s. Valeurs obtenues par l'analyse des images AFM de ces structures. L'épaisseur totale du film initial, avec la couche tampon et la couche de protection, est de l'ordre de 35nm.

Motif	300 µm	6 µm	1 µm	500 nm	200 nm
Hauteur (nm)	31,3 ± 0,6	51,3 ± 0,5	56,5 ± 0,5	58 ± 1	59 ± 1

Ceci revient à dire que pour l'ensemble des réseaux de plots, la hauteur des motifs est supérieure à l'épaisseur totale du film initial. L'interprétation la plus logique, même si elle comporte des implications surprenantes, est la suivante : non seulement toute la couche magnétique a été gravée jusqu'au buffer, mais qui plus est, le substrat a également été partiellement gravé. La profondeur d'attaque du substrat est difficile à déterminer précisément, mais on peut l'estimer à 10nm environ. Ceci correspond bien à notre intention de surgraver l'échantillon, afin que la couche magnétique soit discontinue entre les motifs. Toutefois, l'importance de la surgravure est étonnante. En effet, même s'il ne nous a pas été possible de déterminer la vitesse de gravure des substrats de saphir, dans la mesure où il s'agit d'un oxyde dont les liaisons sont covalentes, on s'attend à ce qu'elle soit bien plus faible que celle du platine. Bien que

cette interprétation puisse être surprenante, il est difficile d'expliquer autrement comment, après gravure, la hauteur des motifs puisse être comparable à l'épaisseur cumulée du dépôt et du masque.

Le cas du motif de $300\mu\text{m}$ est différent : son épaisseur de 31nm semble indiquer que la gravure du film s'est arrêtée dans la couche tampon de platine. Il est alors intéressant de comparer le motif de $300\mu\text{m}$ et les plots de $6\mu\text{m}$. En effet, dans les deux cas, le masque de titane avant gravure a quasiment la même épaisseur, de l'ordre de 15nm , et un profil comparable, avec une couronne périphérique et un centre plus fin et quasiment plat. Dès lors, la seule différence notable entre ces motifs tient à l'existence ou non de motifs similaires à proximité. En effet, nous avons réalisé un réseau hexagonal de plots de $6\mu\text{m}$, avec un paramètre égal à $11\mu\text{m}$, alors que le motif de $300\mu\text{m}$ est isolé de toute autre structure. Il est donc probable que l'effet de surgravure observé sur les réseaux de plots provienne de l'action des ions défléchis sur les flancs des plus proches voisins.

Cet effet de surgravure pourrait s'avérer néfaste s'il entraînait l'abrasion plus rapide du masque de titane. En effet, la couche de protection de platine est généralement assez fine, et compte tenu de l'ampleur de l'effet observé, la couche magnétique pourrait se retrouver mise à nue. Toutefois, l'analyse des motifs de $1\mu\text{m}$ après gravure a révélé la présence résiduelle de titane. On peut donc penser que la couche magnétique a bien été protégée tout au long de la gravure.

Conclusions du chapitre

Les échantillons que nous avons réalisés se présentent sous la forme d'un réseau de plots magnétiques sur lequel a été disposée une microbobine. Ces échantillons sont élaborés en deux étapes : dans un premier temps, les plots sont obtenus par gravure ionique d'un film continu de CoPt_3 ou de multicouches (Co/Pt). La bobine est ensuite obtenue par lift-off d'une couche épaisse ($1\mu\text{m}$) de cuivre.

Les techniques de transfert dites additives n'étant pas adaptées à la réalisation de nos structures, nous avons donc dû recourir à la gravure ionique sèche. Cette technique fait appel à un masque de gravure, qui doit être le plus fin possible pour limiter le phénomène de redépôt sur les flancs des motifs. En comparant les vitesses de gravure du cobalt et du platine à celles de différents matériaux susceptibles de servir de masque, il est apparu que le titane était un bon candidat. Toutefois, comme il est difficile d'attaquer sélectivement le titane, nous avons fait en sorte que le masque soit pratiquement complètement éliminé à la fin de l'étape de gravure, afin de ne pas perturber les caractérisations magnéto-optiques.

Nous avons ensuite étudié la topographie des structures magnétiques obtenues au terme du procédé de fabrication. Il apparaît que la forme générale des motifs est bien respectée, même si l'on note un certain arrondissement du sommet des plots les plus petits. Par ailleurs, une analyse EDX a révélé la présence résiduelle de titane au sommet des plots, ce qui indique que le film magnétique a bien été protégé tout au long de la gravure. Toutefois, il a été constaté que les plots présentaient une hauteur étonnamment élevée. Ainsi, les plots sont de hauteur supérieure à l'épaisseur du film initial. Cet effet a été attribué à la gravure du substrat sur quelques nanomètres, bien que l'origine de cette « surgravure » du substrat ne soit pas connue avec certitude.

2^{ème} Partie

Chapitre 3

Etude des films minces magnétiques

Au cours de ce travail, nous avons élaboré des films minces d'alliage CoPt_3 ainsi que des multicouches Co/Pt , d'épaisseur nominale de cobalt variable. Dans cette partie, nous rendrons compte des caractérisations structurales et magnétiques effectuées sur ces films. Les informations sur la structure des films ont été obtenues par diffraction et réflectivité des rayons X. Les propriétés magnétiques ont été étudiées par magnétométrie, et la Microscopie à Force Magnétique nous a permis de visualiser les configurations micromagnétiques des couches.

I. Elaboration et structure des films

I.A. Alliage CoPt_3

Le cobalt et le platine sont miscibles à toute composition et forment à haute température un alliage cubique désordonné. Autour de la composition CoPt_3 l'alliage massif adopte la structure d'équilibre L1_2 pour des températures inférieures à la transition ordre/désordre $T_{\text{O/D}}$, soit pour $T < 650^\circ\text{C}$ [Ler 91]. La phase L1_2 s'organise comme un réseau cubique simple d'atomes de cobalt, avec un atome de platine au centre de chaque face (cf. figure 3-1). On indexe parfois la phase ordonnée dans un réseau cfc : il s'agit toutefois d'une notation abusive, liée au fait que le système désordonné est quant à lui réellement cfc (groupe A1), puisque tous les atomes sont alors équivalents.

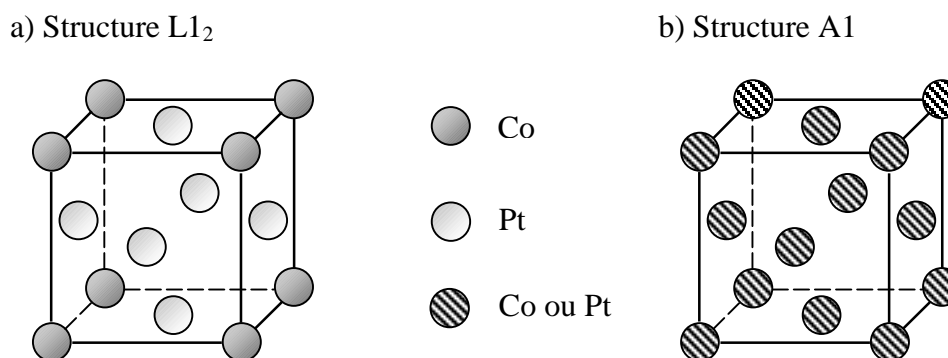


Figure 3-1 : Structure cristalline des alliages $\text{Co}_x\text{Pt}_{1-x}$ autour de la composition CoPt_3 . a) alliage ordonné. b) structure désordonnée: tous les sites sont équivalents.

Comme le montre la figure 3-1, dans le cas d'un système parfaitement ordonné, l'alliage de composition $\text{Co}_{25}\text{Pt}_{75}$ est complètement isotrope. L'existence de l'ordre L1_2 dans les couches minces $\text{Co}_{25}\text{Pt}_{75}$ s'accompagne d'ailleurs d'une très faible

anisotropie magnétocristalline ^[Mar 97]. Toutefois, il a été possible de réaliser par Epitaxie par Jet Moléculaire (MBE) des films minces présentant une anisotropie uniaxiale perpendiculaire importante pour des températures inférieures à $T_{O/D}$. L'apparition d'une anisotropie magnétique, là où la structure d'équilibre attendue dans les conditions de dépôt est isotrope, résulte d'une compétition entre diffusion atomique en volume et ségrégation des atomes de Pt à la surface lors de la croissance des films. Une diffusion volumique efficace aura tendance à favoriser l'organisation de la couche à longue distance selon la structure d'équilibre ($L1_2$), tandis que les mécanismes de ségrégation du Pt entraînent la mise en ordre de la couche à courte distance. L'importance de cette anisotropie magnétique dépend alors des conditions de dépôt utilisées lors de la croissance, et tout particulièrement de la température d'élaboration des films ^[Roo 95]. En fonction de la température de dépôt, on aura en effet prépondérance de la diffusion en volume ou de la ségrégation de surface.

1) Elaboration des échantillons

Les alliages Co_xPt_{1-x} ont été élaborés par coévaporation de cobalt et de platine à la MBE. Lors de la croissance, le flux de chacun des deux métaux est contrôlé par une balance à quartz afin de maintenir la proportion de Co proche de 25% tout au long du processus d'élaboration. La croissance de l'alliage est amorcée par une couche tampon de platine, déposée sur un substrat de saphir monocristallin orienté (0001).

Le choix du saphir n'est pas arbitraire. Des alliages de $CoPt_3$ présentant une forte anisotropie perpendiculaire ont pu être élaborés sur saphir. Différentes techniques d'élaboration ont pu être utilisées : en plus du codépôt de cobalt et de platine ^[Roo 95], citons le dépôt séquentiel de couches monoatomiques ^[Gui 02]. Toutefois, l'utilisation d'autres substrats comme le mica ou MgO ont également conduit à des résultats similaires. Le choix du saphir répond donc à d'autres considérations que les seuls aspects de croissance cristalline. L'utilisation des microbobines directement sur l'échantillon impose en effet des exigences supplémentaires. En premier lieu, les impulsions électriques délivrées par le générateur doivent rester confinées dans la

bobine : il faut empêcher le passage du courant dans le substrat. Le substrat doit également permettre d'évacuer l'énergie thermique apportée à l'échantillon, par effet Joule dans la bobine, ou par le laser utilisé lors des caractérisations magnéto-optiques. Isolant électrique, mais doté d'une conductivité thermique assez élevée (k de l'ordre de $40 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ à température ambiante), le saphir constitue un bon choix pour faire croître nos couches d'alliage.

Tous nos échantillons d'alliage ont été obtenus au cours de la même séance de dépôt. L'homogénéité des couches est assurée par l'utilisation de flux assez faibles et la rotation du porte-échantillon tout au long de l'évaporation. Nous avons procédé de la façon suivante :

- Préalablement au dépôt, le substrat est mis à dégazer quelques heures à 900°C dans l'enceinte de la MBE.
- Une couche tampon de platine de 12nm d'épaisseur est déposée à la même température de 900°C .
- Après refroidissement jusqu'à 400°C , les films d'alliage sont déposés par co-évaporation. Les flux de cobalt et de platine, relevés à la balance à quartz étaient de $0,004$ et $0,016 \text{ nm/s}$ respectivement.
- Les films d'alliage sont recouverts d'un dépôt de 3 nm de platine, qui joue le rôle de barrière d'oxydation.

2) Caractérisations structurales

L'orientation cristalline de nos dépôts a été déterminée par diffraction des rayons X sur un diffractomètre Siemens D500 équipé d'une source au cobalt. La figure 3-2 montre le diffractogramme obtenu en géométrie $\theta/2\theta$.

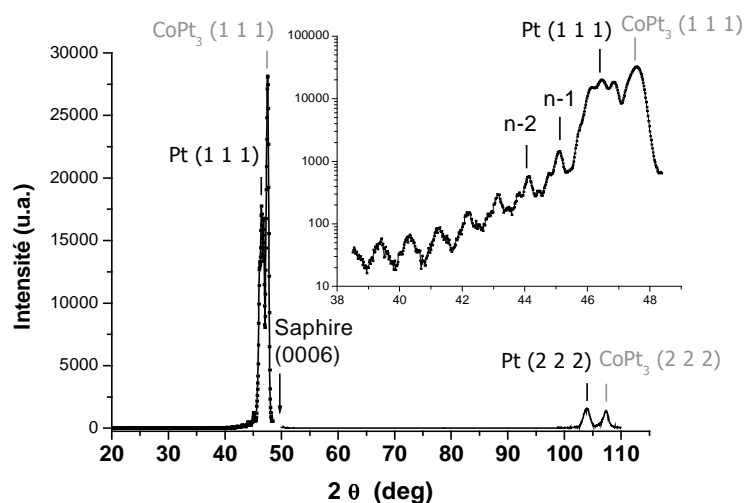


Figure 3-2 : Diffractogramme en géométrie $\theta/2\theta$ des films d'alliages $\text{Co}_x\text{Pt}_{1-x}$. En insert : détail du diffractogramme au voisinage des pics (111) de la couche tampon et de l'alliage. L'échelle logarithmique permet de mettre en évidence une série de franges d'épaisseur autour du pic (111) du platine, dont les deux premières ont été indexées (n-1) et (n-2). Diffractogramme relevé avec une source au cobalt ($\lambda = 1,78897 \text{ \AA}$)

Le dépôt sur saphir (0001) favorise la croissance du platine, et par suite celle de l'alliage, suivant la direction [111]. Par ailleurs, tout comme dans les travaux de Maret et coll.^[Mar. 97] qui nous ont servi de référence pour l'élaboration des films, nous obtenons un alliage désordonné. Pour la température de dépôt que nous avons utilisée (400°C), les mécanismes de diffusion en volume sont peu efficaces et ne permettent pas la mise en ordre de la couche dans la phase $L1_2$. On obtient alors un alliage cfc désordonné, orienté (111). Il faut également noter que l'absence d'ordre à longue distance n'implique pas nécessairement l'absence d'anisotropie magnétique, comme nous le verrons dans la suite.

La position du pic (111) de l'alliage nous a permis de déterminer précisément la stœchiométrie de nos échantillons. A partir de la variation du paramètre de maille d'un alliage massif désordonné $\text{Co}_{1-x}\text{Pt}_x$ avec sa composition chimique ^[Dah 85], nous avons estimé la teneur en platine dans nos échantillons à $72 \pm 0,5\%$ (cf. figure 3-3). Nos films s'écartent donc légèrement de la composition $\text{Co}_{25}\text{Pt}_{75}$ à laquelle on s'attendait à partir des relevés des balances à quartz, et sont légèrement plus riches en cobalt. Par souci de simplicité nous parlerons toutefois d'alliage CoPt_3 , en gardant à l'esprit que la composition réelle est légèrement différente.

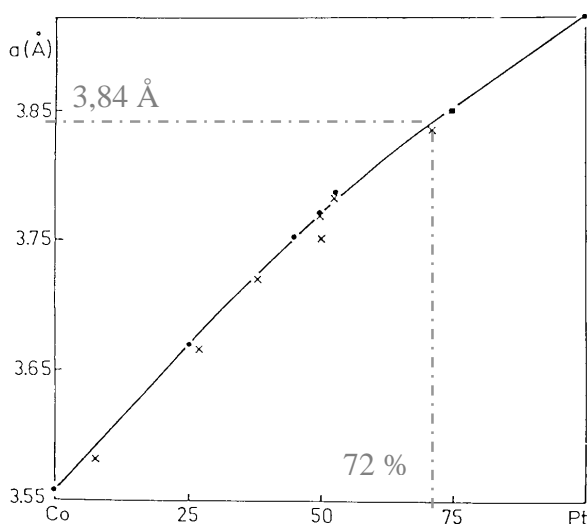


Figure 3-3 : Evolution du paramètre de réseau d'un alliage $\text{Co}_{1-x}\text{Pt}_x$ désordonné avec la teneur en platine. Deux séries de données sont présentées : les résultats de Dahmani et coll. sont notés avec des ●. Les × correspondent aux travaux de Pearson ^[Pea 64]. Figure tirée de la thèse de Dahmani ^[Dah 85].

Le diffractogramme des films présente la caractéristique suivante : le pic (111) du platine est entouré d'une série de pics moins intenses qui s'étendent sur une plage angulaire assez large. Ces oscillations, bien visibles sur l'image en insert de la figure 3-2, proviennent de l'épaisseur finie des couches. Elles sont analogues aux franges de Kiessig observées aux petits angles par réflectométrie X. Leur périodicité dépend de l'épaisseur des couches, et nous a permis de déterminer l'épaisseur de la couche tampon de platine. Une analyse plus fine révèle l'existence de deux périodicités bien distinctes :

- A la gauche du pic du platine, on note une série de huit pics assez intenses, régulièrement espacés, dont les deux premiers sont indexés (n-1) et (n-2). Ces oscillations s'interprètent comme les franges d'épaisseur de la couche tampon de platine. A partir de leur période, on peut estimer l'épaisseur du buffer à 12nm.
- Le pic (111) du platine ainsi que les franges (n-1) et (n-2) présentent des épaulements qui appartiennent à une série d'oscillations de période plus courte que la précédente. Il semble que ces franges soient liées à l'épaisseur totale de l'échantillon, mais, faute de pouvoir les positionner précisément, nous n'avons pas pu en tirer d'information plus précise.

L'analyse des couches par réflectométrie X permet d'évaluer l'épaisseur de la couche tampon de platine à 11,5nm. On a donc une très bonne corrélation entre les valeurs obtenues par réflectométrie et par l'analyse directe des franges d'épaisseur présentes autour du pic de Bragg Pt (111). Cette bonne adéquation des résultats fournis par deux techniques différentes permet d'accorder une confiance certaine à l'épaisseur de la couche de CoPt₃ déterminée par réflectométrie. L'épaisseur d'alliage obtenue par cette technique est en effet de $21,5 \pm 0,5\text{nm}$ c'est à dire légèrement supérieure à l'épaisseur que nous avons déterminée à l'aide des balances à quartz. Les épaisseurs fournies par les balances à quartz, et notamment celle utilisée pour contrôler le flux de cobalt, sont donc légèrement sous-estimées, ce qui peut expliquer la surstoechiométrie en cobalt.

Pour finir, l'analyse de la figure 3-2 nous a permis d'estimer la dimension des grains constitutifs du film d'alliage dans la direction de croissance. Nous avons déterminé la longueur de cohérence perpendiculaire L_{\perp} de l'alliage à partir de la largeur des pics (111) et (222) du CoPt₃. Dans le cas d'un réseau de dimension finie, les pics de diffraction ne sont en effet plus des fonctions de Dirac, mais adoptent une largeur $\Delta 2\theta$, inversement proportionnelle à la dimension du cristal L_{\perp} . En approximant le pic à une fonction gaussienne, il vient ^[Mic 95] :

$$\Delta\theta = \sqrt{\frac{\ln(2)}{\pi}} \frac{\lambda}{L_{\perp} \cos\theta_B} \quad (\text{équation 1})$$

où θ_B est la position du pic de Bragg

Il semble que les grains qui composent la couche d'alliage s'étendent sur toute l'épaisseur du dépôt de CoPt₃. La valeur obtenue pour L_{\perp} (cf. tableau 3-1) est en effet de $22,5 \pm 1$ nm, ce qui est comparable aux incertitudes expérimentales près à l'épaisseur de CoPt₃ déterminée par réflectométrie X. On peut donc penser que la croissance de l'alliage se fait sous forme de grains colonnaires qui s'étendent sur toute l'épaisseur de la couche.

Tableau 3-1: Récapitulatif des paramètres structuraux de la couche d'alliage Co_xPt_{1-x}. Toutes les données sont tirées des diffractogrammes relevés en géométrie $\theta/2\theta$, sauf l'épaisseur qui est obtenue par réflectométrie des rayons X.

a (nm)	Composition (% Co)	épaisseur (nm)	$\Delta 2\theta_{(111)}$ (deg.)	$\Delta 2\theta_{(222)}$ (deg.)	L_{\perp} (nm)
0,384	$28 \pm 0,5$	$21,5 \pm 0,5$	$0,44 \pm 0,02$	$0,91 \pm 0,02$	$22,5 \pm 1$

I.B. Multicouches Co/Pt

1) Elaboration des échantillons

Nous avons élaboré trois séries de multicouches $(\text{Co}_{t_{nm}} / \text{Pt}_{1nm})_n$, correspondant à trois épaisseurs nominales de cobalt différentes : $t_{\text{Co}} = 0,4, 0,6$ et $0,8\text{nm}$. Ces films ont été déposés par pulvérisation cathodique, sur un buffer de platine de 10nm , par dépôt successif d'une couche de cobalt d'épaisseur t , suivie de 1nm de platine, et ce pour n bicouches (Co/Pt). Pour finir, les multicouches sont recouvertes d'une couche de protection de platine de 2nm d'épaisseur. Un schéma des échantillons ainsi qu'un tableau récapitulatif de la constitution des couches sont proposés à la figure 3-4. Le dépôt par couches successives utilisé pour l'élaboration de ces échantillons est rendu possible par l'asservissement des obturateurs présents sur les sources de cobalt et de platine. L'épaisseur des couches est alors contrôlée par la durée d'ouverture de ces obturateurs mécaniques.

Les couches sont préparées dans les conditions opératoires suivantes :

- Pression d'argon dans l'enceinte : $5 \cdot 10^{-3}$ mbar,
- La température de dépôt pour l'ensemble des couches reste fixée à 100°C .

Tout comme pour les échantillons d'alliage CoPt_3 , le bon fonctionnement des microbobines impose l'utilisation d'un substrat isolant, si possible capable de dissiper l'énergie thermique produite lors des expériences. A la différence des alliages toutefois, la croissance des multi-couches est assez peu sensible au choix du substrat. Ainsi, il est possible d'élaborer des multicouches Co/Pt présentant une anisotropie magnétique perpendiculaire sur une grande variété de substrats, y compris des surfaces amorphes comme du verre^[Has 89] ou des polymères^[Pou 95]. Dans le cadre de cette étude, chaque série d'échantillons a été préparée sur deux types de substrats différents : sur verre et sur un silicium orienté [100] faiblement dopé (de résistivité $\rho \approx 100 \Omega \cdot \text{cm}$).

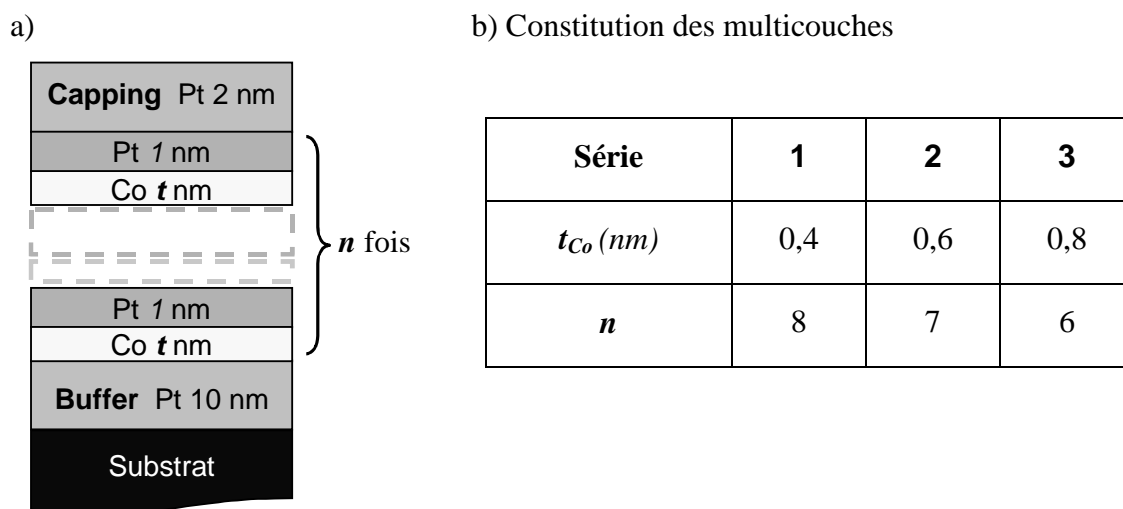


Figure 3-4 : Représentation schématique et tableau récapitulatif de l'arrangement de nos multicouches. Chaque série de dépôts a été réalisée sur deux substrats différents : sur verre, et sur silicium (100).

2) Caractérisation structurales

La structure des échantillons a été étudiée par diffraction des rayons X essentiellement. La figure 3-5 donne une idée des clichés de diffraction obtenus pour les multicouches déposées sur silicium. Les diffractogrammes des couches déposées sur verre sont très similaires, bien qu'un peu moins bien résolus. La figure 3-5 a) présente le diffractogramme de la couche $(Co_{0,8}/Pt_{1nm})_{6x}$ dans son ensemble, tandis qu'en b) figure le détail des diffractogrammes pour les plages angulaires 2θ comprises entre 40 et 50° d'une part, et entre 100 et 110° d'autre part.

On identifie facilement les pics Pt (111), très intense, et Pt (222), moins intense. Par ailleurs, ces diffractogrammes présentent également un pic très intense noté SR (n) et deux pics secondaires indexés SR (n-1) et SR (2n). Ces pics, dont la position exacte varie avec la composition des échantillons, résultent de l'existence d'une modulation chimique au sein des films et s'interprètent comme des pics de Super-Réseau.

Croissance du substrat :

Comme dans le cas des alliages déposés sur saphir, la croissance de la couche tampon de platine se fait dans la direction [111]. Si la couche tampon avait été polycristalline, le diffractogramme aurait présenté les pics caractéristiques des directions [200] et [220] qui sont les deux pics les plus intenses sur un cliché de poudre, après le pic (111) (leur intensité vaut respectivement la moitié et le tiers de celle du pic principal). L'absence des pics (200) et (220) du platine, attendus pour 2θ autour de 55° et 82° respectivement, associée à la présence du pic (222) suggère donc que même sur un substrat de verre, la couche tampon adopte une orientation préférentielle très marquée dans la direction [111]. La présence de franges d'épaisseur autour du pic (111) du platine, visibles bien qu'assez mal définies, rend l'analyse plus poussée de la structure de la couche tampon relativement difficile. La largeur à mi-hauteur du pic (222) permet toutefois d'estimer la dimension des grains de platine dans la direction de croissance. Compte tenu de la faible intensité de ce pic, l'erreur est assez importante et peut aller jusqu'à 1nm. Néanmoins, il semble que pour tous les échantillons, déposés aussi bien sur verre que sur silicium, les grains s'étendent sur toute l'épaisseur de la couche, soit 10nm environ.

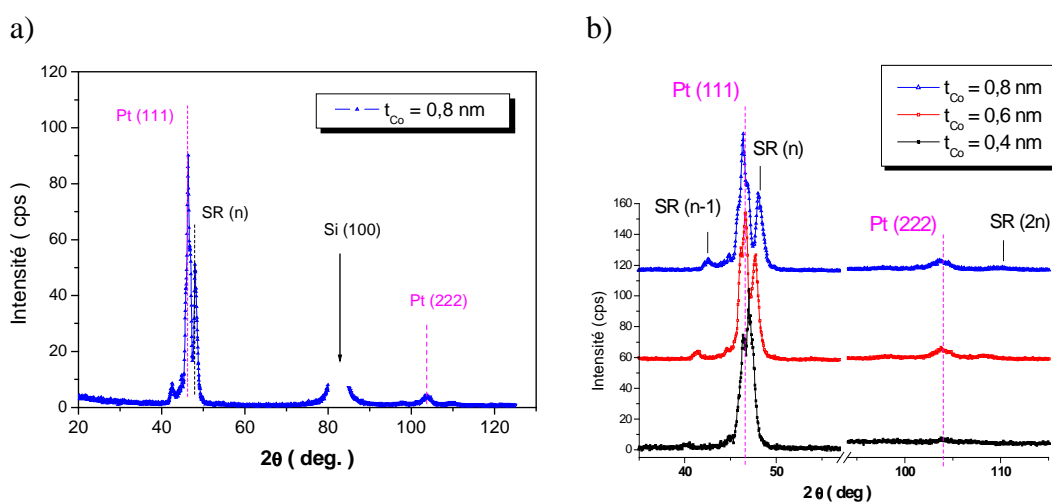


Figure 3-5 : Diffractogrammes en configuration $\theta/2\theta$ des multicouches $(Co_t / Pt_{1nm})_n$ déposées sur silicium (100). Le diffractogramme de la multicouche $(Co_{0,8}/Pt_{1nm})_{6x}$ présenté dans son ensemble en a) est caractéristique de toutes les figures de diffraction obtenues. On distingue deux régions d'intérêt : l'une pour 2θ compris entre 40 et 50 ; l'autre pour 2θ entre 100 et 110°. La figure b) présente un agrandissement de ces pages angulaires pour les trois séries d'échantillons déposés sur silicium.

Structure des multicouches :

La figure de diffraction particulière des multicouches s'interprète en terme de modulation chimique dans la direction de croissance. Au sein de chacune des couches de cobalt ou de platine, les atomes sont arrangés périodiquement, avec un paramètre de réseau d propre à chaque couche. Toutefois, si l'on considère les échantillons à une échelle supérieure, on retrouve une nouvelle périodicité liée à l'alternance de couches Co et Pt. Cette périodicité est indépendante des paramètres d_{Co} et d_{Pt} , et ne dépend que de l'épaisseur nominale des couches Co et Pt. Nos multicouches peuvent donc être décrites comme un cristal artificiel, un super-réseau, de très grand paramètre de maille Λ dans la direction de croissance. La période du super réseau Λ s'écrira alors simplement : $\Lambda = t_{Co} + t_{Pt}$. Si Λ ne dépend pas directement des paramètres de réseau propres à chaque espèce, on pourra toutefois les faire intervenir en écrivant Λ à partir du nombre de plans atomiques présents dans chaque couche. Ainsi, si les couches de cobalt sont constituées chacune de n_{Co} monocouches, et que celles de platine en comptent n_{Pt} , on aura directement :

$$\Lambda = t_{Co} + t_{Pt} = n_{Co} \cdot d_{Co} + n_{Pt} \cdot d_{Pt} \quad (\text{équation 2})$$

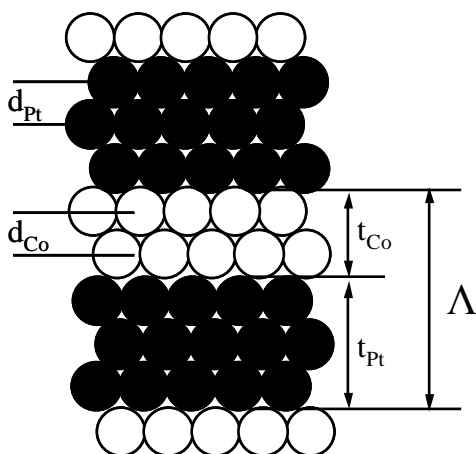


Figure 3-6 : Organisation du super-réseau. Les multicouches constituent un cristal artificiel dans la direction de croissance. Λ se définit alors comme le paramètre de maille de ce super-réseau : $\Lambda = t_{Co} + t_{Pt}$

En introduisant d_0 , paramètre moyen du film sur l'ensemble de la couche, on pourra alors écrire : $\Lambda = n_0 \cdot d_0 = (n_{Co} + n_{Pt}) \cdot d_0$

Ce paramètre n'a pas forcément de sens physique particulier, mais il a toutefois son importance, lors des caractérisations par diffraction des rayons X notamment. Si la longueur de cohérence du faisceau d'analyse est comparable ou supérieure à l'épaisseur de la multicouche, c'est à dire de l'ordre de Λ , alors il n'est pas possible de distinguer la diffusion liée à chacune des espèces constitutives du super-réseau. La diffusion du faisceau donnera lieu à un pic « de paramètre moyen » noté SR(n) similaire à ce que l'on aurait obtenu en présence d'un matériau homogène caractérisé par le paramètre de réseau d_0 dans la direction d'analyse ^[Mic 95].

C'est précisément ce qui se passe pour nos échantillons. On peut ainsi observer sur tous les diffractogrammes la présence d'un pic intense, proche du pic (111) du platine, qui se décale vers les valeurs supérieures de 2θ lorsque l'épaisseur nominale de cobalt t_{Co} augmente. Le déplacement du pic nous assure bien qu'il s'agit du pic caractéristique des multicouches. En effet, puisque l'épaisseur de platine est constante, égale à 1nm, lorsque t_{Co} augmente, la proportion de cobalt dans la bicouche augmente, et le paramètre moyen d_0 diminue pour se rapprocher de celui du cobalt pur (0,204 nm environ). Les pics indexés SR (2n) sur la figure 3-5 sont alors les pics du deuxième ordre des pics précédents.

L'organisation des multicouches en super réseau se traduit par la présence de pics de diffraction supplémentaires, caractéristiques de la super période Λ . Ces pics apparaissent de part et d'autres du pic fondamental SR(n) sous la forme de satellites d'intensité décroissante. On les trouvera pour des vecteurs de diffractions Q_{n+l} tels que :

$$Q_{n+l} = Q_n + \frac{2\pi l}{\Lambda} \quad (\text{équation 3})$$

avec l entier, et Q_n , vecteur de diffraction associé au pic SR(n).

