



HAL
open science

Elaboration et structuration d'empilements Co/Al₂O₃/Co/Ni₈₀Fe₂₀ par pulvérisation ionique

El Houcine Oubensaid

► **To cite this version:**

El Houcine Oubensaid. Elaboration et structuration d'empilements Co/Al₂O₃/Co/Ni₈₀Fe₂₀ par pulvérisation ionique. Matière Condensée [cond-mat]. Université Paris Sud - Paris XI, 2006. Français. NNT: . tel-00011764

HAL Id: tel-00011764

<https://theses.hal.science/tel-00011764>

Submitted on 6 Mar 2006

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

ORSAY

N° D'ORDRE : 8214



UNIVERSITÉ PARIS SUD
U.F.R. SCIENTIFIQUE D'ORSAY

Thèse présentée pour obtenir
LE GRADE DE DOCTEUR EN SCIENCES
DE L'UNIVERSITÉ PARIS XI

Spécialité Physique

Par

El Houcine OUBENSAID

ELABORATION ET STRUCTURATION D'EMPILEMENTS

Co/Al₂O₃/Co/Ni₈₀Fe₂₀

PAR PULVERISATION IONIQUE

Soutenue le 28 février 2006 devant la commission d'examen composée de:

Mme et MM.

Simone CASSETTE

Aziz DINIA

Rapporteur

Ana LACOSTE

Rapporteur

Philippe LECOEUR

Nicolas MARSOT

Invité

Daniel MORVAN

Président

Christian SCHWEBEL

Directeur de thèse

*« De la rigueur du maître,
l'excellence du disciple,
la valeur du chemin »*

Seiko Miyazawa, 14^e héritier du Nadashinkageryu

Remerciements

Dès que j'avais commencé à écrire ce manuscrit, je pensais déjà à cette page qui serait sans doute la plus agréable à écrire. Elle n'en reste pas moins difficile, car il s'agit de n'oublier personne !!!!

Je vais donc commencer par remercier Mr Jean-Michel Lourtioz, directeur de l'Institut d'Electronique Fondamentale, de m'avoir accueilli au sein de son laboratoire. Je remercie également Mrs Jacques Boulmer et Alain Bosseboeuf de m'avoir accepté au sein du département Micro et Nano Systèmes (anciennement Physique et Technologies des Procédés).

Je souhaite également remercier Mme Ana Lacoste et Mr Aziz Dinia d'avoir accepté d'être les rapporteurs de ce travail. Je suis particulièrement reconnaissant envers ce dernier pour les images MET effectuées à l'IPCMS.

Je voudrais aussi remercier Mme Simone Cassette d'avoir accepté de faire parti de mon jury de thèse.

Je remercie également Mr Daniel Morvan d'avoir accepté de présider mon jury de thèse.

Ma thèse s'est déroulée au sein de l'équipe PROFIT pour laquelle j'aurais toujours un attachement particulier. Je suis donc reconnaissant à l'ensemble de ses membres pour m'avoir initié au phénomène de pulvérisation : Jean Aubert, Philippe Coste, Nicolas Marsot. Je remercie plus particulièrement Christian Schwebel qui a été mon Sensei vénéré pendant ces trois années. Bien sûr, je n'oublie pas Cécile Maunoury, qui a été mon Sempai pendant ma première année de thèse. J'aurais également une pensée pour David Stuart.

Je remercie également l'ensemble des chercheurs du département MINASYS pour leur accueil et leur disponibilité. Merci à Dominique Débarre pour les images AFM. Merci à Xavier Le Roux pour son aide. Merci également à mon collègue de bureau : Pascal Marie.

Pendant ma thèse, j'ai été amené à collaborer avec d'autres départements du laboratoire. Je voudrais donc remercier Bernard Bartenlian et Philippe Lecoer du département MMS pour m'avoir permis d'utiliser le bâti de gravure. Merci également à Manuel Bibes pour les mesures de réflectivité X.

Je suis également reconnaissant envers Thibault Devolder et Elsa Nicolle du département NST pour les mesures électriques. Merci également aux autres membres de ce département pour les parties de basket endiablées !!!

Je voudrais aussi remercier les membres de l'opération SiGeC et plus particulièrement Daniel Bouchier, pour m'avoir donné des pièces pour mon bâti de dépôt. Je me souviendrai plus particulièrement d'une pompe à eau, grâce à laquelle j'ai pu constater que la nature avait bien horreur de l'ultravide !!!!

Je pense également aux chercheurs du département CMO qui m'ont parfois enlevé une épine du pied. Merci à vous !

J'exprime en outre ma reconnaissance aux membres de la CTU IEF-MINERVE qui m'ont formé sur les différents appareils de la salle blanche.

Un grand merci aux techniciens de l'atelier mécanique pour toutes les petites pièces réalisées.

Je suis extrêmement reconnaissant envers Frédéric Nguyen Van Dau, de l'unité mixte CNRS/Thalès, pour m'avoir prêté les masques de lithographie optique.

Je remercie également la société Altis Semiconductor pour les mesures CIPT sur mes empilements.

Au cours de cette thèse, j'ai pu également rencontrer bons nombres de doctorants avec qui j'ai pu tissé des liens d'amitié. L'organisation des JNRDM'05 restera comme un souvenir fort de notre équipée. Il y a donc Antoine, Cédric, Delphine, Emile, Guillaume, Hughes, Jérôme, Julien, Ludovic, Marion (ma complice du DEA CAPI), Mathieu, Ritha, Sébastien, Sylvain G., Sylvain M., Tiphaine, Thomas, Yassine, Yohann.... Merci à toutes et à tous.

Merci également à Anne-Lise, Benoît, Bertrand, Gurwan, Mathieu H., Mathieu R., Miguel, Mohamed, Olivier, Stéphanie, Sylvain...et à tous ceux que j'oublie.

Je pense également à mes amis en dehors du labo, que je connais depuis de nombreuses années et avec lesquels j'ai passé des moments formidables : Aurélie, Benjamin, Christophe, Cosima, Elie, Jérôme, Joël, Laureline, Mathieu, Nathalie, Patrick, Sébastien, Sophie, Vincent C., Vincent G., Yann...et tous les autres (pardonnez moi mais je dois faire court). Merci du fond du cœur.

Bien entendu, je remercie ma famille : ma mère, ma sœur et mes deux frères. Je pense également à mon père qui n'est plus là mais qui m'a toujours poussé à aller au bout des études. Voilà papa, je pense qu'on ne peut pas aller plus haut. Et maintenant ????

***Eh bien comme dirait le capitaine Harlock à bord de l'Arcadia :
« Moteur atomique à pleine puissance, direction l'UNIVERS !!!!! »***

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION GENERALE	5
CHAPITRE I: INTRODUCTION AUX JONCTIONS TUNNEL MAGNETIQUES	7
I°) INTRODUCTION	7
II°) LES JONCTIONS TUNNEL MAGNETIQUES (JTM)	8
1°) Définition d'une jonction tunnel magnétique	8
2°) La mémoire vive magnétique à accès aléatoire	9
3°) Les têtes de lecture à effet TMR.....	11
III°) APPROCHE THEORIQUE DES JONCTIONS TUNNELS MAGNETIQUES	14
1°) Le magnétisme des couches minces métalliques.....	14
a°) L'anisotropie magnétocristalline.....	14
b°) L'anisotropie magnétoélastique.....	15
c°) L'anisotropie dipolaire.....	16
d°) L'énergie de Zeeman	16
e°) L'énergie magnétique totale.....	16
f°) La réponse magnétique d'un empilement.....	17
2°) Les modèles de magnétorésistance tunnel	20
a°) Le modèle de Jullière	20
b°) Le modèle de Slonczewski	22
IV°) L'EVOLUTION DES PERFORMANCES DES JTM A BASE D'ALUMINE	23
1°) Le dépôt direct de l'oxyde.....	24
2°) L'oxydation naturelle d'une couche d'aluminium	24
3°) L'oxydation par un plasma.....	26
4°) L'oxydation par un jet de plasma	28
5°) Les techniques de dépôt des couches minces	29
V°) LA CROISSANCE D'UNE COUCHE MINCE	31
1°) Présentation des différents modes de croissances	31
2°) Influence de l'énergie des particules incidentes sur le film mince déposé	34
a°) Influence sur le mode de croissance du film déposé	34
b°) Influence sur la rugosité du film déposé	36
c°) Influence sur la cristallinité du film déposé	36
VI°) CONCLUSION	38
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE I.....	39
CHAPITRE II : LA RELATION FAISCEAU D'IONS – MATIERE	41
I°) LA PULVERISATION IONIQUE	41
1°) Introduction	41
2°) Principe général	42
3°) L'énergie seuil de pulvérisation	46
4°) La pulvérisation d'un alliage.....	48
II°) LA PULVERISATION A HAUTE ENERGIE	50
1°) Le rendement de pulvérisation.....	50
2°) Influence de l'angle d'incidence.....	52
3°) Variation du taux de pulvérisation avec le rapport des masses M_2/M_1	54
4°) Incorporation de gaz rares	55
5°) Les ions réfléchis et rétrodiffusés	57
III°) LA PULVERISATION A BASSE ENERGIE	60
1°) Le rendement de pulvérisation.....	60
2°) La gravure par faisceau d'ions à basse énergie	67
a°) L'état de surface en fonction de l'énergie primaire.....	68
b°) L'émission ionique secondaire	69
c°) Influence de l'énergie des ions primaires sur le taux de ionisation.....	71
IV°) CONCLUSION	72
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE II	73

CHAPITRE III : L'ELABORATION ET LA CARACTERISATION DE L'EMPILEMENT CO/AL₂O₃/CO/Ni₈₀Fe₂₀	75
I°) INTRODUCTION	75
II°) LE DISPOSITIF EXPERIMENTAL	75
1°) <i>Le canon à ions micro-onde</i>	78
a°) La source d'ions	79
b°) L'optique ionique	79
c°) Caractéristiques du plasma émetteur	80
2°) <i>Les dispositifs de caractérisation in situ</i>	83
a°) La spectroscopie d'électrons Auger	83
b°) L'analyseur de gaz résiduel	83
III°) LA DEMARCHE EXPERIMENTALE	83
1°) <i>La préparation du substrat de silicium</i>	83
2°) <i>Le dépôt des électrodes ferromagnétiques</i>	86
3°) <i>Le dépôt de la barrière isolante d'alumine</i>	89
a°) La pulvérisation réactive	89
b°) Comparaison chimique des deux méthodes d'élaboration de l'alumine	91
IV°) LES CARACTERISATIONS EX SITU	94
1°) <i>Les appareils de caractérisation ex situ</i>	94
a°) La Microscopie à Force Atomique (AFM)	94
b°) Le Microscope Electronique en Transmission (MET)	94
c°) Le magnétomètre à gradient de champ alternatif	94
2°) <i>Topographie des films déposés par pulvérisation ionique sous ultra vide</i>	95
3°) <i>Imagerie par microscopie électronique</i>	97
4°) <i>Les propriétés magnétiques des empilements Co/Al₂O₃/Co/Ni₈₀Fe₂₀</i>	100
a°) Propriétés de l'électrode ferromagnétique de cobalt	100
b°) Propriétés de l'électrode ferromagnétique supérieure de permalloy	101
c°) Propriétés d'un empilement ferromagnétique complet	103
V°) CONCLUSION	105
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE III.....	106
CHAPITRE IV : ELABORATION D'UN MICRO-DISPOSITIF POUR LES MESURES DE MAGNETORESISTANCE	107
I°) INTRODUCTION	107
II°) LE PROCEDE DE STRUCTURATION DES JONCTIONS TUNNEL MAGNETIQUES	108
1°) <i>Le procédé de structuration des empilements</i>	108
2°) <i>Le bâti de gravure sèche</i>	110
a°) La réflectivité optique des films minces	112
b°) Le spectromètre de masse d'ions secondaires	115
3°) <i>Utilisation des deux détections de fin de gravure</i>	115
a°) Simulation de la réflectivité optique pendant la gravure	116
b°) Mesure de la réflectivité optique pendant la gravure ionique	118
c°) La spectrométrie de masse des ions secondaires	122
4°) <i>La lithographie optique</i>	126
5°) <i>Définition des jonctions circulaires</i>	127
6°) <i>Structuration de l'électrode inférieure</i>	130
7°) <i>Isolation électrique des jonctions par le dépôt de Si₃N₄</i>	131
a°) Le dépôt de Si ₃ N ₄ par PECVD	131
b°) La Gravure Ionique Réactive (GIR)	132
8°) <i>L'élaboration des électrodes de contact</i>	134
III°) LA CARACTERISATION ELECTRIQUE DES EMPILEMENTS CO/AL ₂ O ₃ /CO/Ni ₈₀ Fe ₂₀	137
1°) <i>La caractérisation électrique des micro-dispositifs</i>	137
2°) <i>La mesure de la magnétorésistance tunnel par la méthode CIPT</i>	139
a°) Le principe de la méthode	139
b°) Caractérisation de l'empilement complet par la méthode CIPT	141
3°) <i>La distribution énergétique des atomes pulvérisés</i>	142
a°) SRIM 2003	142
b°) Estimation de la distribution énergétique des atomes pulvérisés de cobalt	143
c°) Les ions argon réfléchis	146
d°) Bilan des simulations de pulvérisation	148
IV°) CONCLUSION	149