Seuls les pics SR(n-1) peuvent être discernés sur la figure 3-5. La représentation de l'intensité diffractée en échelle logarithmique permet de faire apparaître les pics SR(n+1), symétriques des précédents par rapport au pic du paramètre moyen.

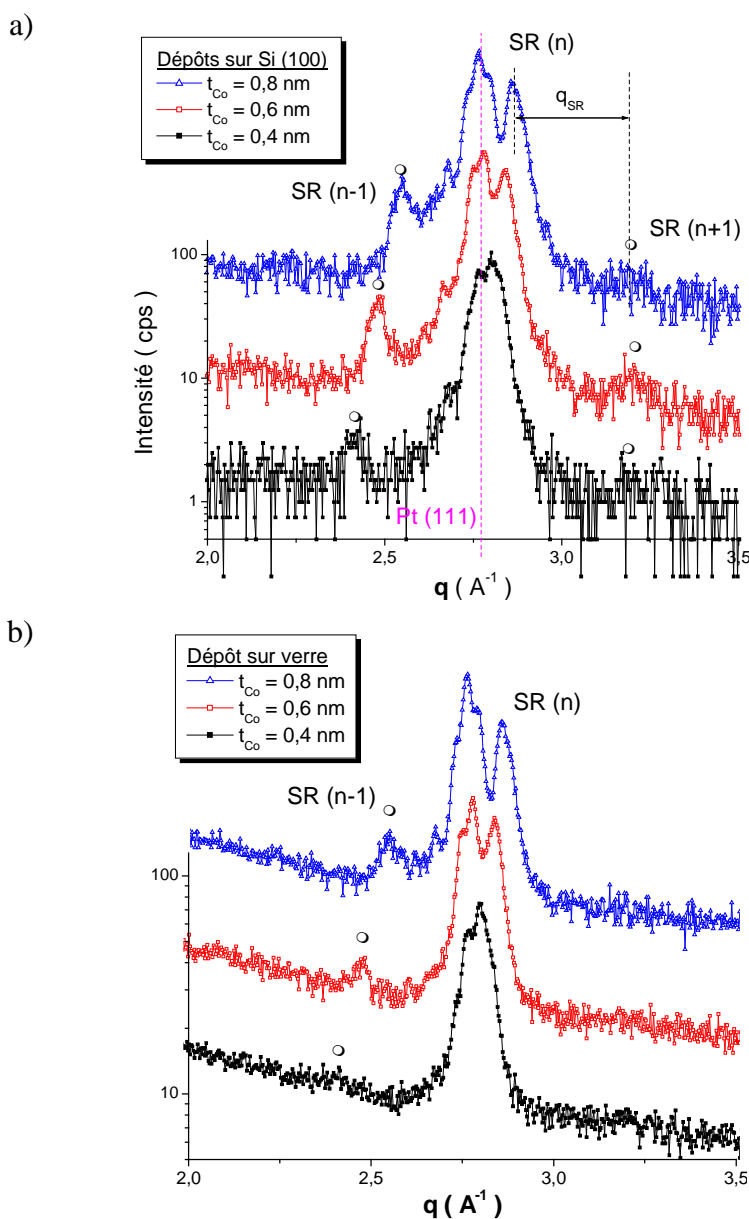


Figure 3-7: Evolution du diffractogramme des multicouches avec l'épaisseur nominale de cobalt t_{Co} , pour les films déposés sur Si (100) en a) et sur verre en b). La représentation des diffractogrammes avec l'intensité en échelle logarithmique et le vecteur de diffraction q en abscisse permet de faire apparaître les pics SR(n-1) et SR(n+1) symétriques l'un de l'autre par rapport au pic de paramètre moyen SR(n). La position exacte des satellites dépend alors de la super période Λ .

La position des pics satellites par rapport au pic SR(n) dépend de la super-période Λ (cf. équation 4). Les pics SR(n+1) sont très peu intenses : pour les multicouches déposées sur verre, on les discerne d'ailleurs à peine. Nous avons donc déterminé les super-périodes de chaque couche à partir du vecteur de diffraction $q_{SR(n-1)}$. A partir de l'équation 3, il vient :

$$\Lambda = \frac{2\pi}{q_{SR(n-1)}} \quad (\text{équation 4})$$

La figure 3-8 présente l'évolution de la super-période Λ en fonction de l'épaisseur nominale de cobalt t_{Co} déterminée à partir de l'étalonnage des flux de Co. A partir de l'analyse de ces données, il nous a été possible d'estimer plus précisément les épaisseurs nominales de cobalt et de platine des différentes séries de multicouches. En effet, lors de l'élaboration des échantillons, la durée de dépôt de platine est restée la même pour toutes les séries de multicouches. En supposant que le paramètre de maille du platine d_{Pt} est indépendant de la composition des multicouches, on pourra supposer que l'épaisseur nominale de platine est identique pour l'ensemble des échantillons. Moyennant cette hypothèse, la variation de Λ traduit simplement la variation de t_{Co} . Par extrapolation linéaire de Λ à t_{Co} nulle, on obtient la valeur réelle de l'épaisseur nominale de platine $t_{Pt}^{réelle}$, et par suite, les valeurs $t_{Co}^{réelle}$ pour l'ensemble des multicouches. Dans ces conditions, on obtient des épaisseurs toujours supérieures d'environ 10 à 15% à celles établies à partir de l'étalonnage des flux de matière lors du dépôt. Cet écart est globalement conforme (légèrement supérieur peut être) à l'incertitude que l'on est en droit d'attendre compte tenu de la méthode d'étalonnage des flux. Malgré cette légère différence nous continuerons de parler dans la suite de ce mémoire de multicouches d'épaisseurs nominales t_{Co} de 0,4 de 0,6 ou de 0,8nm respectivement. Néanmoins, à chaque fois que l'épaisseur de cobalt aura de l'importance, notamment dans l'évaluation des propriétés magnétiques, les valeurs déterminées à partir des diffractogrammes seront prises en compte.

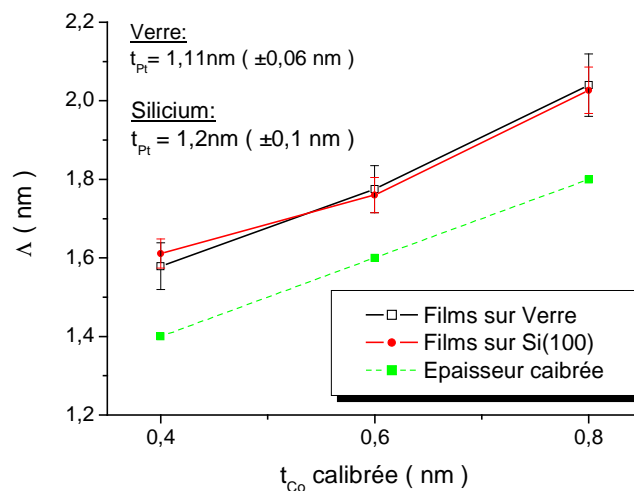


Figure 3-8 : Super-période Λ déterminée à partir de la position du pic satellite SR(n-1) pour l'ensemble de nos échantillons. Les valeurs de Λ sont données en fonction de l'épaisseur nominale de cobalt établie à partir de l'étalonnage du flux de Co lors du dépôt. La courbe discontinue représente la valeur « théorique » de Λ attendue à partir des durées de dépôt de cobalt et de platine.

Pour finir, comme dans le cas des alliages, nous avons cherché à estimer la dimension verticale des grains constitutifs des multicouches. Pour ce faire, nous avons déterminé la largeur à mi-hauteur du pic de paramètre moyen SR(n) pour tous nos échantillons. Les résultats sont reportés dans le tableau 3-2. Compte tenu des valeurs de Λ déterminées précédemment, il s'avère que l'épaisseur totale de multicouche $(Co_t/Pt_{1nm})_n$ est identique pour toutes les séries d'échantillons, et vaut environ $12,5 \pm 0,5 \text{ nm}$. Il n'est alors pas anodin que les longueurs de cohérence perpendiculaire L_{\perp} soient parfois supérieures à cette valeur de 12,5 nm. Dans la mesure où la couche tampon, les multicouches et la couche de protection sont déposées à la même température, il est possible que la croissance des grains ait été cohérente sur une distance supérieure à l'épaisseur des multicouches. Naturellement, on ne peut pas exclure une erreur assez importante sur la valeur de $\Delta\theta$: le pic SR(n) est en effet très proche du pic (111) du platine, et il n'est pas forcément facile de les déconvoluer parfaitement.

Toutefois, la position précise des pics de paramètre moyen semble plaider pour l'hypothèse d'une croissance cohérente sur des épaisseurs importantes. Ainsi, les valeurs d_0 obtenues à partir de la position des pics SR(n) ne correspondent pas à la

proportion de cobalt dans les multicouches. Les valeurs expérimentales sont systématiquement supérieures à ce que l'on attendrait à partir des épaisseurs relatives de Co et de Pt. Ce décalage des paramètres moyens vers la valeur $d_{(111)}$ du platine (0,2265nm) suggère donc que la diffraction des rayons X est cohérente sur une épaisseur qui inclut des régions plus riche en platine que ne le sont les multicouches en moyenne. Compte tenu de la composition de nos échantillons, il faut donc que la diffraction soit cohérente sur des régions constituées de platine pur. On a donc la conviction que les grains s'étendent au delà des multicouches, mais sans pouvoir discriminer entre une extension vers le substrat ou vers la couche de protection.

Tableau 3-2 : Tableau récapitulatif des données structurales obtenues, pour l'ensemble des multicouches, par diffraction des rayons X en géométrie $\theta/2\theta$. Pour une multicouche d'épaisseur nominale théorique t_{Co} , la grandeur appelée t_{Co} « réelle » représente la valeur déduite de l'analyse des super-périodes Λ . La longueur de cohérence perpendiculaire L_{\perp} est à comparer à l'épaisseur totale de multicouche déduite de la valeur de Λ , de l'ordre de 12,5 nm pour tous les échantillons.

	t_{Co} (nm)	d_0 (nm)	Λ (nm)	t_{Co} « réelle » (nm)	L_{\perp} (nm)
Verre	0,4	0,2245	$1,58 \pm 0,06$	$0,46 \pm 0,03$	11,2
	0,6	0,2214	$1,77 \pm 0,06$	$0,69 \pm 0,04$	13,7
	0,8	0,2199	$2,04 \pm 0,08$	$0,92 \pm 0,06$	14,3
Si (100)	0,4	0,2243	$1,61 \pm 0,04$	$0,44 \pm 0,02$	11,9
	0,6	0,2212	$1,76 \pm 0,04$	$0,66 \pm 0,03$	16,1
	0,8	0,2196	$2,03 \pm 0,06$	$0,88 \pm 0,05$	13,4

II. Propriétés magnétiques des films

II.A. Alliage CoPt_3

1) Mesures magnétométriques

Les propriétés magnétiques des films CoPt_3 ont été caractérisées par magnétométrie SQUID. Le champ maximal de 50kOe accessible avec cette technique s'est révélé nécessaire pour saturer l'aimantation lorsque le champ est appliqué parallèlement au plan des couches. La figure 3-9 présente les résultats de ces mesures magnétométriques.

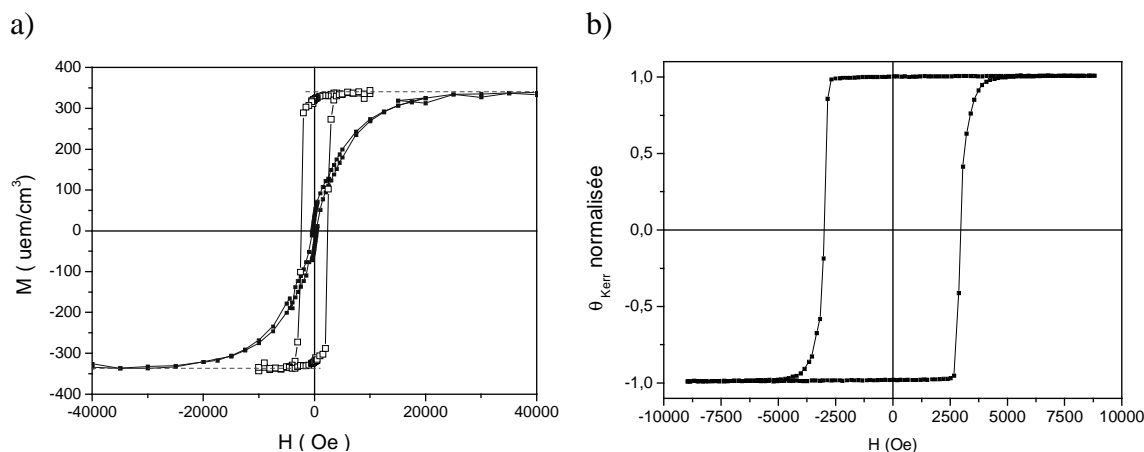


Figure 3-9 : Cycles d'aimantation obtenus (a) par magnétométrie SQUID à température ambiante sur un échantillon d'alliage $\text{Co}_{28}\text{Pt}_{72}$ lorsque le champ extérieur est appliqué parallèlement (carrés pleins), ou perpendiculairement (carrés ouverts) au plan de l'échantillon. Les droites en pointillés servent à guider le regard et prolongent l'aimantation à saturation en configuration perpendiculaire. En (b) figure le cycle d'hystérésis relevé par effet Kerr polaire sur le même échantillon.

Le cycle obtenu en configuration parallèle est caractéristique de la rotation d'aimantation attendue lorsque le champ est appliqué dans une direction difficile. A l'inverse, lorsque le champ est appliqué perpendiculairement au plan du film, on obtient un cycle relativement carré, avec un taux de rémanence de 95%. Une étude

complémentaire de l'échantillon par effet Kerr polaire suggère même que cette valeur est sous-estimée. Ainsi, le cycle présenté sur la figure 3-9 b) présente une rémanence de 100% et une forme générale plus « carrée ».

Le renversement de l'aimantation tel qu'on peut l'observer sur le cycle d'hystérésis en configuration perpendiculaire, caractérisé une évolution très rapide de l'aimantation à partir du champ de nucléation, est généralement associé à la propagation rapide d'un petit nombre de domaines ^[Pom.90]. Valentin et coll. ont ainsi pu imager par microscopie Kerr ce mode de renversement d'aimantation sur des films d'alliages $\text{Co}_x\text{Pt}_{1-x}$ de composition identique à celle de nos échantillons ($x_{\text{Co}}=0,28$), mais déposés à 230°C. Le cycle d'hystérésis obtenu à partir de l'analyse des images relevées par microscopie Kerr est alors comparable en tout point à celui présenté sur la figure 3-9 b) ^[Val 96].

2) Anisotropie des films

Contrairement aux films minces d'alliage CoPt, pour lesquels l'anisotropie perpendiculaire s'accroît avec la qualité de la mise en ordre dans la phase L1_0 ^[Par 98], pour les alliages CoPt₃, l'existence d'une anisotropie magnétique perpendiculaire n'est pas nécessairement liée à la présence d'un ordre à longue distance, comme le montrent les cycles d'hystérésis présentés sur la figure 3-9.

A partir des cycles mesurés au magnétomètre à SQUID, nous avons alors pu quantifier l'anisotropie des alliages $\text{Co}_{28}\text{Pt}_{72}$. L'anisotropie effective K_{eff} peut en effet s'évaluer à partir de l'aire sous les courbes d'aimantation en configuration parallèle $\mathcal{A}_{//}$ et perpendiculaire \mathcal{A}_{\perp} ; K_{eff} s'exprime simplement comme la différence $K_{\text{eff}} = \mathcal{A}_{\perp} - \mathcal{A}_{//}$. En configuration perpendiculaire, le cycle présente une hystérèse très marquée. \mathcal{A}_{\perp} correspond alors à l'aire sous une courbe moyenne, obtenue à partir des deux branches du cycle.

A partir de l'énergie effective d'anisotropie K_{eff} , on peut alors déduire l'anisotropie magnéto-cristalline. En supposant l'anisotropie purement uniaxiale dans nos échantillons, l'énergie d'anisotropie magnétocristalline K_u s'écrit à partir de K_{eff} et de l'énergie dipolaire E_d :

$$K_{\text{eff}} = K_u + E_d \quad (\text{équation 5})$$

Si l'on suppose le film uniformément aimanté, l'énergie dipolaire s'écrit (dans le système d'unités cgs) à partir de l'aimantation à saturation M_s :

$$E_d = -2\pi.M_s^2 \quad (\text{equation 6})$$

Il est alors intéressant de comparer l'énergie magnétocristalline à l'énergie dipolaire. A cet effet, on définit le paramètre Q , généralement appelé facteur de qualité, qu'on écrit simplement :

$$Q = \frac{K_u}{E_d} \quad (\text{équation 7})$$

Les grandeurs caractéristiques du magnétisme des alliages CoPt_3 sont reportées dans le tableau 3-3. Le facteur de qualité Q tiré des cycles d'hystérésis vaut 3,6 (>1). Cette valeur traduit quantitativement l'existence d'une anisotropie magnétique perpendiculaire, et ce malgré l'absence de modulation chimique à longue distance. Ces résultats sont conformes à ce qu'avaient obtenu Maret et coll.^[Mar. 97] pour des alliages $\text{Co}_x\text{Pt}_{1-x}$ déposés autour de 400°C . La température de dépôt est importante car les propriétés magnétiques de ce type d'alliage dépendent fortement des conditions d'élaboration.

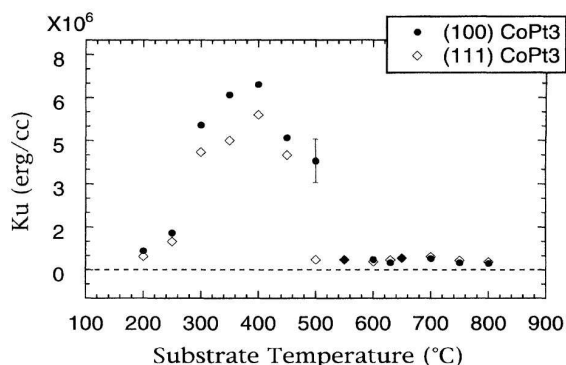


Figure 3-10 : Evolution de la constante d'anisotropie uniaxiale d'un alliage CoPt_3 avec la température de dépôt, pour deux orientations cristallines. Figure tirée de la référence ^[Roo 95]

En l'absence d'ordre à longue distance, on peut penser que l'anisotropie magnétique perpendiculaire s'explique par l'existence d'un ordre à courte portée. Cet effet a été observé par Meneghini et coll. ^[Men 99] sur des échantillons déposés dans les mêmes conditions, et en particulier à la même température. Une étude par XAFS de ces films de CoPt_3 , également exempts d'ordre à longue distance, a ainsi permis de mettre en évidence un arrangement local de la coordination des atomes de cobalt et de platine. Les liaisons Co-Pt sont préférentiellement orientées hors du plan du substrat, et les liaisons Pt-Pt majoritairement dans le plan.

Tableau 3-3 : Récapitulatif des caractéristiques de nos alliages $\text{Co}_{28}\text{Pt}_{72}$ tirées des cycles d'hystérésis mesurés au magnétomètre à SQUID, à température ambiante.

Ms (uem.cm^{-3})	K_{eff} (10^6 erg.cm^{-3})	Ku (10^6 erg.cm^{-3})	Rémanence (%)	H_c^\perp (Oe)
340	$1,9 \pm 0,1$	$2,6 \pm 0,1$	95	2300

II.B. Multicouches

L'étude des propriétés magnétiques des multicouches s'est largement appuyée sur les mesures des cycles d'hystérésis par AGFM. Le champ maximal accessible sur cet appareil (13kOe) s'est en effet révélé suffisant pour saturer l'aimantation des films, dans le plan et hors du plan. La microscopie à force magnétique nous a permis de compléter les études magnétométriques par l'observation de la structure en domaine des échantillons. Cette partie s'articule en deux temps, autour de l'étude des films juste après dépôt, puis suite à un recuit de 6 heures à 180°C. La comparaison des propriétés magnétiques des multicouches, avant et après recuit, illustre le caractère métastable de nos échantillons.

1) Propriétés des films après dépôt

Magnétométrie

La figure 3-11 présente les cycles obtenus à l'AGFM pour l'ensemble des multicouches, avec le champ appliqué soit dans le plan, soit perpendiculairement au plan des échantillons. Comme la quantité de cobalt n'est pas la même dans les différentes séries d'échantillons, les valeurs d'aimantation sont exprimées par unité de volume de cobalt. Dans le calcul du volume magnétique, nous n'avons donc pris en compte que l'épaisseur totale de cobalt, déterminée à partir de la super-période des multicouches Λ . En réalité, dans ces systèmes, les premiers plans atomiques du platine de part et d'autre des couches de cobalt sont légèrement polarisés, et contribuent eux aussi à l'aimantation des multicouches. On négligera toutefois la contribution du platine, ce qui introduit une légère surestimation des valeurs d'aimantation, en par suite, d'anisotropie.

On peut noter que les valeurs d'aimantation, et en particulier les valeurs d'aimantation à saturation, sont entachées d'une erreur assez importante, que l'on peut estimer à 15% environ. Par comparaison au magnétomètre à SQUID, l'AGFM est d'une part bien moins sensible, et doit d'autre part être réétalonné régulièrement, ce qui induit une certaine dispersion sur les valeurs absolues du moment magnétique.

On peut donc penser que c'est principalement cette incertitude sur la valeur du moment qui explique les écarts d'aimantation à saturation observés d'une configuration de mesure à l'autre, ou d'un type de substrat à l'autre, pour une même épaisseur nominale de cobalt. Par conséquent, chaque fois qu'il est question d'aimantation à saturation dans la suite, la valeur de M_s proposée doit se comprendre comme la moyenne des valeurs obtenues pour les deux configurations de mesure.

Le mode de renversement de l'aimantation d'un système constitué d'une succession de couches magnétiques dépend de la nature du couplage magnétique entre les différentes couches constitutives du système. Dans le cas de nos multicouches, quelle que soit l'épaisseur nominale de cobalt, on n'observe pas de pallier qui laisserait penser que l'aimantation se renverse successivement dans les différentes couches de cobalt. On peut donc penser que les multicouches se comportent comme une épaisseur magnétique homogène. On note également une variation très importante des propriétés magnétiques des multicouches avec l'épaisseur de cobalt t_{Co} . Enfin, pour une épaisseur t_{Co} donnée, les cycles obtenus pour les couches déposées sur verre et sur Si(100) sont très semblables.

- Pour les multicouches d'épaisseur t_{Co} minimale, les cycles en configuration perpendiculaire sont assez carrés et se caractérisent par un taux de rémanence proche de 100%. Dans le même temps, les courbes d'aimantation en configuration parallèle sont caractéristiques d'un axe difficile.
- Lorsque l'épaisseur de cobalt augmente (pour $t_{Co} = 0,6\text{nm}$), la courbe d'aimantation en configuration planaire commence à présenter une ouverture de cycle. En configuration perpendiculaire, le taux de rémanence demeure assez élevé (>95%), mais on note une augmentation importante du champ à saturation. Les cycles perpendiculaires sont alors globalement moins carrés que ceux réalisés sur les couches $(\text{Co}_{0,4}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{8x}$.
- Pour l'épaisseur maximale de cobalt, le comportement s'inverse. Le taux de rémanence en configuration parallèle est supérieur à celui obtenu en configuration perpendiculaire, tandis que c'est pour la configuration perpendiculaire que le champ de saturation est maximal.

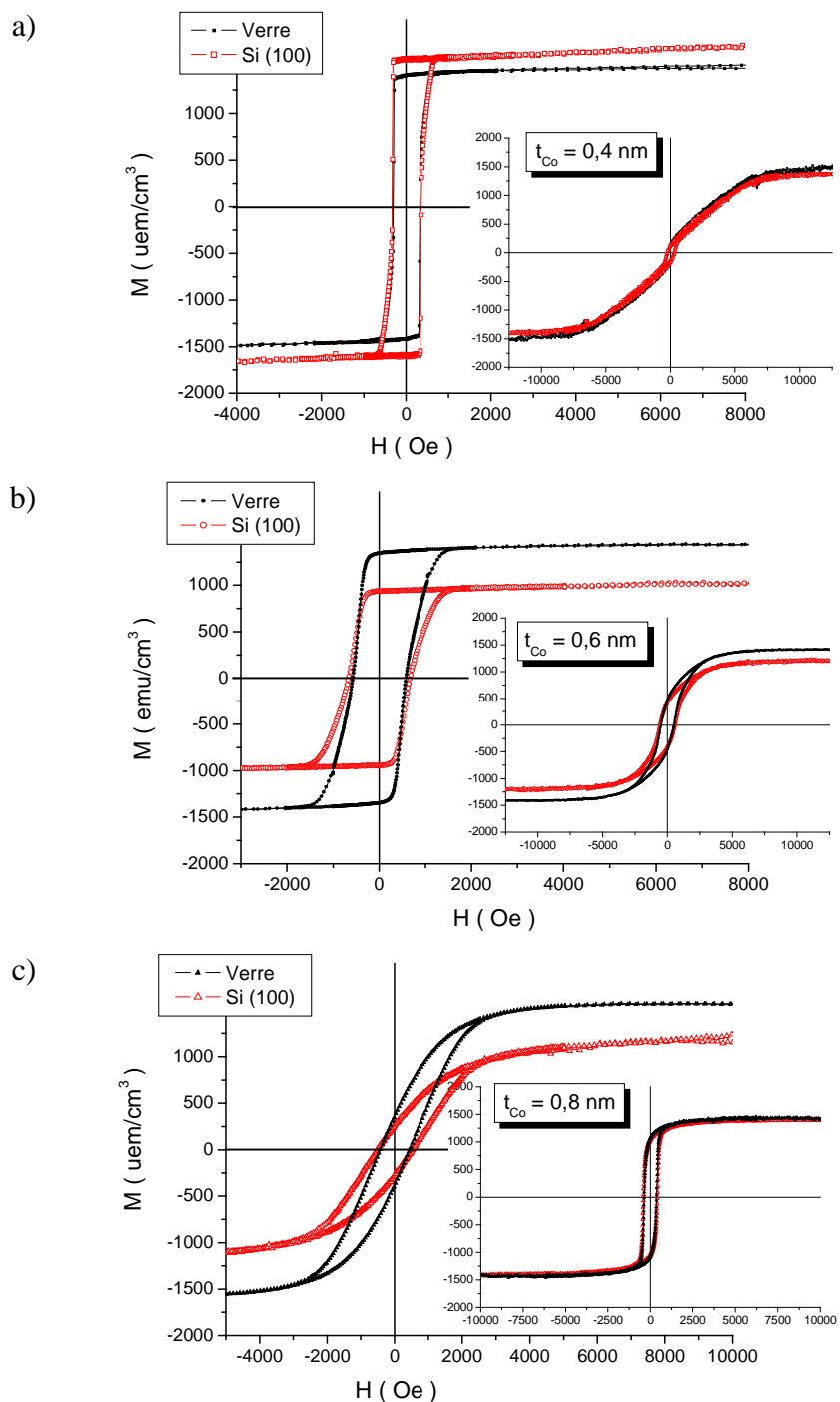


Figure 3-11 : Cycles d’hystérésis relevés à l’AGFM et corrigés des contributions diamagnétiques. Les figure a, b et c présentent les cycles des 3 séries de multicouches correspondant aux trois épaisseurs nominales de cobalt, pour les films déposés sur verre et sur Si(100). Dans chaque cas, la figure principale représente le cycle en configuration perpendiculaire, tandis que les cycles obtenus avec le champ appliqué dans le plan figurent en insert.

Notons que les cycles relevés à l'AGFM en configuration perpendiculaire ont été comparés à ceux obtenus par effet Kerr polaire, technique qui s'est avérée la mieux adaptée à l'étude des réseaux de plots. Les cycles obtenus par effet Kerr sont comparables à ceux présentés sur la figure 3-11 et traduisent la même évolution lorsque t_{Co} varie de 0,4 à 0,8nm. Il n'a donc pas été jugé nécessaire de les faire figurer dans ce chapitre. Toutefois, ces cycles serviront lors de l'étude des réseaux de plots. Dans la mesure où les grandeurs caractéristiques, comme le champ coercitif, le champ à saturation ou le taux de rémanence peuvent varier légèrement avec la technique employée, il nous a cependant paru nécessaire d'apporter cette précision.

Configurations magnétiques à l'état désaimanté

La configuration magnétique des multicouches a été observée par MFM pour chaque échantillon après désaimantation perpendiculaire. Cette méthode de désaimantation consiste à soumettre l'échantillon à un champ alternatif d'amplitude décroissante. En l'occurrence les échantillons ont été désaimantés à l'aide de l'AGFM en utilisant le champ maximal accessible (13kOe), et une décroissance par pas de 0,1%. La figure 3-12 présente les images MFM obtenues dans cette configuration pour les multicouches déposées sur verre. Les configurations magnétiques des couches déposées sur Si(100) ont également été observées par MFM : elles sont analogues à celles présentées ici, et ne figurent donc pas dans ce rapport.

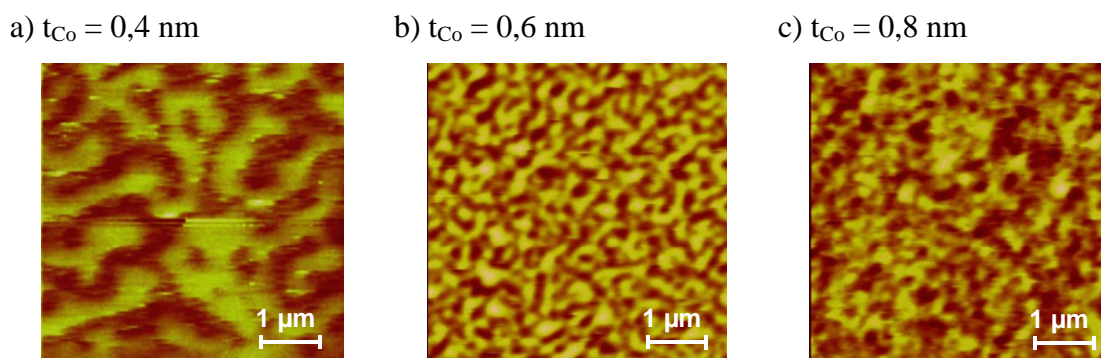


Figure 3-12 : Evolution de la structure en domaine des multicouches, lorsque t_{Co} passe de 0,4 nm (a) à 0,8 nm (c). Observations réalisées par Microscopie à Force Magnétique après désaimantation perpendiculaire en champ alternatif. La pointe est aimantée perpendiculairement à la surface de l'échantillon. Toutes les images sont à la même échelle et mesurent $5\mu\text{m}$ de côté.

Ces images MFM mettent en évidence l'évolution progressive de la microstructure magnétique d'une configuration à une autre, lorsque l'épaisseur nominale de cobalt passe de 0,4 à 0,8nm.

- Pour les faibles épaisseurs de cobalt (image a), l'image MFM observée après désaimantation présente un entrelacs de régions claires et sombres plus ou moins régulièrement espacées, formant ce que l'on a coutume d'appeler une structure « labyrinthe ». Ces régions s'interprètent comme des domaines magnétiques orientés perpendiculairement au plan de l'échantillon, séparés par des parois à 180°. En réalisant une transformée de Fourier de l'image, il est possible d'accéder à la périodicité moyenne de l'image et donc à la largeur des domaines. Malgré une incertitude importante, on peut estimer la dimension des domaines à 350nm environ.

- Pour les épaisseurs de cobalt plus importantes (image c), la microstructure apparaît beaucoup moins bien définie. On observe des « tâches » irrégulières, plus ou moins contrastées, et qui semblent réparties aléatoirement à la surface de l'échantillon.

Evolution de l'anisotropie avec l'épaisseur de cobalt

L'évolution des propriétés magnétiques des multicouches, que ce soit la microstructure (fig. 3-12) ou la forme générale des cycles d'hystérésis (fig. 3-11), suggère une rotation progressive de la direction de facile aimantation. Perpendiculaire au plan des couches pour $t_{Co} = 0,4nm$, l'axe de facile aimantation passe petit à petit dans le plan à mesure que t_{Co} augmente. Ce phénomène se traduit par la perte de contraste sur les images MFM et par l'ouverture du cycle d'aimantation relevé en configuration parallèle à l'AGFM.

Pour quantifier ce phénomène, nous avons déterminé l'énergie effective d'anisotropie K_{eff} pour chaque épaisseur de cobalt. La figure 3-13 présente l'évolution de l'anisotropie effective en fonction de l'épaisseur de cobalt t_{Co} .