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE IV	150
CONCLUSION GENERALE	151
PERSPECTIVE : LA MAGNESIE (MGO).....	155
1°) <i>L'effet tunnel cohérent</i>	155
2°) <i>Les derniers résultats expérimentaux</i>	158
ANNEXES	161
ANNEXE 1 : LA SPECTROSCOPIE D'ELECTRONS AUGER.....	161
ANNEXE 2 : LA MICROSCOPIE A FORCE ATOMIQUE (AFM)	164
ANNEXE 3 : LA MICROSCOPIE ELECTRONIQUE EN TRANSMISSION	165
ANNEXE 4 : LE MAGNETOMETRE A GRADIENT DE CHAMP ALTERNATIF	166
ANNEXE 5 : CALCUL MATRICIELLE DU COEFFICIENT DE REFLEXION D'UN EMPILEMENT	167
ANNEXE 6 : LA PECVD.....	169
ANNEXE 7 : LA RESINE LOR5B.....	170
ANNEXE 8 : VALIDITE DE SRIM 2003	172

Introduction générale

L'électronique de spin a connu un vif succès depuis une quinzaine d'années suite à la mesure de la première magnétorésistance géante en 1988. L'augmentation spectaculaire de la densité de stockage des disques durs découle directement de ce résultat. Par la suite, la première magnétorésistance tunnel à température ambiante a permis d'envisager un nouveau type de mémoire vive non volatile à accès aléatoire : la MRAM (Magnetic Random Access Memory).

L'électronique de spin profite surtout au stockage des données sur un support magnétique. L'évolution des performances s'est faite conjointement avec l'amélioration des techniques de dépôt des films ultraminces.

Cette étude s'inscrit dans cette voie. En utilisant l'expérience du laboratoire sur les faisceaux d'ions, un bâti de dépôt par pulvérisation ionique a été étudié lors d'une première thèse. Cette technique de dépôt est encore peu utilisée pour ce type d'applications, mais elle a déjà montré d'excellents résultats. La thèse précédente a permis d'obtenir les premières caractérisations chimiques et magnétiques des empilements $\text{Co}/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Co}/\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$. Cette structure classique a été choisie afin de pouvoir comparer les résultats obtenus avec ceux de la littérature.

Ce manuscrit s'articule autour de quatre chapitres. Nous allons présenter les nouveaux résultats des caractérisations chimiques, magnétiques et structurales, effectuées sur des empilements similaires. Par la suite, un procédé de structuration des multicouches par pulvérisation ionique va être détaillé. Le micro-dispositif obtenu a permis la caractérisation électrique des empilements $\text{Co}/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Co}/\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$.

Le premier chapitre est un état de l'art des jonctions tunnel magnétiques actuelles. Les notions théoriques et les résultats expérimentaux sont abordés. Par la suite, nous présentons les techniques de dépôt des films ultraminces. Enfin, nous soulignons l'influence du paramètre énergétique sur les propriétés des couches déposées.

Le deuxième chapitre est consacré à la pulvérisation ionique qui est le cœur de cette étude. Nous définissons un premier rendement de pulvérisation à haute énergie. Ensuite, nous déterminons l'évolution ce rendement en fonction des paramètres expérimentaux. Puis nous nous intéressons aux modèles mathématiques qui permettent de calculer le rendement de pulvérisation à basse énergie, qui intervient lors des deux premières étapes de gravure du procédé de structuration. Le contrôle de la gravure repose notamment sur la caractérisation des ions secondaires émis lors de l'érosion. Dans ce contexte, nous présentons l'ensemble des mécanismes à l'origine de cette émission liée à la pulvérisation.

Le troisième chapitre est consacré à l'élaboration des empilements $\text{Co}/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Co}/\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$. Nous présentons le bâti de dépôt expérimental et les dispositifs de caractérisations in situ. Les conditions d'élaboration de chaque film mince sont détaillées, jusqu'à l'obtention d'un empilement complet. La présentation des appareils et des résultats des caractérisations ex situ termine ce chapitre.

Le quatrième chapitre est dédié à l'élaboration d'un micro-dispositif à partir d'un empilement complet grâce à un procédé de structuration. Les deux premières étapes du procédé reposent sur un bâti d'érosion ionique expérimental décrit en détail. Nous présentons plus particulièrement les deux dispositifs de suivi de gravure dont il est doté. Puis nous décrivons le procédé technologique, étape par étape, jusqu'à l'obtention du micro-dispositif de mesure. Les propriétés électriques des micro-dispositifs sont ensuite présentées. La caractérisation de l'empilement est complétée par des mesures locales réalisées par la méthode CIPT (Current In-Plane Tunneling). La discussion des résultats fait intervenir le rôle de l'énergie des particules pulvérisées. Des simulations de pulvérisation ionique ont donc été effectuées afin d'estimer l'énergie des atomes pulvérisés en fonction de l'énergie des ions primaires.

Chapitre I: Introduction aux Jonctions Tunnel Magnétiques

I°) Introduction

L'électronique de spin ou spintronique est une science qui conjugue l'électronique et le magnétisme. Alors que l'électronique classique applique un champ électrique pour déplacer les électrons, la spintronique utilise directement le spin des électrons. Ceci est possible dans les matériaux ferromagnétiques, où le spin de l'électron est corrélé à son état magnétique.

Cette discipline est apparue en 1988 avec l'élaboration de la première Vanne de Spin de type Fe/Cr/Fe [Baib88]. Une Vanne de Spin est composée de deux films métalliques ferromagnétiques séparés par un film métallique non magnétique. Sur une telle structure, on observe une variation de la résistance électrique en fonction de la configuration relative des aimantations (parallèle ou antiparallèle) des deux couches ferromagnétiques. Cette variation de la résistance définit la Magnéto Résistance Géante (MRG). On a trouvé un vif intérêt pour ces Vannes de Spin, notamment dans l'élaboration de capteurs magnétiques ultrasensibles. Ainsi en 1997, IBM commercialise les premiers disques durs à tête MRG. Si les premiers modèles plafonnaient à 17 Go, la capacité actuelle dépasse largement les 200 Go.

La Magnéto Résistance Tunnel (MRT) est un autre effet de l'électronique de spin, qui va être défini dans le paragraphe suivant. Ce phénomène a été observé pour la première fois en 1975 par Jullière sur une Jonction Tunnel Magnétique (JTM) Fe/Ge/Co [Jul75]. Cependant les difficultés d'élaboration de ces structures étaient telles que les recherches ont été abandonnées pendant près de vingt ans. C'est en 1995, avec la mesure des premières MRT reproductibles à température ambiante, que les Jonctions Tunnel Magnétiques sont revenues sur la scène scientifique [Mood95]. Les Jonctions Tunnel ont également trouvé un engouement certain pour le stockage des données avec la nouvelle génération de mémoires vives magnétiques (MRAM) et les têtes de lecture des disques durs.

Ce chapitre va présenter les caractéristiques des jonctions tunnel magnétiques à base de métaux de transition, puis les évolutions qui ont permis d'accroître leurs performances. On s'intéressera plus particulièrement à l'alumine, qui est l'isolant utilisé dans cette étude.

II°) Les Jonctions Tunnel Magnétiques (JTM)

1°) Définition d'une jonction tunnel magnétique

Dans sa structure la plus simple, une jonction tunnel magnétique se compose de deux couches minces ferromagnétiques (Co, Fe, Ni) séparées par une fine couche isolante (Al_2O_3). En appliquant une tension de polarisation entre les deux couches ferromagnétiques on crée des canaux électriques qui conduisent le courant par un effet tunnel. La valeur de la résistance électrique varie entre deux valeurs extrêmes (fig. 1.1). Elle dépend de la configuration relative des aimantations des deux couches ferromagnétiques. Elle est maximale pour une configuration antiparallèle.

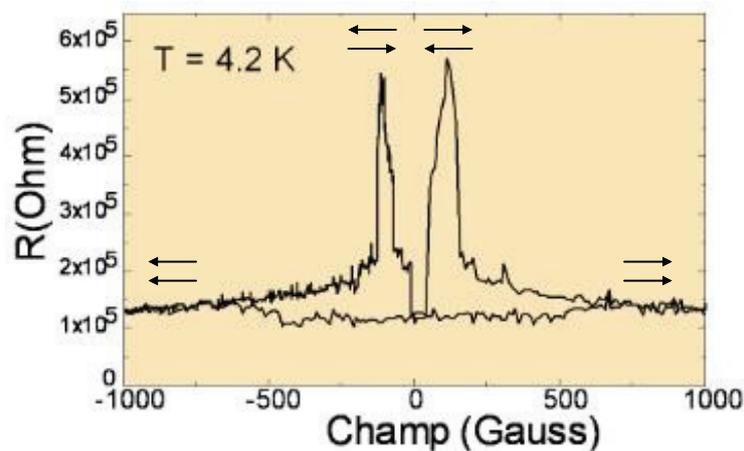


Figure 1.1 : Variation de la résistance électrique en fonction de la configuration relative des deux aimantations d'une jonction tunnel magnétique [Park99]

Cette variation de la résistance électrique en fonction de la configuration magnétique s'appelle la Magnéto Résistance Tunnel (MRT). On calcule la valeur de la MRT à l'aide de la relation suivante :

$$\text{MRT} = \frac{R_{\text{antiparallèle}} - R_{\text{parallèle}}}{R_{\text{parallèle}}} \quad (1.1)$$

Outre la valeur de la MRT, le produit de la résistance électrique R par la surface de la jonction A permet de caractériser l'empilement. Cette donnée est très importante car pour répondre aux applications de la microélectronique en termes de vitesse et de sensibilité, le produit $R \cdot A$ doit être connu et maîtrisé. Il est directement proportionnel à l'épaisseur de la barrière et s'exprime en $\Omega \cdot \mu\text{m}^2$.

La mesure de la MRT à température ambiante a permis l'utilisation des jonctions tunnel magnétiques dans la microélectronique, notamment pour le stockage des données. On va présenter deux applications majeures de cette structure.

2°) La mémoire vive magnétique à accès aléatoire

L'une des applications les plus prometteuses des JTM est la mémoire vive magnétique à accès aléatoire (MRAM). La MRAM possède beaucoup de qualités : c'est une mémoire non volatile avec une vitesse de lecture et d'écriture de l'ordre de la nanoseconde, une consommation divisée par deux par rapport à la RAM classique et une grande durée de vie (cycle de lecture et d'écriture $>10^{15}$). Le tableau suivant résume les propriétés de la MRAM et des autres mémoires disponibles actuellement sur le marché.

	Mémoire non volatile				Mémoire volatile	
	MRAM	FRAM	Flash	EEPROM	DRAM	SRAM
Cycle de lecture	$>10^{15}$	$10^{11}-10^{15}$	$>10^{15}$	$>10^{15}$	$>10^{15}$	$>10^{15}$
Cycle d'écriture	$>10^{15}$	$10^{11}-10^{15}$	10^6-10^8	10^4-10^6	$>10^{15}$	$>10^{15}$
Sauvegarde des données	>10 ans	>10 ans	>10 ans	>10 ans	X	X
Tps d'accès	3-50ns	40-70ns	40-70ns	40-70ns	40-70ns	2-100ns
Tps d'écriture	3-50ns	1ns	10 μ s-100ms	1-10ms	60ns	2-100ns
Taille des cellules	4-8F ²	9-13F ²	8-12F ²	40F ²	8F ²	100F ²
Tension d'écriture	1,8-5V	0,8-5V	10-18V	10-18V	2,5-5V	0,8-5V
Energie d'écriture	10-200pJ	1pJ	10-200pJ	1pJ	10-200pJ	X
Puissance consommée	0,5-1X	0,5-1X	1-1,5X	1-1,5X	Réf	2X

Tableau 1.1 : Comparaison de la MRAM avec les autres types de mémoire [Guth02]

MRAM: Magnetic Random Access Memory

FRAM: Ferroelectric Random Access Memory

EEPROM: Electrically Erasable Programmable Read Only Memory

DRAM: Dynamic Random Access Memory

SRAM: Static Random Access Memory

Ce tableau montre que la MRAM possède les meilleures qualités des deux types de mémoire. Par rapport aux autres mémoires non volatiles, la MRAM présente une durée de vie supérieure à la FRAM et la mémoire FLASH. En effet, ces deux types de mémoire présentent un nombre de cycle d'écriture largement inférieur à la MRAM, du fait du vieillissement des

matériaux. C'est pour cette raison que les grands groupes de la microélectronique (IBM, Nec, etc.) mènent des projets visant à terme à remplacer la très populaire mémoire FLASH par la MRAM.