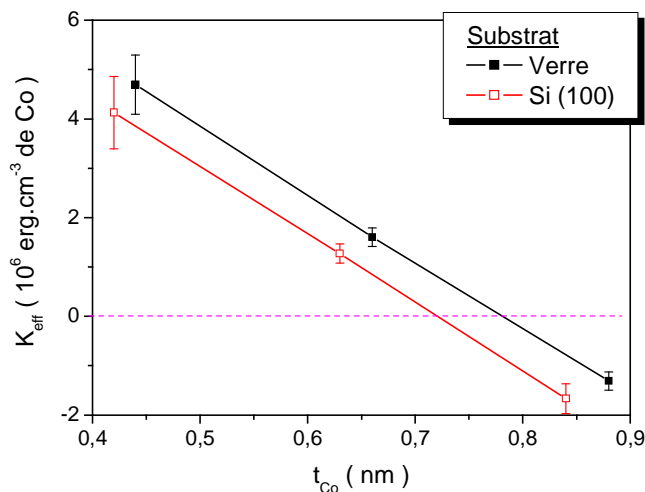


Figure 3-13 : Evolution de l'anisotropie effective en fonction l'épaisseur nominale de cobalt t_{Co} . La droite $K_{\text{eff}}=0$ est matérialisée en pointillés. Lorsque les couches de cobalt sont très fines, l'anisotropie magnétique des films présente une composante perpendiculaire, qui s'annule pour une épaisseur de l'ordre de 0,75nm.

Les résultats obtenus pour les films déposés sur verre et sur silicium sont très semblables. Si l'on note un léger décalage dans les valeurs exactes de K_{eff} , imputable pour partie au moins à l'incertitude sur l'épaisseur réelle de cobalt, la tendance reste la même. Dans les deux cas, on note une diminution très importante de l'anisotropie effective quand t_{Co} augmente. L'anisotropie change même de signe pour une épaisseur nominale de cobalt comprise entre 0,7 et 0,8nm. K_{eff} passe ainsi de $4,5 \cdot 10^6$ à $-1,5 \cdot 10^6 \text{ erg.cm}^{-3}$ lorsque l'épaisseur de cobalt dans les multicouche augmente de 0,4 à 0,8nm.

La valeur de l'énergie d'anisotropie effective résulte de la compétition entre l'énergie magnétocristalline et l'énergie dipolaire (cf. équation 5), laquelle tend à maintenir l'aimantation dans le plan des couches. La diminution puis l'annulation de K_{eff}

lorsque t_{Co} augmente constitue une preuve directe du passage de l'axe de facile aimantation de la normale au plan vers une direction planaire.

Ce comportement est bien connu pour les multicouches Co/Pt ou Co/Pd ^[Has 89]. Dans ces systèmes en effet, l'énergie d'anisotropie uniaxiale K_u provient essentiellement d'une d'anisotropie perpendiculaire liée aux interfaces des couches magnétiques. Or il s'avère que ce terme d'énergie d'interface décroît avec l'inverse de l'épaisseur de la couche magnétique. Il existe donc une épaisseur limite pour laquelle la contribution de l'énergie d'interface à l'anisotropie uniaxiale n'est plus suffisante pour compenser l'énergie dipolaire. On assiste alors au basculement de la direction de facile aimantation dans le plan.

Ce type de multicouches a bénéficié d'un intérêt certain de la part de la communauté scientifique. De nombreux facteurs ont pu être mis en évidence qui influencent la stabilité de l'anisotropie perpendiculaire. La technique et les conditions particulières de dépôt, comme l'épaisseur de la couche tampon peuvent ainsi induire des contraintes sur les couches magnétiques, et modifier les valeurs d'anisotropie ^[Zep 91]. Pour des multicouches épaisses (20nm) de $Co_t/Pt_{<1,5nm}$ déposées par pulvérisation cathodique dans des conditions comparables à celle que nous avons utilisées, Hashimoto et coll. observent le basculement de la direction de facile aimantation pour t_{Co} de l'ordre de 0,9nm. Pour nos échantillons, l'épaisseur de transition est de l'ordre de 0,7nm, c'est à dire légèrement inférieure à celle obtenue par Hashimoto et coll. Cette différence peut s'expliquer par la différence d'aimantation à saturation, toujours légèrement supérieure pour nos échantillons. L'origine de cet écart d'aimantation à saturation est difficile à expliquer précisément. Toutefois, dans la mesure où l'énergie dipolaire est plus forte lorsque M_s augmente, on s'attend à ce que l'anisotropie perpendiculaire soit moins stable dans notre cas.

2) Propriétés magnétiques des films recuits

La réalisation des plots passe par une phase de lithographie, qui nécessite l'enduction et le recuit d'une couche de résine. Lors de la réalisation des plots, les films sont donc amenés à subir différents traitements thermiques. Il était donc nécessaire d'étudier l'influence des recuits sur les propriétés, magnétiques principalement, de nos échantillons. Il s'est avéré que les films d'alliage CoPt_3 étaient insensibles aux traitements thermiques exigés par le processus de microfabrication. A l'inverse, les multicouches, élaborées à 100°C , ont donné lieu à une modification notable de leur propriétés magnétiques suite à un recuit de quelques heures à 180°C . Nous avons donc étudié précisément les propriétés magnétiques des multicouches après recuit de 6h sur une plaque chauffante à 180°C . Cette valeur de 180°C correspond à la température maximale utilisée pour le traitement thermique des résines utilisées en lithographie électronique. Nous présenterons dans la suite les caractéristiques magnétiques de ces échantillons recuits, obtenues par magnétométrie AGFM et Microscopie à Force Magnétique.

Magnétométrie et anisotropie

La figure 3-14 compare les cycles d'hystérésis des multicouches recuites dans les conditions décrites précédemment aux cycles de référence obtenus pour les films étudiés juste après dépôt. Notons tout d'abord que l'ensemble des remarques formulées à partir de l'observation de la figure 3-11 restent valables après le recuit des couches :

- Les cycles sont caractéristiques d'une couche magnétique cohérente, ce qui laisse à penser que les couches de cobalt sont toujours fortement couplées entre elles,
- La nature du substrat n'a que peu d'influence sur les cycles obtenus,
- L'évolution de la forme des cycles, lorsque l'épaisseur nominale de cobalt t_{Co} passe de 0,4 à 0,8 nm, traduit là encore la rotation progressive de l'axe de facile aimantation de la normale au plan vers une direction planaire.

Si les échantillons conservent après recuit l'essentiel de leurs caractéristiques, certains paramètres sont toutefois directement modifiés par ce traitement thermique. Citons à ce titre le champ coercitif H_c et l'aimantation à saturation M_s .

Nous avons déjà évoqué l'existence d'une incertitude assez forte sur les valeurs d'aimantation, et en particulier sur la valeur de M_s , obtenues à l'AGFM. Malgré cela, il est possible d'affirmer que le recuit induit une diminution importante de l'aimantation à saturation des films, qu'on peut estimer à 20% (aux incertitudes près).

Le recuit se traduit également par une forte augmentation du champ coercitif des films. Pour les multicouches $(Co_{0,4}/Pt_{1nm})_{8x}$, H_c passe ainsi de 300 Oe environ à plus de 1kOe. L'augmentation marquée de H_c s'accompagne d'une légère modification de la forme générale du cycle. Après recuit, le renversement d'aimantation se fait sur une gamme de champ plus large, ce qui se traduit par une pente dM/dH plus douce. Ces résultats s'apparentent aux conclusions formulées par Weller et coll.^[Wel. 01]. Ces auteurs ont ainsi rapporté une augmentation très importante du champ coercitif dans des multicouches $(Co_{0,3}/Pt_{1nm})_{10x}$ élaborées par évaporation au canon à électrons, lorsque la température de croissance des films T_g passait de l'ambiante à 350°C. Les valeurs particulières de H_c obtenues par Weller et coll. pour leurs multicouches sont largement supérieures à celles relevées pour nos échantillons. Toutefois c'est généralement le cas pour les multicouches élaborées par évaporation. Par ailleurs, dans ces travaux, les auteurs rendent également compte d'une modification plus générale du cycle d'hystérésis en configuration perpendiculaire qui se traduit par un cycle moins carré, c'est à dire par un renversement d'aimantation moins « rapide ».

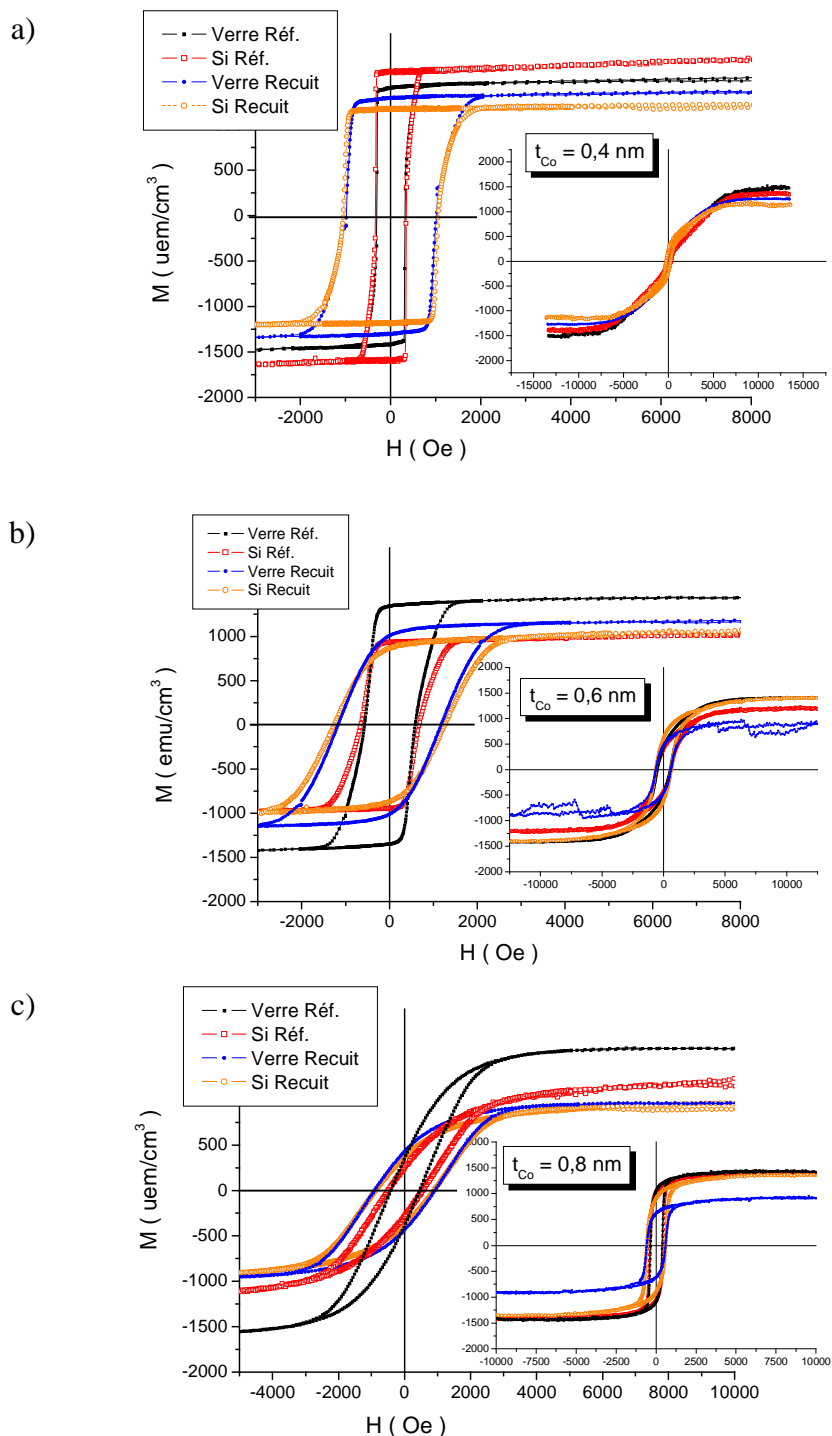


Figure 3-14 : Cycles d’hystérésis relevés à l’AGFM et corrigés des contributions diamagnétiques, pour l’ensemble des multicouches, avant et après recuit de 6h à 180°. Les cycles obtenus avant recuit ont été portés afin de servir de référence. La figure principale représente le cycle en configuration perpendiculaire ; en insert figurent les cycles obtenus en configuration parallèle.

Comme dans le cas des films étudiés juste après dépôt, nous avons pu tirer des cycles AGFM les valeurs d’anisotropie effective des films recuits. La figure 3-15 permet de comparer l’anisotropie des films avant et après recuit, pour les trois séries d’échantillons correspondant aux trois valeurs de t_{Co} .

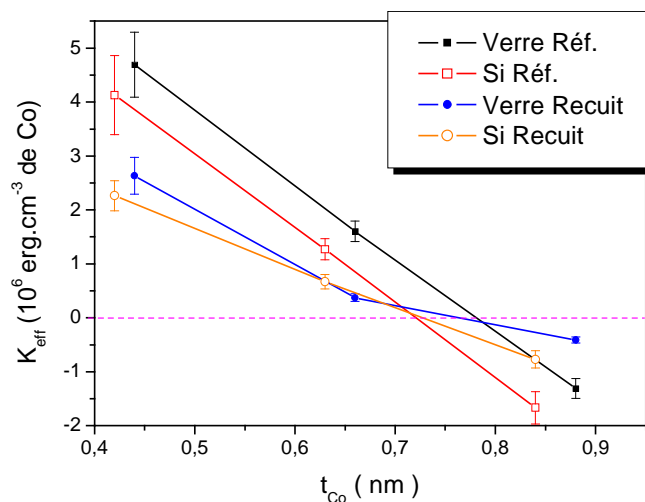


Figure 3-15 : Evolution de l’anisotropie effective en fonction de l’épaisseur nominale de cobalt t_{Co} . Les valeurs obtenues pour les films avant recuit sont présentées à titre de référence, afin de pouvoir comparer aux valeurs d’anisotropie pour les films recuits.

La tendance observée sur les cycle d’hystérésis est confirmée par les valeurs d’anisotropie effective. Tout comme les films étudiés juste après dépôt, les films recuits présentent un basculement de la direction de facile aimantation. Le recuit ne semble pas avoir d’influence sur l’épaisseur de cobalt t_{Co} pour laquelle s’opère ce renversement. On note par contre que pour les échantillons présentant une anisotropie magnétique perpendiculaire, le recuit a tendance à diminuer l’énergie d’anisotropie.

On peut penser que la diminution de K_{eff} résulte, en partie au moins, de la réduction des valeurs d’aimantation à saturation. L’origine de la diminution de M_s n’est pas connue précisément. On peut penser que le recuit de 6h à 180°C est suffisant pour provoquer l’interdiffusion des atomes de cobalt et de platine aux interfaces, ce qui

aura tendance à réduire l'échange entre atomes de cobalt. Par ailleurs, les défauts créés par ce mélange aux interfaces pourraient alors bloquer la propagation des parois magnétiques lors du renversement d'aimantation, ce qui expliquerait le changement de profil des cycles d'hystérésis après recuit.

Configurations magnétiques à l'état désaimanté

Les échantillons recuits ont été désaimantés suivant la même procédure que celle décrite précédemment, afin de pouvoir comparer les configurations magnétiques obtenues après recuit à celles des films étudiés juste après dépôt (cf. figure 3-12). La figure 3-16 présente les images MFM obtenues pour l'ensemble des multicouches recuites.

a) $t_{Co} = 0,4$ nm

b) $t_{Co} = 0,6$ nm

c) $t_{Co} = 0,8$ nm

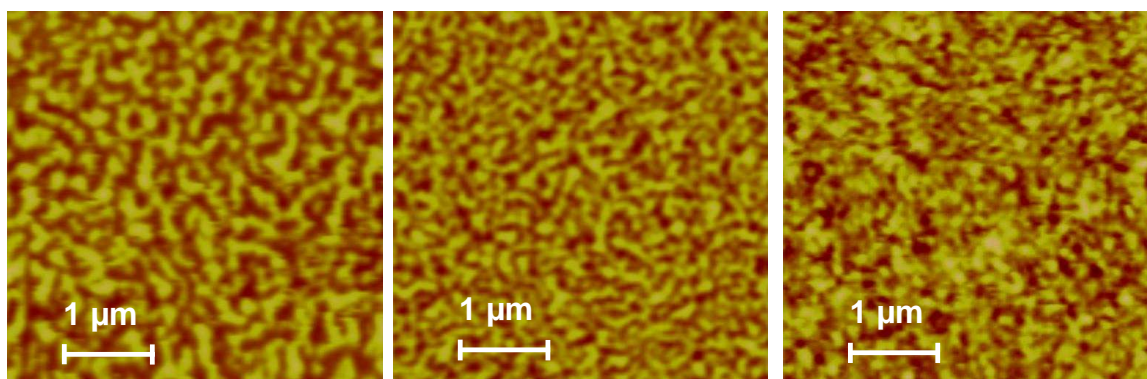


Figure 3-16 : Configuration magnétique des films recuits 6h à 180°C, après désaimantation en champ perpendiculaire alternatif. Ces observations par MFM sont obtenues avec la pointe aimantée perpendiculairement à la surface de l'échantillon. Toutes les images sont à la même échelle et mesurent 5µm de côté. alternatif.

De la même façon que les cycles d'hystérésis conservent leurs caractéristiques principales suite au recuit, les configurations magnétiques observées par MFM après désaimantation perpendiculaire présentent des similarités avec les images de la figure 3-12. En particulier, on note toujours une évolution progressive d'une configuration « labyrinthe » vers une configuration mal définie, à mesure que l'épaisseur nominale t_{Co} augmente.

Toutefois, le recuit des couches se traduit également par quelques différences. En particulier, les domaines présents dans les multicouches d'épaisseur $t_{Co}=0,6$ et $0,8$ nm sont plus petits que ceux que l'on peut observer sur les images 11 a) et b). Ainsi, dans le cas des multicouches d'épaisseur minimale en cobalt, la largeur des domaines est divisée par un facteur proche de 2, et passe de 350 à 200 nm environ après recuit. Là encore, l'existence d'une distribution de largeurs de domaines induit une erreur assez importante sur ces valeurs. Malgré tout, la diminution de la largeur des domaines correspond bien à la réduction de l'anisotropie des films (cf. figure 3-15).

Conclusions du chapitre

Nous avons donc pu élaborer des films minces présentant une anisotropie magnétique perpendiculaire. Les films d'alliage CoPt_3 élaborés par MBE à 400°C affichent une anisotropie uniaxiale K_u estimée à $2,6.10^6 \text{ erg.cm}^{-3}$. La réalisation de multicouches Co/Pt permet également de parvenir à des échantillons d'anisotropie magnétique perpendiculaire. Pour cela, il faut que les couches de cobalt qui constituent ces multicouches soient suffisamment fines pour donner lieu à une énergie d'interface importante. Dans les échantillons que nous avons réalisés, nous avons pu estimer que la direction de facile aimantation sortait du plan lorsque l'épaisseur nominale de cobalt était inférieure à $0,7\text{nm}$ environ.

Dans la suite, nous ne nous sommes toutefois intéressés qu'aux multicouches $(\text{Co}_{0,4}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{8x}$, dans la mesure où ce sont les seules multicouches dont les cycles d'hystérésis étaient vraiment carrés, même après recuit de 6h à 180°C . Ajoutons enfin, en ce qui concerne les multicouches, que les films déposés sur verre ou $\text{Si}(100)$ présentaient des caractéristiques, tant structurales que magnétiques, très similaires. Compte tenu de la bonne conductivité thermique du silicium (à température ambiante, k est de l'ordre de $100 \text{ W.K}^{-1}.\text{m}^{-1}$), nous avons donc préféré travailler avec les échantillons déposés sur silicium.

Chapitre 4

Propriétés magnétiques des plots en régime statique

Les observations MFM réalisées sur les films d'alliage et de multicouches nous ont permis de visualiser leur microstructure en configuration désaimantée. Différentes configurations ont pu être identifiées. Les échantillons présentant une anisotropie magnétique perpendiculaire, c'est à dire les films d'alliage CoPt₃ et les multicouches Co/Pt d'épaisseur nominale t_{Co} 0,4 ou 0,6 nm, se caractérisent par une structure plus ou moins ordonnée de domaines d'aimantation up et down. Les dimensions caractéristiques des domaines dépendent des propriétés des films, à travers leur anisotropie notamment. Pour les films d'alliage par exemple, on a pu estimer la largeur de ces domaines à 250nm environ. Dans la suite de ce travail, nous limiterons notre étude aux échantillons présentant une anisotropie perpendiculaire.

Les films magnétiques d'anisotropie perpendiculaire ont ainsi été structurés sous forme de réseaux de plots de dimension décroissante, de 1 μ m jusqu'à 200nm environ. Dans ce chapitre, nous étudierons les propriétés magnétiques en régime statique de ces matériaux lorsqu'on les structure sous forme de micro/nano-objets de dimension comparable à la largeur des domaines observés après désaimantation.

I. Impact du procédé de nanofabrication sur les films

Avant d'aller plus avant dans l'étude des propriétés magnétiques des réseaux de plots, il nous a semblé préférable d'évaluer l'effet des différentes étapes du processus de micro/nano-fabrication sur les propriétés des films. La comparaison des propriétés magnétiques des multicouches avant et après recuit a permis de montrer que ces structures étaient métastables. En particulier, l'anisotropie des films est affectée par un traitement thermique à 180°C. Pour déterminer l'effet propre au confinement latéral des matériaux sur leurs propriétés magnétiques, il est donc nécessaire d'évaluer l'impact, sur les films continus, des différentes étapes du procédé de micro-/nanofabrication.

I.A. Protocole de l'étude

Le procédé suivi pour réaliser les plots magnétiques est détaillé dans le chapitre 2 de ce manuscrit. Nous en rappellerons simplement ici les grandes étapes :

- ❑ le film est enduit d'une double couche de résine,
- ❑ les plots sont définis dans la résine par lithographie électronique,
- ❑ on dépose un masque de titane par évaporation dans une enceinte MBE,
- ❑ l'échantillon est gravé jusqu'au substrat. L'épaisseur de titane déposée est normalement suffisante pour que dans les régions protégées par le masque, le film magnétique ne soit pas du tout abrasé lors de la gravure.

L'enduction de résine donne lieu à deux passages sur la plaque chauffante. Le copolymère P(MMA/MAA) est recuit brièvement à 150°C, tandis que la couche finale de PMMA est recuite plus longuement, à 180°C. On peut donc penser que l'effet de cette première étape du protocole résulte essentiellement du recuit de la

couche de PMMA. Nous avons donc soumis les films témoins à une série de recuits, à la température de 180°C, de durée variable comprise entre 10 minutes et 6 heures.

Lors de la lithographie, le faisceau d'électrons traverse la couche de résine, et s'arrête dans le film. On a vu au chapitre 2 que les conditions d'exposition et de révélation pouvaient affecter indirectement nos échantillons. En particulier, on a pu noter une rugosité importante du masque de titane liée à la présence résiduelle de polymère sur les films après révélation. Toutefois, il est peu vraisemblable que le faisceau d'électrons utilisé lors de l'exposition puisse affecter de quelque manière que ce soit les propriétés magnétiques des films. Cette étape du procédé de structuration n'a donc pas été reproduite dans le cadre de cette étude préliminaire.

Enfin, pour évaluer l'effet des deux dernières étapes (le dépôt de titane et la gravure) nous avons procédé de la façon suivante :

- une épaisseur de titane de l'ordre de 10nm est déposée directement sur les films recuits 6 heures à 180°C,
- le dépôt de titane est alors gravé complètement, dans les conditions opératoires décrites dans le chapitre 2.

Les échantillons utilisés pour ces essais n'ont pas été lithographiés avant la gravure, de sorte que le film de titane est continu. Contrairement à ce qui se passe lorsque l'on grave les couches pour réaliser les plots, les films magnétiques ne sont donc pas soumis directement au bombardement des ions Ar^+ , si ce n'est en toute fin de gravure. Le but n'est pas d'adresser l'effet de la gravure lors de la réalisation des plots à proprement parler, mais de déterminer, par exemple, l'influence éventuelle du bombardement de la couche en fin de gravure. L'impact de la gravure sur le matériau lors de la réalisation des microstructures, comme la création de défauts par exemple, est inhérent au mode d'élaboration utilisé. La création éventuelle de défauts en cours de gravure et leurs conséquences sur le magnétisme des échantillons sont donc expérimentalement difficilement dissociables de l'effet résultant du confinement latéral des matériaux étudiés.

I.B. Effet des différentes étapes du procédé de fabrication

Le protocole décrit précédemment à été conduit sur deux films témoins : un film d'alliage CoPt_3 ainsi qu'une multicouche $(\text{Co}_{0,4}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{8x}$ déposée sur $\text{Si}(100)$. Après chaque étape du protocole, on a relevé le cycle d'aimantation des films à l'AGFM, et on a les a comparés au cycle de référence obtenu juste après dépôt.

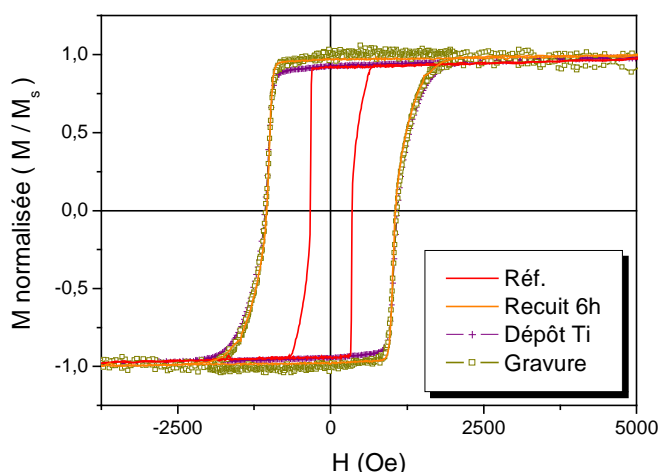


Figure 4-1 : Effet du procédé de micro/nano-fabrication sur les propriétés magnétiques du film $(\text{Co}_{0,4}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{8x}$ déposé sur $\text{Si}(100)$. Cycles d'hystérésis relevés par AGFM en configuration perpendiculaire après les différentes étapes du protocole de micro/nanofabrication : recuit 6h à 180°C , dépôt de titane puis gravure.

La figure 4-1 présente les cycles relevés pour le film témoin de multicouche. On observe un changement très notable de la forme du cycle d'hystérésis suite au recuit de 6 heures à 180°C . Par contre, aucune des étapes ultérieures, que ce soit le dépôt ou la gravure des 10nm de titane, ne semble modifier plus avant les propriétés de la couche. Dans le cas du film d'alliage CoPt_3 , aucun effet n'a été constaté. Le cycle d'hystérésis de l'alliage n'est pas affecté par les différentes étapes du procédé de nanofabrication.

L'étape critique du point de vue des propriétés magnétiques des films est donc le recuit nécessaire pour faire évaporer le solvant des couches de résines. Nous ne développerons pas ce point plus longuement ici, dans la mesure où l'effet d'un recuit à 180°C a déjà été abordé dans le chapitre 3 consacré à l'étude des films continus.

II. Propriétés magnétiques des réseaux de plots

Avant de nous intéresser au renversement de l'aimantation des plots sous l'effet d'impulsions brèves, il est utile d'étudier les propriétés magnétiques de ces plots. On montrera plus particulièrement dans cette partie en quoi les propriétés magnétiques des multicouches et de l'alliage CoPt_3 évoluent lorsque l'on confine ces matériaux latéralement sous forme de plots de dimension décroissante. L'étude qui a été conduite reprend donc le schéma suivi pour la caractérisation du magnétisme des films continus. Elle s'appuie sur des mesures magnétométriques et sur l'observation de la configuration micromagnétique des plots après désaimantation perpendiculaire. Notons toutefois que la sensibilité de l'AGFM (de l'ordre de 10^{-6} uem) n'est pas suffisante pour relever les cycles d'aimantation des réseaux de plots. Les mesures magnétométriques ont donc été réalisées par effet Kerr, en configuration polaire uniquement, dans la mesure où nous avons travaillé sur des matériaux présentant une anisotropie magnétique perpendiculaire.

II.A. Description des échantillons

Les films d'alliage CoPt_3 ainsi que les multicouches ont été lithographiés et gravés pour réaliser des réseaux de plots de dimension décroissante, jusqu'à 200nm environ. Le but n'est pas ici de revenir en détail sur le mode opératoire développé pour aboutir aux plots (tel est l'objet du chapitre 2), mais simplement de décrire les échantillons avant d'en discuter les propriétés magnétiques.

Nous avons réalisé des réseaux de plots, de dimension caractéristique d variable, espacés les uns des autres d'une distance $2d$, et ce pour trois tailles de plots : $d \approx 200\text{nm}$, 500nm et $1\mu\text{m}$. Dans le cas des alliages CoPt_3 nous avons également réalisé des réseaux de plots de $6\mu\text{m}$. Les plots sont alors soit des carrés de côté d , soit des cercles de diamètre d ; nous avons travaillé indifféremment avec l'une ou l'autre de

ces deux géométries. Précisons néanmoins qu'à cause des effets de proximités, pour les plots carrés les plus petits ($d \approx 200\text{nm}$), le motif n'est jamais véritablement respecté et, après gravure, les plots s'apparentent plutôt à des ronds. Ces réseaux s'étendent sur une surface de $150 \times 150 \mu\text{m}^2$ de côté, et se caractérisent par la dimension nominale des plots d , le paramètre de réseau valant $3d$. La valeur de l'espacement entre les plots répond à deux aspirations contradictoires :

- Nous voulions travailler sur des plots découplés magnétiquement, afin d'étudier les propriétés intrinsèques du matériau. Pour cela, il faut que les plots soient suffisamment espacés pour que le champ de fuite exercé sur un plot par l'ensemble des structures alentour soit suffisamment faible pour ne pas perturber son état magnétique.
- Pour maximiser le signal magnéto-optique, il faut que les plots forment un réseau le plus dense possible.

On peut également noter que les dimensions du réseau ($150\mu\text{m}$) résultent des spécifications de la technique de caractérisation par effet Kerr. En effet, dans le montage utilisé, la source laser est focalisée sur un spot d'un diamètre de $100\mu\text{m}$ environ. Afin de minimiser le temps d'écriture lors de la lithographie, nous nous sommes donc limités à des réseaux de $150\mu\text{m}$ de côté.

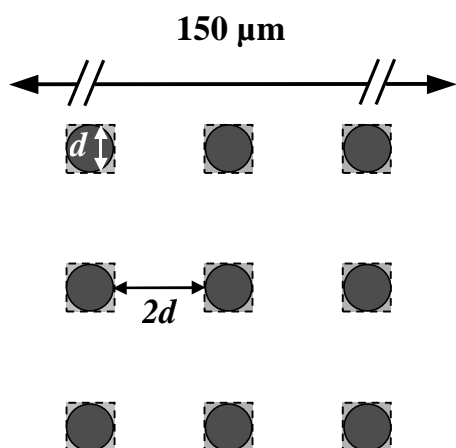


Figure 4-2 : Représentation schématique des réseaux de plots dont les propriétés magnétiques seront discutées dans la suite de ce chapitre. Nous avons lithographié des réseaux de carrés ou de ronds de dimension d , espacés de $2d$ qui s'étendent sur une surface de $150 \times 150 \mu\text{m}^2$.

La plupart des échantillons qui seront présentés dans la suite de ce manuscrit répondent à ces caractéristiques. Toutefois, nous avons également travaillé sur des

réseaux de plots légèrement différents. La seule différence par rapports aux échantillons décrits plus haut réside dans l'espacement entre les plots, fixée dans ce dernier cas à $2\mu\text{m}$ quelle que soit la taille des motifs d . Ces échantillons ont été principalement utilisés pour des essais de caractérisation magnéto-optique sur plot unique, dont on ne rendra pas compte dans ce manuscrit. Comme certaines des images MFM présentées dans la suite ont été acquises sur ces échantillons, il nous a cependant semblé préférable d'anticiper sur la surprise du lecteur.

II.B. Etude des plots d'alliage CoPt_3

Etude par effet Kerr Magnéto Optique

Compte tenu des caractéristiques géométriques décrites précédemment, le volume magnétique total de l'ensemble des plots d'un échantillon n'excède jamais 10^{-10} cm^{-3} . A partir des valeurs d'aimantation obtenues sur les films continus, on peut alors estimer l'ordre de grandeur du moment magnétique à saturation à 10^{-8} uem. L'effet Kerr Magnéto-Optique est donc la seule technique de magnétométrie à notre disposition pour relever les cycles d'aimantation des plots. Dans la mesure où les films de CoPt_3 présentent une anisotropie magnétique perpendiculaire, nous avons travaillé en configuration polaire. La figure 4-3 présente les cycles d'hystérésis obtenus pour les différents réseaux de plots définis à partir des films d'alliage CoPt_3 . Par souci de clarté, les résultats ont été scindés en deux graphiques, a) et b).

Même moyennés sur plusieurs acquisitions les cycles représentés restent assez bruités. C'est tout particulièrement le cas du cycle obtenu pour les plots de 200nm. Dans ce dernier cas, la rotation Kerr relevée était particulièrement faible, et le cycle présente un artefact de mesure très marqué. De manière plus générale, l'amplitude de la rotation Kerr a eu tendance à décroître en même temps que la taille caractéristique des plots d . Il faut rappeler que le volume magnétique total sur l'ensemble d'un réseau de plots ne dépend pas de leur dimension caractéristique. On peut alors penser que le nombre de plots sondés par le laser a pu varier d'un échantillon à l'autre, soit

que le faisceau était parfois décentré, soit que la focalisation a pu changer d'une expérience à l'autre. Toutefois, il est également vraisemblable que la décroissance observée de la rotation Kerr provienne de la modification de la géométrie des plots. L'étude conduite par AFM sur la forme des plots (cf. chapitre 2) a montré en effet qu'à mesure que les plots devenaient plus petits, leur sommet avait tendance à s'arrondir. En conséquence, on peut penser que la diminution du signal collecté s'explique aussi par l'augmentation de la divergence du faisceau réfléchi sur des structures bombées.

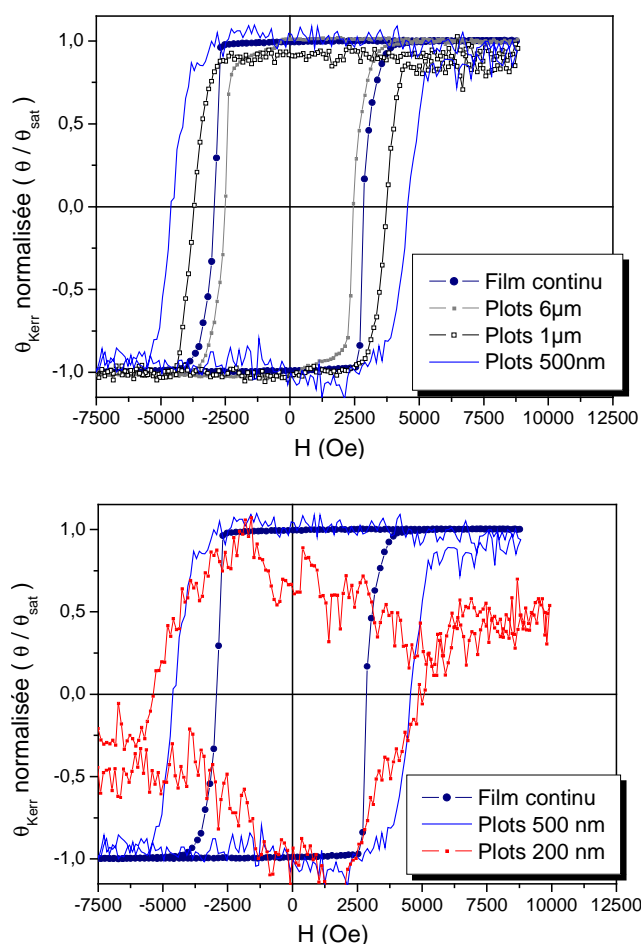


Figure 4-3 : Cycles d'hystérésis des réseaux de plots de CoPt_3 relevés par effet Kerr en configuration polaire, corrigés des effets de dérive du signal et normalisés à la valeur de la rotation Kerr à saturation. La figure a) compare les cycles obtenus pour les plots de $6\mu\text{m}$ à 500nm au cycle de référence relevé pour le film continu. La figure b) apporte le cycle relevé pour les plots de 200nm , encore très déformé malgré les différentes étapes de correction.

Les cycles relevés pour les différents réseaux de plots s'apparentent à celui du film continu. En particulier, à l'incertitude près liée à la détermination de la rotation Kerr à saturation, on obtient pour tous les échantillons un taux de rémanence de 100%. La figure a) montre toutefois que la réduction de la taille des plots s'accompagne d'une variation très marquée du champ coercitif, laquelle s'opère en deux temps.

- On observe d'abord une réduction du champ coercitif lorsque l'on passe du film continu aux plots de $6\mu\text{m}$. La forme générale du cycle est également légèrement différente. Pour les plots de $6\mu\text{m}$, le cycle présente un palier à champ faible, qui correspond au retournement d'un peu moins de 5% de l'aimantation à saturation. On assiste ensuite à un renversement complet de l'aimantation, à partir de 1500 Oe.
- Lorsque l'on passe des plots de $6\mu\text{m}$ à ceux de 500nm, on observe une augmentation continue du champ coercitif. De l'ordre de 2500 Oe pour le réseau de plots de $6\mu\text{m}$, H_c double quasiment pour les plots de 500nm, pour s'établir à 4600 Oe environ. Compte tenu de l'allure du cycle d'hystérésis du réseau de plots de 200nm, il est difficile d'affirmer une valeur précise pour le champ coercitif. Toutefois, la comparaison des cycles relevés pour les plots de 200 et 500nm (figure 4-3, b) laisse penser que la tendance observée de $6\mu\text{m}$ à 500nm se poursuit pour les plots les plus petits.

Visualisation de l'état désaimanté

Nous avons également étudié l'évolution de la configuration micromagnétique des échantillons d'alliage CoPt_3 après désaimantation perpendiculaire, lorsque l'on passe du film continu aux plots de 200nm. La figure 4-4 présente les observations MFM réalisées sur ces différents échantillons. Comme les films étudiés au chapitre 3, les réseaux de plots ont été désaimantés à l'AGFM, en partant d'un champ maximal de 13kOe, avec une décroissance du champ appliqué par pas de 0,1%.

Lorsque la dimension des plots diminue, on observe le passage d'une configuration multidomaine à une configuration monodomaine. Il n'est pas possible de donner de

valeur seuil de la dimension caractéristique d à partir de laquelle tous les plots ne présenteraient plus qu'un seul domaine magnétique. Ainsi, la transition s'opère graduellement : si l'ensemble des plots de 200nm que nous avons observés sont monodomaines, quelques plots de 1 μ m le sont également. En ce sens, en ne montrant que 9 plots, l'image c) ne rend pas bien compte de la proportion réelle des plots monodomaines parmi l'ensemble des structures de 1 μ m. Les observations que nous avons réalisées nous permettent simplement d'indiquer que lorsque d vaut 500nm ou moins, la grande majorité des plots ne présente plus qu'un seul domaine magnétique. Il est alors intéressant de se pencher sur la dépendance de la taille des domaines magnétiques vis à vis de la taille des plots de CoPt₃. Remarquons tout de même que la géométrie des échantillons (des réseaux de plots relativement espacés) rend la mesure quantitative des largeurs de domaines relativement difficile. En particulier, il n'est pas possible d'analyser les dimensions des domaines dans les plots de 1 μ m ou moins par transformée de Fourier ; la détermination directe de la taille des domaines reste alors la seule méthode d'analyse à disposition. Plus généralement, la présence de plots monodomaines, d'autant plus nombreux que d est petit, invite à s'interroger sur la signification même d'une taille moyenne de domaines. Plutôt que de donner une évolution quantitative de la taille des domaines, il a donc été jugé préférable de présenter les images MFM à la même échelle, afin de permettre une comparaison plus facile des microstructures magnétiques.

Moyennant toutes ces remarques, on ne constate pas d'évolution notable de la largeur des domaines, dans les structures donnant lieu à des configurations multidomaines tout au moins. Ainsi l'analyse par transformée de Fourier de l'image a) et de la partie centrale de l'image b) conduit, aux incertitudes près, à la même valeur de 250nm (± 50 nm) dans les deux cas. Cette valeur de 250nm correspond également à la taille des domaines « typiques » qui se forment au sein des plots de 1 μ m, observés sur l'image c) de la figure 4-4.

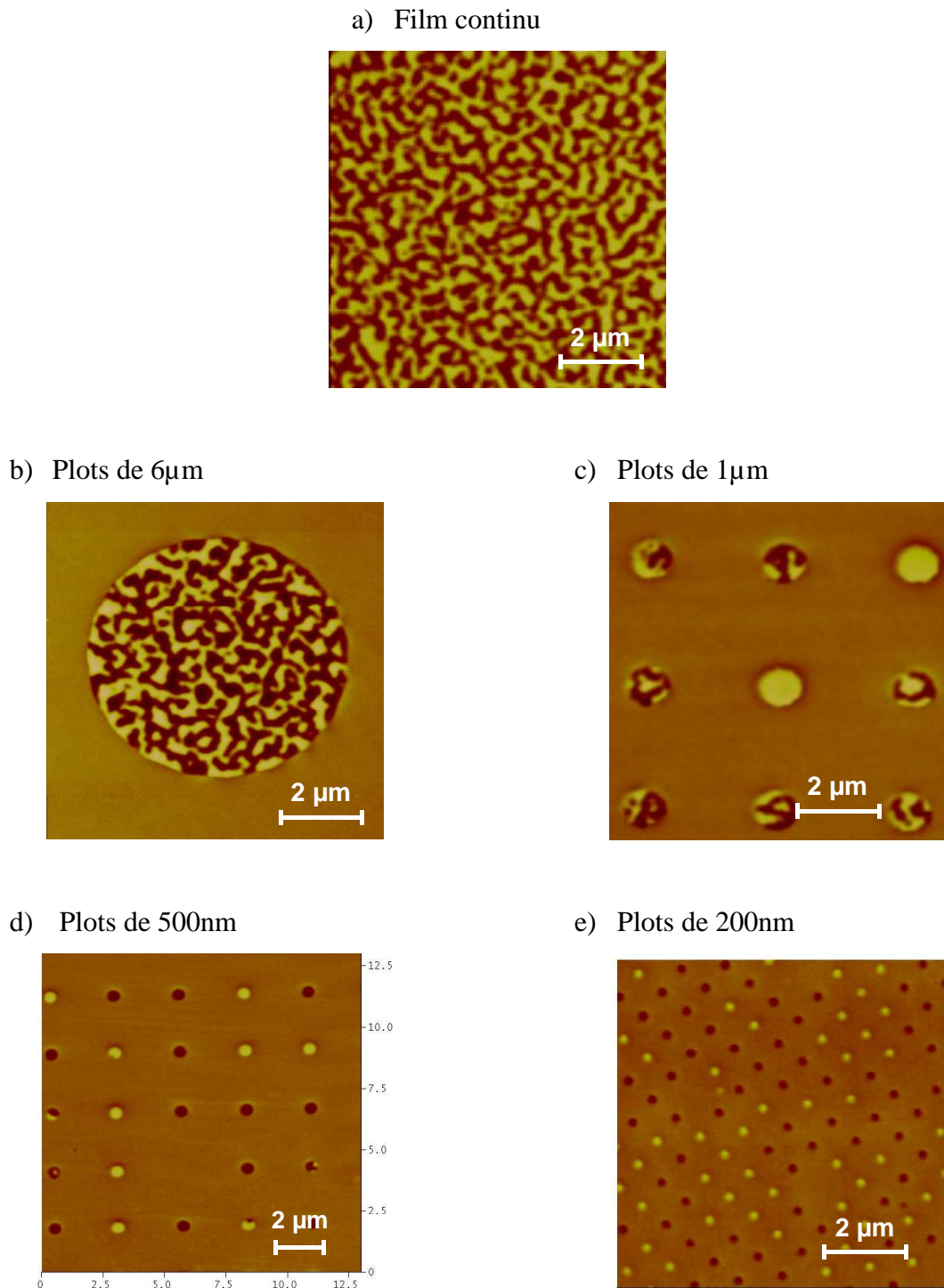


Figure 4-4 : Observation par MFM de la configuration micromagnétique des réseaux de plots de CoPt_3 , de $6\mu\text{m}$ à 200nm (images b à e). L'image acquise dans les mêmes conditions pour le film d'alliage continu est portée en a). Les échantillons sont observés après désaimantation en champ perpendiculaire alternatif, avec la pointe MFM aimantée perpendiculairement au plan du substrat. Toutes les images, sauf celle présentée en d), sont à la même échelle et mesurent $8\mu\text{m}$ de côté.

En conclusion, lorsque la taille des plots diminue, on observe l'évolution progressive de la structure micromagnétique d'une configuration multidomaine vers une configuration monodomaine. Parallèlement, la largeur des domaines observés après désaimantation perpendiculaire dans les objets magnétiques évolue très peu (dans le domaine d'incertitude des méthodes de caractérisation) et reste comparable à celle observée pour le film continu.

II.C. Etude des multicouches Co/Pt

L'objet de ce travail réside dans l'étude de nano-objets d'anisotropie perpendiculaire. Nous avons donc également réalisé des micro/nano-structures magnétiques à partir des films de multicouches qui présentaient une anisotropie perpendiculaire. A la façon de ce qui a été décrit précédemment, nous avons structuré par lithographie électronique et gravure ionique des films continus $(\text{Co}_{0,6}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{7x}$ et $(\text{Co}_{0,4}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{8x}$ sous forme de réseaux de plots de dimension nominale d (de $1\mu\text{m}$ à 200nm). Les caractéristiques géométriques sont similaires à celles décrites pour les échantillons de CoPt_3 . Dans la suite, nous présenterons d'abord les résultats obtenus par effet Kerr magnéto-optique et par microscopie MFM sur les réseaux de plots de $(\text{Co}_{0,4}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{8x}$, avant de nous intéresser aux plots de $(\text{Co}_{0,6}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{7x}$.

1) Etude des plots de $(\text{Co}_{0,4}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{8x}$

Des trois systèmes de multicouches que nous avons réalisés, les films d'épaisseur nominale de cobalt $t_{\text{Co}}=0,4\text{nm}$ sont les plus anisotropes ($K_{\text{eff}} \approx 2,3 \cdot 10^{-6} \text{ erg.cm}^{-3}$ de Co). Le comportement magnétique des films $(\text{Co}_{0,4}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{8x}$ recuits est assez comparable à celui observé pour les films d'alliage CoPt_3 . Pour ces deux matériaux, les cycles d'hystérésis se caractérisent par un renversement rapide de l'aimantation à partir du champ de nucléation, et par une saturation plus lente, marquée par une courbure des cycles. La figure 4-5 montre que l'analogie entre les deux matériaux se

poursuit lorsque l'on structure la multicouche $(\text{Co}_{0,4}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{8x}$ sous forme de réseaux de plots de taille décroissante.

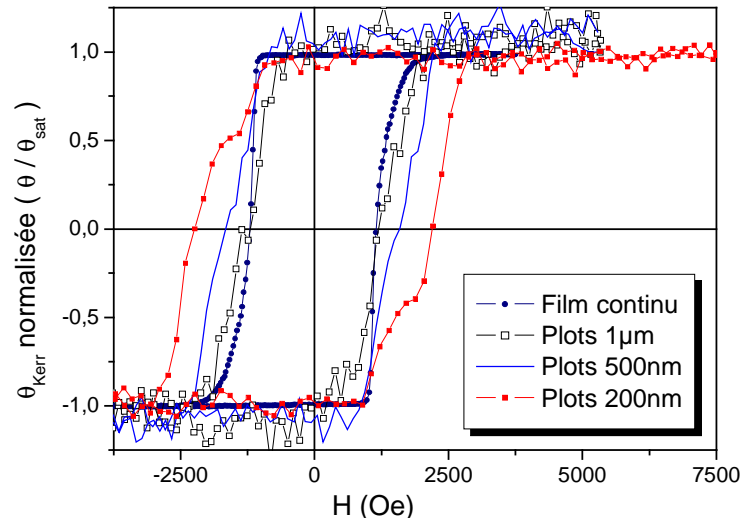


Figure 4-5 : Cycles d'hystérésis relevés par effet Kerr en configuration polaire sur les échantillons réalisés à partir du film multicouche $(\text{Co}_{0,4}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{8x}$ déposé sur Si (100). Les cycles représentés sont moyennés sur plusieurs acquisitions, corrigés de la dérive de la rotation Kerr et normalisés à la valeur à saturation.

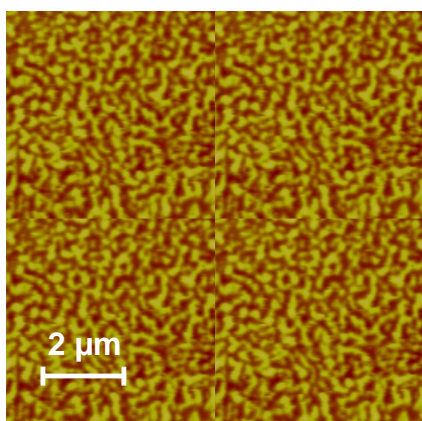
La plupart des caractéristiques relevées pour les plots de CoPt_3 à partir de l'étude de la figure 4-3 se retrouvent également lorsque l'on structure la multicouche $(\text{Co}_{0,4}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{8x}$. En particulier, on pourra noter que :

- Le taux de rémanence est proche de 100%, bien qu'il soit difficile de donner une valeur plus précise, compte tenu du bruit sur le signal collecté.
- Le champ coercitif H_c augmente lorsque la taille caractéristique des plots diminue. Ainsi, lorsque l'on passe du film continu au réseau de plots de 200nm, H_c double quasiment puisqu'il passe de près de 1200 Oe à plus de 2200 Oe.

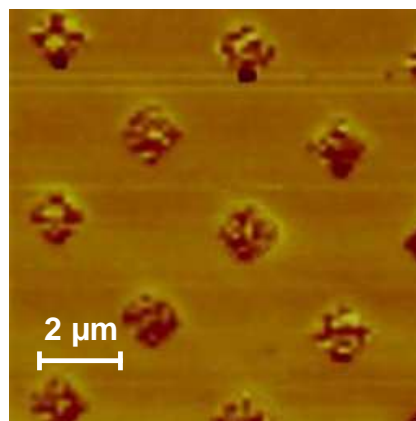
Pour compléter l'étude des cycles d'hystérésis, il est intéressant de considérer l'évolution de la configuration micromagnétique de cet échantillon lorsque la

dimension caractéristique des plots d diminue. La figure 4-6 permet de comparer les structures en domaines des différents réseaux de plots, après désaimantation perpendiculaire en champ alternatif, à celle obtenue dans les mêmes conditions pour le film recuit (qui nous sert de référence).

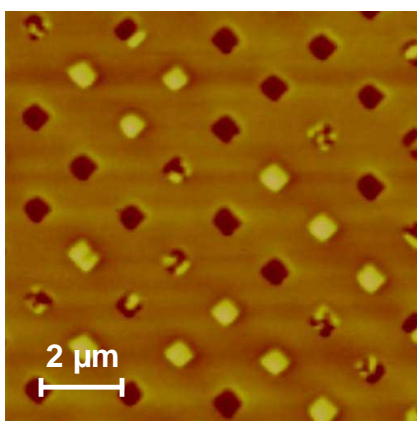
a) Film recuit 6h à 180°C



b) Plots de 1μm



c) Plots de 500nm



d) Plots de 200nm

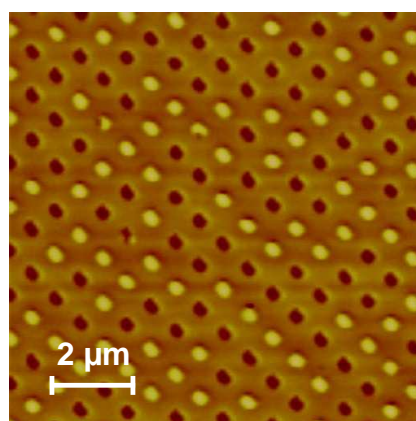


Figure 4-6 : Observation par MFM de la configuration micromagnétique des structures de $(\text{Co}_{0,4}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{8x}$, de 1μm à 200nm (images b à d). L'image a) présente la configuration en domaines du film de référence (recuit 6h à 180°C). Les échantillons sont observés après désaimantation en champ perpendiculaire alternatif, avec la pointe MFM aimantée perpendiculairement au plan du substrat. Toutes les images sont à la même échelle et mesurent 10μm de côté. On notera toutefois que l'image a) a été obtenue par duplication d'une image de dimension 5μm (d'où la symétrie d'ordre 4 discernable sur cette image).

La structuration du film $(\text{Co}_{0,4}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{8x}$ se traduit, comme pour les plots de CoPt_3 , par le passage progressif d'une configuration multidomaine à des plots majoritairement monodomaines. Ainsi, tous les plots de $1\mu\text{m}$ que nous avons pu observer présentent après désaimantation une structure en domaine assez complexe. A l'inverse, la très grande majorité des structures de 200nm est monodomaine (plus de 98%, c'est à dire tous les plots de l'image d) à 2 ou 3 exceptions près), avec une proportion équivalente de plots clairs et de plots sombres. Aux dimensions intermédiaires, pour les plots de 500nm , on a coexistence de plots mono- et multi-domaines.

Lorsque l'on observe des configurations multidomaines (comme dans les plots de $1\mu\text{m}$ ou 500nm), il n'est pas facile de tirer des généralités sur l'organisation ou la répartition de ces domaines. Cette diversité dans l'organisation des domaines est déjà bien visible sur les quelques plots multidomaines de 500nm qui figurent sur l'image c). On observe ainsi quelques structures simples avec deux domaines seulement (l'un clair et l'autre sombre), alors que d'autres plots en présentent jusqu'à 4 ou 5. En essayant de déterminer une valeur « moyenne » de la largeur des domaines à partir de ces plots de 500nm , ou des plots de $1\mu\text{m}$, on obtient dans tous les cas un résultat comparable à la valeur tirée de la transformée de Fourier de l'image obtenue pour le film continu.

2) Etude des plots de $(\text{Co}_{0,6}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{7x}$

Il est intéressant d'étudier les propriétés magnétiques des réseaux de plots réalisés à partir des multicouches d'épaisseur de cobalt $t_{\text{Co}}=0,6\text{nm}$. L'anisotropie magnétique de ces multicouches est également perpendiculaire, même après recuit, mais bien moindre que celle obtenue dans le cas des films d'épaisseur minimale en cobalt (après recuit, $K_{\text{eff}} \approx 0,7 \cdot 10^{-6} \text{ erg.cm}^{-3}$ de Co). La figure 4-7 présente, à la façon de ce qui a été fait jusqu'ici, les cycles d'hystérésis relevés par effet Kerr en configuration polaire pour les plots de $1\mu\text{m}$ à environ $\approx 200\text{nm}$.

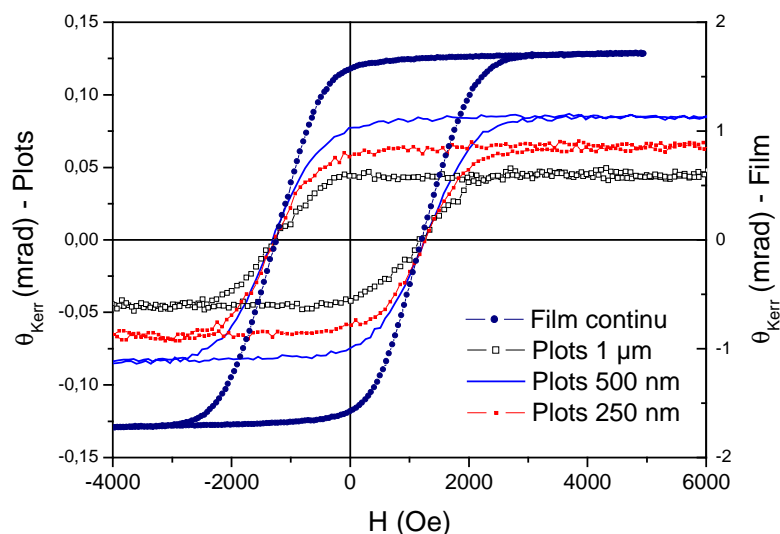


Figure 4-7 : Cycles d'hystérésis relevés par effet Kerr en configuration polaire sur les réseaux de plots réalisés à partir du film multicouche $(\text{Co}_{0,6}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{7x}$ déposé sur Si (100). Les cycles représentés sont moyennés sur plusieurs acquisitions et corrigés des effets de dérive du signal. L'échelle de gauche correspond à la rotation Kerr obtenue pour les réseaux de plots, tandis que l'échelle de droite s'applique pour le film continu (recuit à 180°C) qui sert de référence.

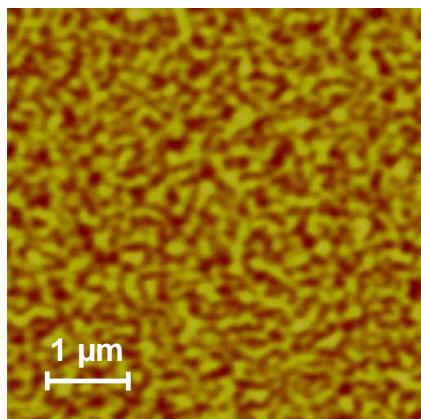
Contrairement aux cycles d'aimantation présentés précédemment, pour les plots de CoPt_3 et pour ceux réalisés à partir de la multicouche $(\text{Co}_{0,4}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{8x}$, dans ce cas les données n'ont pas été renormalisées. On constate alors une évolution un peu surprenante de la rotation Kerr lorsque la taille des plots diminue. Ainsi, c'est pour les plots de $1\mu\text{m}$ que le signal est le moins intense ($4,5 \cdot 10^{-2}$ mrad à saturation, contre $8,5 \cdot 10^{-2}$ pour les plots de 500nm dans les mêmes conditions). Les observations réalisées par microscopie en champ proches (cf. fig. 4-8) montrent que les plots ont tendance à s'écartier des dimensions de consigne à mesure qu'ils deviennent plus petits. La valeur étonnamment faible de la rotation Kerr obtenue pour le réseau de plots de $1\mu\text{m}$, par comparaison aux plots plus petits, pourrait donc tenir en partie à l'augmentation de la surface magnétique à mesure que d diminue. Toutefois, une étude plus précise montre que l'évolution de l'amplitude du signal Kerr lorsque d diminue ne correspond pas à l'accroissement observé de la surface magnétique. Ainsi, le taux d'occupation du substrat par les plots passe de 15 à 19% quand d est

réduite de $1\mu\text{m}$ à 500nm , tandis que dans le même temps la rotation Kerr double pratiquement. Par ailleurs, tandis que la surface magnétique augmente encore lorsque l'on passe aux plots de $\approx 200\text{nm}$ (en fait, ces plots sont quasiment circulaires, avec une diamètre de l'ordre de 250nm), la rotation Kerr diminue. Nous n'avons donc pas d'explication définitive à proposer quant à l'évolution de la rotation Kerr avec la dimension des plots. On peut supposer qu'il s'agit d'un effet combiné de la surface magnétique et de l'état de surface des plots.

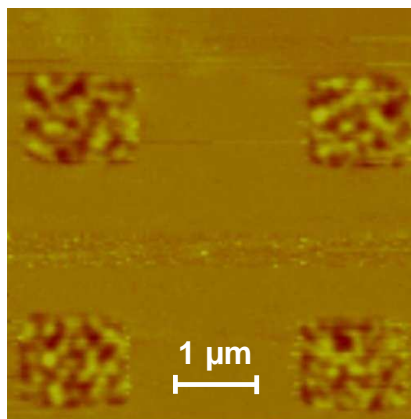
Malgré cette évolution un peu surprenante de l'amplitude du signal mesuré par effet Kerr, il est toutefois utile de ne pas normaliser les cycles afin de pouvoir les comparer entre eux. En effet, les cycles obtenus pour les réseaux de plots, quelle que soit leur taille caractéristique, sont similaires à celui du film recuit, à la valeur de la rotation Kerr près. En conséquence, si l'on normalise les cycles, il devient alors difficile de les distinguer, puisqu'ils se superposent parfaitement. Cela signifie donc que dans la limite des dimensions que nous avons considérées, la structuration des multicouches $(\text{Co}_{0,6}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{7x}$ n'affecte en rien les propriétés magnétiques du matériau.

L'invariance des propriétés magnétiques des multicouches $(\text{Co}_{0,6}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{7x}$, du film continu aux plots de 200nm , se retrouve également dans la configuration micromagnétique qu'adoptent ces différents échantillons après désaimantation perpendiculaire. Tous les plots observés s'organisent dans une configuration multidomaine, et ce quelle que soit leur taille caractéristique (cf. fig. 4-8). On ne note d'ailleurs quasiment aucune différence entre les configurations des plots de $1\mu\text{m}$ et 500nm : toutes deux sont analogues à celle observée pour le film continu. Dans le cas des plots de $\approx 200\text{nm}$, la surface magnétique est trop faible pour que l'on puisse affirmer que la configuration magnétique s'apparente à celle du film continu. Toutefois, tous ces plots comptent deux à trois domaines, de dimension légèrement inférieure à 150nm .

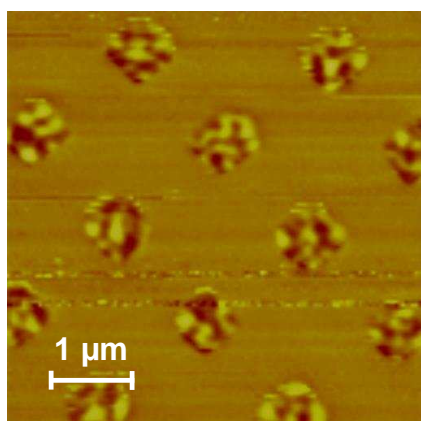
a) Film recuit 6h à 180°C



b) Plots de $\approx 1\mu\text{m}$



c) Plots de $\approx 500\text{nm}$



d) Plots de $\approx 200\text{nm}$

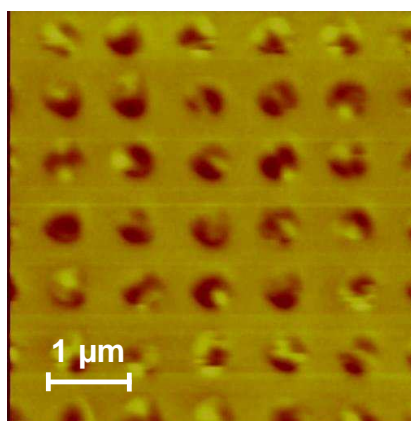


Figure 4-8 : Observation par MFM de la configuration micromagnétique de l'ensemble des échantillons réalisés à partir d'une multicouche $(\text{Co}_{0,6}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{7x}$ déposée sur Si(100). Les observations sont réalisées après désaimantation des échantillons en champ perpendiculaire alternatif (à l'AGFM dans les conditions suivantes : $H_{\text{max}}=13\text{kOe}$, par pas de 0,1%), avec la pointe MFM aimantée perpendiculairement au plan du substrat. Toutes les images sont à la même échelle, et mesurent $5\mu\text{m}$ de côté.

III. Etude du renversement en régime quasi-statique

Les résultats obtenus par effet Kerr et par MFM sur l'évolution des propriétés magnétiques des échantillons suite à la structuration permet d'apporter quelques informations quant au mode de renversement d'aimantation dans nos échantillons. Dans un premier temps, nous essaierons de rapprocher les résultats obtenus pour comparer les matériaux étudiés entre eux. Nous décrirons ensuite une étude de renversement par approche statique réalisée sur des plots de multicouches $(\text{Co}_{0,4}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{8x}$.

III.A. Deux comportements distincts

Nous avons montré précédemment en quoi les propriétés magnétiques des films d'anisotropie perpendiculaire se trouvaient modifiées lorsqu'ils étaient structurés sous forme de réseaux de plots. A partir de cette étude se distinguent deux comportements très différents :

- Pour les films $(\text{Co}_{0,6}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{7x}$, les réseaux de plots démontrent exactement les mêmes propriétés magnétiques que le film continu de référence. Il est de ce point de vue tout à fait remarquable que ni le champ coercitif, ni le champ à saturation ne varie lorsque l'on structure cette multicouche.
- L'alliage CoPt_3 , ainsi que la multicouche $(\text{Co}_{0,4}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{8x}$ donnent lieu aux mêmes évolutions sous l'effet de la micro-/nanostructuration. Pour ces deux matériaux, le passage du film continu aux réseaux de structures confinées latéralement se traduit par une augmentation très nette du champ coercitif (collectif) des plots. Parallèlement, on note une évolution de la structure en domaine des échantillons. Ainsi, dans les deux cas, on a pu observer que la majorité des objets de dimension inférieure à 500nm ne présentait plus qu'un seul domaine magnétique après désaimantation perpendiculaire.

La nanostructuration a donc entraîné une modification des propriétés magnétiques pour les matériaux les plus anisotropes uniquement. Ce qui frappe alors n'est pas tant l'existence de comportements différents d'un matériau à l'autre, mais bien les similitudes observées entre l'alliage CoPt_3 et la multicouche $(\text{Co}_{0,4}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{8x}$. En effet, dans les deux cas, le champ coercitif double quasiment quand on passe du film continu aux plots de 200nm, tandis que ces mêmes plots de 200nm sont tous monodomaines après désaimantation perpendiculaire.

III.B. CoPt_3 et $(\text{Co}_{0,4}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{8x}$: un comportement semblable

On peut alors essayer de rechercher ce qui rapproche ces deux matériaux. Pour cela, il est intéressant de revenir sur les propriétés de ces matériaux, à commencer par celles des films continus.

1) Retour sur les propriétés des films continus

La figure 4-9 reprend quelques résultats présentés dans le chapitre 3 pour mieux faire apparaître les similitudes entre l'alliage CoPt_3 et la multicouche $(\text{Co}_{0,4}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{8x}$.

Après désaimantation perpendiculaire en champ alternatif, les structures en domaines des deux matériaux présentent un certain nombre de traits communs. Tout d'abord, les domaines s'organisent dans une configuration du type « labyrinthe » caractéristique de l'anisotropie perpendiculaire de ces films. Ensuite, on observe dans les deux cas une distribution assez étendue de largeurs de domaines, même si les valeurs moyennes ne sont pas identiques : les domaines présents dans le film d'alliage sont en moyenne un peu plus larges ($\approx 250\text{nm}$ contre 200 nm environ dans la multicouche $(\text{Co}_{0,4}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{8x}$). Néanmoins, dans les deux cas, la largeur moyenne est comparable à la dimension des plus petites structures que nous avons réalisées.