Principe de fonctionnement

La MRAM est une utilisation directe des jonctions tunnel magnétiques. En effet, le codage de l'information se fait selon deux états «0 » ou « 1 » en fonction de la configuration des aimantations (fig. 1.2).

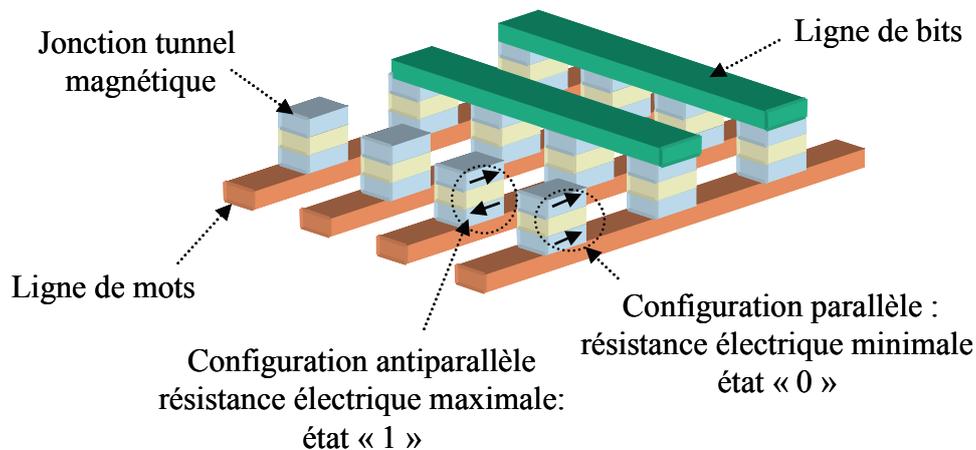


Figure 1.2 : Schéma de principe de la MRAM

La MRAM est une matrice de jonctions tunnel magnétiques qui se situent à l'intersection d'une ligne inférieure de mots et d'une ligne supérieure de bits. Pour la lecture de l'état d'une JTM précise, on applique une tension entre les lignes de bits et de mots correspondantes. Il suffit ensuite de mesurer le courant, donnant ainsi la valeur de l'information.

L'écriture fonctionne sur le même principe, à la différence que les courants appliqués sont plus importants. On génère ainsi un champ magnétique qui permet de modifier la configuration magnétique. Pour être certain de changer la configuration magnétique d'une seule couche, on couple souvent l'une des électrodes ferromagnétiques à une couche antiferromagnétique telle qu'un alliage IrMn. Cette couche est dite « dure ». Ainsi, l'électrode qui subit le champ magnétique est dite « douce ».

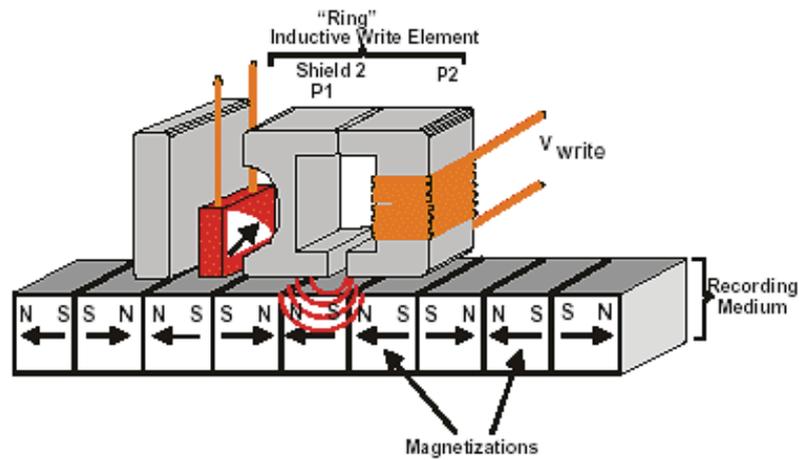
Actuellement, la densité maximale de la MRAM atteint 16 MB soit 2 Mo avec une technologie de 0,18 μm et une barrière isolante d'alumine [Gogl05]. L'écart avec la mémoire

Flash est conséquent car celle-ci atteint aujourd'hui 1 Go. Les industriels se heurtent à des difficultés technologiques avec la MRAM car l'intégration aux structures CMOS actuelles nécessite de nombreuses étapes de lithographie. Par ailleurs, la magnétorésistance diminue toujours avec la tension de polarisation. Donc pour conserver des valeurs élevées de MRT dans les jonctions de la MRAM, la barrière isolante a souvent une épaisseur supérieure à 1nm, ce qui la rend résistive. La résistance électrique d'une MRAM actuelle est comprise en 10 k Ω et 100 k Ω . Enfin les opérations d'écritures nécessitent des courants importants (>0,2 A), ce qui limite la densité d'intégration.

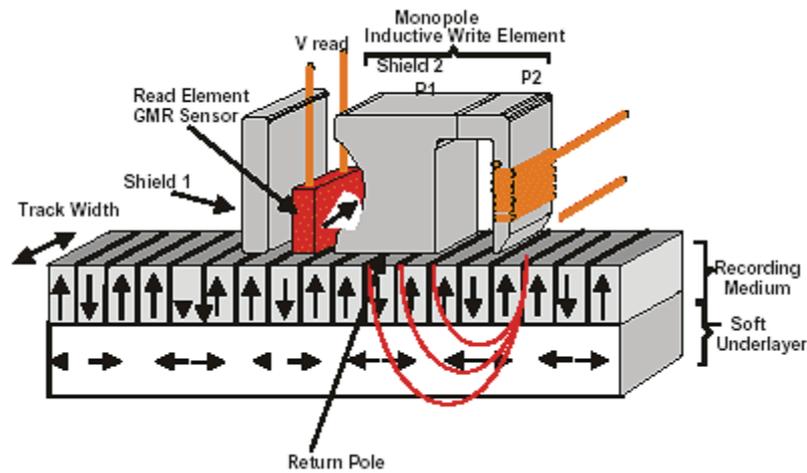
3°) Les têtes de lecture à effet TMR

L'effet MRG a permis de multiplier la densité de stockage des disques durs en quelques années. Jusqu'à présent, cette technologie repose sur une aimantation planaire des domaines magnétiques (fig. 1.3a). Le matériau d'enregistrement se compose de deux couches ferromagnétiques de différentes épaisseurs couplées à une couche antiferromagnétique à travers une fine couche de ruthénium. Ce couplage antiferromagnétique rend la structure plus stable. Les têtes de lecture et d'enregistrement survolent les plateaux magnétiques en rotation, à une hauteur de quelques nanomètres. L'enregistrement s'effectue grâce au champ magnétique présent dans un entrefer. En injectant un courant dans l'électroaimant, celui-ci produit un champ magnétique qui va aimanter le domaine magnétique du film d'enregistrement situé près de l'entrefer. Quant à l'opération de lecture, on utilise des têtes à effet MRG sous courant constant. En survolant les domaines magnétiques, la tête subit alors des variations de tension, dues au changement de la configuration relative des aimantations. En effet, celle-ci est influencée par le champ magnétique du bit survolé.

La densité actuelle du stockage longitudinal est d'environ 150 Gbytes/in². En réduisant continuellement la taille des domaines magnétiques, on se heurte à des limites de taille où les domaines deviennent magnétiquement instables [Shar81]. C'est pour cette raison que les industriels se concentrent de plus en plus sur le stockage perpendiculaire de l'information, présenté en figure 1.3b.



(a)



(b)

Figure 1.3 : Enregistrement des données sur les disques durs (Hitachi)
 (a) enregistrement longitudinal ; (b) enregistrement perpendiculaire

Ce mode d'enregistrement repose sur un matériau à aimantation perpendiculaire. Dans ce cas, le matériau d'enregistrement se compose du film à aimantation perpendiculaire et d'un film magnétique doux à aimantation longitudinale. Ce film joue un rôle très important dans le processus d'écriture. La tête d'écriture produit un flux magnétique pour modifier la configuration d'un bit de données. Ce flux remonte ensuite vers la tête d'écriture en étant affaibli par cette couche douce. Celui-ci n'est alors plus suffisant pour modifier la configuration des autres bits de données. Cette méthode permettrait de multiplier la densité actuelle par un facteur proche de 4 pour atteindre 500 Gbytes/in² (fig. 1.4).

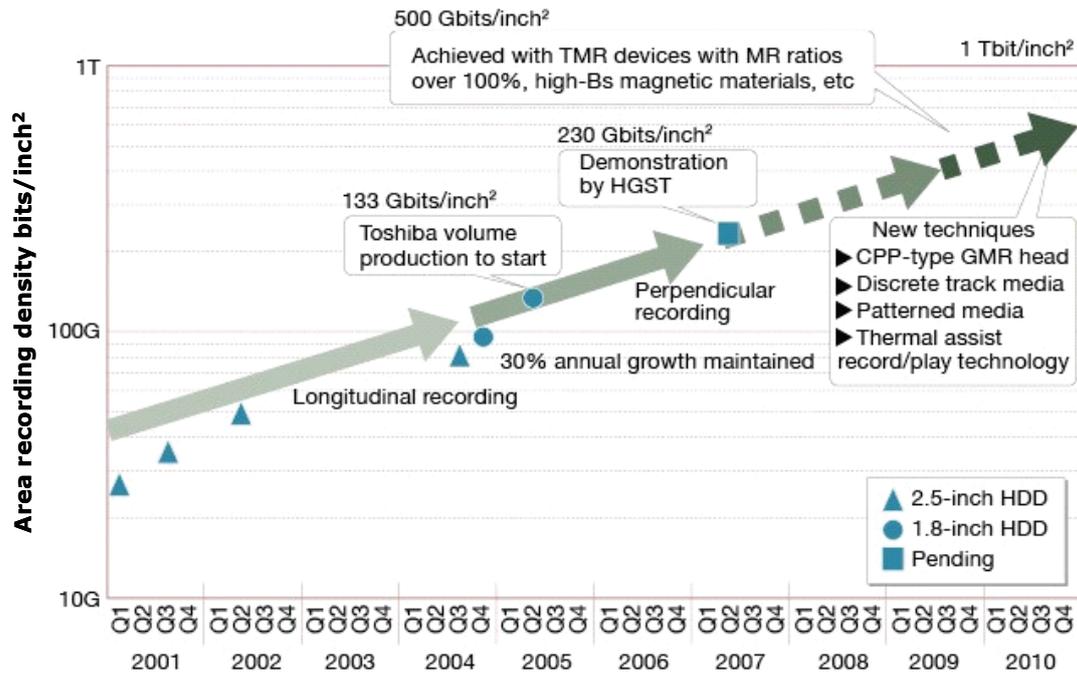


Figure 1.4 : Pr evision de l' volution de la capacit  de stockage des disques durs (Toshiba)

Pour servir de capteur ultrasensible, le produit $R \cdot A$ de la jonction tunnel doit  tre de l'ordre de quelques $\Omega \cdot \mu\text{m}^2$, ce qui entra ne une  paisseur de barri re inf rieure au nm. Les derni res t tes de lecture   effet MRT utilisent actuellement une barri re d' Al_2O_3 avec des performances proches de 20% [Kuwa04]. Les derniers disques durs de la marque Seagate utilisent cette technologie. Pourtant si les t tes de lecture   base d' Al_2O_3 peuvent  tre utilis es pour les densit s actuelles, elles sont insuffisantes pour les densit s promises par l'enregistrement perpendiculaire.

Ce paragraphe a pr sent  les deux applications des JTM dans l'industrie de la micro lectronique. La barri re isolante d'alumine fait figure de r f rence du fait de ses nombreuses qualit s que nous pr senterons dans ce chapitre. N anmoins, les industriels se heurtent   certaines difficult s technologiques dont certaines pourraient  tre r solues par l'utilisation d'une autre barri re tunnel. Depuis un an, la magn sie (MgO) a montr  des performances remarquables qui seront d crites   la fin de cette th se.

On va maintenant pr senter quelques  l ments th oriques qui permettent d'aborder le magn tisme des couches minces et l'effet de magn tor sistance tunnel observ  dans les jonctions tunnel magn tiques.

III°) Approche théorique des jonctions tunnels magnétiques

1°) Le magnétisme des couches minces métalliques

Les métaux ferromagnétiques utilisés (Co, Ni₈₀Fe₂₀) présentent une anisotropie magnétique qui favorise une direction privilégiée de l'aimantation : les directions de facile aimantation. Elles correspondent aux orientations qui permettent de minimiser l'énergie du système magnétique. Dans le cas des films minces, l'anisotropie magnétique est la conséquence de trois phénomènes physiques : l'anisotropie magnétocristalline, l'anisotropie magnétoélastique et l'anisotropie dipolaire.

a°) L'anisotropie magnétocristalline

L'anisotropie magnétocristalline est directement liée à la structure du matériau. Ainsi les axes de facile aimantation sont directement associés aux axes cristallins. Cette anisotropie comprend deux contributions : une contribution liée au volume et une autre induite par la rupture de symétrie au niveau de la surface ou des interfaces.