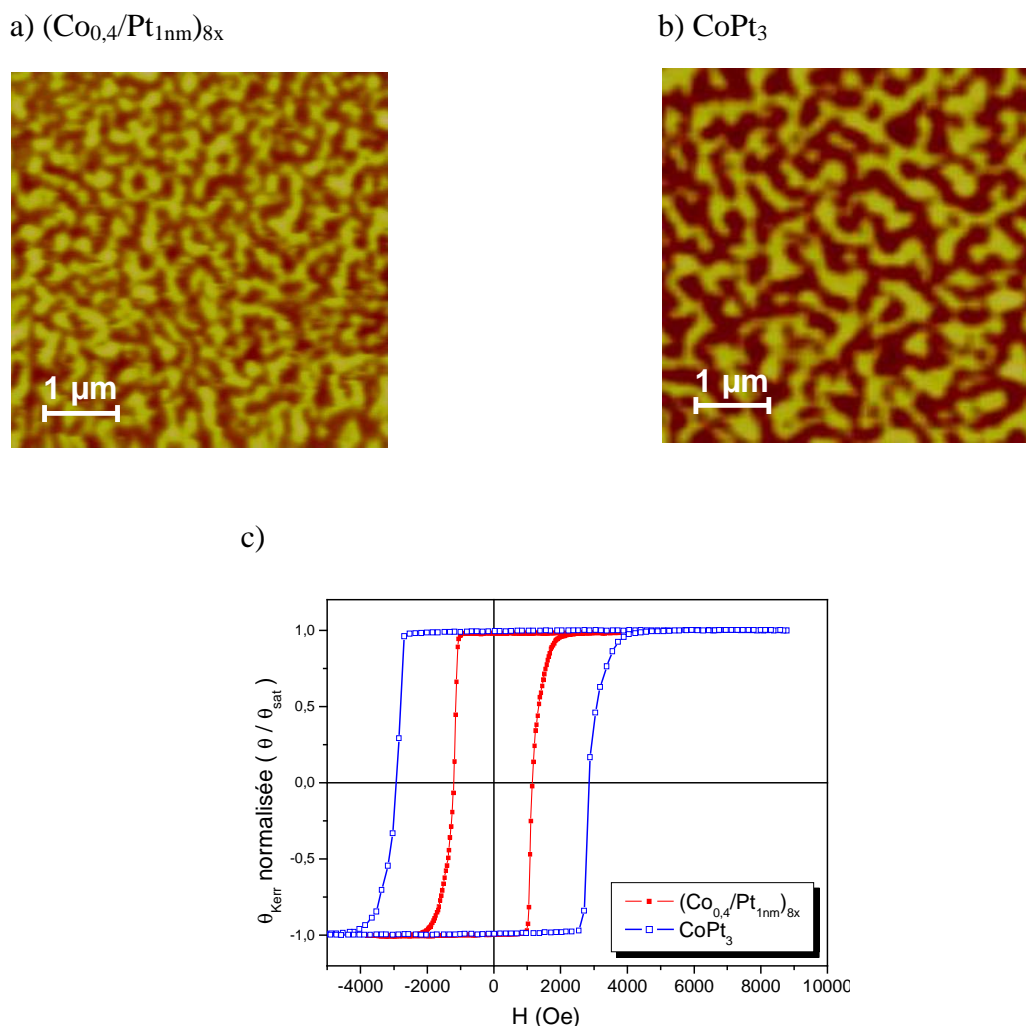


Figure 4-9 : Récapitulatif des propriétés magnétiques des films continus d’alliage CoPt_3 et de la multicouche $(\text{Co}_{0,4}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{8x}$ recuite 6h à 180°C . Observation MFM de la configuration en domaines des films d’alliage (a) et de multicouche (b) après désaimantation perpendiculaire. Les deux images sont à la même échelle et mesurent $5\mu\text{m}$ de côté. En c) figurent les cycles d’hystérésis normalisés des deux échantillons.

Cependant, l’analogie la plus manifeste réside dans la forme des cycles d’hystérésis. Mêmes si les champs caractéristiques (comme le champ de nucléation ou le champ coercitif) dépendent du matériau, le renversement s’opère de la même façon. Après un renversement très rapide à partir du champ de nucléation, ce qui se traduit par une valeur de H_c très proche de H_n , le renversement d’aimantation ralentit et on observe

une courbure du cycle d'hystérésis à l'approche de la saturation. Ce comportement est caractéristique d'un renversement d'aimantation dominé par une propagation de domaine rapide après quelques rares événements de nucléation. L'infléchissement du cycle à proximité de la saturation traduit alors le piégeage des parois de domaines sur certains défauts présents dans le matériaux, ce qui « ralentit » le mécanisme de renversement d'aimantation. Pour saturer l'échantillon, il faut appliquer un champ magnétique plus important afin de « dépiéger » les parois et renverser l'aimantation dans ces zones dures.

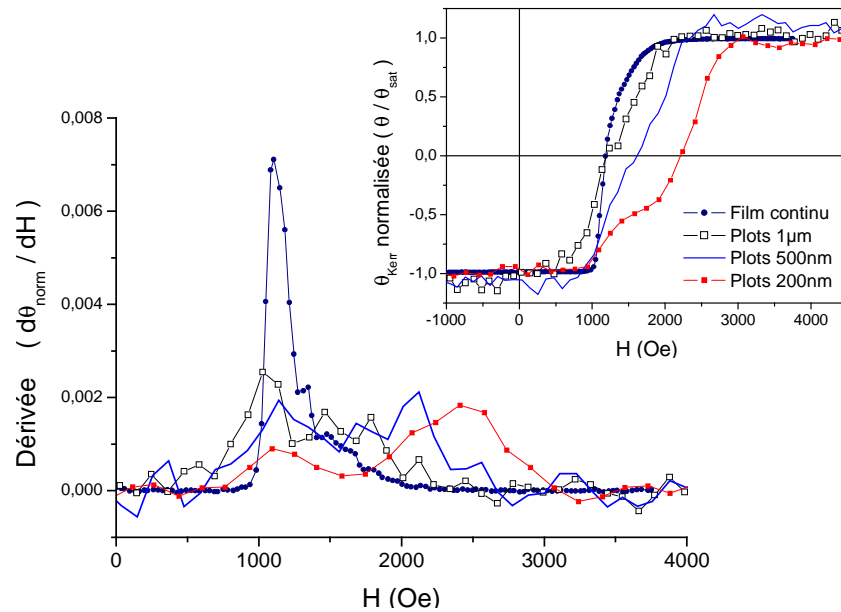
2) Effet de la structuration : apport à l'étude du renversement

L'augmentation du champ coercitif observée lorsque l'on structure les films d'alliage ou les multicouches d'épaisseur nominale $t_{Co}=0,4\text{nm}$ provient du mode de renversement d'aimantation dans les films continus. En effet, dans le cas d'un réseau de structures magnétiques découplées, la propagation des domaines est limitée à la surface d'une structure. Ce phénomène est mis en évidence sur la figure 4-10 par l'évolution de la dérivée des cycles d'hystérésis lorsque l'on passe des films continus aux réseaux de plots.

Pour les films continus de CoPt_3 ou de $(\text{Co}_{0,4}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{8\text{x}}$, la prépondérance des phénomènes de propagation dans le renversement d'aimantation se traduit sur la dérivée ($d\theta/dH$) par un pic étroit centré sur le champ coercitif. Dans chaque cas, ce pic s'élargit à sa base, du côté des champs élevés : cette particularité peut être attribuée à l'annihilation des derniers domaines bloqués sur des centres de piégeage.

A l'inverse, dans le cas des réseaux de plots, la dérivée ($d\theta/dH$) présente un pic assez large, beaucoup moins bien défini que celui obtenu pour les films continus. A mesure que la taille des plots diminue, ces caractéristiques deviennent de plus en plus marquées.

a) Multicouche $(\text{Co}_{0,4}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{8x}$



b) Alliage CoPt_3

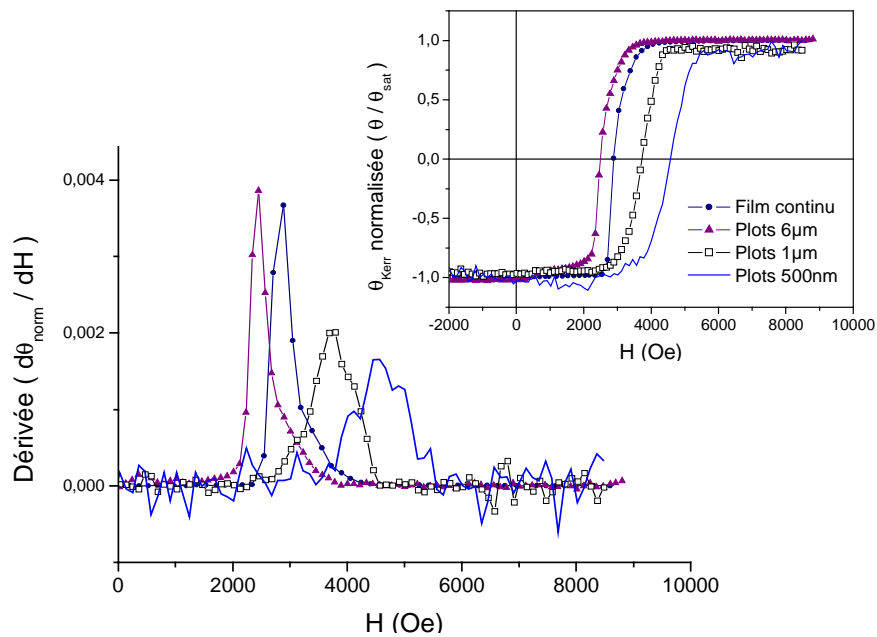


Figure 4-10 : Etude du mode de renversement de l'aimantation dans les réseaux de plots réalisés à partir de la multicouche $(\text{Co}_{0,4}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{8x}$ déposée sur Si(100) (a), et des films d'alliage CoPt_3 (b). Pour chaque échantillon, la figure principale présente la dérivée ($d\theta/dH$) d'une branche des cycles d'hystérésis relevés par effet Kerr, lesquelles sont portées en insert.

- Lorsque l'on passe de la multicouche continue $(\text{Co}_{0,4}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{8x}$ aux plots de 200nm, on assiste au dédoublement progressif du pic.
Dans le cas de l'alliage CoPt_3 , le renversement des plots de $6\mu\text{m}$ se caractérise également par la présence de deux pic distincts. Le pic principal est fin, et globalement très similaire à celui du film continu, quoique décalé vers les champs plus faible. On note également un pic peu intense centré sur 400 Oe, qui correspond aux quelques pourcents de l'aimantations renversés à faible champ. Le pic obtenu pour les plots de $1\mu\text{m}$ se caractérise par un épaulement aux champs faibles (contrairement à ce que l'on observait pour le film continu). Enfin, le résultat obtenu pour les plots de 500nm résulte vraisemblablement de la superposition de plusieurs pics distincts.

- A mesure que la taille des plots diminue, on note également un élargissement du pic de la dérivée $(d\theta/dH)$ alors que le champ pour lequel débute le renversement ne varie pas significativement. Cet élargissement signifie que le renversement complet de l'aimantation se produit sur une gamme de champ plus étendue. Il peut également apparaître comme une conséquence de l'évolution de la forme globale du pic.

L'évolution des cycles d'hystérésis, et par suite, de la forme du pic de la dérivée $(d\theta/dH)$ s'interprètent bien dans le contexte d'un changement de mode de renversement. En passant des films continus aux réseaux de plots, on passe d'un système dominé par la propagation des parois de domaines, à un mode de renversement dominé par la nucléation. Cela se comprend aisément : en partant d'une configuration où tous les plots sont saturés dans une direction (up ou down), le renversement complet de l'aimantation suppose la nucléation d'un domaine dans chacun des plots. Dès lors, à mesure que l'on réduit la taille des structures la contribution des phénomènes de propagation, encore importants pour les plots de $6\mu\text{m}$ par exemple, diminue. On finit par ne sonder que la distribution des champs de nucléation des plots. Le changement de forme des pics $(d\theta/dH)$, voire le dédoublement de ce pic dans le cas des multicouches $(\text{Co}_{0,4}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{8x}$ traduit

simplement l'existence d'une distribution assez large de champs de nucléation au sein des plots. En conséquence, on ne peut pas réellement parler « du » champ de nucléation pour un réseau de plots : chaque plot donne lieu à un phénomène de nucléation, pour un champ qui varie d'un plot à l'autre. Il nous arrivera toutefois de nous permettre cet abus de langage et de parler du champ de nucléation d'un réseau de plots pour désigner la valeur du champ pour laquelle débute le renversement d'aimantation. Rigoureusement, cette valeur représente le champ de nucléation le plus faible.

On peut alors s'interroger sur l'origine des centres de nucléation au sein des plots. Pour les plots de CoPt_3 de $6\mu\text{m}$ ainsi que pour les plots de $(\text{Co}_{0,4}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{8x}$ (quelle que soit leur dimension d), le renversement débute pour une valeur inférieure au champ de nucléation des films continus. Cet élément plaide pour une origine « extrinsèque » des centres de nucléation : la structuration des films aurait créé dans les plots un certain nombre de défauts à même de jouer le rôle de centres de nucléation.

Toutefois, dans le cas des plots de CoPt_3 de dimension $1\mu\text{m}$ et 500nm , le champ de nucléation reste comparable, voire légèrement supérieur à celui relevé pour le film continu. Dans ce cas, il est donc difficile de croire que l'ensemble des centres de nucléation provienne de défauts engendrés par la structuration. Il est très vraisemblable que le renversement se produise, pour ces échantillons, à partir de certains centres « intrinsèques », présents initialement dans le film continu.

La coexistence, au sein d'un même réseau de plots, de mécanismes intrinsèques et extrinsèques pourrait alors permettre d'expliquer le dédoublement du pic de la dérivée pour les plots de $(\text{Co}_{0,4}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{8x}$. Chaque pic correspondrait alors à un certain type de centres de nucléation. On ne peut toutefois pas exclure que le dédoublement du pic reflète en réalité la forme réelle de la distribution de champs de nucléation présents dans le films continus. La réalisation de réseaux de plots aurait alors simplement permis de révéler l'étendue de cette distribution, en bloquant les phénomènes de propagation qui dominent le renversement d'aimantation dans le film continu.

3) Interprétation des configurations magnétiques désaimantées

L'augmentation du champ coercitif moyen des réseaux de plots de CoPt_3 et de multicouche $(\text{Co}_{0,4}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{8x}$ lorsque la taille des plots diminue s'accompagne d'un changement de la configuration magnétique obtenue après désaimantation en champ alternatif. On peut alors se demander dans quelle mesure la configuration en domaines observée après ce type de désaimantation nous renseigne sur les mécanismes du renversement de l'aimantation des plots. En particulier, puisque les plots de 200nm, de dimension comparable à la largeur des domaines obtenus pour les films continus, sont toujours observés dans un état monodomaine, on peut se demander si l'état désaimanté correspond à la configuration de moindre énergie.

A vrai dire, il convient de remarquer dans un premier temps que le terme « configuration après désaimantation perpendiculaire » est trompeur, en ce sens qu'il laisse entendre que le mode de renversement tel qu'on l'a décrit conduit à un résultat univoque. La figure 4-11 montre au contraire que la configuration obtenue dépend directement des conditions particulières utilisées lors de la désaimantation.

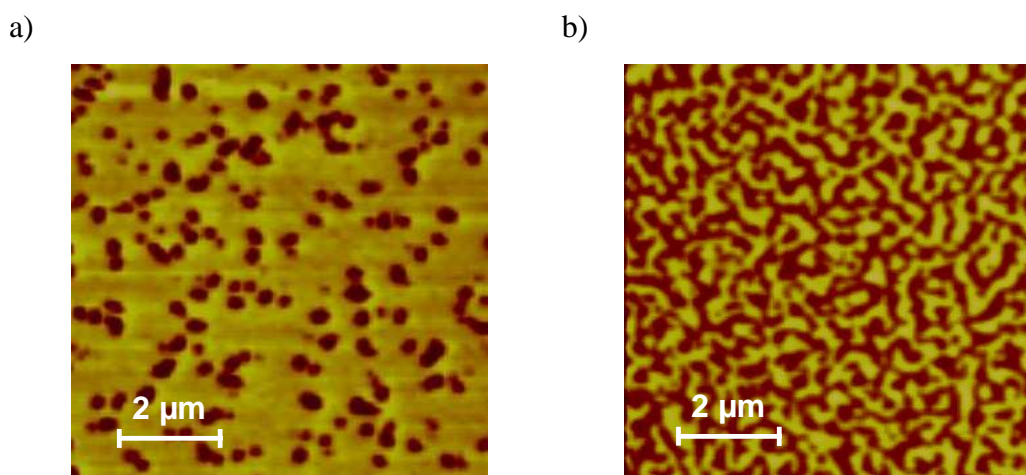


Figure 4-11 : Deux observations par MFM du film continu de CoPt_3 après désaimantation perpendiculaire en champ alternatif. Dans les deux cas, le champ maximal appliqué est de 13kOe ; seul le pas de la désaimantation varie : 0,5% en a) et 0,1% (soit, le pas le plus fin que l'on puisse appliquer) en b). Les deux images mesurent $8\mu\text{m}$ de côté.

Un travail mené au laboratoire en collaboration avec M. Abes sur des plots d'alliage CoPt a permis d'apporter une réponse plus claire encore. A partir d'un film CoPt à forte anisotropie perpendiculaire (K_u de l'ordre de $15.10^6 \text{ erg.cm}^{-3}$), on a réalisé par lithographie électronique et gravure ionique des réseaux de plots de taille décroissante. La configuration en domaines produite par une désaimantation en champ perpendiculaire alternatif a été comparée à celle obtenue après un bref recuit au dessus de la température de Curie ^[Abe 06]. La figure 4-12 présente les images MFM obtenues après chacun des traitements précédents, ainsi que la configuration micromagnétique du film continu désaimanté en champ alternatif.

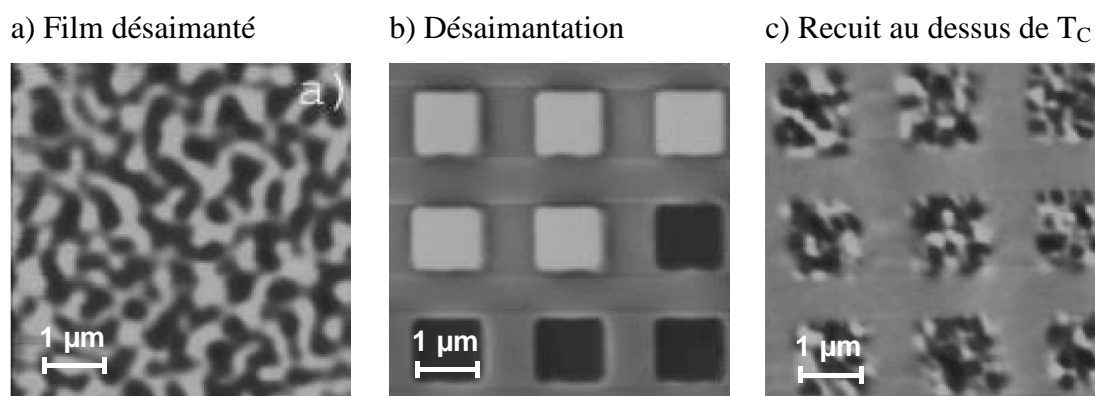


Figure 4-12 : Configuration micromagnétique d'un alliage CoPt avant et après structuration du film continu. Les images b) et c) comparent les structures en domaines des plots de $1\mu\text{m}$ obtenues après recuit bref ($\approx 1\text{min}$) au dessus de T_c ou par désaimantation perpendiculaire en champ alternatif. L'image a) donne la configuration du film continu observée après désaimantation en champ alternatif. Toutes les images mesurent $5,5\mu\text{m}$ de côté.

Dans ce cas, l'ensemble des plots de dimension inférieure ou égale à $1\mu\text{m}$ ne présentent, après désaimantation en champ alternatif qu'un seul domaine magnétique. Toutefois, cette configuration micromagnétique ne correspond pas à l'état thermodynamiquement stable. Des calculs micromagnétiques ont ainsi montré que l'état monodomaine correspondait bien au minimum d'énergie, mais pour des plots de dimension inférieure à 100nm seulement. Expérimentalement, on peut d'ailleurs « faire apparaître » des domaines dans ces plots de $1\mu\text{m}$ en recuisant l'échantillon au dessus de T_c . Il est alors intéressant de constater que les domaines

apparus après recuits sont plus fins que ceux que l'on obtient dans le film continu après désaimantation perpendiculaire.

Manifestement, la configuration micromagnétique observée après désaimantation en champ alternatif est liée aux propriétés intrinsèques du matériau, comme l'anisotropie. Il semble toutefois que la configuration à laquelle on parvient effectivement dépende essentiellement de facteurs cinétiques, comme la vitesse de propagation de domaines, et ne rende pas compte de l'état stable thermodynamiquement.

III.C. Renversement d'aimantation des plots de $(\text{Co}_{0,4}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{8x}$

La configuration en domaines observée après désaimantation en champ alternatif n'apporte pas directement d'information sur les mécanismes de renversement d'aimantation dans les réseaux de plots. Pour étayer les conclusions tirées de l'étude des cycles d'hystérésis des plots de dimension décroissante, nous avons donc dû procéder différemment.

1) Principe de l'étude

Il s'agit ici d'imager par MFM la configuration magnétique à l'état rémanent d'un échantillon, initialement saturé, soumis un bref instant à un champ d'amplitude donnée, et de direction opposée au champ de saturation. Le protocole utilisé est simple.

- L'échantillon est placé dans l'entrefer d'un électroaimant et soumis quelques instants à un champ négatif de 13kOe, perpendiculairement au plan du substrat. Cet état tient lieu de configuration de référence. La figure 4-13 montre que tous les plots sont monodomaines, ce qui correspond au fait que quelle que soit la taille des plots, la rémanence est de 100%.

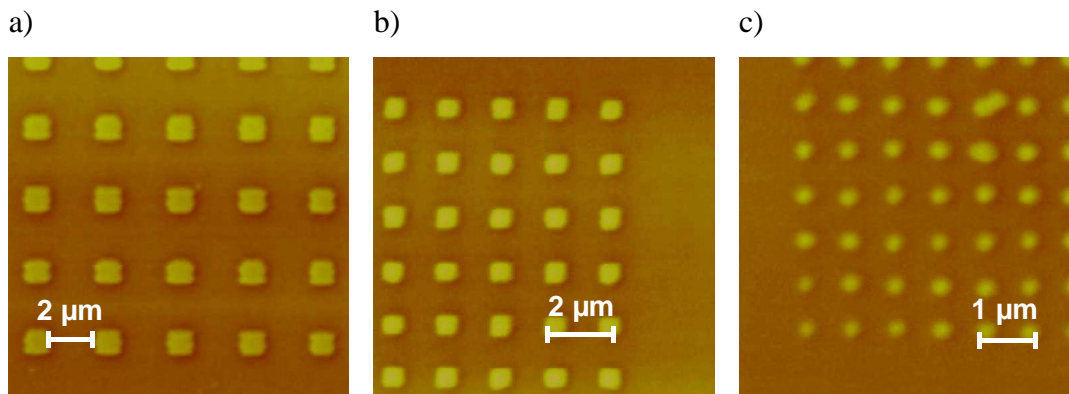


Figure 4-13 : Observations par MFM de la structure en domaines des réseaux de plots de $1\mu\text{m}$, 500nm et 200nm (images a, b et c respectivement) après avoir appliqué un champ de 13kOe durant quelques secondes. A la rémanence, tous les plots, quelle que soit leur taille, sont monodomaines avec leur aimantation perpendiculaire au plan de l'échantillon.

- Le champ négatif est coupé, puis on applique un champ positif d'amplitude H_0 , toujours en configuration perpendiculaire. Le champ positif est appliqué instantanément si bien qu'un overshoot au dessus de la valeur de consigne n'est pas à exclure. Toutefois la valeur réelle du champ H_0 ne revêt pas une importance capitale, de sorte que nous n'avons pas cherché à évaluer ce phénomène. Le champ est maintenu à la valeur de consigne H_0 pendant 3s avant d'être coupé brutalement.
- La configuration en domaines à l'état rémanent est visualisée par MFM.
- Le processus est reproduit pour des champs positifs d'amplitude croissante. La même zone a été imagée chaque fois pour toutes les valeurs de H_0 , afin de pouvoir suivre l'évolution de la configuration en domaines d'un ensemble donné de plots.

2) Propriétés magnétiques de l'échantillon étudié

Précisons ici que cette série d'observations a été réalisée sur des réseaux de plots obtenus par structuration d'une multicouche $(\text{Co}_{0,4}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{8x}$ déposée sur verre. Dans le cas de nos multicouches, pour une épaisseur nominale de cobalt t_{Co} donnée, l'utilisation du verre ou d'un substrat Si (100) change très peu les propriétés magnétiques des films continus (cf. chapitre 3). Seules changent les valeurs des

champs caractéristiques, comme le champ coercitif, lorsque l'on utilise un substrat plutôt qu'un autre. Il en va de même lorsque l'on structure les films continus sous forme de réseaux de plots. L'ensemble des observations qui ont été faites quant aux conséquences de la structuration de la multicouche $(\text{Co}_{0,4}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{8x}$ déposée sur Si(100), et toutes les conclusions qui en ont été tirées restent valables dans le cas d'une multicouche déposée sur verre. Toutefois, dans la mesure où les champs caractéristiques ne sont pas les mêmes pour les plots issus des films déposés sur verre ou sur Si, il a été jugé préférable d'apporter cette précision. La figure 4-14 reprend les caractérisations effectuées sur ces échantillons par effet Kerr et permet d'illustrer les similitudes entre les échantillons réalisés sur verre et sur Si (100).

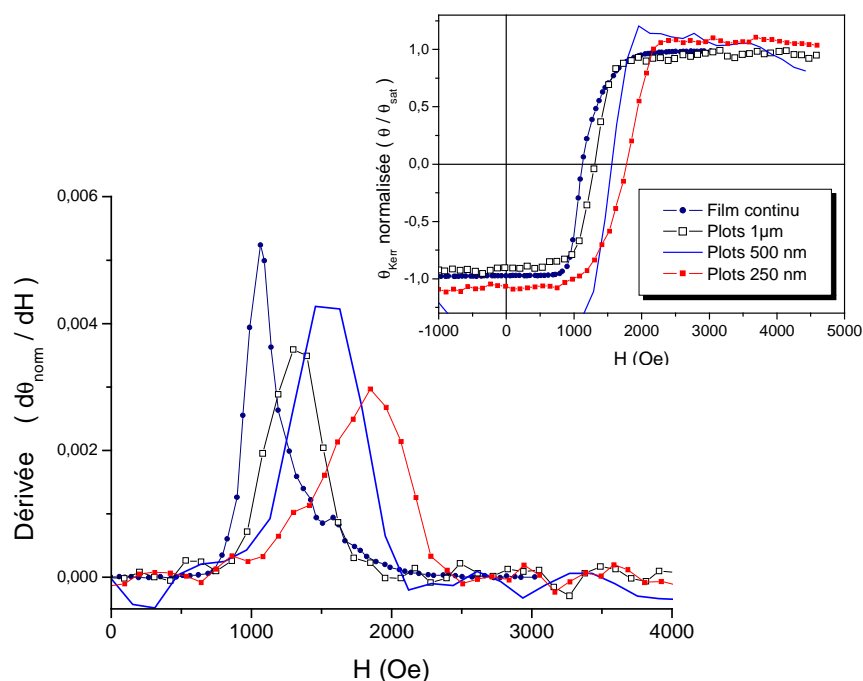


Figure 4-14 : Etude du renversement de l'aimantation dans les réseaux de plots réalisés à partir de la multicouche $(\text{Co}_{0,4}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{8x}$ déposée sur verre. La figure principale présente les dérivées ($d\theta/dH$) des branches de cycles d'hystérésis portées en insert.

3) Résultats

Dans la suite, on présentera pour chacun des réseaux de plots de $1\mu\text{m}$, 500nm et 200nm quelques images MFM caractéristiques des structures en domaines observées à la rémanence (figures 4-15, 16 et 17 respectivement).

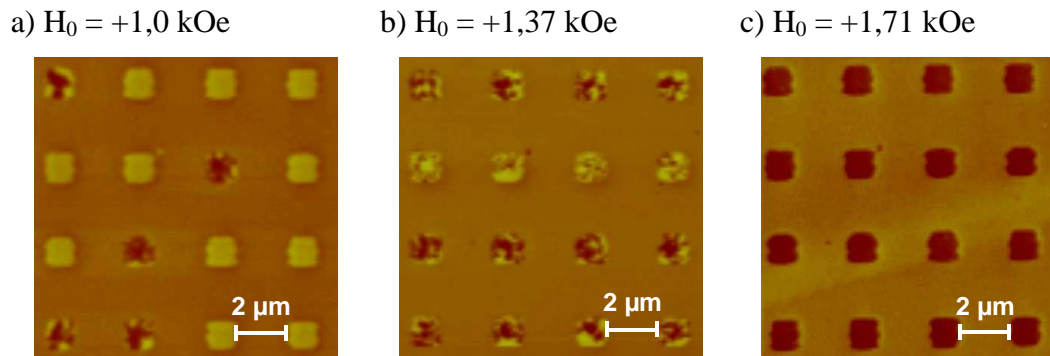


Figure 4-15 : Observations par MFM de l'état rémanent après saturation de l'échantillon (tous les plots apparaissent clairs) et application d'un champ de direction opposée et d'intensité H_0 croissante. Les images présentent le même ensemble de plots de $1\mu\text{m}$ espacés de $2\mu\text{m}$, observés à la même échelle : les images mesurent $11,7\mu\text{m}$ de côté.

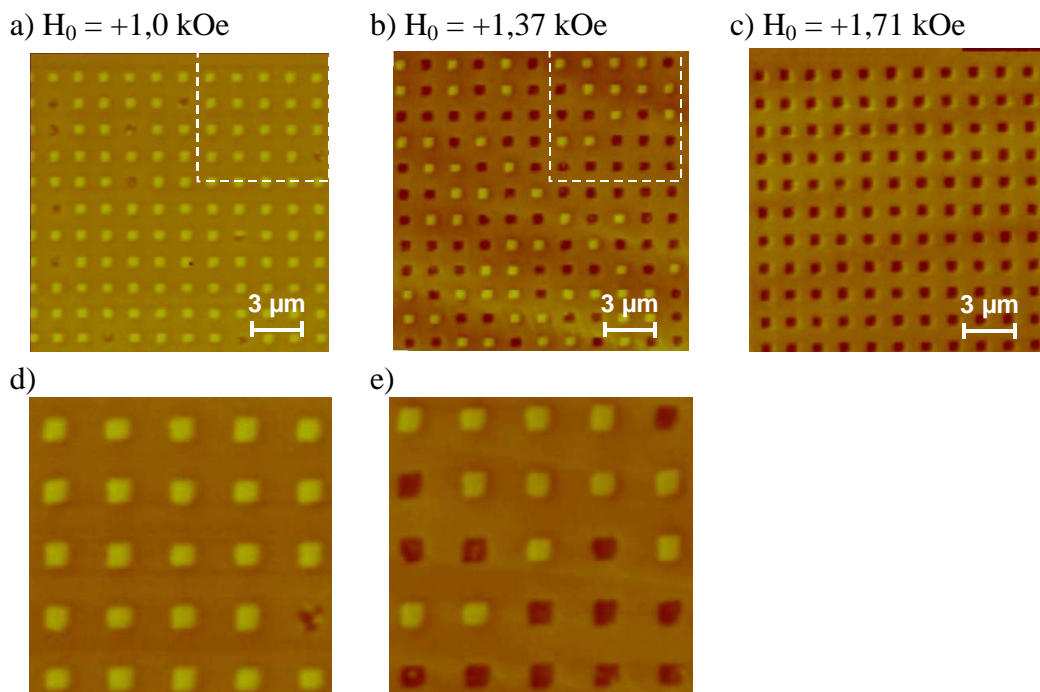


Figure 4-16 : Observations par MFM de l'état magnétique rémanent du réseau de plots de 500nm après application d'un champ H_0 croissant. Les images a), b) et c) sont à la même échelle et mesurent $17,6\mu\text{m}$ de côté. En d) et e) figurent les acquisitions MFM resserrées sur la région inscrite en pointillés sur les images a) et b), pour les mêmes valeurs de champ H_0 .

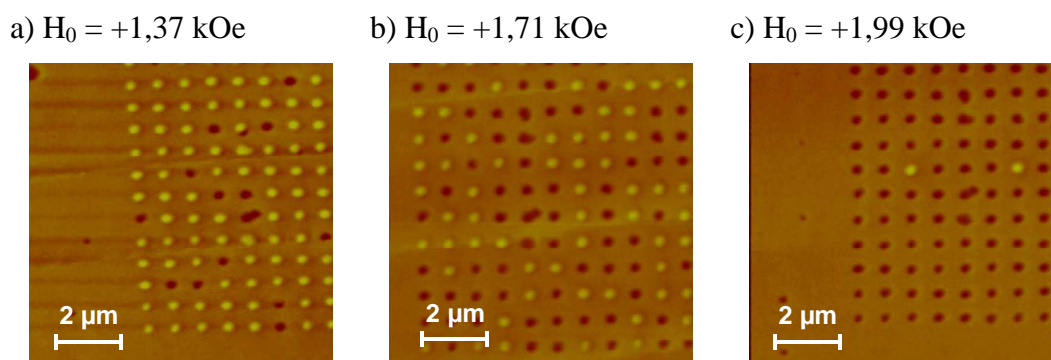


Figure 4-17 : Observations par MFM de l'état magnétique rémanent du réseau de plots de 200nm, après saturation de l'échantillon et application d'un champ de direction opposée, d'intensité H_0 croissante. Les images sont à la même échelle et mesurent $9\mu\text{m}$ de côté.

Cette étude de l'état magnétique rémanent des plots de multicouche $(\text{Co}_{0,4}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{8x}$ permet d'apporter des informations « visuelles » sur le processus de renversement d'aimantation au sein des plots. En particulier, on a la confirmation directe que le renversement au sein des plots s'effectue bien par la nucléation d'un ou plusieurs domaines d'aimantation contraire au sein de chaque plot, ce qui induit cette transition vers un renversement dominé par la nucléation. L'image c) de la figure 4-17 illustre parfaitement l'étendue des champs de nucléation : pour $H_0 = 1,99\text{kOe}$, seuls deux plots restent saturés dans la direction initiale. Alors que tous les autres plots ont vu leur aimantation basculer dans la direction opposée (et apparaissent sombres), l'aimantation de ces deux plots n'a pas changé. Pour les plots de 200nm, on a donc une estimation directe de l'étendue de la distribution des champs de nucléation, entre 1,3 et 2kOe au moins.

A mesure que la dimension des plots diminue, on note aussi que le phénomène de propagation de parois devient négligeable. Il faut rappeler que le protocole adopté pour cette étude ne permet pas de mettre en évidence le déplacement des parois directement, dans la mesure où les échantillons sont resaturés avant l'application d'une valeur supérieure du champ H_0 . Toutefois, l'exemple des plots de $1\mu\text{m}$ est intéressant de ce point de vue. Sur la figure 4-15, on note que pour $H_0=1\text{kOe}$ ou $1,37\text{kOe}$ (images a et b) certains plots sont encore saturés dans la direction initiale

(contraste clair), tandis que tous les plots dont l'aimantation a commencé à se renverser sont multidomaines. Mais, pour $H_0=1,37\text{kOe}$, aucun des plots n'apparaît complètement sombre : le renversement n'est donc pas complet. De 1kOe , où l'on voit déjà le début du renversement, à $1,37\text{kOe}$, on a donc eu propagation de domaines.

Pour les plots plus petits, nous avons pu imager les premiers stades du renversement d'aimantation des plots de 500nm (figure 4-16, images a et d). Là encore, on observe la nucléation de domaines d'aimantation contraire. Par contre, pour les valeurs de champs supérieures, alors que tous les plots ne sont pas encore renversés, à la rémanence, nous n'observons plus ces premiers temps du renversement. Certains plots présentent encore une configuration multidomaine, mais il s'agit alors de domaines stabilisés juste avant annihilation. Pour les plots de 200nm enfin, tous les plots que nous avons pu observer étaient monodomaines. Contrairement aux plots plus larges, il ne nous a pas été possible d'imager directement le renversement d'aimantation dans ces plots.

Il est intéressant de remarquer que les observations réalisées à la rémanence présentent des résultats comparables à ce qu'on obtient après désaimantation perpendiculaire. Dans les deux cas, les plots les plus petits ne présentent toujours qu'un seul domaine. On peut penser que la distance parcourues par les parois de domaines dans la durée d'application du champ (que ce soit par désaimantation en champ alternatif ou dans le cadre de cette expérience en rémanence) devient comparable aux dimensions des plots.

Conclusions du chapitre

En nous limitant aux structures élaborées à partir des films d'alliage CoPt_3 et de multicouches d'épaisseur nominale de cobalt t_{Co} inférieure à 0,6nm, nous avons étudié les propriétés magnétiques des réseaux de plots en régime statique. Les cycles d'hystérésis des différents réseaux de plots ont été relevés par effet Kerr magnéto optique (MOKE) et comparés à ceux décrits dans le chapitre précédent pour les films continus. De la même façon, les configurations magnétiques observées par MFM après désaimantation en champ alternatif ont été comparées lorsque l'on passe du film continu aux plots de 200nm. Deux comportements ont pu être mis en évidence.

Dans le cas de la multicouche $(\text{Co}_{0,6}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{7x}$, aucune différence n'a pu être observée : les cycles d'hystérésis du film et des plots sont identiques et les configurations micromagnétiques à l'état désaimanté restent semblables.

A l'inverse, pour les matériaux plus anisotropes, on note une augmentation très marquée du champ coercitif collectif des plots à mesure que leur dimension caractéristique d diminue. Parallèlement, les plots les plus petits ne présentent plus, après désaimantation, qu'un seul domaine magnétique.

Ce comportement est attribué à un changement dans le mode de renversement lorsque l'on structure les films continus. Les cycles très carrés décrits dans le chapitre précédent pour ces films anisotropes dénotent un renversement d'aimantation dominé par une propagation rapide des domaines à partir d'un petit nombre de centres de nucléation. Lorsque l'on bloque artificiellement la propagation en structurant l'échantillon, c'est le mécanisme de nucléation qui devient prépondérant. L'augmentation du champ coercitif et plus généralement, l'évolution de la dérivée dM/dH rend compte de l'existence d'une distribution de champs de nucléation au sein des plots. A partir de ces éléments, nous n'avons toutefois pas pu conclure quant à l'origine de ces centres de nucléation.

Chapitre 5

Renversement sous champ pulsé

Dans le chapitre précédent, nous avons détaillé l'effet de la structuration des films continus d'anisotropie perpendiculaire sous forme de réseaux de plots sub-microniques. L'étude des propriétés magnétiques de ces échantillons a permis de mettre en évidence un changement dans le mode de renversement, lorsque l'on passe du film aux plots, pour les couches les plus anisotropes tout du moins. En effet, dans les films continus, la propagation des parois de domaines n'est limitée que par l'existence de centres de piégeage, localisés notamment sur les défauts cristallins de la couche. Lorsque l'on réduit latéralement l'échantillon, sous la forme d'un plot de dimension d , on ajoute une contrainte, puisque la propagation est alors également limitée par les bords du plot. Cet effet a d'abord été relevé à partir de l'étude des cycles d'hystérésis : on observe ainsi une augmentation de H_c lorsque la taille des plots diminue. Mais la comparaison des configurations rémanentes des plots de 200nm et 1 μ m, soumis à un champ de renversement statique, a permis d'étayer cette hypothèse. Ainsi, tous les plots de 200nm sont monodomaines (renversés ou non), alors que l'on peut observer certains plots de 1 μ m pour lesquels le renversement d'aimantation est partiel. On peut donc penser que dans le cas des plots de 200nm, la propagation des parois de domaines s'est arrêtée aux bords des plots.

Dans ce chapitre, nous nous intéresserons uniquement aux échantillons de CoPt₃ qui constituent les échantillons les plus anisotropes que nous ayons réalisés. C'est aussi pour ces échantillons de CoPt₃ que la structuration s'est accompagnée du changement de propriétés magnétiques le plus notable. Nous décrirons les résultats tirés de l'observation par MFM de l'état rémanent après désaimantation sous l'effet d'impulsions de champ magnétique de quelques dizaines de nanosecondes. L'utilisation de champs très brefs nous permettra en particulier de visualiser et de suivre les tous premiers stades du renversement qui suivent l'étape de nucléation.

I. Réalisation de l'étude

Dans ce chapitre, on s'intéressera à l'état rémanent d'un ensemble de plots, initialement saturés, et désaimantés plus ou moins complètement par des impulsions de champ magnétique brèves produites par des microbobines. Les résultats présentés sont déduits de l'observation par MFM de l'état magnétique rémanent de ces ensembles de plots pour des conditions de désaimantation variables (nombre et intensité des impulsions). Dans le principe, cette étude est comparable à celle qui a été décrite au chapitre précédent sur les plots de 200nm obtenus à partir du film multicouche $(\text{Co}_{0,4}/\text{Pt}_{1\text{nm}})_{8x}$. La différence essentielle tient au fait que le champ de renversement prend ici la forme d'une série d'impulsions brèves (de l'ordre de quelques 10^{-8} s).

L'utilisation des microbobines permet une certaine souplesse d'utilisation par comparaison aux désaimantations effectuées dans l'électroaimant d'un magnétomètre par exemple. Ainsi, le champ est créé localement au niveau de l'échantillon. Il n'est donc pas nécessaire de sortir l'échantillon du microscope à force magnétique pour passer d'une configuration magnétique à une autre. A l'aide d'un générateur d'impulsions bipolaire, on peut en effet saturer l'échantillon par une série d'impulsions de polarité donnée ; le champ de désaimantation est alors produit en délivrant une ou plusieurs impulsions d'intensité contrôlée dans la microbobine. Notons toutefois qu'il n'est pas possible d'appliquer les impulsions en cours d'acquisition d'une image. Soumise à un champ impulsionnel, la pointe subirait une force intense qui l'amènerait à s'écraser sur la surface de l'échantillon. C'est aussi pourquoi nous observons par cette méthode l'état rémanent après l'application d'un certain nombre d'impulsions.

Nous donnons également ici la forme des impulsions de champ qui ont été utilisées pour les études décrites de ce chapitre. Au cours de ce travail de thèse, différentes modifications ont été apportées au générateur, si bien que la forme d'onde des impulsions a pu varier légèrement. L'ensemble des résultats présentés dans la suite sont obtenus en utilisant des impulsions de 22 et de 34 ns. La figure 5-1 donne une idée de la forme d'onde de ces impulsions, pour une valeur de un champ magnétique d'intensité crête de l'ordre de 8,5 kOe au centre des bobines.

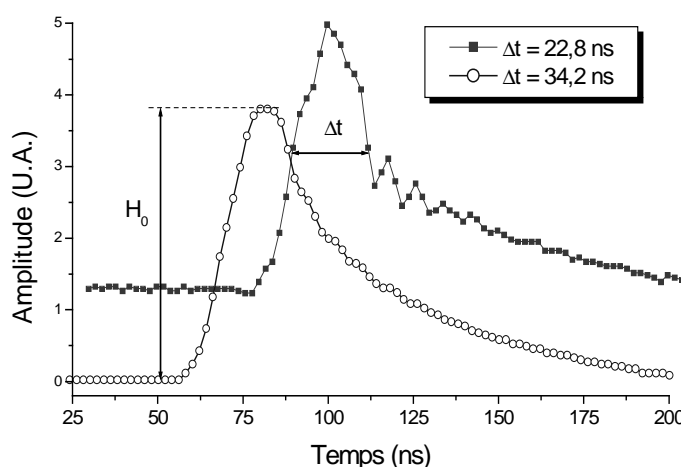


Figure 5-1 : Enregistrement de la tension lue au shunt de mesure pour les impulsions utilisées dans les études décrites dans ce chapitre. Le champ magnétique créé par les microbobines reproduit les formes d'ondes présentées ici.

Dans la suite, les impulsions de champ magnétique seront désignées par leur intensité H_0 et leur durée Δt . L'intensité est déterminée à partir de la valeur maximale de l'impulsion de courant. La durée Δt se comprend alors comme la largeur à mi hauteur (FWMH) de l'onde. On peut également définir le temps de montée de l'impulsion. Cette valeur τ_m représente la durée nécessaire pour que l'intensité passe de 10 à 90% de H_0 . Dans la suite, lorsqu'il a fallu réaliser des traitements quantitatifs faisant intervenir la durée ou l'intensité des impulsions, nous avons utilisé ces valeurs Δt et H_0 respectivement. Cette procédure revient en quelque sorte à assimiler nos impulsions à des créneaux de hauteur H_0 et de durée Δt .

Les deux impulsions présentées sur la figure 5-1 sont légèrement différentes. En particulier, l'impulsion la plus brève se caractérise par la présence d'une succession de pics peu intenses dans la descente. Les modifications apportées au générateur pour éliminer ces oscillations ont provoqué l'élargissement de l'impulsion, qui passe de 22 à 34ns. Toutefois, malgré cette différence de durée, on peut remarquer que le temps de montée des deux impulsions est identique et vaut $\tau_m = 15\text{ns}$.

L'augmentation de l'intensité des impulsions se traduit également par une légère modification de la forme d'onde. La figure 5-2 présente la forme des impulsions d'amplitude 4,5 à 12kOe. On note ainsi que lorsque H_0 passe de 4,5 à 12kOe, les impulsions s'affinent et Δt passe ainsi de 24 à 22ns ($\pm 1\text{ns}$). Cet élargissement des impulsions reste relativement faible, mais nous en avons tout de même tenu compte. Par conséquent, chaque fois que la durée des impulsions importera, c'est la valeur de Δt mesurée à partir des impulsions de tensions relevées aux bornes de la résistance de shunt qui a été utilisée.

A l'inverse, le temps de montée τ_m ne dépend pas de l'intensité des impulsions. Aux incertitudes près, τ_m reste égal à 15ns. Il apparaît donc que le temps de montée ne dépend ni de l'intensité H_0 , ni de la durée Δt des impulsions.

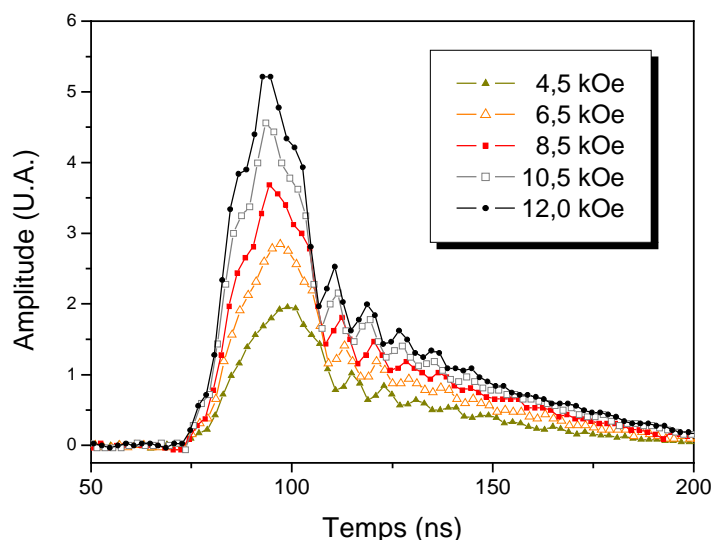


Figure 5-2 : Evolution de la forme d'onde des impulsions en fonction de l'intensité H_0 . Les impulsions sont relevées aux bornes du shunt de mesure du générateur.

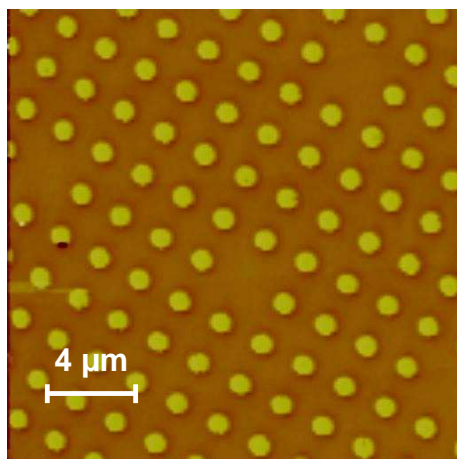
II. Description de l'état rémanent

Dans un premier temps, nous donnerons quelques aspects qualitatifs du renversement de l'aimantation des nanostructures réalisées à partir des films de CoPt_3 . Ces considérations sont tirées de l'observation de la configuration magnétique rémanente des réseaux de plots suite à l'application d'impulsions de champ brèves. On s'intéressera tout particulièrement aux tous premiers stades du renversement, en détaillant les configurations obtenues sous l'effet d'une impulsion unique d'amplitude variable.

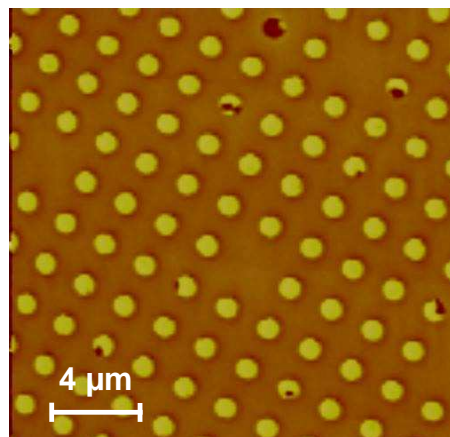
II.A. Plots de $1\mu\text{m}$

La figure 5-3 présente les configurations magnétiques à la rémanence des plots de $1\mu\text{m}$ soumis à une impulsion unique d'amplitude croissante de 4,5 à 10,5kOe. L'image b) montre que pour $H_0=6,5\text{kOe}$, sept plots (initialement clairs) ont commencé à se renverser ; tous présentent une configuration multidomaine, caractérisée par la présence d'une région sombre plus ou moins étendue. Le renversement d'aimantation a donc lieu, dans ce cas également, par nucléation et propagation de domaines d'aimantation contraire. Le mécanisme de renversement d'aimantation reste donc le même que le champ soit délivré par un électroaimant (et appliqué quelques secondes) ou sous la forme d'une impulsion de quelques dizaines de nanosecondes.

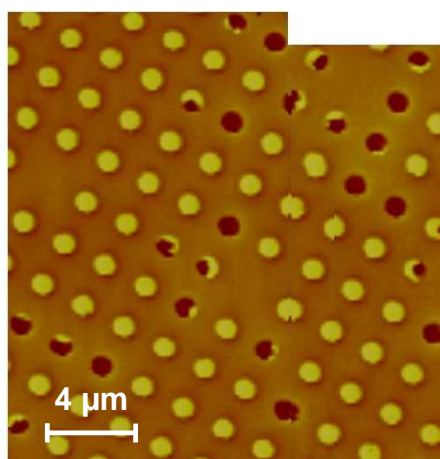
a) $H_0 = 4,5$ kOe



b) $H_0 = 6,5$ kOe



c) $H_0 = 8,5$ kOe



d) $H_0 = 10,5$ kOe

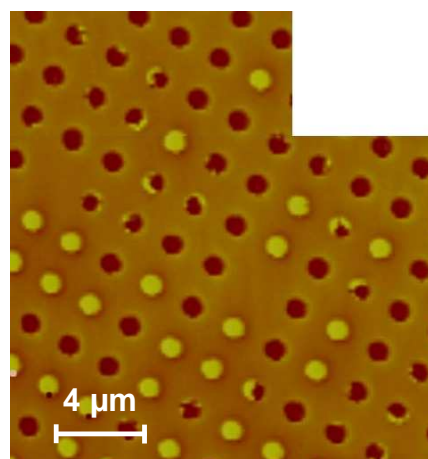


Figure 5-3 : Observation par MFM de l'état rémanent d'un même ensemble de plots, initialement saturés (contraste clair), et soumis à une impulsion unique de 22ns, d'amplitude H_0 croissante de 4,5 à 10,5 kOe. Afin de pouvoir montrer la même région de l'échantillon pour toutes les valeurs de H_0 , il a fallu, pour les images c) et d), superposer deux images légèrement décalées l'une par rapport à l'autre (d'où la forme des images).

On constate alors une évolution de la configuration rémanente à mesure qu'augmente l'intensité du champ pulsé. Ainsi, pour $H_0=6,5$ kOe, les quelques domaines sombres présents sont assez peu étendus, et aucun des plots n'est complètement renversé. A l'inverse, pour $H_0=8,5$ kOe (et de façon plus marquée encore pour 10,5kOe) on constate la présence de plots monodomaines, avec leur aimantation complètement

renversée. Plus généralement les domaines d'aimantation contraire observés à la rémanence sont plus étendus lorsque l'intensité de l'impulsion augmente.

Il est difficile d'avancer une raison univoque à ce phénomène. Dès qu'un domaine est créé dans un plot, la propagation de ses parois sera d'autant plus rapide que le champ est élevé. En effet, plus le champ de renversement est élevé, plus la probabilité qu'une paroi de domaine franchisse un centre de piégeage est grande. Concrètement, cela se traduit par une augmentation de la vitesse de propagation quand H_0 augmente. Néanmoins, l'augmentation de H_0 joue également sur la probabilité de créer un domaine au sein des plots [Kir. 97]. L'évolution de la configuration rémanente observée sur la figure 5-3, lorsque H_0 augmente, proviendrait alors de la nucléation, puis de la propagation, d'un plus grand nombre de domaine, et pas seulement d'une propagation plus rapide.

Dans la mesure où notre approche consiste à étudier l'état rémanent consécutif à un processus d'aimantation donné et non ce processus directement, nous ne pouvons pas réellement discriminer entre ces deux interprétations. Toutefois, nous pouvons essayer d'estimer la vitesse de propagation des domaines. Pour cela, nous avons comparé la configuration magnétique des plots après une première impulsion d'intensité H_0 , puis suite à une seconde, appliquée sans resaturer l'échantillon au préalable. A partir des résultats précédents, nous nous sommes placés dans deux configuration extrêmes, c'est à dire en travaillant avec deux valeurs de H_0 : 4,7kOe et 10,5kOe. Ces deux configurations correspondent respectivement aux cas d'une propagation très limitée, et d'une propagation beaucoup plus rapide. Les observations réalisées par MFM dans ces quatre configurations sont présentées sur la figure 5-4.

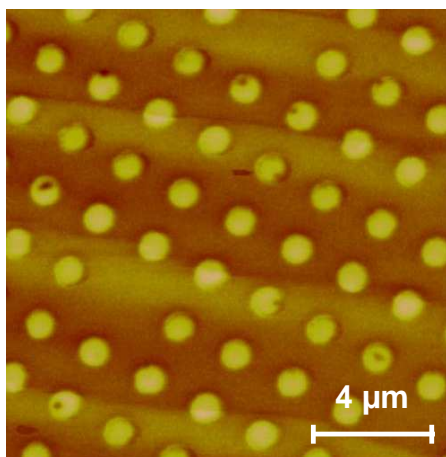
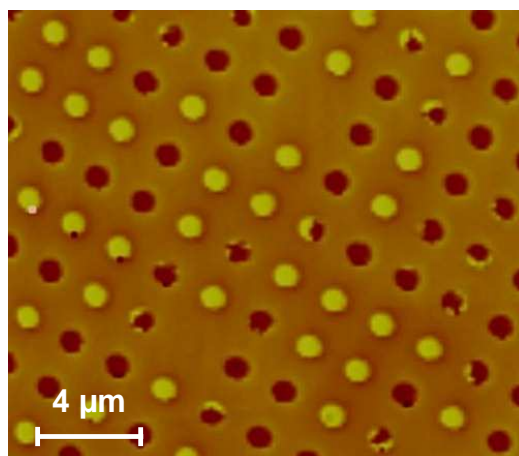
La configuration magnétique obtenue après la première impulsion est très différente selon que $H_0=4,7$ ou 10,5 kOe. Nous n'avons donc pas employé la même méthode pour estimer les vitesses de propagation. On a toutefois supposé dans les deux cas

que la configuration observée après la 2^{ème} impulsion était uniquement due à la propagation des domaines créés au cours de la première impulsion.

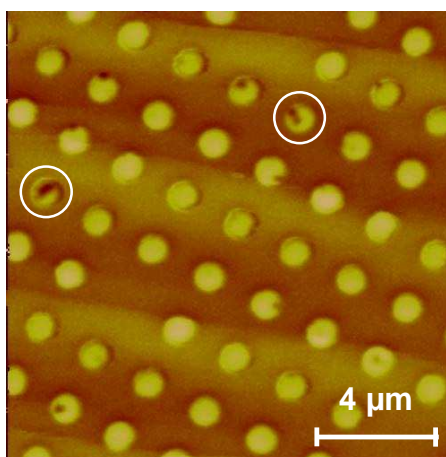
- Pour le champ le plus élevé, nous ne pouvons estimer qu'une valeur minimale de cette vitesse de propagation. Après la première impulsion, les plots qui ont donné lieu à un phénomène de renversement d'aimantation sont soit complètement renversés, soit tout proches de l'être : les zones claires sont très peu étendues. Par ailleurs, tous les plots multidomaines après la première impulsion achèvent leur renversement d'aimantation au cours de la seconde. Il est clair que dans ce cas, la propagation des domaines a été limitée par les bords des plots. En comparant les images b) et d) de la figure 5-4, on peut seulement dire que les parois ont progressé sur une distance comprise entre un tiers et la moitié d'un plot, c'est à dire entre 350 et 500nm en 22ns. Pour $H_0=10,5\text{kOe}$, la vitesse de propagation est donc minorée par la valeur de 16m.s^{-1} .

- Pour $H_0 = 4,7\text{kOe}$, on peut essayer de se livrer à une estimation plus précise, et tenter de donner un ordre de grandeur de la vitesse de propagation. Contrairement au cas précédent, même après deux impulsions, le processus de renversement d'aimantation n'est achevé pour aucun des plots observés. Le déplacement des parois n'est donc pas limité par les bords des plots et, en ce sens, tout se passe ici comme dans le film continu. La méthode utilisée ici pour estimer la vitesse de propagation consiste dans un premier temps à déterminer la surface S_1 dont l'aimantation est renversée suite au premier pulse. En ne considérant plus que les 9 plots partiellement renversés après 1 impulsion (cf. image a), on détermine alors la surface S_2 dont l'aimantation est renversée après la 2^{ème} impulsion. En assimilant les régions de contraste sombre à des cylindres de rayon respectif r_1 et r_2 , la vitesse de propagation peut alors s'écrire :

$$v_{propag} = \frac{\Delta r}{t_{pulse}} = \frac{r_2 - r_1}{t_{pulse}} \quad (\text{equation 1})$$

a) $H_0 = 4,7$ kOeb) $H_0 = 10,5$ kOe

c)



d)

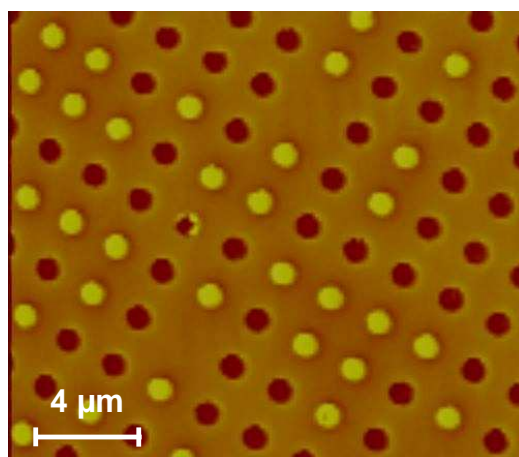


Figure 5-4 : Evolution de la configuration rémanente sous l'effet consécutif d'une première impulsion (images a et b), puis d'une seconde (c et d) d'intensité 4,7 et 10,5kOe. L'échantillon n'est pas saturé entre les deux impulsions, de sorte que l'on peut suivre l'expansion des domaines d'une impulsion à la suivante. Les images ne sont pas à la même échelle : le champ d'observation est de $(14,5 \times 14,5) \mu\text{m}^2$ pour les images a) et c) ; pour les images b) et d) il est de $(19,7 \times 17,2) \mu\text{m}^2$.

Le traitement des images a) et c) permet alors d'accéder aux surface S_1 et S_2 . On en déduit les rayons moyens $r_1=120$ nm et $r_2=155$ nm. Pour des impulsions d'intensité 4,7kOe on peut donc estimer la valeur de la vitesse de propagation à $v_{propag}=1,5\text{m/s}$.

Naturellement cette valeur ne représente qu'une estimation, relativement incertaine, de la vitesse de propagation. Ainsi, v_{propag} est déterminée en suivant l'évolution de la configuration magnétique de 9 plots seulement. Ensuite, la distance moyenne parcourue pendant la durée de l'impulsion (r_1-r_2) est comparable à la résolution de l'image (de l'ordre de 30nm). Mais l'incertitude essentielle sur cette valeur résulte de la différence de comportement au sein de cette population de plots. Ainsi, l'évolution de la configuration magnétique entre les deux impulsions n'est réellement significative que pour 2 des 9 plots considérés (les plots entourés sur l'image c). La notion de vitesse de propagation permet donc de donner une idée de l'ordre de grandeur du déplacement moyen des parois, mais on peut aussi envisager la propagation par bonds d'un site de piégeage au suivant. La notion de vitesse de propagation est alors moins bien adaptée.

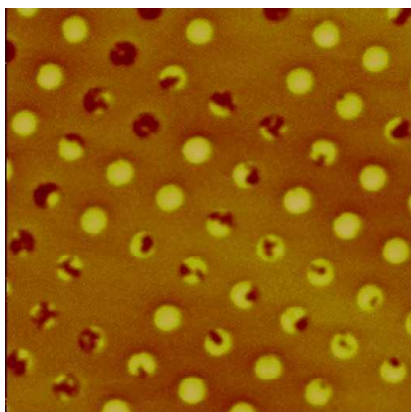
La figure 5-4 permet d'illustrer l'évolution du mode de propagation des parois en fonction de l'intensité des impulsions^[L.F. 00]. Lorsque H_0 est suffisamment élevé ($H_0 \approx 10,5$ kOe), les parois peuvent se déplacer librement sur des distances importantes sans rencontrer de défauts à même de bloquer leur progression. La distance effectivement parcourue sera donc limitée soit par la durée de l'impulsion, soit par les bords des plots. A l'état rémanent, on observe donc principalement deux types de configurations : des plots uniformément aimantés dans la direction up ou down. A l'inverse, lorsque H_0 est faible (de l'ordre de 4,5 kOe), les parois sont peu mobiles. Les domaines butent sur des centres de piégeages qui bloquent le déplacement des parois. L'expansion des domaines est alors limitée par la cinétique de dépiégeage des parois. On assiste dans ce cas à une progression par sauts, les parois de domaines allant d'un centre de piégeage au suivant.

La dynamique d'aimantation obtenue pour des impulsions de 4,7 kOe, caractérisée par une propagation très limitée, est particulièrement adaptée pour étudier l'étape de nucléation. Nous avons donc soumis cet échantillon, initialement saturé, à une série d'impulsions (jusqu'à 5500) d'intensité $H_0 = 4,7$ kOe afin de visualiser un grand nombre d'événements de nucléation. La configuration magnétique rémanente d'une

population de plots a été observée par MFM après un nombre croissant d'impulsions ($n_{pulses} = 1, 2, 10, 50, 550$ et 5500 impulsions). Nous nous sommes plus particulièrement intéressés à la position et à la forme des premiers domaines d'aimantation contraire visibles dans chaque plot. La figure 5-5 a) présente la configuration rémanente finale, après 5500 impulsions. La figure 5-5 b) a été reconstruite plot par plot à partir de morceaux des images MFM obtenues pour les différentes valeurs de n_{pulses} . On a positionné à l'emplacement de chacun des plots l'image MFM de la configuration magnétique correspondant à la première fois où un début de renversement d'aimantation a pu être observé. En comparant les images a) et b), il est donc possible de voir d'où provient la configuration magnétique finale (après 5500 impulsions). Notons tout de même que l'image b) ne permet pas de visualiser le phénomène de nucléation à proprement parler. Elle ne propose pas non plus l'image rémanente qui fait immédiatement suite à la nucléation, dans la mesure où nous n'avons pas observé la configuration après chaque impulsion (à l'exception des deux premières, présentées à la figure 5-4). Cette image permet toutefois de mettre en évidence, et d'illustrer les deux points suivants :

- Au sein de chaque plot, le renversement peut être lié à la nucléation (puis à la propagation) de plusieurs domaines. En particulier, on peut noter sur l'image b) deux plots présentant chacun deux domaines sombres disjoints, qui résultent donc de deux événements de nucléation distincts au moins.
- La nucléation a lieu préférentiellement à la périphérie des plots. Bien que l'on puisse trouver des contre-exemples (en grandissant on peut noter qu'il en existe 5), la majorité des domaines les moins étendus (pour lesquels la propagation est faible) sont situés à la périphérie des plots.

a) après 5500 impulsions



b) Image reconstruite

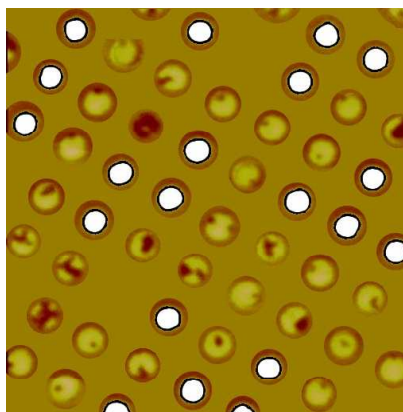


Figure 5-5 : Renversement de l'aimantation d'une population de plots d'1 μ m sous l'effet d'une série d'impulsion de durée 24ns et d'intensité $H_0=4,7$ kOe. En a) : image MFM de la configuration rémanente après 5500 impulsions. L'image b) est construite plot par plot à partir des images MFM réalisées entre 1 et 5500 impulsions. Elle montre, pour chaque plot, la configuration rémanente observée lorsque l'on assiste pour la première fois au début du renversement. Les plots en blanc sont dont la configuration magnétique est inchangée après 5500 impulsions.