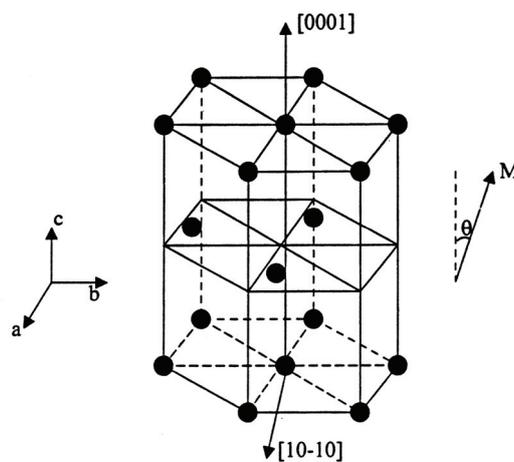


Figure 1.5 : Maille hexagonale compacte du cobalt

Pour un cristal de cobalt de structure hexagonale compacte d'axe c perpendiculaire au plan du film (fig. 1.5), l'anisotropie magnétocristalline de volume s'écrit telle que :

$$E_{mc}^{vol} = (K_1^{vol} \times \sin^2\theta) + (K_2^{vol} \times \sin^4\theta) \quad (1.2)$$

- K_1^{vol} et K_2^{vol} sont les coefficients d'anisotropie de volume et θ est l'angle du vecteur d'aimantation avec l'axe c. Pour le cobalt, les valeurs de ces deux coefficients sont $K_1^{vol}=4,12.10^5 \text{ J.m}^{-3}$ et $K_2^{vol}=1,43.10^5 \text{ J.m}^{-3}$.

Dans le cas d'un système bidimensionnel, on tient compte de la rupture de symétrie au niveau des atomes de la surface qui leur confère une anisotropie différente de celle des atomes situés en sein du cristal. On considère alors un terme supplémentaire introduit par Néel [Néel54] :

$$E_{\text{aniso}}^{\text{surf}} = \frac{2K_{\text{surf}}}{e} \sin^2\theta \quad (1.3)$$

- K_{surf} représente la constante d'anisotropie magnétocristalline de surface et e l'épaisseur du film magnétique. Le facteur 2 traduit l'influence des deux interfaces sur la couche magnétique. En effet, la croissance d'un matériau A sur un matériau B n'est pas identique à celle de B sur A. On considère donc une valeur moyenne de K_{surf} .

b°) L'anisotropie magnétoélastique

Cette anisotropie est liée à une contrainte uniaxiale provenant du désaccord de maille entre le métal déposé et le substrat. Les déformations dépendent alors de l'épaisseur de la couche mince. On définit alors une épaisseur critique t_c :

- Pour une épaisseur inférieure à t_c , la croissance est pseudo morphique et la contribution à l'anisotropie magnétoélastique est volumique et incluse dans la constante d'anisotropie K_v ;
- Pour une épaisseur supérieure à t_c , la couche magnétique se relaxe et l'anisotropie magnétoélastique se comporte comme un terme de surface.

Pour une couche soumise à une contrainte uniaxiale suivant l'axe c, l'énergie d'anisotropie magnétoélastique peut s'écrire [Chap88]:

$$E_{\text{me}} = \frac{3}{2} \lambda. \epsilon. E_y. \sin^2\theta \quad (1.4)$$

- E_y : le module de Young ($2,1.10^{12} \text{ dyn/cm}^2$ pour le cobalt)

- λ : la constante d'anisotropie magnétoélastique (-5.10^{-5} pour le plan (0002) du cobalt)
- ε : la déformation dans le plan perpendiculaire c

c°) L'anisotropie dipolaire

Elle traduit l'interaction entre l'aimantation à saturation M_s et le champ dipolaire généré par la divergence de l'aimantation aux limites du système magnétique. Cette contribution dépend fortement de la géométrie de l'échantillon. C'est pour cette raison qu'elle est également appelée anisotropie de forme. Cette anisotropie a tendance à favoriser une aimantation dans le plan pour des structures bidimensionnelles comme les films minces.

Dans le cas d'une couche mince idéale (film infini, aimantation uniforme, interface plane et abrupte), l'énergie d'anisotropie de forme par unité de volume est égale à :

$$E_d = -2\pi M_s^2 \sin^2\theta \quad (1.5)$$

- M_s : Aimantation à saturation de la couche magnétique ; $M_s=1400$ emu/cm³ pour le cobalt à température ambiante [Myer51].

d°) L'énergie de Zeeman

Si on applique un champ magnétique extérieur, l'aimantation a tendance à s'orienter dans la même direction en minimisant l'énergie de Zeeman :

$$E_z = -\vec{M} \cdot \vec{H} \quad (1.6)$$

Celle-ci s'écrit $E_z = -H.M_s \cdot \cos\theta$ pour un champ H appliqué perpendiculairement au plan des couches.

e°) L'énergie magnétique totale

L'énergie magnétique totale du système est donc la somme de toutes les anisotropies explicitées précédemment :

$$E_a = (K_1 - 2\pi M_s^2) \sin^2\theta + K_2 \sin^4\theta - H.M_s \cdot \cos\theta \quad (1.7)$$

- K_1 : Somme des coefficients d'anisotropies proportionnelles à $\sin^2\theta$
- K_2 : Somme des coefficients d'anisotropies proportionnelles à $\sin^4\theta$

On a défini les différentes anisotropies magnétiques des films minces et les termes énergétiques qui les caractérisent. On va maintenant présenter la réponse magnétique d'un film mince ferromagnétique lorsqu'il est soumis à un champ magnétique extérieur.

f°) La réponse magnétique d'un empilement

Si on mesure la composante planaire de l'aimantation d'un film magnétique en appliquant un champ magnétique parallèle au plan de la couche, on peut obtenir les cycles d'hystérésis suivants (fig. 1.6):

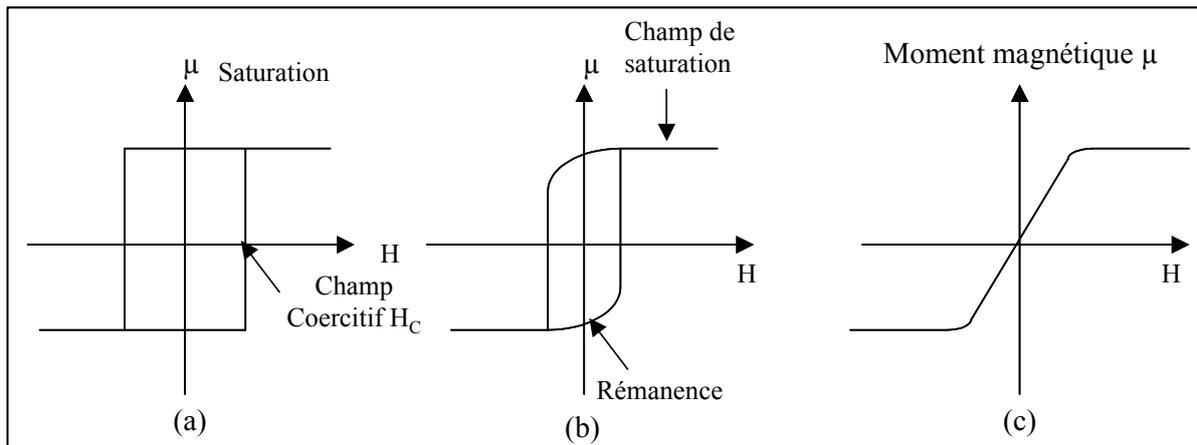


Figure 1.6 : Cycle d'hystérésis obtenus pour un champ appliqué parallèlement au plan des couches ; (a) axe de facile aimantation ; (b) axe intermédiaire ; (c) axe de difficile aimantation

Les trois cycles représentent le moment magnétique mesuré en fonction du champ appliqué. On peut en déduire le champ coercitif H_c , qui fixe le moment magnétique à zéro. On mesure également le moment magnétique à saturation μ_s , lorsque celui-ci est aligné avec le champ magnétique extérieur. On en déduit alors la valeur de champ de saturation H_s . Enfin, on détermine également le moment magnétique rémanent μ_r à champ nul.

- Le cas (a) présente un axe de facile aimantation parallèle au plan du film. On le constate par le retournement abrupt du moment magnétique d'une direction à l'autre, ainsi que par le moment magnétique rémanent μ_r égal à μ_s .
- Le cas (b) présente un axe de facile aimantation intermédiaire : ni perpendiculaire et ni dans le plan des couches. Il se caractérise par un cycle plus arrondi.
- Le cas (c) présente un axe de facile aimantation perpendiculaire au plan du film. On observe un cycle totalement réversible sans hystérésis.

Lorsqu'on détermine les propriétés magnétiques d'une jonction tunnel magnétique, on peut constater un couplage entre les deux électrodes ferromagnétiques à travers la barrière isolante. On peut distinguer deux types de couplage : le couplage par échange direct et le couplage par échange indirect.

Le couplage par échange direct

Lorsque qu'un film ferromagnétique est soumis à un champ magnétique extérieur, son aimantation tend à suivre la direction imposée. On observe alors au niveau microscopique, la propagation d'une paroi de domaines magnétiques dans la direction du champ appliqué, jusqu'à l'obtention de la saturation magnétique. La taille de cette paroi est fonction du matériau et de son épaisseur. Pour des films ultraminces de cobalt et de permalloy de 10nm d'épaisseur, la largeur de la paroi est respectivement de 23 nm et 1256 nm [Park05]. Le contact direct de deux matériaux ne permet pas de conserver un découplage total des deux parois (fig. 1.7a), car l'énergie d'échange est très élevée. On observe alors un couplage ferromagnétique afin de minimiser l'énergie d'échange (fig. 1.7b). Les deux matériaux tendent à agir comme un seul et on observe une seule coercivité [Aga02]. Dans le cas d'une jonction tunnel, un couplage ferromagnétique direct entre les deux électrodes implique la présence de trous d'épingles ou « pinholes » dans la barrière isolante.

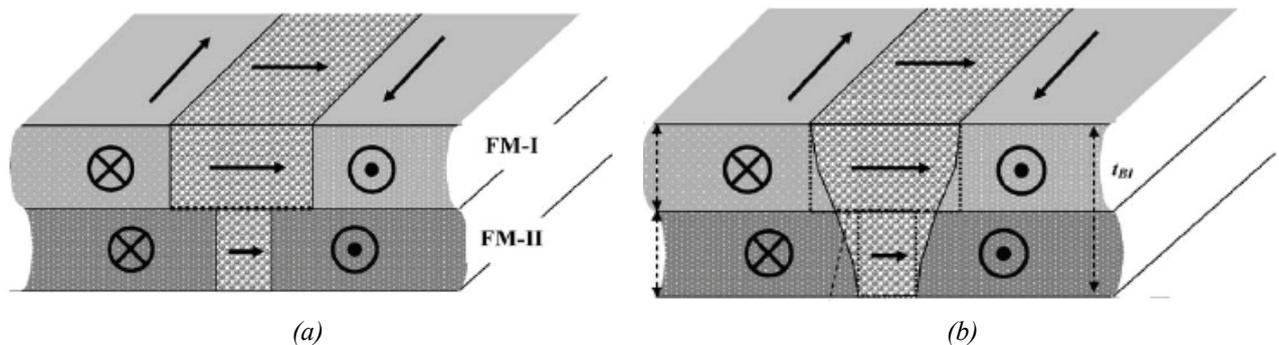


Figure 1.7 : Schéma des parois magnétiques dans une bicouche composée de deux films ferromagnétiques (a) parois découplées ; (b) parois couplées [Park05]

Le couplage par échange indirect

Dans le cas d'une barrière isolante continue, il existe des couplages indirects qui peuvent être ferromagnétiques ou antiferromagnétiques. En 1989, Slonczewski publie un premier modèle exprimant l'énergie de ce couplage dans le cas d'électrons libres et d'une tension appliquée non nulle [Slonc89]. Mais le plus cité est sans doute le couplage magnétostatique d'origine topologique décrit par Néel en 1963 [Néel63]. Ce couplage de type

peau d'orange peut être également ferromagnétique ou antiferromagnétique, suivant la corrélation des rugosités des deux interfaces en regard. On voit apparaître des charges magnétostatiques opposées dans chacune des interfaces (fig. 1.8).

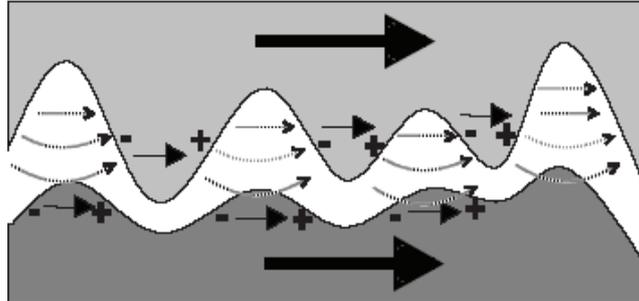


Figure 1.8: Couplage de type peau d'orange [lac02]

Ces charges créent un champ dipolaire en pointillé sur la figure 1.8, qui peut entraîner un couplage des deux électrodes magnétiques. On peut alors calculer une valeur de champ de couplage H_N (Oe) donnée par la relation suivante :

$$H_N = \frac{\pi^2}{\sqrt{2}} \left(\frac{h^2}{\lambda t_f} \right) M_s \exp(-2\pi\sqrt{2}t_s/\lambda) \quad (1.8)$$

- h et λ : amplitude et période de la rugosité (nm);
- t_s : épaisseur de la barrière isolante (nm);
- t_f : épaisseur de la couche ferromagnétique (nm);
- M_s : aimantation à saturation (emu/cm^3).

Ainsi pour diminuer la valeur de ce champ de couplage, il faut réduire la rugosité des interfaces [Nick03], ou augmenter l'épaisseur de la barrière isolante [Schra00].

Ce paragraphe a présenté brièvement les propriétés magnétiques des films minces et des jonctions tunnel magnétiques. Il s'agit maintenant de décrire l'effet de magnétorésistance tunnel. On peut prédire la valeur de MRT d'une jonction tunnel en utilisant des modèles qui vont être présentés.

2°) Les modèles de magnétorésistance tunnel

a°) Le modèle de Jullière

Si on considère un métal ferromagnétique comme le cobalt ou le fer, celui-ci doit ses propriétés magnétiques à sa configuration électronique. Ces éléments appartiennent aux métaux de transition. Ils se caractérisent par une couche 3d incomplète. On voit alors apparaître deux bandes au sein de la couche d, du fait du champ moléculaire : une bande spin « up » et une bande spin « down » (fig. 1.9). Dans un matériau ferromagnétique, ces bandes sont décalées afin de minimiser l'énergie d'échange.

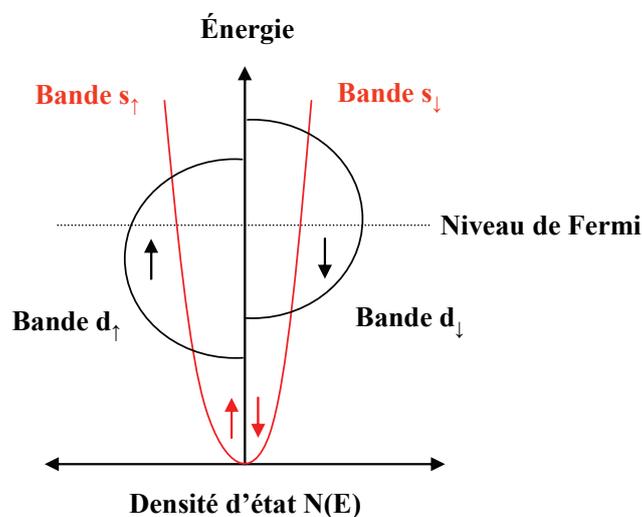


Figure 1.9 : Structure de bande d'un métal ferromagnétique

Pour rendre compte de cette asymétrie, on définit un taux de polarisation P_i qui est égal à :

$$P_i = \frac{D_i^{\uparrow}(E_f) - D_i^{\downarrow}(E_f)}{D_i^{\uparrow}(E_f) + D_i^{\downarrow}(E_f)} \quad (1.9)$$

- D_i est la densité d'état au niveau de Fermi pour le matériau considéré dans la direction spin \uparrow ou spin \downarrow .

Jullière a proposé un modèle simple de la magnétorésistance tunnel, reposant sur ce principe de polarisation de spin. Il suppose que la conduction s'effectue par deux canaux de spin indépendants et que la conductivité est proportionnelle aux densités d'états libres et occupées dans chaque électrode. L'effet tunnel conserve le spin de l'électron. Le courant tunnel est donc fonction des densités d'états disponibles pour une direction de spin donnée.

La figure 1.10 présente les densités d'états disponibles dans chacune des deux configurations magnétiques.

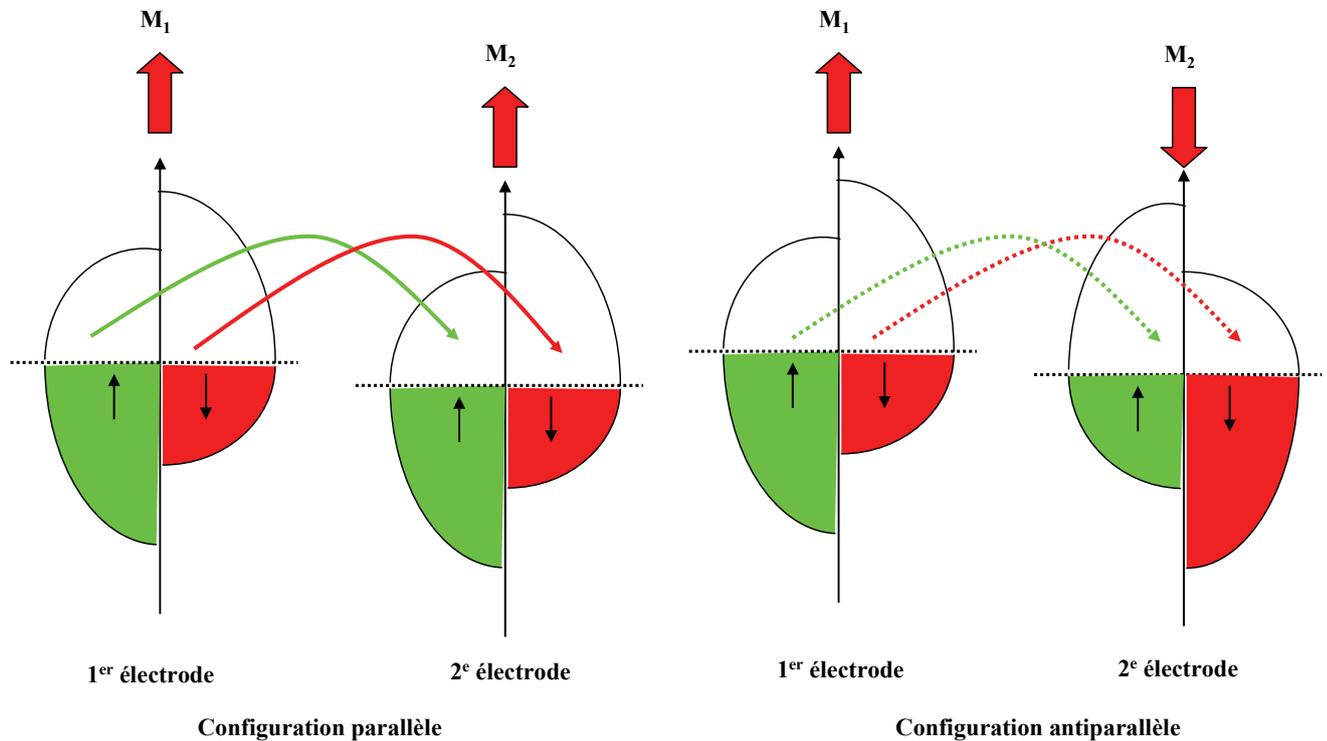


Figure 1.10 : Densités d'états disponibles dans chacune des deux configurations magnétiques ; les flèches représentent les canaux de courant pour les deux directions de spin

Dans une configuration parallèle, on voit que la densité de spin majoritaire dans la première électrode correspond à la densité de spin majoritaire dans la seconde. Par contre dans la configuration antiparallèle, la densité de spin majoritaire dans l'une correspond à la densité minoritaire dans l'autre. C'est pour cette raison que le courant tunnel est plus important dans la configuration parallèle et cela explique la magnétorésistance tunnel. On définit alors celle-ci par la relation suivante :

$$\text{MRT} = \frac{R_{\text{ap}} - R_{\text{p}}}{R_{\text{p}}} = \frac{(D_1^\uparrow D_2^\uparrow + D_1^\downarrow D_2^\downarrow) - (D_1^\uparrow D_2^\downarrow + D_1^\downarrow D_2^\uparrow)}{(D_1^\uparrow D_2^\downarrow + D_1^\downarrow D_2^\uparrow)} = \frac{2P_1 P_2}{1 - P_1 P_2} \quad (1.10)$$

On note ainsi que la valeur de la MRT peut être prévue théoriquement grâce aux valeurs de taux de polarisation de chaque électrode. Le taux de polarisation a été mesuré par Meservey et Tedrow sur des structures de type métal ferromagnétique/isolant/métal supraconducteur [Mes94] pour un grand nombre de métaux. On donne dans le tableau 1.2 les taux de polarisation pour les matériaux les plus couramment utilisés [Mons00].

Métal	Taux de polarisation (%)
Co	42
Fe	45
Ni	31
Co ₆₀ Fe ₄₀	50
Ni ₈₁ Fe ₁₉	45

Tableau 1.2 : Taux de polarisation des différents métaux de transition utilisés dans les jonctions tunnel magnétiques [Mons00]

Selon les données du tableau 1.2 et en utilisant la relation 1.10, une jonction tunnel de type Co/Al₂O₃/Ni₈₁Fe₁₉ doit avoir une MRT de 47%. Le modèle de Jullière permet donc d'estimer la valeur de la magnétorésistance en tenant compte uniquement de la polarisation des électrodes métalliques. Mais le taux de polarisation dépend également de la nature et de la qualité de la barrière tunnel. Un autre modèle est en mesure de déterminer la magnétorésistance du système Ferromagnétique/Isolant/Ferromagnétique dans son ensemble.

b°) Le modèle de Slonczewski

Le modèle de Slonczewski a été le premier à décrire de manière rigoureuse la magnétorésistance tunnel [Slonc89]. Ce modèle ne dépend pas directement des densités d'états des électrodes ferromagnétiques, mais du coefficient de transmission de la barrière isolante. C'est donc la continuité du vecteur d'onde de l'électron et de sa dérivée aux interfaces qui détermine la magnétorésistance.

On considère que seuls les électrons au niveau de Fermi, ayant un vecteur d'onde normal à la surface, participent au courant tunnel. Si on considère la barrière isolante comme rectangulaire, d'épaisseur d et de hauteur φ , alors le vecteur d'onde dans la barrière s'écrit :

$$\kappa = \sqrt{\frac{2m(\varphi - E_f)}{\hbar^2}} \quad (1.11)$$

- m : masse de l'électron
- \hbar : constante de Planck réduite

La valeur de la magnétorésistance tunnel peut alors s'écrire en fonction des vecteurs d'onde k des canaux de spin \uparrow ou \downarrow et du vecteur d'onde dans la barrière κ :

$$MRT = \frac{k_{\uparrow} - k_{\downarrow}}{k_{\uparrow} + k_{\downarrow}} \frac{\kappa^2 - k_{\uparrow}k_{\downarrow}}{\kappa^2 + k_{\uparrow}k_{\downarrow}} \quad (1.12)$$

On note que pour une hauteur de barrière élevée ($\kappa^2 \gg k_{\uparrow}k_{\downarrow}$), on retrouve alors le résultat du modèle de Jullière.

On a présenté deux modèles qui décrivent la magnétorésistance tunnel. Ces modèles conviennent à des électrodes polycristallines et à des barrières amorphes comme l'alumine. On verra par la suite qu'ils ne sont plus adaptés à des systèmes parfaitement cristallins.

On va maintenant présenter les différents procédés d'élaboration de la barrière d'alumine, pionnière dans les jonctions tunnel magnétiques.

IV°) L'évolution des performances des JTM à base d'alumine

La barrière d'alumine s'est imposée par ses nombreuses qualités. C'est un matériau stable avec une hauteur de barrière élevée (>2 eV). De plus, le caractère autolimitant de la réaction d'oxydation permet d'envisager une barrière ultramince. En effet, le processus d'oxydation s'arrête lorsque la stoechiométrie de l'alumine est atteinte.

Si les premières jonctions avaient une MRT de 12% [Mood95], elles atteignent aujourd'hui 70% [Wang04]. L'évolution des performances de ces jonctions à base d' Al_2O_3 s'est faite par l'amélioration des procédés de dépôt.

En effet, une barrière sousoxydée entraîne une baisse de la polarisation de spin [Kubo00]. De même, une suroxydation entraîne une diffusion de l'oxygène au sein des électrodes métalliques [Kubo00]. Les deux causes ont la même conséquence : la baisse de la magnétorésistance tunnel.