Enfin, il est intéressant de remarquer que de la plupart des plots présentent aux tous premiers stades du renversement de leur aimantation, une configuration assez semblable : le plot est dans l'ensemble encore complètement clair, à l'exception d'un petit domaine sombre, localisé en bord de plot. Il est remarquable que cette situation s'observe aussi bien dans les plots dont le renversement débute après 1 ou 2 impulsions que dans ceux pour lesquels le renversement n'est observé qu'après 550 ou 5500 impulsions. On peut donc penser que le rayon de ces domaines correspond à la distance moyenne de piégeage pour un champ de 4,7kOe. Nous avons déjà déterminé cette distance moyenne : il s'agit de r_1 . On retrouve pour r_1 une valeur de l'ordre de 120 nm.

II.B. Plots de 200nm

Comme pour les plots de $1\mu\text{m}$, dans un premier temps nous avons soumis un réseau de plots de 200nm , tous initialement saturés, à une impulsion unique d'intensité croissante de $6,5$ à $14,5\text{kOe}$. La figure 5-6 présente les images magnétiques observées par MFM à la rémanence pour les différentes valeurs de H_0 . Contrairement à ce que l'on observe pour les plots de $1\mu\text{m}$, il n'y a pas ici d'évolution de la structure en domaines. Quelle que soit l'intensité de l'impulsion, les plots sont toujours monodomaines, que leur aimantation ait été renversée ou non (avec les mêmes procédures que précédemment, les plots apparaissent respectivement sombres ou clairs). L'intensité du champ H_0 n'a donc d'influence que sur le nombre de plots dont l'aimantation s'est renversée pendant la durée de l'impulsion : tout naturellement, un champ plus intense provoque le renversement de plus de plots.

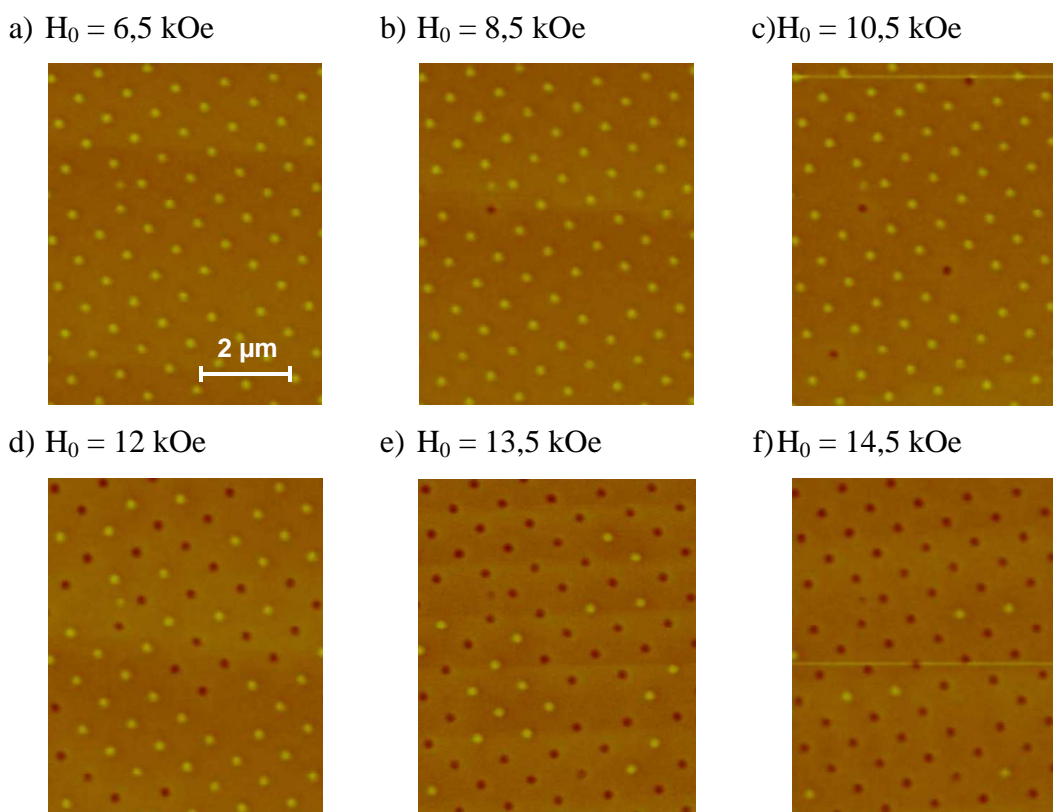


Figure 5-6 : Observation par MFM de l'état rémanent d'un même ensemble de 80 plots de 200nm , initialement saturés (contraste clair), soumis à une impulsion unique de durée 22ns , et d'amplitude H_0 croissante de $6,5$ à $14,5 \text{ kOe}$. Les images sont à la même échelle et mesurent $(6 \times 7,5) \mu\text{m}^2$.

Le comportement observé sur les images de la figure 5-6 se comprend bien à la lumière des discussions tenues sur les vitesses de propagation de domaines dans les plots de $1\mu\text{m}$. Tout d'abord, on peut estimer que la valeur minimale du champ de nucléation de l'ensemble des plots de 200nm se situe autour de $8,5\text{kOe}$: pour un champ inférieur ou égal à $6,5\text{kOe}$, une impulsion unique ne permet pas de nucléer un seul domaine ; pour $H_0=8,5\text{kOe}$ on n'observe qu'un seul plot renversé. Ensuite, les images c) et d) de la figure 5-3 sont très similaires, et traduisent très vraisemblablement un mode de renversement d'aimantation comparable. Par conséquent, même si nous n'avons pas étudié en détail la propagation des domaines dans les plots de $1\mu\text{m}$ sous un champ de $8,5\text{kOe}$, on supposera que le déplacement des parois est limité par la dimension des plots. On pourra alors raisonnablement supposer que, comme pour $H_0=10,5\text{kOe}$, la vitesse de propagation à $8,5\text{kOe}$ est également supérieure à $16\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$.

Par conséquent, pour la valeur minimale du champ de nucléation, la vitesse de propagation est déjà suffisante pour que, sur la durée d'une impulsion (de l'ordre de 20ns), une paroi puisse traverser un plot de 200nm d'un bord à l'autre. On comprend donc que les plots apparaissent toujours monodomains, quelle que soit la valeur du champ de renversement appliqué. Si le plot a connu un évènement de nucléation pendant la durée de l'impulsion, le domaine se sera étendu à toute la surface du plot et celui-ci apparaîtra complètement sombre sur les images MFM à la rémanence. A l'inverse, s'il n'y a pas eu d'évènement de nucléation, alors le plot sera tout simplement saturé dans la configuration initiale (et apparaîtra complètement clair sur les images MFM).

La figure 5-6 permet d'apporter quelques éléments de réflexions quant à l'origine extrinsèque ou intrinsèque, c'est à dire liée ou non au procédé de nanofabrication, des centres de nucléation. Cette question a déjà été soulevée dans le chapitre IV suite, notamment, à l'étude de l'évolution du « champ de nucléation » des réseaux de plots avec leur dimension caractéristique d . Il n'a cependant pas été possible

d'apporter d'argument essentiel permettant de confirmer l'un des mécanisme plutôt que le second. Ainsi, la figure 4-10 (b) présente deux éléments contradictoires. D'une part, le renversement de l'aimantation des plots de $6\mu\text{m}$ débute pour un champ inférieur au champ de nucléation du film continu, ce qui accrédite l'hypothèse de la nucléation sur des défauts induits par le procédé de nanofabrication. Mais d'autre part, le champ de nucléation pour les réseaux de plots de $1\mu\text{m}$ et de 500nm (le cycle relevé pour les plots de 200nm ne permet pas de tirer de valeur quantitative) reste égal, voire très légèrement supérieur à celui relevé pour le film continu. A la lumière de ces éléments, il n'a donc pas été possible d'exclure complètement que la nucléation soit liée à la présence de défauts créés lors de la nanostructuration des films. Dans ce contexte, la nucléation préférentielle des domaines aux bords des plots de $1\mu\text{m}$ (cf. fig. 5-5) pourrait s'interpréter comme une preuve de la nature extrinsèque des centres de nucléation, dans la mesure où l'essentiel de ces défauts doivent être localisés à la périphérie des plots.

Toutefois, la valeur de H_0 nécessaire pour renverser les premiers plots de 200nm invite à reconsidérer la question. A priori, la nanofabrication doit induire des défauts identiques pour les plots de $1\mu\text{m}$ ou 200nm . Dans la mesure où les effets de bords deviennent plus importants lorsque d diminue, on s'attend à ce que le nombre total de défauts créés au sein d'un réseau de plots lors de la structuration soit supérieur dans le cas des plots de 200nm . Alors, dans l'hypothèse d'un mécanisme de nucléation essentiellement extrinsèque, on s'attendrait à ce que le champ de nucléation des plots de 200nm soit inférieur, ou au moins comparable, à celui obtenu pour les plots de $1\mu\text{m}$. Or, c'est précisément le contraire qui est observé expérimentalement. On peut donc raisonnablement exclure l'hypothèse d'une nucléation d'origine essentiellement extrinsèque.

On peut alors penser, que la localisation sur le bord d'un plot trouve son origine dans la réduction de l'énergie liée à la création de parois. Comparativement à un domaine qui prendrait son origine au centre d'un plot, la nucléation à la périphérie permet de

diviser par deux, au moins, la surface de parois nécessaire pour créer un volume renversé équivalent.

On peut alors essayer d'évaluer la reproductibilité de la configuration magnétique obtenue suite à un renversement dans des conditions opératoires données. Comme une grande partie de ce travail repose sur l'observation par MFM de l'état rémanent des plots, cette question est importante puisqu'elle détermine la confiance que l'on est en droit d'accorder aux interprétations proposées à partir des images. Par ailleurs, lorsqu'il s'agit d'évaluer la surface magnétique renversée, tester la reproductibilité des configurations magnétiques permet d'estimer l'incertitude sur les valeurs d'aimantation réduite (cf. partie III). Dans le cas idéal, lorsque l'on étudie une population infinie, on s'attend à ce que la proportion de plot renversée soit toujours la même. Toutefois, lorsque la population est plus restreinte, il n'est pas évident que le taux de renversement reste constant d'un essai à l'autre.

Nous avons donc reproduit 3 fois l'expérience suivante : un réseau de plots de 200nm est saturé par un train d'impulsions. On applique alors une impulsion unique de polarité opposée, d'une durée de 34ns et d'amplitude $H_0=11,4\text{kOe}$. La figure 5-7 compare les configurations magnétiques rémanentes obtenues dans chaque cas.

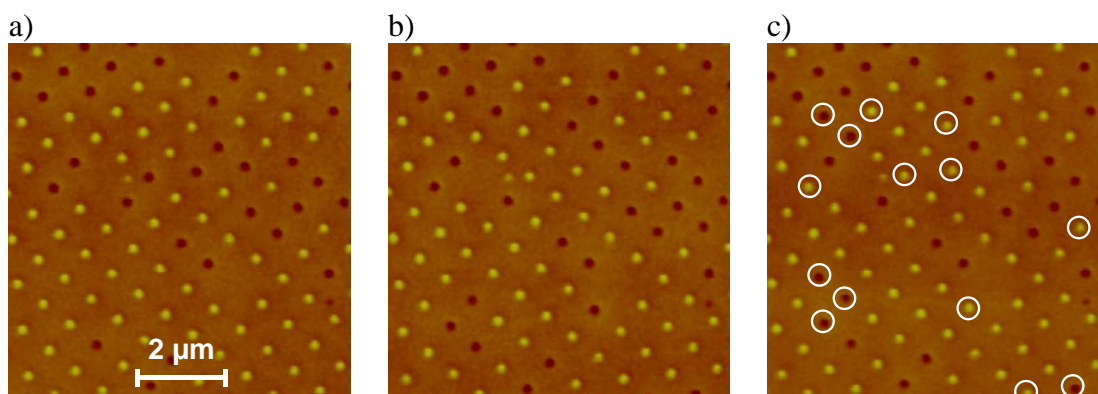


Figure 5-7 : Essai de reproductibilité du renversement de l'aimantation d'un ensemble de 107 plots. Les 3 images représentent les configurations rémanentes obtenues en soumettant cet ensemble de plots, initialement saturés, à une impulsion d'intensité $H_0 = 11,4\text{kOe}$ et de durée 34ns. Les images sont à la même échelle et mesurent $7,6 \mu\text{m}$ de côté. Les plots cerclés de blancs sur l'image c) voient leur configuration magnétique varier d'un test à l'autre.

La figure 5-7 montre clairement l'aspect statistique du renversement de l'aimantation des plots. Si la majorité des 107 plots observés conservent la même configuration magnétique sur les trois tests, 14 d'entre eux apparaissent alternativement clairs ou sombres. Il existe donc une certaine dispersion du nombre de plots renversés $N(t)$: dans ces conditions particulières, le taux de renversement est de $31 \pm 3\%$ (cf. tableau 5.1).

Si l'on veut déterminer les propriétés magnétiques des réseaux de plots, il est donc nécessaire d'étudier un ensemble assez important de plots. Cette condition est difficile à remplir dans le cas des réseaux de plots de $1\mu\text{m}$, car sur des surfaces étendues, le champ magnétique produit par la microbobine n'est pas homogène et peut varier fortement.

Tableau 5-1 : Statistiques du renversement d'un ensemble de 107 plots soumis, par trois fois, à une impulsion unique d'intensité 11,4kOe et de durée 34ns. Les valeurs sont obtenues par dénombrement des plots sombres et clairs respectivement sur les images de la figure 5-7. La proportion p correspond au pourcentage de plots de contraste sombre.

N° essai	N_{sombres}	N_{clairs}	Proportion p (%)
1	31	76	29
2	36	71	34
3	33	74	31

III. Etude quantitative du renversement

L'étude des images présentées dans la partie II nous a déjà permis d'apporter quelques précisions sur le mode de renversement dans les micro/nanostructures de CoPt_3 . Les images MFM des plots de $1\mu\text{m}$ montrent par exemple que les sites de nucléation sont préférentiellement localisés à la périphérie des plots. Toutefois, l'observation de la configuration magnétique rémanente ne permet pas d'accéder au volume initial du domaine, avant qu'il ne se propage. Si l'on veut déterminer ce volume de nucléation, il faut passer par une approche quantitative, c'est à dire dénombrer les plots renversés sous différentes conditions, et modéliser les résultats. La fin de ce chapitre est donc consacrée à l'étude quantitative du renversement d'aimantation des plots de CoPt_3 de 200nm et de $1\mu\text{m}$.

III.A. Description du modèle de renversement

Nous avons pu montrer à partir des images MFM que le renversement de l'aimantation de nos plots se faisait toujours par nucléation et propagation de domaines, à l'exception toutefois des plots de 200nm de CoPt_3 pour lesquels nous ne possédons pas d'observation directe. Ces plots sont cependant toujours très grands devant la longueur d'échange dans le CoPt_3 (de l'ordre de 5 à 10nm). Un renversement cohérent tel qu'il est formulé dans l'approche de Stoner et Wohlfarth [S.W. 48] n'est donc pas envisageable. Par ailleurs, la valeur du champ coercitif obtenue à partir du cycle d'hystérésis du réseau de plots de 200nm (cf. chapitre IV), bien inférieure au champ d'anisotropie (de l'ordre de 11kOe pour le film continu) confirme également que nous ne nous trouvons pas dans le cas d'un renversement cohérent.

Dès lors, les processus d'aimantation dans nos échantillons doivent tenir compte à la fois de la nucléation de domaines, et de la mobilité des parois. Ces deux mécanismes qui régissent le renversement d'aimantation sont thermiquement activés, et caractérisés chacun par une énergie d'activation propre. En ce sens, le renversement d'aimantation comporte un aspect aléatoire : comme le montre la figure 5-6, la configuration magnétique observée à la rémanence n'est pas déterminée de façon univoque par les paramètres du champ de renversement (durée et intensité des impulsions).

Labrune et coll.^[Lab. 89] ont modélisé le renversement d'aimantation de films minces de différents alliages terres rares/métaux de transition en tenant compte de ces deux phénomènes. Dans ce modèle, adapté de la théorie développée par Fatuzzo^[Fat 62] pour rendre compte du renversement de la polarisation dans des cristaux ferroélectriques, le renversement a lieu par nucléation d'un certain nombre N de domaines, lesquels s'étendent radialement à la vitesse v . Lorsque l'échantillon est soumis à un champ magnétique H , le nombre de domaines apparus au bout d'un temps t est donné par la relation :

$$N(t,H) = N_0 \{1 - \exp[-R(H) t]\} \quad (\text{équation 2})$$

où N_0 représente le nombre de sites de nucléation possibles

En supposant qu'à chacun des mécanismes de nucléation et de propagation est associée une énergie d'activation unique notée W_N et W_P respectivement, la fréquence de nucléation R et la vitesse des parois v sont données par les équations (3) et (4), :

$$R \approx R_0 \exp\left(-\frac{W_n - 2H M V_n}{k_B T}\right) \quad (\text{équation 3})$$

$$v \approx v_0 \exp\left(-\frac{W_p - 2H M V_p}{k_B T}\right) \quad (\text{équation 4})$$

où V_n et V_p sont respectivement le volume de nucléation, et le volume typique des sauts de Barkhausen qu'effectuent les parois lors de leur déplacement.

Cette description n'est toutefois valable que pour des champs magnétiques relativement faibles (cf. figure 5-3 pour des plots de 1µm renversés par des impulsions de 4,7kOe). Dans le cas de champs plus intenses, le mode de propagation des parois évolue ^[L.F. 00] : le déplacement des parois n'est plus thermiquement activé, mais dépend seulement du champ de renversement H. On est alors en régime visqueux.

Cependant, la nature exacte du mode de propagation à l'œuvre au sein de nos échantillons importe finalement assez peu. Premièrement parce que nous ne pouvons pas réellement y avoir accès, et deuxièmement parce que le processus cinétiquement déterminant pour le renversement de l'aimantation des plots est l'étape de nucléation. Dans cette optique, nous considérerons que le renversement de l'aimantation d'un plot est déterminé par la nucléation, thermiquement activée, d'un domaine unique, lequel s'étendra à tout le plot dans la durée d'une impulsion. Cette hypothèse est parfaitement justifiée dans la très grande majorité de nos expériences, puisque la plupart des plots que nous avons observés sont monodomaines, que leur aimantation se soit renversée ou non (cf. partie II). Elle est toutefois mise en défaut dans le cas du renversement de l'aimantation des plots de 1µm sous l'effet d'impulsions de 4,5kOe. Mais comme nous le verrons, nous n'avons pas pu tirer de résultats quantitatifs des expériences réalisées sur les plots de 1µm.

En supposant que le renversement d'un plot se produit suite au franchissement d'une barrière unique, on se ramène au modèle de Néel-Arrhenius ^[Nee 49]. Lorsqu'une particule uniformément aimantée est soumise à un champ constant H, la probabilité pour que son aimantation soit renversée après un temps t est donnée par la relation :

$$P(H, t) = 1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau(H)}\right) \quad (\text{équation 5})$$

où le temps de relaxation τ s'exprime par une loi d'Arrhenius à partir d'un temps caractéristique τ_0 et de la hauteur de la barrière de potentiel $E_a(H)$:

$$\tau = \tau_0 \exp\left(\frac{E_a(H)}{k_B T}\right) \quad (\text{équation 6})$$

τ_0 est généralement de l'ordre de la nanoseconde. Nous supposons ici que τ_0 est indépendant du champ appliqué.

Considérons maintenant le cas de nos échantillons : un ensemble de N_0 plots initialement saturés. Si l'on suppose que tous les plots possèdent la même barrière d'activation $E_a(H)$, le problème s'assimile au développement proposé par Labrunne et Fatuzzo : le nombre de plots renversés au bout du temps t , sous l'effet d'un champ H se confond avec le nombre de sites ayant donné lieu à un événement de nucléation. L'équation 2 reste valable : le nombre de sites de nucléation possibles N_0 se confond alors ici avec le nombre de plots, et $N(t)$ correspond alors au nombre de plots dont l'aimantation s'est renversée. L'aimantation réduite (normalisée par la valeur à saturation M_s) qui dépend simplement de $N(t)$ s'écrira :

$$m(t,H) = 1 - 2 \frac{N(t,H)}{N_0} = 2 \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right) - 1 \quad (\text{équation 7})$$

En réalité, l'hypothèse d'une barrière unique pour tous les plots n'est pas réaliste. Pour rendre compte des expériences de traînage, il faut considérer l'existence d'une distribution d'énergie d'activation $f(E_a)$. Dans notre hypothèse où le renversement est déterminé par la nucléation du premier domaine dans chaque plot, il faut donc considérer une distribution comptant autant de barrières que de plots. Sur une population de N_0 individus soumis à un champ constant d'intensité H , le nombre de plots dont l'aimantation se sera renversée au temps t est alors donné par :

$$N(H, t) = N_0 \int_0^{\infty} \left[1 - \exp\left(-\frac{t}{\tau(E_a)}\right) \right] f(E_a).dE_a \quad (\text{équation 8})$$

La distribution des énergies d'activation satisfait la relation de normalisation

$\int_0^{\infty} f(E_a).dE_a = 1$ si bien que l'aimantation réduite s'écrit :

$$m(t,H) = \int_0^{\infty} \left[2 \exp\left(-\frac{t}{\tau(E_a)}\right) - 1 \right] f(E_a).dE_a \quad (\text{équation 9})$$

Différents modèles ont été proposés pour exprimer cette barrière d'énergie. Parmi ces différents modèles, nous nous sommes appuyés plus particulièrement sur les développements dus à Jamet et coll. ^[Jam. 98], tirés des résultats de Labrune. L'énergie d'activation E_a caractérisant le renversement d'un plot sera exprimée à l'aide d'un champ de nucléation H_n , indépendant du champ extérieur et de la température. On écrira :

$$E_a = 2 M_s V_n (H_n - H) \quad (\text{équation 10})$$

où V_n est le volume de nucléation, à partir duquel s'amorce le renversement.

La distribution d'énergie d'activation peut donc aussi s'exprimer comme une distribution de champ de nucléation $f(H_n)$. La quantité $f(H_n).dH_n$ représente alors la probabilité que le champ de nucléation d'un plot particulier se situe dans l'intervalle $[H_n ; H_n+dH_n]$. A partir de cette définition de la fonction de distribution f , on peut réécrire l'équation (8) qui devient :

$$\frac{N(H, t)}{N_0} = 1 - \int_H^\infty \exp\left(-\frac{t}{\tau(H_n, H)}\right) f(H_n).dH_n \quad (\text{équation 11})$$

avec

$$\tau(H_n, H) = \tau_0 \exp\left(\frac{2M_s V_n (H_n - H)}{k_B T}\right) \quad (\text{équation 12})$$

En suivant la démarche adoptée par O'Grady et coll. ^[O'Gra 94], on pourra remarquer que le terme $\exp(-t/\tau)$ dans l'équation 11 varie fortement lorsque, pour une valeur du champ H et un délai d'attente t , $\tau(H_n, H)$ s'approche de t . On peut définir la valeur critique du champ de nucléation H_n^* pour laquelle $\tau(H_n^*, H) = t$. Alors, on pourra formuler l'approximation suivante. Lorsque l'échantillon est soumis à un champ H pendant une durée t :

- l'ensemble des plots dont le champ de nucléation est inférieur à H_n^* seront renversés : $\exp(-t/\tau) = 0$
- les plots pour lesquels $H_n > H_n^*$ restent dans l'état initial : $\exp(-t/\tau) = 1$

En écrivant H_n^* explicitement $H_n^* = H + \left(\frac{k_B T}{2M_S V_n} \right) \cdot \ln \left(\frac{t}{\tau_0} \right)$ on peut reformuler

l'équation 11 qui devient :

$$\frac{N(H, t)}{N_0} \approx \int_0^{H + \left(\frac{k_B T}{2M_S V_n} \right) \cdot \ln \left(\frac{t}{\tau_0} \right)} f(H_n) \cdot dH_n \quad (\text{équation 13})$$

C'est à partir de cette relation que nous pourrons tirer la valeur du volume de nucléation V_n des mesures de traînage magnétique présentées dans la suite.

III.B. Expériences de traînage

1) Description des mesures

Les expériences de traînage consistent à plonger l'échantillon dans un champ supérieur à son champ de saturation, puis à renverser la direction du champ appliqué, sur un temps infiniment bref dans le cas idéal. La décroissance de l'aimantation sous champ est alors suivie au cours du temps. Dans le cas où l'échantillon possède une rémanence de 100%, comme c'est le cas de nos réseaux de plots, il n'est pas nécessaire de maintenir initialement un champ supérieur à H_{sat} . Partant d'une configuration rémanente saturée, il suffit d'appliquer un champ opposé à la direction d'aimantation, dont l'intensité sera notée H_0 . Le temps de montée du champ magnétique est très important. D'un simple point de vue de la définition du phénomène étudié tout d'abord, puisque les effets de traînage consistent à étudier l'évolution thermiquement activée de l'aimantation sous l'effet d'un champ constant H_0 . En second lieu, puisque le temps de montée borne nécessairement l'échelle de temps sur laquelle les processus d'aimantation pourront être étudiés.

Comme l'aimantation varie de façon exponentielle avec le temps (cf. éq. 7), il est préférable de suivre l'évolution de l'aimantation sur une gamme étendue de durées. Avec un électroaimant dont le temps de montée est de l'ordre de la seconde, ce genre d'étude sera vraisemblablement restreinte à 4 ordres de grandeurs (ce qui nécessite déjà que le dispositif de mesure soit stable pendant plusieurs heures). L'utilisation de

micro-bobines à large bande passante permet alors d'accéder à des temps de montée beaucoup plus brefs (15ns dans notre cas, où la limitation ne provient pas de la bobine, mais du générateur de courant). Toutefois, ce type de dispositif est fragile et ne permet pas le passage de forts courants continus. Avec notre dispositif, il n'est ainsi pas possible de produire un champ magnétique continu suffisamment intense pour renverser l'aimantation des plots. Pour produire les champs nécessaires au renversement des plots, on est donc contraint d'utiliser des impulsions brèves.

Les résultats présentés dans la suite ont été obtenus selon le protocole suivant.

- L'échantillon est saturé en délivrant dans la bobine un train d'impulsions de courant, négatif par exemple.
- Le renversement d'aimantation s'effectue alors en appliquant un nombre contrôlé d'impulsions de signe opposé.
- L'état magnétique rémanent est alors observé par MFM. En imageant toujours la même région de l'échantillon, située au centre de la bobine, on peut alors évaluer la statistique de renversement d'une population donnée de plots.

Dans ces conditions, ces expériences s'écartent donc légèrement des mesures de traînage, telles qu'elles ont été décrites plus haut. Ainsi, le champ n'est pas appliqué de façon continue, mais sous forme d'une série d'impulsions. Ensuite, dans la mesure où l'on observe un état rémanent, on ne suit pas la dynamique d'aimantation à proprement parler. Toutefois, dans la mesure où la propagation est bloquée par les parois des plots, on peut considérer que l'on accède tout de même à la dynamique de nucléation.

Par ailleurs, le fractionnement de la durée d'application du champ H_0 sous la forme d'un train d'impulsions brèves représente une contrainte incontournable dès lors qu'il s'agit d'utiliser des champs intenses. Dans le cas idéal d'impulsions créneaux avec des temps de montée et de descente infiniment brefs, l'utilisation d'un champ pulsé plutôt que continu ne doit pas entraîner de différence quant au renversement d'aimantation. Avec des impulsions réelles, la conclusion n'est pas immédiate.

Kirilyuk et coll.^[Kir 97] ont pu montrer pour des films de cobalt que le renversement d'aimantation induit par une série de N impulsions de durée Δt (dans le domaine de la microseconde) et d'amplitude H_0 était équivalent à celui provoqué par un champ continu de même intensité appliqué sur une durée $(N.\Delta t)$. Nous supposons qu'il en va de même pour nos échantillons. Les résultats présentés dans la suite ont été obtenus avec des impulsions de durée $\Delta t = 22\text{ns}$ (FWMH) à l'exception des impulsions d'intensité $11,4\text{kOe}$ pour lesquelles $\Delta t = 34\text{ns}$ (les formes d'onde des impulsions sont portées sur la figure 5-1).

2) Résultats et interprétation

La figure 5-8 présente les résultats des expériences de traînage menées sur un réseau de plots de 200nm .

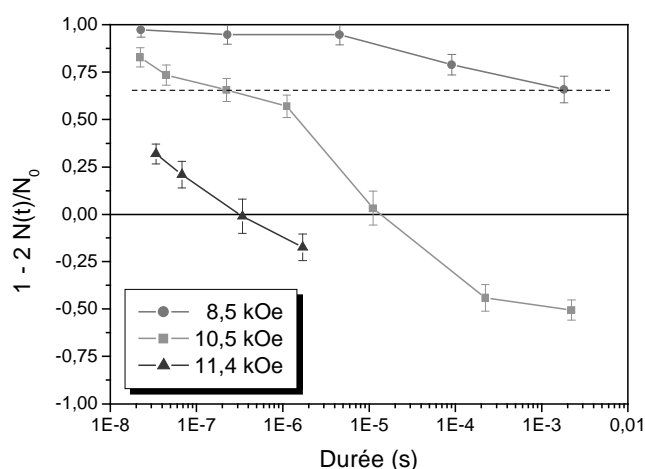


Figure 5-8 : Courbes de « traînage magnétique » mesurées sur un réseau de plots de CoPt_3 de dimension 200nm pour différentes valeurs de l'intensité H_0 du champ impulsionnel utilisé. L'aimantation réduite est obtenue en déterminant, à partir des images MFM à la rémanence, le nombre de plots $N(t)$ dont l'aimantation s'est renversée après une durée t . La droite en pointillés correspond à l'aimantation réduite lorsque 17% des plots se sont retournés.

A partir de ces résultats, il est alors possible d'extraire le volume de nucléation V_n . Pour cela, il faut tout d'abord introduire le temps caractéristique $t_p(H)$ qui représente le temps au bout duquel la proportion de plots renversés vaut p , lorsque l'échantillon

est soumis à un champ d'intensité H . Pour $t = t_p$, on aura donc : $\frac{N(t_p, H)}{N_0} = p$, avec

$$p \in]0 ; 1[$$

En notant alors $H_{n,p}$ le champ de nucléation particulier pour lequel on a la relation

$$\int_0^{H_{n,p}} f(H_n) \cdot dH_n = p, \text{ on déduit de l'équation 13}$$

$$H = H_{n,p} - \frac{k_B T}{2M_S V_n} \ln \left(\frac{t_p(H)}{\tau_0} \right) \quad (\text{équation 14})$$

que l'on peut réécrire pour faire apparaître $t_p(H)$:

$$t_p(H) = \tau_0 \exp \left(\frac{2M_S V_n}{k_B T} H_{n,p} \right) \exp \left(- \frac{2M_S V_n}{k_B T} H \right) \quad (\text{équation 15})$$

A partir des données présentées sur la figure 5-8, on peut parvenir à deux déterminations du volume de nucléation V_n . Les courbes de traînage en champ faible (8,5 et 10,5 kOe) permettent d'exprimer $t_{17\%} = f(H)$, tandis que celles en champ fort (pour 10,5 et 11,4kOe), donnent accès à la variation de $t_{50\%}$. On représente généralement ce volume V_n sous la forme d'un domaine cylindrique qui s'étend sur toute l'épaisseur du film magnétique. On préférera alors exprimer le volume de nucléation par le diamètre, noté d_n , de ce cylindre. Les valeurs de V_n et d_n que nous avons obtenues sont récapitulées dans le tableau 5-2 ci-après.

Le nombre réduit de courbes de traînage ainsi que l'incertitude sur la valeur du champ réellement appliqué sur les plots entraînent une erreur importante sur la valeur de V_n ($\pm 30\%$). Toutefois, il apparaît clairement que les dimensions des nuclei (d_n de l'ordre de 4nm) sont bien inférieures à la taille des domaines que nous avons pu observer sur l'ensemble de nos images MFM (120 nm environ au minimum : cf. figure 5-5 b). Ces dimensions sont inférieures à ce que rapportent Jamet et coll. dans le cas de plots de Co ultra-minces ($d_n \approx 32\text{nm}$), toutefois moins anisotropes [Jam 98]. Pour nos échantillons, les valeurs du diamètre de nucléation sont de l'ordre de la longueur d'échange magnétique dans le matériau.

Tableau 5-2 : Récapitulatif des dimensions des nuclei à l'origine du renversement d'aimantation dans les plots de CoPt₃ de 200nm (le film magnétique a une épaisseur de 21nm). Ces données sont tirées des courbes de traînage présentées à la figure 5-8 pour des taux de renversement de 17 et 50%. Les valeurs Δd_n et ΔV_n représentent les incertitudes sur le diamètre d_n et le volume de nucléation V_n, en supposant ce volume initial cylindrique.

N/N ₀ (%)	V _n (nm ³)	ΔV _n (nm ³)	d _n (nm)	Δd _n (nm)
17	330	± 100	4,5	± 0,7
50	230	± 70	3,8	± 0,6

Dans le cas des plots de 1μm, lorsque le champ appliqué est faible (pour H₀=4,7kOe typiquement), le renversement n'est pas entièrement déterminé par la nucléation. Le déplacement des parois n'est pas suffisamment rapide pour pouvoir être complètement ignoré. Dans ce cas l'aimantation réduite est obtenue en évaluant la surface magnétique renversée au temps que l'on notera S(t). L'évaluation de S (et de la surface magnétique totale S₀) se fait par traitement numérique des images MFM. On écrira alors :

$$m(t,H) = \frac{M(t,H)}{M_s} = 1 - 2 \frac{S(t,H)}{S_0} \quad (\text{équation 16})$$

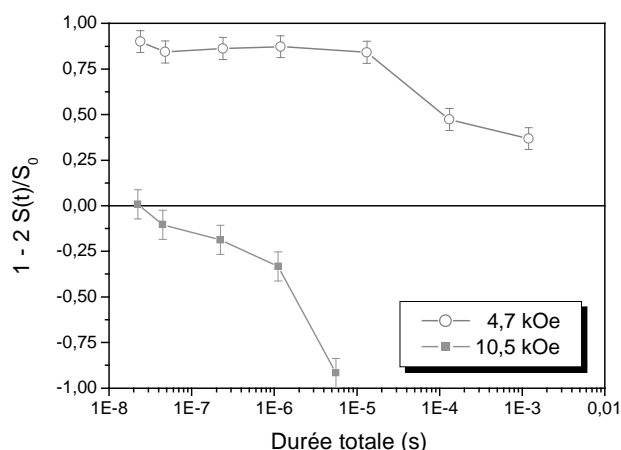


Figure 5-9 : Courbes de « traînage magnétique » obtenues à partir des images MFM pour un réseau de plots de CoPt₃ de dimension 1μm. L'aimantation normalisée est obtenue par l'estimation de la surface magnétique renversée S(t) après l'application d'un champ H₀ pendant une durée t, et rapportée à la surface magnétique totale S₀.

Malheureusement, nous n'avons pas pu tirer le volume de nucléation pour les plots de $1\mu\text{m}$. En effet, pour les échelles de temps étudiées, les courbes de traînage obtenues pour $H_0=4,7$ et $10,5\text{kOe}$ ne présentent pas de taux de renversement commun. En quelque sorte, pour $H_0=10,5\text{kOe}$, le renversement d'aimantation est trop rapide pour permettre la comparaison : le processus d'aimantation est déjà plus avancé au bout d'une impulsion (22ns) qu'il ne l'est lorsqu'on soumet le même réseau à un champ de $4,7\text{kOe}$ pendant 1ms. On se contentera donc d'indiquer qu'on ne s'attend pas à ce que le volume de nucléation pour les plots de $1\mu\text{m}$ diffère significativement de celui déterminé pour les plots de 200nm . Ainsi, pour des plots légèrement plus larges que les nôtres (de 1 à $2\mu\text{m}$), ou au contraire, légèrement plus petits (90 à 400nm), Jamet et coll.^[Jam 98] d'une part et Moritz et coll.^[Mor. 05] d'autre part n'ont pas observé de différence significative de V_n en fonction de la taille latérale des plots.

III.C. Champ coercitif dynamique

1) Description de l'étude

Les résultats présentés sur les figures 5-3 et 5-6 pour les plots de $1\mu\text{m}$ et 200nm respectivement peuvent être envisagés sous un angle différent de celui adopté en début de chapitre. Dans une approche plus quantitative, on représentera le renversement de l'aimantation des plots (sous l'effet d'une impulsion unique) par des courbes $m = f(H)$. Pour cela, il suffit de dénombrer les plots renversés, lorsque ceux-ci sont monodomaines (cf. éq. 7), ou bien, dans le cas contraire, d'estimer la surface magnétique renversée (cf. éq. 16), comme ce qui a été fait pour les mesures de traînage.

Cette description des résultats revient en quelque sorte à définir une branche du cycle d'hystérésis des réseaux de plots, à la différence que le champ est ici appliqué pendant une vingtaine de nanosecondes, avec un temps de montée de 15ns . Pour des vitesses différentes d'application du champ, il s'agit bien dans les deux cas d'étudier le renversement d'aimantation. En définissant la vitesse de balayage v_B comme la

variation temporelle du champ magnétique (cf. éq. 17), le renversement d'aimantation, pour une valeur de v_B donnée, sera décrit par un champ coercitif dynamique, noté H_c^* .

$$v_B = \frac{dH}{dt} \quad (\text{équation 17})$$

Le champ coercitif dynamique H_c^* représente alors la valeur du champ H_0 (appliqué à la vitesse de balayage v_B) nécessaire pour renverser l'aimantation de 50% des plots initialement saturés, ou plus généralement pour annuler l'aimantation de l'échantillon.

On peut remarquer que dans cette étude, l'analogie avec la mesure d'un cycle d'hystérésis n'est pas totale. La différence tient là encore au mode de mesure, puisque l'aimantation est mesurée à la rémanence. En conséquence, la vitesse de balayage donnée par l'équation 17 ne correspond pas exactement à notre mode opératoire. Ce que nous appellerons « vitesse de balayage » pour nos travaux représente alors une sorte de vitesse moyenne, définie à partir de la durée de l'impulsion Δt (ici 22ns) :

$$v_B = \frac{H_0}{\Delta t} \quad (\text{équation 18})$$

Cette précision faite, on peut remarquer que, compte tenu de la forme des impulsions utilisées, cette vitesse de balayage moyenne est numériquement très proche de la vitesse de balayage donnée par la relation 17. Puisque le temps de montée de l'impulsion est de 15ns et sa durée Δt de 22ns, l'écart entre les deux valeurs n'est que de 30% environ.

2) Résultats

Nous avons soumis un ensemble de plots de CoPt₃ de 200nm et 1µm initialement saturés à une impulsion unique d'intensité croissante. La configuration magnétique rémanente a été observée par MFM après chaque impulsion. La figure 5-10 a) présente l'évolution de l'aimantation des deux réseaux de plots en fonction de l'intensité du champ. Afin de permettre une comparaison directe du renversement en

fonction de la vitesse de balayage v_B , la figure a) comporte également une branche du cycle d'hystérésis relevé par effet Kerr sur le réseau de plots de $1\mu\text{m}$. Le cycle d'hystérésis des plots de 200nm n'étant pas très lisible, on a préféré le porter sur une figure séparée (fig. 5-10 b), afin de faciliter la lecture de la figure a).

Bien qu'il soit difficile, à partir du cycle d'hystérésis, d'affirmer une valeur précise pour le champ coercitif des plots de 200nm , il est clair que l'utilisation d'impulsions de champ brèves s'accompagne d'une très forte augmentation de la coercitivité des plots. Les valeurs sont récapitulées dans le tableau 5-3. Ainsi, le champ coercitif moyen des plots de $1\mu\text{m}$ s'accroît d'un facteur 2,5 environ lorsque l'on renverse l'aimantation des plots par des impulsions de champ au lieu d'utiliser un électroaimant. Le champ coercitif relevé par effet Kerr (fig 5-10 b) est de l'ordre de $3,8\text{kOe}$, alors qu'il faut un champ H_c^* de $9,9\text{kOe}$ pour renverser la moitié des plots avec une seule impulsion de 22ns .

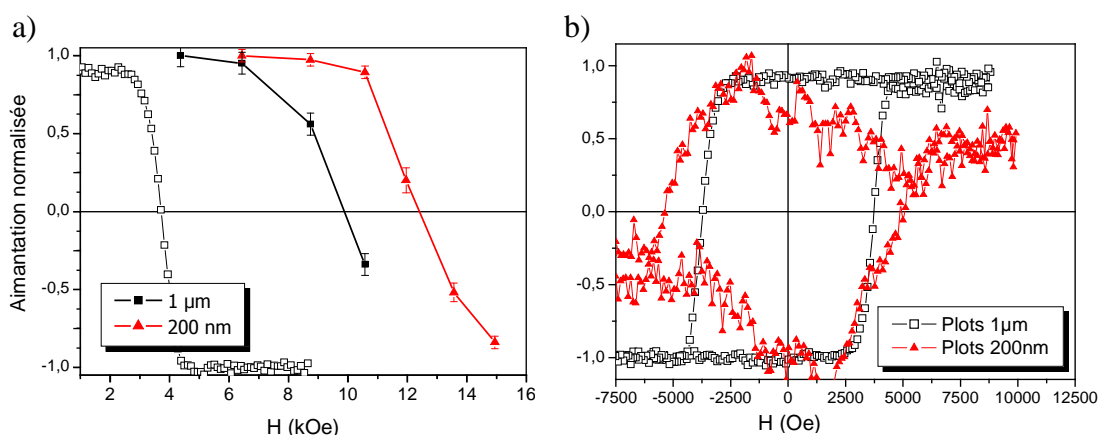


Figure 5-10 : a) Courbes d'aimantation des plots de CoPt_3 de 200nm et $1\mu\text{m}$ soumis à une impulsion de champ de durée $\Delta t=22\text{ns}$ et d'intensité H_0 croissante. Les valeurs d'aimantation sont déduites des images MFM relevées à la rémanence. La courbe en carrés ouverts représente une branche du cycle d'hystérésis des plots de $1\mu\text{m}$ relevé par effet Kerr. En b) sont reproduits les cycles Kerr des deux réseaux de plots.

Cet accroissement de la coercitivité dynamique lorsque la vitesse de balayage augmente n'est pas caractéristique des réseaux de plots : un tel phénomène peut déjà s'observer sur des films continus [Bay 89]. Toutefois, il semble que l'effet soit nettement plus marqué lorsque le renversement est dominé par la nucléation [Pom. 90] comme c'est le cas pour des réseaux de micro/nano-structures magnétiques. Plus

récemment, Moritz et coll. ont pu décrire l'évolution du champ coercitif dynamique d'un réseau de plots de multicouches Co/Pt pour des vitesses de balayage couvrant la gamme 10^{-3} à 10^3 T.s⁻¹, et pour v_B de l'ordre de 10^7 T.s⁻¹. Ces auteurs rapportent un accroissement du champ coercitif de plus d'un ordre de grandeur lorsque v_B passe de 10^{-3} à 10^7 T.s⁻¹ [Mor. 05]. L'accroissement que nous décrivons ici, pour des plots de CoPt₃ est plus faible. Toutefois, on peut noter une différence importante par rapport aux travaux de cette équipe. En effet, nous observons une variation notable du champ coercitif en fonction de la taille des plots. La forme du cycle relevé par effet Kerr sur les plots de 200nm limite là encore les possibilités de comparaison, mais il semble que le rapport des champs coercitifs $H_c^*(200\text{nm})/H_c^*(1\mu\text{m})$ reste le même que le champ soit produit par un électroaimant ou par nos microbobines. Il est toutefois impossible de se prononcer plus catégoriquement.

Remarquons enfin que si la vitesse de balayage est bien définie pour les mesures réalisées par effet Kerr ($v_B \approx 2\text{T.s}^{-1}$), puisqu'elle dépend de la constante de temps de l'électroaimant, tel n'est pas le cas pour les essais réalisés avec notre microbobine. En effet, puisque la durée des impulsions est quasiment constante ($\Delta t \approx 22\text{ns}$), d'après la relation 18, v_B dépend de la hauteur de l'impulsion H_0 . En particulier, cela signifie que les valeurs de H_c^* proposées pour les plots de 200nm et 1 μm sont déterminées pour des vitesses de balayage légèrement différentes (cf. tableau 5-3). L'écart est toutefois relativement faible et ne vient pas mettre en question l'existence d'une dépendance de H_c^* avec la taille latérale des plots.

Tableau 5-3 : Récapitulatif des champs coercitifs dynamiques H_c^* obtenus lorsque l'on soumet les réseaux de plots de 200nm et de 1 μm à un champ de renversement produit par un électroaimant ou par une microbobine, appliqué à la vitesse de balayages v_B . La valeur du champ coercitif des plots de 200nm tirée du cycle d'hystérésis relevé par effet Kerr est très incertaine, mais donne tout de même un ordre de grandeur.

Dimension des plots	Electro-aimant		Microbobine	
	v_B (T.s ⁻¹)	H_c^* (kOe)	v_B (T.s ⁻¹)	H_c^* (kOe)
1 μm	2,1	3,8	$4.5.10^7$	9,9
200 nm	2,1	4,5 ?	$5,6.10^7$	12,4

Conclusions du chapitre

Dans ce chapitre, nous rapportons l'étude du renversement d'aimantation des plots de CoPt_3 sous l'effet d'impulsions de champ magnétique de quelques 20ns. Cette étude a consisté à soumettre un réseau de plots initialement saturé à une série d'impulsions de champ d'intensité H_0 variable. La configuration rémanente est alors observée par microscopie à force magnétique.

L'étude des plots de $1\mu\text{m}$ s'est avérée très instructive. Nous avons en effet pu observer directement que la nucléation des domaines avait lieu préférentiellement à la périphérie des plots. Toutefois, bien que la nucléation se produise aux bords des plots, les premiers événements de nucléation dans les plots de 200nm se produisent pour des champs supérieurs à ce que l'on observe dans le cas des plots de $1\mu\text{m}$. Cet élément semble exclure l'hypothèse selon laquelle la nucléation se produirait sur des défauts créés lors de la structuration des films. Enfin, en se fondant encore une fois sur l'étude des plots de $1\mu\text{m}$, nous avons pu expliquer pourquoi les plots de 200nm apparaissent systématiquement monodomaines à la rémanence. En effet, lorsque le champ H_0 est suffisant pour provoquer la nucléation d'un domaine, la vitesse de propagation est telle que les parois du nucleus vont se propager à l'ensemble du plot. Il apparaît donc que même si les plots de 200nm ont toujours été observés à l'état monodomaine, leur renversement peut tout à fait se produire par nucléation et propagation. A partir d'une série d'expériences de traînage magnétique effectuées sur les plots de 200nm, le volume de nucléation a d'ailleurs été estimé à quelques nanomètres, c'est à dire bien moins que la dimension des plots.

Enfin, cette étude a permis de mettre en évidence que le champ coercitif dynamique augmentait très fortement lorsque la vitesse d'application augmentait. Ainsi, le champ nécessaire pour renverser 50% des plots de 200nm sur la durée d'une impulsion, c'est à dire 20ns, est de l'ordre de 12,5kOe. A titre de comparaison, le champ coercitif relevé par effet Kerr sur ces plots est de l'ordre de 4,5kOe.

Conclusion

Conclusion

L'objet de cette thèse était d'étudier le renversement d'aimantation de nanostructures d'anisotropie magnétique perpendiculaire, dans le régime de quelques nanosecondes. Ce travail s'est organisé en deux temps, autour de deux objectifs successifs. Dans un premier temps, il s'est agi de mettre au point les conditions d'utilisation des différentes techniques de nanofabrication afin de pouvoir réaliser ces nanostructures. Parallèlement, nous avons également développé un protocole expérimental pour intégrer le dispositif de production du champ magnétique à nos échantillons. Alors, nous avons pu nous étudier le renversement d'aimantation de ces nano-objets.

En premier lieu, nous avons donc élaboré des réseaux de plots magnétiques de $1\mu\text{m}$ à 200nm , par structuration de films minces d'alliage CoPt_3 et de multicouches (Co/Pt) dont l'épaisseur nominale de cobalt varie de $0,4$ à $0,8\text{nm}$. La nécessité de déposer l'alliage CoPt_3 à 400°C nous a conduit à fabriquer ces structures par gravure ionique des films continus en utilisant pour masque des motifs de titane définis par lithographie électronique. La réalisation d'une microbobine, par lithographie électronique ou optique directement sur les réseaux de plots, conclut cette étape de fabrication. Plutôt que d'utiliser un dispositif amovible, nous avons ainsi préféré définir une bobine sur chacun des échantillons. Même s'il faut pour cela s'acquitter chaque fois d'une étape de fabrication supplémentaire, cette solution permet d'éviter de repositionner la microbobine sur des réseaux d'une centaine de micromètres. Par ailleurs, dans cette configuration, la bobine repose directement sur le substrat : le champ produit dans la bobine est donc bien perpendiculaire aux nanostructures. La mise au point du procédé de nanofabrication a montré que la lithographie était l'étape déterminante de notre protocole. L'essentiel des caractéristiques géométriques des

structures, dont la dimension ultime que l'on est capable de leur donner dépendent ainsi de la qualité de la lithographie.

L'étude des propriétés magnétiques des films continus (chapitre 3) a montré que les couches d'alliage et les multicouches d'épaisseur nominale de cobalt inférieure à 0,6nm présentaient une anisotropie magnétique perpendiculaire. Pour l'alliage CoPt_3 , cette anisotropie ne résulte pas d'une modulation de composition à longue distance, comme c'est le cas pour l'alliage équiatomique CoPt . Cette anisotropie est alors attribuée à l'existence d'un ordre local à courte distance. Dans le cas des multicouches, l'anisotropie perpendiculaire résulte principalement d'un terme d'interface, qui devient prépondérant lorsque l'épaisseur de cobalt est faible. Dirigée perpendiculairement au plan pour une épaisseur de cobalt de 0,4nm, la direction de facile aimantation des multicouches se réoriente dans le plan pour une épaisseur supérieure à 0,7nm.

Nous nous sommes ensuite tournés vers l'étude des propriétés magnétiques des réseaux de plots (chapitre 4). Cette étude s'est concentrée sur les structures réalisées à partir des films minces donnant lieu à une anisotropie magnétique perpendiculaire. Deux comportements ont alors pu être distingués. Pour les films les moins anisotropes (les multicouches d'épaisseur nominale de cobalt 0,6nm) les réseaux de plots présentent des caractéristiques magnétiques identiques à celles des films continus. A l'inverse, pour les plots obtenus à partir des films les plus anisotropes (CoPt_3 et $(\text{Co}_{0,4}/\text{Pt}_{1nm})_{8x}$), on note une augmentation très nette du champ coercitif collectif des plots lorsque leur taille diminue. Cet effet résulte d'un changement dans le mode de renversement d'aimantation lorsque l'on structure les films continus sous forme de réseaux de plots. La propagation des parois de domaines, qui constitue le mécanisme principal du renversement d'aimantation dans les films, se trouve ainsi limitée aux dimensions des plots. Plus les plots deviennent petits, et moins la contribution de la propagation de domaines est significative.

L'utilisation d'impulsions de champ brèves s'est avérée utile pour étudier les premiers stades du renversement dans les réseaux de plots (chapitre 5). Nous avons pu montrer que la nucléation avait lieu préférentiellement à la périphérie des plots.

Toutefois, notre étude laisse penser que la nucléation n'a pas lieu sur des défauts induits par la structuration des plots, mais qu'au contraire, l'apparition des domaines se fait sur des sites présents initialement dans le film continu. Par ailleurs, le champ nécessaire pour renverser l'aimantation des plots dans le régime de quelques nanosecondes est bien supérieur au champ coercitif relevé en régime quasi statique. Cette augmentation de la coercitivité dynamique lorsque le champ varie très vite n'est pas sans poser quelques problèmes technologiques pour l'enregistrement magnétique à haute fréquence.

Au cours de cette thèse, nous avons étudié des plots de $1\mu\text{m}$ à 200nm . Bien que les plots de CoPt_3 de 200nm nous soient toujours apparus monodomaines à l'état rémanent, pour ces dimensions, le renversement d'aimantation se produit encore par nucléation et propagation de domaines. Il serait alors intéressant d'étudier des structures de dimensions plus réduites. L'expérience acquise au cours de ce travail permet aujourd'hui de réaliser des motifs de 100nm de façon reproductible avec le JEOL 840 utilisé tout au long de cette thèse. L'acquisition dans un futur proche d'un nouveau dispositif de lithographie électronique doté d'une source à effet de champ devrait permettre de réaliser des motifs de dimension bien inférieure.

La mise au point d'un dispositif capable de renverser l'aimantation d'un plot sur la durée d'une seule impulsion permet aussi d'envisager des études résolues en temps à des échelles bien plus brèves. En synchronisant les impulsions délivrées par les microbobines à un laser femtoseconde, il est alors possible de suivre la dynamique d'aimantation excitée par une impulsion laser. Ce travail fait d'ailleurs l'objet de la thèse d'A. Laraoui, dirigée par J.Y. Bigot. Il reste toutefois quelques problèmes technologiques à régler. Dans cette étude, les impulsions ont toujours été délivrées à des taux de répétitions assez faibles (quelques 100Hz). Les expériences pompe-sonde requièrent des taux de répétition supérieur, de l'ordre de 5kHz . Or les premiers essais réalisés à de tels taux de répétitions montrent que la bobine s'échauffe et finit par céder. Plusieurs pistes s'offrent alors pour accroître la robustesse du dispositif. Il est

possible de réduire la résistance de la boucle de cuivre, réalisant le dispositif par électrodéposition. Une autre possibilité consiste à réaliser les structures sur un substrat doté d'une meilleure conductivité thermique, comme le silicium par exemple. L'utilisation du silicium conduirait alors vraisemblablement à se limiter aux multicouches (Co/Pt). Toutefois, nous avons pu montrer que les propriétés magnétiques des films et des plots de CoPt_3 et de $(\text{Co}_{0,4}/\text{Pt}_{1nm})_{8x}$ étaient relativement comparables.

Bibliographie

Références Bibliographiques

A

- [Abe 04] M. Abes, Thèse de doctorat, ULP-Strasbourg I (2004)
- [Abe 05] M. Abes, J. Vénuat, A. Carvalho, J. Arabski, D. Muller, G. Schmerber, E. Beaurepaire, P. Panissod, A. Dinia and V. Pierron-Bohnes, J. Magn. Mater., 286, 297 (2005)
- [Abe 06] M. Abes, M.V. Rastei, J. Vénuat, L.D. Buda-Prejbeanu, A. Carvalho, G. Schmerber, J. Arabski, E. Beaurepaire, J.P. Bucher, A. Dinia, V. Pierron-Bohnes, Mater. Sci. Eng. B 126, 207 (2006)
- [Aiz 79] N.A. Aizaki, J. Vac. Sci. Technol. B 16(6), 1726 (1979)
- [Auc 81] O. Auciello, J. Vac. Sci. Technol. 19(4), 841 (1981)

B

- [Bai 02] M. Bailleul, Thèse de doctorat de l'Ecole Polytechnique (2002)
- [Bay 89] G. Bayreuther, P. Bruno, G. Lugert and C. Turtur, Phys. Rev. B 40(10), 7399 (1989)
- [Bel 97] L. Belliard, J. Miltat, V. Kottler, V. Mathet, C. Chappert and T. Valet, J. Appl. Phys 81(8), 5315 (1997)
- [Ber 92] G.H. Bernstein, D.A. Hill and W.P. Liu, J. Appl. Phys. 71(8), 4066 (1992)
- [Bon 01] M. Bonfim, Thèse de doctorat, UJF- Grenoble I (2001)
- [Bou 96] F. Boukari, Thèse de doctorat, Université Paris XI - Orsay (1996)

C

- [Che 93] W. Chen and H. Ahmed, J. Vac. Sci. Technol. B 11, 2519 (1993)

[Com1] Jacques Faerber, communication privée.

[Cor] http://www.cnf.cornell.edu/cnf_process_ebl_resists.html

D

[Dah 85] C.E. Dahmani, Thèse de doctorat, ULP - Strasbourg I (1985)

[Dob 00] E.A. Dobisz, S.L. Brandow, R. Bass and J. Mitterender, J. Vac. Sci. Technol.B 18(1), 107 (2000)

F

[Fat. 62] E. Fatuzzo, Phys. Rev. 127(6), 1999 (1962)

G

[Gaa 90] B.P. Van der Gaag and A Scherer, Appl. Phys. Lett. 56(5), 481 (1990)

[Gen 90] M. Gentili, L. Grella, A. Lucchesini, L. Luciani, L. Mastrogiacomo and P. Musumeci, J. Vac. Sci. Technol.B 8(6), 1867 (1990)

[Gre 75] J.S. Greeneich, J. Electrochem. Soc. Solid State Sci. Technol. 122, 970 (1975)

[Gui 02] L. Guidoni, E. Beaurepaire and J.Y. Bigot, Phys. Rev. Lett. 89(1), 017401-1 (2002)

[Gut 00] M.U. Gutsche, S.D. Althavale, K. Williams and D. Hines, J. Vac. Sci. Technol.B 18(2), 765 (2000)

H

[Han 02] Q. Hang, Y. Wang, M. Lieberman and G.H. Bernstein, J. Vac. Sci. Technol. B 21(1), 227 (2002)

[Has 89] S. Hashimoto, Y. Ochiai and K. Aso, J. Appl. Phys. 66 (10), 4909 (1989)

[Haw 74] R.J. Hawryluk, A.M. Hawryluk and H.I. Smith, J. Appl. Phys. 45(6), 2551 (1974)

[Heh 97] M. Hehn, Thèse de doctorat, ULP-Strasbourg I (1997)

-
- [Her 72] R.F. Herzog, J.S. Greeneich, T.E. Everhart and T. Van Duzer, IEEE Trans. Elec. Device 19(5), 635 (1972)

J

- [Jam 98] J.P. Jamet, S. Lemerle, P. Meyer, J. Ferré, B. Bartenlian, N. Bardou, C. Chappert, P. Veillet, F. Rousseaux, D. Decanini and H. Launois, Phys. Rev. B 57(22), 14320 (1998)

K

- [Kho 96] M. Khoury and D.K. Ferry, J. Vac. Sci. Technol. B 14(1), 75 (1996)
[Kir 97] A. Kirilyuk, J. Ferré, V. Grolier, J.P. Jamet and D. Renard, J. Magn. Magn. Mat. 171, 45 (1997)

L

- [L.F. 00] A. Lyberatos and J. Ferré, J. Phys. D 33(9), 1060 (2000)
[Lab 89] M. Labrune, S. Andrieu, F. Rio and P. Bernstein, J. Magn. Magn. Mat. 80, 211 (1989)
[Lee 79] R.E. Lee, J. Vac. Sci. Technol. 16 (2), 164 (1979)
[Ler 91] C. Leroux, M.C. Cadeville, D. Broddin and G. Van Tendeloo, Phil. Mag 64, 57 (1991)

M

- [Mar 94] C.R. Martin, Science 266, 1961 (1994)
[Mar 97] M. Maret, M.C. Cadeville, R. Poinot, A. Herr, E. Beaurepaire and C. Monier, J. Magn. Magn. Mater. 166, 45 (1997)
[Mat 02] Materia Systèmes, Mode d'emploi du canon SIMO50 (éd. Sept. 2002)
[Men 99] C. Meneghini, M. Maret, V. Parasote, M.C. Cadeville, J.L. Hazemann, R. Cortes and S. Colonna, Eur. Phys. J. B 7,347 (1999)
[Mic 95] A. Michel, Thèse de doctorat, ULP - Strasbourg I (1995)
[Mon 63] D.B. Montgomery, Rep. Phys. Lett. 26, 69 (1963)
-

- [Mor 05] J. Moritz, B. Dieny, J.P. Nozières, Y. Pennec, J. Camarero and S. Pizzini, Phys. Rev. B 71, 100402-1 (2005)

N

- [Nee 49] L. Néel, Ann. Geophys. (C.N.R.S.) 5, 99 (1949)

O

- [O'Gr 94] K. O'Grady, M. El-Hilo and R.W. Chantrell, J. Appl. Phys. 76(10), 6368 (1994)

P

- [Par 98] V. Parasote, Thèse de doctorat, ULP - Strasbourg I (1998)
- [Pea 64] W.B. Pearson, Handbook of lattice spacings and structures of metals and alloys, Ed. Pergamon Press (1964)
- [Pom 90] J. Pommier, P. Meyer, G. Pénissard, J. Ferré, P. Bruno and D. Renard, Phys. Rev. Lett. 65(16), 2054 (1990)
- [Pou 95] P. Pouloupoulos, M. Angelakeris, D. Niarchos, R. Krishnan, M. Porte, C. Batas and N.K.Flevaris, J. Magn. Magn. Mat. 148, 78 (1995)

R

- [Rai] Handbook of Microlithography, Micromachining and Microfabrication: Vol.1, P.Rai-Choudhury, Editor
- [Roo 95] P.W. Rooney, A.L. Shapiro, M.Q. Tran and F. Hellman, Phys. Rev. Lett. 75(9), 1843 (1995)

S

- [S.W. 48] E.C. Stoner and E.P. Wohlfarth, Philos. Trans. London Ser. A 240, 599 (1948)

-
- [Sat 00] K.M. Satyalakshmi, A. Olkhovets, M.G. Metzler, C.K. Harnett, D.M. Tanenbaum and H.G. Craighead, *J. Vac. Sci. Technol.B* 18(6), 3122 (2000)
- [Sea] <http://www.seagate.com/newsinfo/technology/storage/>
- [Sha. 94] M.P. Scharrock, *J. Appl. Phys* 76, 6413 (1994)
- [Spe 71] E.G. Spencer and P.H. Schmidt, *J. VAc. Sci. Technol* 8(5) S52 (1971)
- [Ste 69] A.D.G. Stewart M.W. Thompson, *J. Mater. Sci.* 4, 56 (1969)

V

- [Val 96] J. Valentin, Th. Kleinefeld and D. Weller, *J. Phys. D: Appl. Phys* 29, 1111 (1996)
- [Vie 04] C. Vieu et D. Maily, *Les Nanosciences chapitre 1*, p.23 - M. Lahmani, C. Dupas et P. Houdy, éd. Belin, coll. Echelles (2004)
- [Vla] Courtoisie de Vincent Vlaminck

W

- [Wel 01] D. Weller, L. Folks, M. Best, E.E. Fullerton, B.D. Terris, G.J. Kusinski, K.M. Krishnan and G. Thomas, *J. Appl. Phys.* 89 (11), 7525 (2001)

Z

- [Zep 91] W.P. Zeper, H.W van Kesteren , B.A.J. Jacobs, J.H.M. Spruit and P.F. Carcia, *J. Appl. Phys.* 70 (4), 2264 (1991)
- [Zhu 00] J-G Zhu, Y. Zheng and G.A. Prinz, *J. Appl. Phys.* 87(9), 6668 (2000)

Etude statique et dynamique du renversement d'aimantation de petits objets d'anisotropie perpendiculaire

Résumé

Ce travail porte sur l'étude du renversement d'aimantation de plots submicroniques à anisotropie perpendiculaire. La 1^{ère} partie décrit la réalisation des réseaux de plots (entre 200nm et 1µm) par lithographie électronique et gravure ionique sèche à partir de films continus d'alliage CoPt₃ et de multicouches (Co_xPt_{10Å})_{nx}. Le dispositif est complété par une microbobine lithographiée qui délivre un champ magnétique de 1.5T.

L'étude des propriétés magnétiques, décrite dans la 2^{nde} partie, montre que les films d'alliage et les multicouches avec $t_{Co} < 0.7\text{nm}$ sont d'anisotropie perpendiculaire au plan. Par effet Kerr magnéto-optique, on voit que la coercivité des plots croît lorsque leur taille diminue. Cette tendance s'explique par le mode de renversement dominé par la propagation des parois de domaines qui est limitée par la taille des plots. L'étude par MFM du renversement de l'aimantation des plots sous l'effet d'impulsions de quelques ns a permis d'observer les 1^{ers} stades de ce mécanisme.

Mots-clés : anisotropie perpendiculaire, Co/Pt, renversement d'aimantation, nanostructures magnétiques, nanofabrication, multicouches magnétiques, MFM

Static and dynamic study of magnetization reversal in nanostructures with perpendicular anisotropy

Abstract

This work deals with the study of the magnetization reversal of submicrometric dots with perpendicular anisotropy. The 1st part describes the fabrication of the dots (characteristic size between 200nm and 1µm) by e-beam lithography and ionic beam etching from continuous CoPt₃ films and (Co_xPt_{10Å})_{nx} multilayers. Moreover, a magnetic field up to 1.5T is applied via a micro-coil that is lithographed directly on the dots network.

The study of the magnetic properties, described in the 2nd part of this manuscript, shows that the alloy films and the multilayers with $t_{Co} < 0.7\text{nm}$ present a perpendicular anisotropy. Magneto-optic experiments with Kerr effect prove that the coercivity of the dots increases when their size decreases. This tendency can be explained by the reversal mode that is dominated by the propagation of the domains walls, which is limited by the size of the dots. Finally, the 1st steps of the magnetization reversal of the dots under magnetic impulsions of few ns was observed by MFM experiments.

Keywords: perpendicular anisotropy, Co/Pt, magnetization dynamics, magnetic nanostructures, nanofabrication, magnetic multilayers, MFM