On va maintenant s'intéresser aux différents procédés d'élaboration de cette couche. On peut distinguer deux procédés : déposer directement une couche d'alumine ou l'oxydation post-dépôt d'une couche d'aluminium.

1°) Le dépôt direct de l'oxyde

Le dépôt direct d'une couche d'alumine se fait généralement à partir d'une cible stoechiométrique. Des barrières ont été réalisées par pulvérisation radio fréquence (13,56 Mhz) d'une cible d' Al_2O_3 [Nas99]. Les résultats montrent une faible magnétorésistance et une très faible reproductibilité de la méthode. La cause serait la présence de zones sous stoechiométriques en oxygène.

Une autre technique est la pulvérisation réactive d'une cible d'aluminium. Il s'agit de pulvériser le métal à l'aide d'un plasma réactif Ar/O_2 . J. Nassar a étudié ce procédé en utilisant un plasma Radio Fréquence Ar/O_2 , avec une pression partielle égale à $3 \cdot 10^{-3}$ mbar pour chaque gaz [Nas99]. Les premiers résultats n'étaient guère concluants car aucune jonction n'a présenté de magnétorésistance. Cette méthode a donc été abandonnée, sans avoir été complètement étudiée.

2°) L'oxydation naturelle d'une couche d'aluminium

Les meilleures barrières isolantes ont été obtenues grâce une oxydation post-dépôt d'un film d'aluminium. Le mécanisme d'oxydation d'un métal en fonction de l'épaisseur de l'oxyde formé a été décrit [Cab48]. Ce mécanisme fait intervenir un processus de transport ionique et des réactions chimiques. Lorsqu'un film mince d'aluminium est exposé à de l'oxygène, il se forme une première couche d'oxyde à la surface (fig. 1.11).

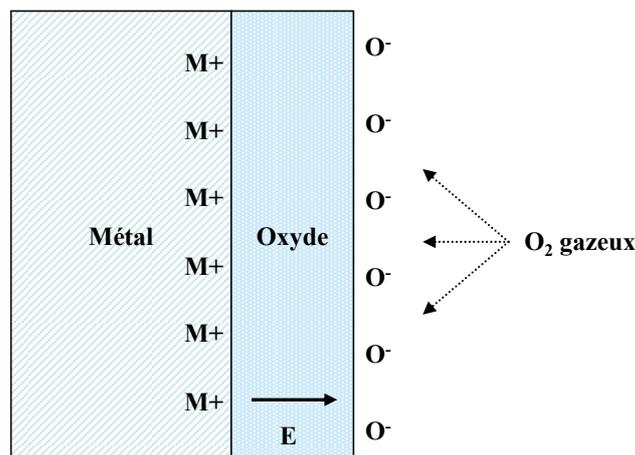


Figure 1.11 : Processus d'oxydation d'un film mince métallique

Par la suite, on assiste à la poursuite de l'oxydation par un transport d'espèces ioniques à travers la couche déjà formée. Ce transport s'effectue par une diffusion thermique assistée par un champ électrique E , dû à l'apparition d'ions M^+ et O^- aux interfaces. Ce dernier diminue avec l'épaisseur de l'oxyde, ce qui ralentit le mécanisme de diffusion. Sur un

temps suffisamment long, la réaction de diffusion atteint un régime stationnaire. On retrouve donc le caractère autolimitant de l'oxydation de l'aluminium.

Une première méthode d'oxydation est simplement une exposition à l'air ambiant. En dehors de la contrainte liée à des temps d'expositions longs (plusieurs semaines à plusieurs mois) [Sato97], cette technique présente des problèmes de reproductibilité [Miya95]. Ceux-ci ont sans doute pour origine la pollution des films par le carbone présent dans l'air ambiant. Pour limiter ce phénomène, une solution est l'oxydation in situ sous une pression d'oxygène [Tsg97]. Des jonctions ont présenté une MRT de 5% et un produit R*A de $1,5 \text{ k}\Omega \cdot \mu\text{m}^2$ avec une barrière obtenue par une oxydation thermique de 2 nm d'aluminium grâce à une pression de 15 mbar de O_2 pendant 10 minutes.

Cependant, cette méthode n'est pas très adaptée pour oxyder des films trop épais ($>2 \text{ nm}$). La figure 1.12 est une observation de la section transverse, obtenue par un microscope électronique en transmission à haute résolution (HRMET) d'une couche de 3 nm d'aluminium oxydée naturellement sous 30mbar d'oxygène gazeux pendant 20 minutes [Bae02].

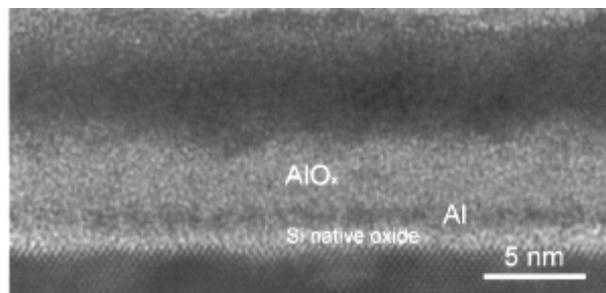


Figure 1.12 : Image HRMET d'un empilement $\text{Si}/\text{SiO}_2/\text{Al}_x\text{O}_y(3\text{nm})/\text{Ta}(5\text{nm})$ oxydé sous 30 mbar de O_2 pendant 20 minutes [Bae02]

Même si la majeure partie de la couche d'aluminium est oxydée, il subsiste une zone non traitée.

L'oxydation par de l'oxygène gazeux donne de très bons résultats sur des films inférieures à 1 nm [Zhan01]. Pour des épaisseurs plus importantes, on peut envisager un procédé séquentiel : dépôt, oxydation, dépôt, oxydation...Ce procédé a déjà été utilisé en oxydant une première couche de 1 nm d'aluminium avec une pression de 10mbar pendant 10 minutes [wong98]. Puis des films de 0,1nm d'aluminium ont été oxydés successivement dans les mêmes conditions. La MRT obtenue était de l'ordre de 5%.

3°) L'oxydation par un plasma

L'utilisation d'un plasma permet une meilleure activation du processus d'oxydation. L'oxydation est favorisée par la création d'espèces énergétiques et de radicaux dans le plasma. Par ailleurs, le plasma fixe des nouvelles conditions limites au champ électrique dans l'oxyde. En effet, ce dernier étant plus important, il permet une diffusion accrue des espèces ioniques. On peut s'attendre une oxydation plus homogène sur des épaisseurs plus importantes.

La figure 1.13 compare le résultat d'une oxydation d'un film de 3 nm d'aluminium, oxydé par 30 mbar d'oxygène gazeux pendant 20 minutes et par un plasma de $3 \cdot 10^{-2}$ mbar d' O_2 pendant 30 secondes [Bae02].

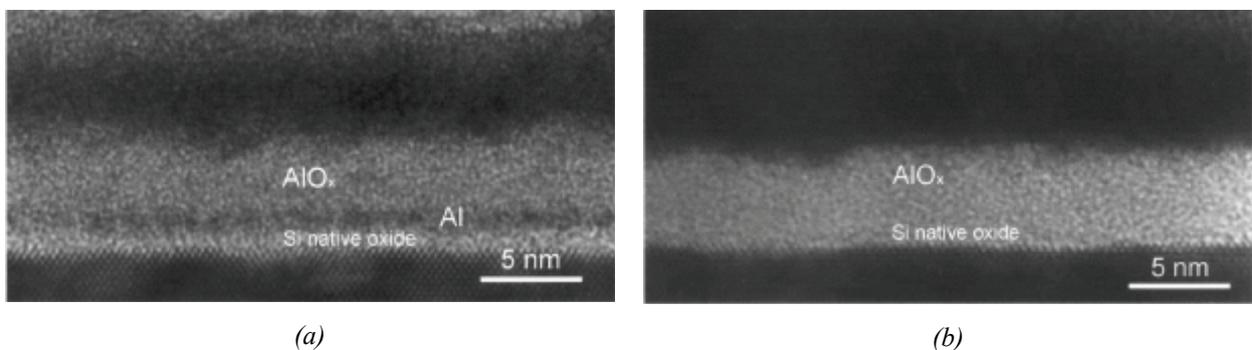


Figure 1.13: Images HRMET d'un empilement Si/SiO₂/Al_xO_y(3nm)/Ta(5nm) ; (a) oxydé sous 30 mbar de O₂ pendant 20 minutes ; (b) oxydé par un plasma de $3 \cdot 10^{-2}$ mbar de O₂ pendant 30 secondes [Bae02]

On note une oxydation complète de la couche d'aluminium dans le second cas (fig. 1.13b). On voit ainsi le bénéfice de l'utilisation d'un plasma. Cependant le temps d'oxydation devient un paramètre critique. En effet, le caractère autolimitant de l'oxydation n'entre plus en jeu dans ce cas précis, comme nous allons le voir.

Puisque le plasma entretient la diffusion thermoionique, il y a un risque d'oxyder l'électrode métallique inférieure. Cela aurait pour conséquence une baisse du taux de polarisation de l'électrode. L'évolution de la valeur de la MRT en fonction du temps d'oxydation a été étudiée pour deux plasmas RF différents : l'oxydation par un plasma d'O₂ et l'oxydation par un mélange Ar/O₂ (5 :1) (fig. 1.14) [Sato98]. La pression totale dans les deux cas est de $5 \cdot 10^{-3}$ mbar. La figure 1.14 présente les résultats obtenus.

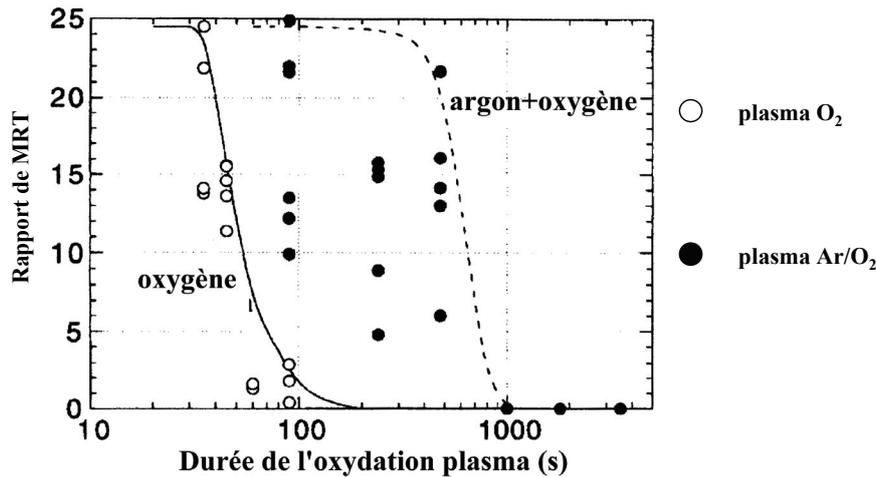


Figure 1.14 : Evolution de la MRT de jonctions tunnel NiFe/Co/Al-AIO/Co/NiFe/FeMn/NiFe en fonction du temps d'oxydation pour un plasma d'O₂ pur et pour un mélange Ar/O₂ (5 :1) [Sato98]

Pour les deux courbes, la valeur de la MRT décroît avec le temps d'oxydation. L'oxydation de l'électrode métallique inférieure conduit à une diminution de la polarisation et à une baisse des performances de la jonction.

Par contre, on note que le temps d'oxydation est beaucoup plus important dans le cas d'un mélange Ar/O₂ à performance égale. L'utilisation de l'argon dans la décharge permet de limiter la quantité d'oxygène introduite dans le plasma, diminuant ainsi la cinétique d'oxydation. De plus, les ions argon favorisent l'apparition d'anions et de radicaux O, beaucoup plus réactifs [Nas99]. Enfin, on assiste à un transfert d'énergie entre les ions argon incidents et la surface de l'échantillon. Cela accroît la mobilité de l'oxygène adsorbé, ce qui améliore le processus d'oxydation.

D'autres gaz rares comme l'hélium (He) ou le krypton (Kr) ont été étudiés dans un plasma de 1,5mbar de pression contenant 3% d'O₂ [Tsu02]. L'utilisation d'un plasma Kr/O₂ permet d'augmenter la valeur de la MRT de 20% après recuit par rapport à une oxydation Ar/O₂ sur des jonctions CoFe/Al₂O₃/CoFe. Elles atteignent une valeur de 60% à température ambiante et un produit R*A > 10⁵ Ω.μm² pour des temps d'oxydation plus courts : 10 s au lieu de 40 s. La réduction du temps d'oxydation est liée à la présence plus importante de radicaux O très réactifs dans le plasma Kr/O₂.

L'utilisation du plasma dans le procédé d'oxydation de la barrière isolante a entraîné une hausse significative de la valeur de la MRT. Cette technique s'avère être la plus performante pour des barrières relativement épaisses (>1 nm). Pour des barrières plus fines, on lui préfère encore l'oxydation naturelle citée précédemment. Une alternative à l'oxydation naturelle a été développée récemment en utilisant le jet de plasma.

4°) L'oxydation par un jet de plasma

On a rappelé précédemment les avantages de l'oxydation par plasma. Mais à très faible épaisseur, l'utilisation d'un plasma souvent une oxydation de l'électrode inférieure. Une autre alternative a été développée à l'Institut de Micro et Nanotechnologies de Lisbonne (INESC) [Fer05]. Il s'agit d'utiliser un jet de plasma pour oxyder des films très minces d'aluminium (<1 nm).

Les jonctions sont déposées sur des substrats de verre par pulvérisation ionique sous ultravide dans un bâti commercial Nordiko 3000. Le film d'aluminium a une épaisseur comprise entre 0,7 et 0,9 nm et est oxydé à l'aide d'un jet de plasma Ar/O₂. Le plasma est créé dans une source d'ions distante de l'échantillon. Aucune tension d'extraction n'est appliquée sur la source. Les ions sont faiblement énergétiques et diffusent naturellement dans l'enceinte.

La procédure d'oxydation se compose de 4 étapes (fig. 1.15). Dans un premier temps, de l'argon est introduit dans la source afin de faciliter l'amorçage du plasma.

- A l'instant t_1 on diminue le flux d'argon tout en ajoutant de l'oxygène, la pression totale est de $9 \cdot 10^{-5}$ mbar ;
- A l'instant t_2 on augmente le flux de O₂, la pression totale croit alors à $2 \cdot 10^{-4}$ mbar ;
- A l'instant t_3 on retire le cache, exposant ainsi l'échantillon au flux d'ions.

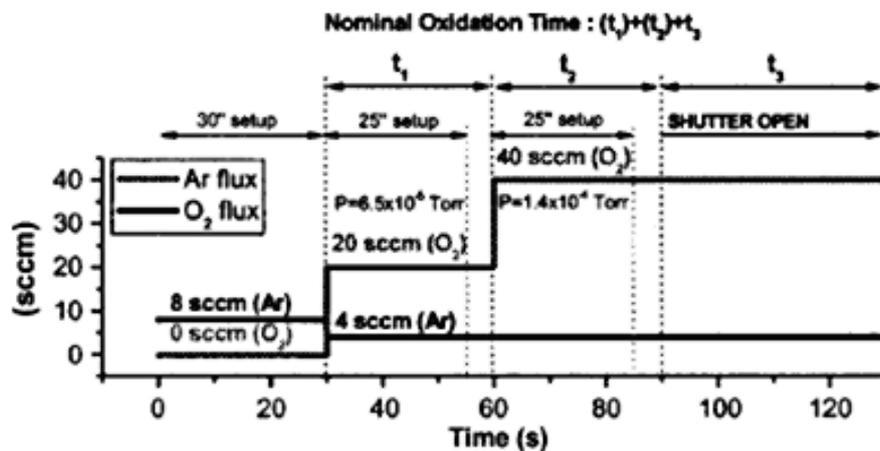


Figure 1.15 : Procédure d'oxydation de la barrière isolante à l'aide de la source d'ions [Fer05].

La figure 1.16 résume les résultats obtenus. La partie grisée représente les meilleurs résultats obtenus par oxydation naturelle de la couche d'aluminium. On note que l'utilisation d'un plasma distant permet d'obtenir des résultats comparables à l'oxydation naturelle, tant sur la valeur de la MRT que du produit $R \cdot A$, pour des temps d'oxydation réduits.

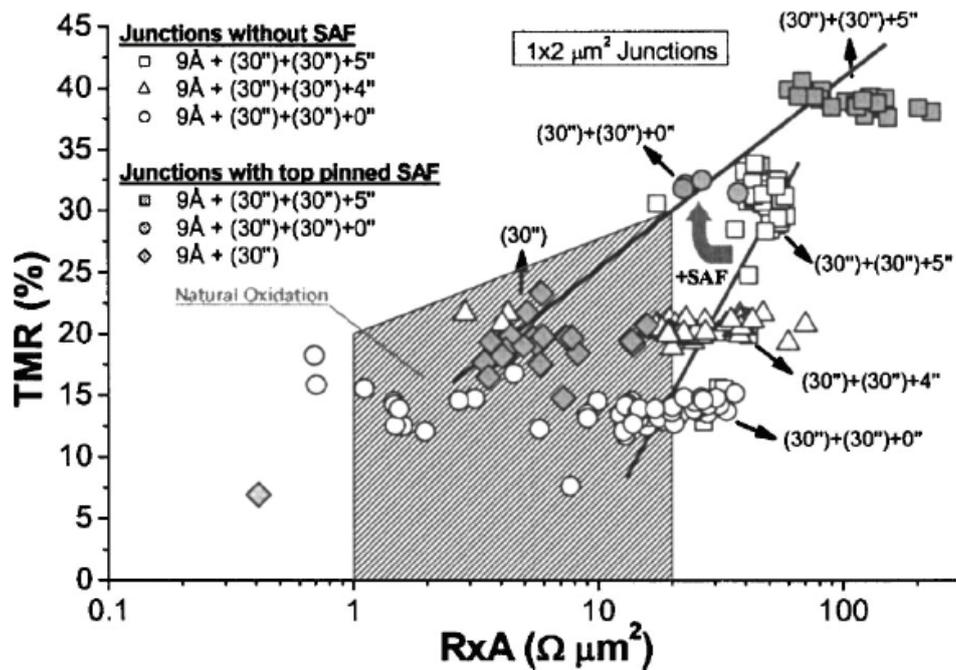


Figure 1.16 : Valeurs de MRT en fonction du produit R^*A pour des jonctions de $1 \times 2 \mu\text{m}^2$, pour des temps d'oxydation (t_1, t_2, t_3) compris entre (30 s, 0 s, 0 s) et (30 s, 30 s, 5 s) avec une couche X ferromagnétique ou antiferromagnétique ; la région grisée correspond à une oxydation naturelle [Fer05].

Il faut aussi remarquer que l'oxydation par de l' O_2 thermique a lieu même lorsque le cache protège l'échantillon.

Cette figure montre également que les jonctions ayant une couche antiferromagnétique présentent une MRT et un produit R^*A plus élevés pour des conditions d'oxydation similaires, du fait d'une polarisation plus importante de l'électrode.

Cette nouvelle technique montre qu'il est possible d'utiliser un jet de plasma pour oxyder une couche ultramine d'aluminium ($< \text{nm}$). L'avantage de cette technique par rapport à l'oxydation naturelle est de pouvoir conserver l'échantillon dans un environnement sous ultravide, ce qui réduit le risque de contamination de la surface. De plus, la qualité de l'oxydation s'en trouve améliorée puisque le plasma génère des espèces plus réactives, ce qui réduit également le temps d'oxydation.

Au cours des derniers paragraphes, on a décrit l'évolution des techniques d'oxydation utilisées actuellement pour former la barrière d'alumine. On va maintenant s'intéresser plus généralement aux techniques d'élaboration des films ultramines.

5°) Les techniques de dépôt des couches minces

On distingue les techniques de dépôt en équilibre thermodynamique (épitaxie par jet moléculaire) ou hors équilibre thermodynamique (pulvérisation).

Le principe de l'épitanie par jet moléculaire consiste à évaporer les matériaux à déposer sur un substrat porté à une température favorisant la croissance épitanie. L'évaporation peut être faite par un faisceau d'électrons ou par un chauffage direct du matériau dans un creuset. Les particules évaporées ont une énergie moyenne de 0,1 eV. Les vitesses de dépôt sont très faibles (\sim nm/min), ce qui impose une pression de dépôt inférieure à 10^{-7} mbar. L'intérêt de l'épitanie est de pouvoir élaborer des films minces d'une grande qualité cristalline, exempts de contamination.

La pulvérisation est une technique qui utilise le transfert de la quantité de mouvement entre des ions incidents énergétiques créés dans un plasma et les atomes d'une cible. L'énergie moyenne des atomes pulvérisés est de l'ordre de quelques eV. Les films obtenus sont généralement polycristallins. En pulvérisation cathodique, la pression de dépôt est de l'ordre de 10^{-2} mbar, voire 10^{-3} mbar avec un magnétron. Mais à de telles pressions, le risque de contamination des couches déposées est très élevé, du fait de la désorption stimulée qui peut être induite par le plasma.

La pulvérisation par un faisceau d'ions est basée sur le même principe. La distribution énergétique des atomes pulvérisés est également de l'ordre de quelques eV, avec une queue de distribution plus importante vers les hautes énergies. Cette technique offre certains avantages par rapport à la pulvérisation cathodique. Tout d'abord, la pression de dépôt est inférieure à 10^{-5} mbar, ce qui diminue le risque de contamination des films déposés. De plus, l'énergie des ions primaires et le courant d'ions peuvent être ajustés indépendamment l'un de l'autre. Enfin, il est possible d'obtenir de faibles vitesses de dépôt ($<$ nm/min), ce qui rend cette technique très adaptée aux faibles épaisseurs.

Au niveau industriel, la société Anelva commercialise des bâtis de pulvérisation cathodique pour la réalisation de jonctions tunnel magnétiques. La pulvérisation ionique commence à être considérée comme une alternative sérieuse [Zhang01] [Fer05]. En effet cette technique possède les avantages de l'épitanie (faible pression de dépôt) et de la pulvérisation (particules suprathermiques). On peut citer la société Nordiko qui propose des bâtis de dépôt de jonctions tunnel par pulvérisation ionique utilisées avec succès à l'INESC. Ces deux sociétés se sont d'ailleurs associées afin d'offrir dans un avenir proche des bâtis couplant ces deux techniques de dépôt.

Ce paragraphe a abordé l'évolution des jonctions tunnel ainsi que les techniques de dépôt utilisées. Le paragraphe suivant va aborder la croissance des films minces. On s'intéressera plus particulièrement à la pulvérisation ionique et à l'influence de l'énergie des ions incidents et des particules pulvérisés sur les propriétés des films déposés.

V°) La croissance d'une couche mince

1°) Présentation des différents modes de croissances

Lorsque « n » atomes se condensent sur le substrat, on peut exprimer la différence d'enthalpie libre entre l'état final et l'état initial :

$$\Delta G = n.(\mu_{\text{dep}} - \mu_{\text{ad}}) + f.n^{2/3}.(\gamma_{\text{dep}} + \gamma_{\text{int}} - \gamma_{\text{sub}}) \quad (1.13)$$

- n : nombre d'atomes se condensant sur le substrat
- μ_{dep} : potentiel chimique des atomes condensés
- μ_{ad} : potentiel chimique des atomes adsorbés
- f : Facteur de forme du dépôt
- γ_{dep} : Energie de surface du matériau déposé
- γ_{sub} : Energie de surface du substrat
- γ_{int} : Energie d'interface

Le premier terme de l'équation 1.13 correspond à une enthalpie de volume. Le second terme correspond à l'enthalpie de surface. En dérivant cette équation par rapport à n, on obtient une expression qui permet de caractériser les modes de croissances :

$$n = \left(\frac{2}{3} \cdot f \cdot \frac{\gamma_{\text{dep}} + \gamma_{\text{int}} - \gamma_{\text{sub}}}{\mu_{\text{ad}} - \mu_{\text{dep}}} \right)^3 \quad (1.14)$$

A partir de l'expression dérivée 1.14, il a été montré que des relations d'inégalité utilisant les énergies de surfaces et d'interfaces du substrat et du matériau déposé permettent de caractériser les modes de croissance [Schow88].

- 1^{er} cas : $\gamma_{\text{dep}} + \gamma_{\text{int}} - \gamma_{\text{sub}} \leq 0$

On observe une croissance bidimensionnelle ou croissance de type Franck Van der Merwe [Fran49]. Ce type de croissance est favorisé si on dépose un matériau ayant une énergie de surface plus petite que celle du substrat (fig. 1.17).

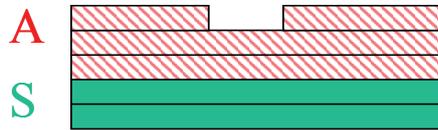


Figure 1.17 : croissance Van der Merwe

- 2^e cas : $\gamma_{dep} + \gamma_{int} - \gamma_{sub} \geq 0$

Si l'énergie de surface du matériau déposé est plus grande que celle du substrat, on observe alors une croissance tridimensionnelle afin de minimiser l'énergie de surface. Deux cas de figure peuvent alors se présenter. On peut observer une croissance bidimensionnelle suivie d'une croissance tridimensionnelle (fig. 1.18): c'est une croissance de type Stranski-Krastanov [Stran39]. Ce changement de mode de croissance est causé par la relaxation de la couche déposée, libérée des contraintes imposées par le substrat. En revanche, si l'énergie d'interface est très grande, la croissance est uniquement tridimensionnelle : c'est une croissance de type Volmer-Weber (fig. 1.19) [Vol26].

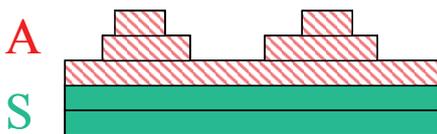


Figure 1.18: croissance Stranski-Krastanov

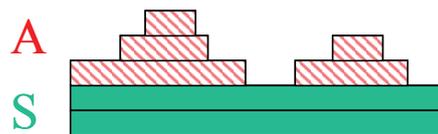


Figure 1.19: croissance Volmer-Weber

Cependant, une difficulté apparaît dans la détermination de l'énergie d'interface. Une approche phénoménologique a été développée par Baeur et Van der Merve, en considérant uniquement les énergies de surface. La croissance du film se résume alors un problème de mouillage entre l'élément A déposé et le substrat S. En utilisant des calculs d'énergie de surface, on peut établir le mouillage d'un élément par un autre. L'adsorbat A déposé sur le substrat S, est en équilibre thermodynamique avec sa phase vapeur. On calcule l'énergie de surface du substrat en fonction de l'angle de mouillage par la relation de Young :

$$\gamma_S = \gamma_{AS} + \gamma_A \cos(\alpha) \quad (1.15)$$

- γ_S : Energie de surface du substrat
- γ_A : Energie de surface de l'adsorbat
- γ_{AS} : Energie d'interface entre l'adsorbat et le substrat
- α : Angle de mouillage (fig. 1.20)

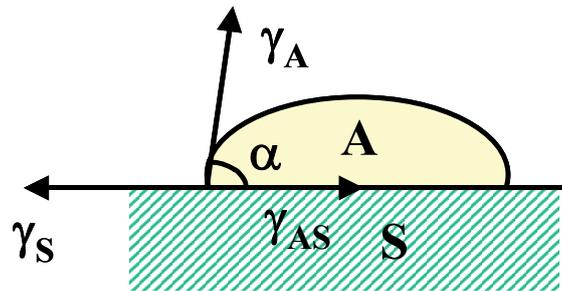


Figure 1.20: Mouillage du substrat S par l'élément déposé A

Le mouillage est maximale si $\alpha = 0$. Encore une fois, on retrouve le terme d'énergie d'interface dans l'équation 1.15. Mais grâce à ce model, il apparaît que deux paramètres sont phénoménologiquement importants pour la détermination des possibilités de mouillage A/S et S/A :

- Le désaccord de maille $r_{AS} = r_A / r_S$ (r_a, r_s respectivement paramètre de maille de l'adsorbat et du substrat)
- Le rapport des énergies de surface $\Gamma_{AS} = 2 \cdot |(\gamma_S - \gamma_A)| / (\gamma_S + \gamma_A)$ (1.16)

D'après Bauer et Van der Merwe, le mouillage de A sur S est complet lorsque $r_{as} < 1$ ou $r > 1,15$ et $\Gamma_{as} < 0,5$.

Le tableau 1.3 présente les valeurs théoriques à 0 K [Jiang04], [Mied89], [Over75]. Suivant la structure cristalline et l'orientation de la surface, l'énergie de surface est différente.

Matériau	Structure cristalline	Paramètre de maille (Å)	Orientation	Energie de surface (J/m ²)
Al	cfc	4,05	(111)	1,16
Al ₂ O ₃	amorphe	x	x	1,5
Co	cfc	3,54	(111)	2,7
Fe	cfc	2,87	(110)	2,48
Ni	cfc	3,52	(111)	2,45
Si	cfc	5,43	(100)	1,25
SiO ₂	amorphe	x	x	0,62

Tableau 1.3 : Energie de surface des principaux matériaux employés

Si on considère la croissance d'un film de cobalt sur une surface de silicium, on obtient les valeurs suivantes :

- $r_{CoSi} = 0,65$
- $\Gamma_{CoSi} = 0,73$

Le désaccord de maille remplit les conditions de Bauer. Par contre le rapport d'énergie de surface est défavorable. En toute vraisemblance, on doit donc obtenir une croissance plutôt tridimensionnelle. Mais ceci est également fonction de la technique de dépôt. Le cas de la pulvérisation ionique sera plus particulièrement étudié par la suite.

2°) Influence de l'énergie des particules incidentes sur le film mince déposé

La pulvérisation ionique produit des atomes pulvérisés qui possèdent une énergie suprathermique. Le paramètre énergétique est déterminant, car il influe directement sur le mode de croissance, la rugosité et la cristallinité des films déposés. On va donc montrer l'influence de l'énergie des ions incidents et l'énergie des atomes pulvérisés en se basant sur des exemples tirés de la littérature.

a°) Influence sur le mode de croissance du film déposé

On rappelle que la pulvérisation ionique doit normalement favoriser la croissance de type Van der Merwe, comme nous allons le voir par la suite. En effet, l'énergie suprathermique des atomes pulvérisés permet la création de nombreux sites de nucléation et une grande mobilité des atomes adsorbés.

Pour étudier les modes de croissance des films minces, on peut utiliser des simulations de dynamique moléculaire. Cette méthode consiste à étudier la trajectoire d'un atome ou d'une molécule en appliquant les lois de la mécanique classique newtonienne. On considère ainsi chaque atome comme une masse ponctuelle. Son mouvement est conditionné par l'ensemble des forces extérieures qui s'exercent sur lui. Cette méthode de simulation est contraignante dans la mesure où elle nécessite un temps et une puissance de calcul très importants.

Le dépôt de cobalt sur une surface ondulée de cuivre a été étudié par des simulations de dynamique moléculaire (fig. 1.21) [Weng02]. Les atomes incidents de cobalt sont représentés en noir sur la figure. Le substrat ondulé de cuivre est représenté en gris. L'énergie de surface du cobalt (2709 mJ/cm^2) est supérieure à celle du cuivre (1934 mJ/cm^2) et une croissance bidimensionnelle n'est donc pas envisageable théoriquement.

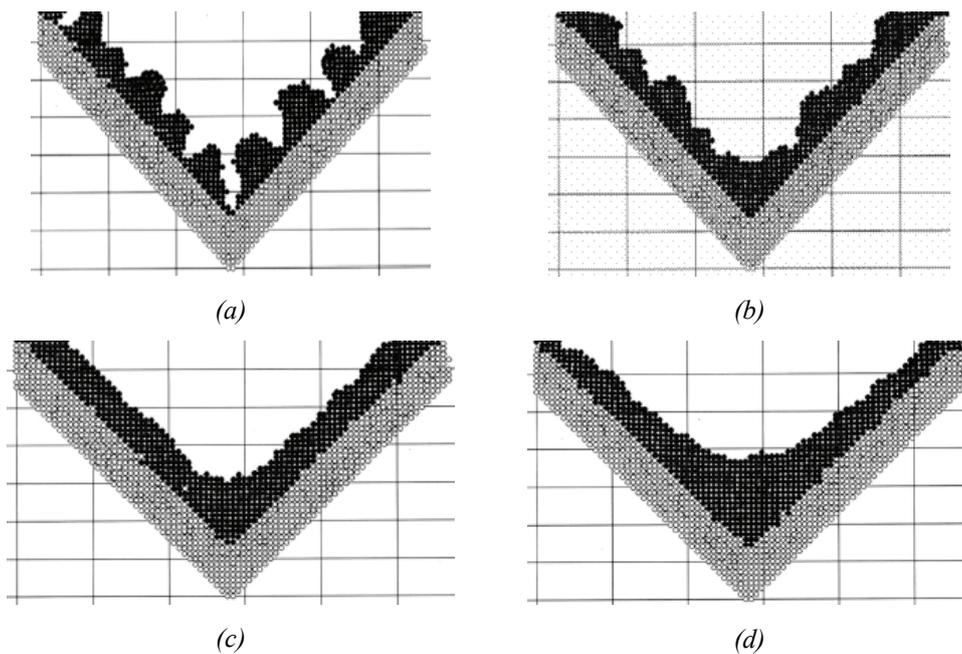


Figure 1.21 : Morphologie des films de cobalt pour différentes énergies incidentes ;
(a) 0,1 eV; (b) 0,5 eV; (c) 3 eV; (d) 10 eV [Weng02]

Les simulations indiquent que l'augmentation de l'énergie des atomes incidents de cobalt de 0,1 à 10 eV permet la transition d'une croissance en îlot (fig. 1.21a) à une croissance bidimensionnelle (fig. 1.21d). Ainsi, en augmentant l'énergie des atomes incidents, on dépasse l'énergie de barrière de formation d'îlots.

b°) Influence sur la rugosité du film déposé

En utilisant toujours les simulations de dynamique moléculaire, l'élaboration d'une couche d'alumine par des clusters incidents a été modélisée sur un substrat de cobalt [Su04]. Les clusters sont composés de une à quatre molécules d'alumine (fig. 1.22). L'intérêt de contrôler la rugosité est important au niveau de la barrière isolante, car celle-ci doit être la plus faible possible afin de limiter le couplage indirect de Néel (cf. III.1.f).

La figure 1.22 montre que la rugosité diminue lorsque l'énergie des clusters incidents augmente. Elle est minimale entre 40 et 60 eV suivant la taille du cluster. En effet, dans un premier temps, on favorise la mobilité de surface des molécules d' Al_2O_3 , ce qui entraîne une baisse de la rugosité. Par la suite, en augmentant encore l'énergie incidente des clusters, on peut atteindre un effet de pulvérisation du film déposé, ce qui entraîne alors une augmentation de la rugosité.

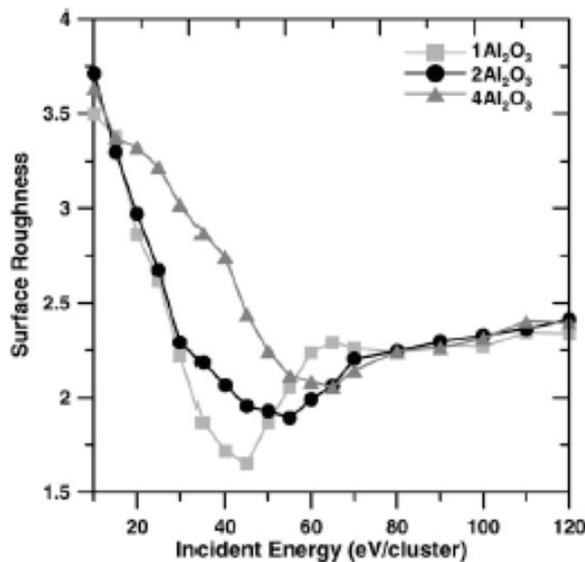


Figure 1.22 : Rugosité de la surface en fonction de l'énergie incidente des clusters d' Al_2O_3 [Su04]

c°) Influence sur la cristallinité du film déposé

En règle générale, le plan (111) d'un métal de symétrie cubique face centrée est celui qui possède la plus faible énergie comparé au plan (100) et (110) [Sato70]. Ainsi quand la relation avec le substrat est faible, un métal aura toujours une orientation (111) dans le sens de la croissance.

Des vanes de spin NiFe/FeCo/Cu/FeCo/FeMn ont été réalisées par pulvérisation ionique sous ultravide [Heg99]. Un faisceau d'ions xénon a été utilisé avec une énergie des ions primaires comprise entre 600 eV et 1,5 keV. La figure 1.23 représente le spectre de diffraction X de l'empilement NiFe/CoFe/Cu/CoFe réalisé avec une énergie primaire de 1 keV. Selon l'abscisse en 2θ , un pic ressort nettement à 44° typique d'une orientation cristalline (111). L'utilisation de cette énergie favorise une forte orientation (111) des films déposés avec une taille de cristaux égale à 11,5 nm, soit une dimension deux fois plus grande que celle obtenue par pulvérisation magnétron.

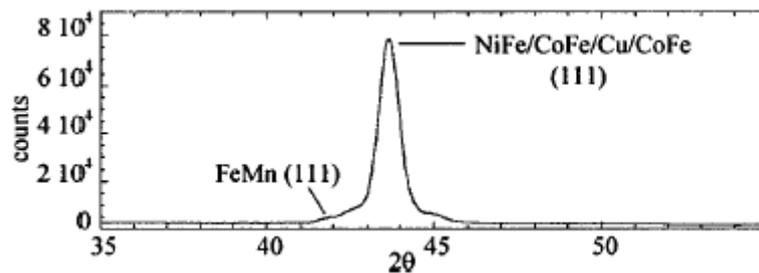


Figure 1.23 : Spectre de diffraction obtenu sur la structure réalisée par faisceau d'ions xénon de 1 keV [Heg99]

Ainsi, en agissant sur l'énergie des ions incidents, on modifie la vitesse de dépôt et la partie haute énergie de la distribution des atomes pulvérisés, ce qui peut favoriser une orientation cristalline précise.

Au cours des différents points abordés, on s'est intéressé aux différents modes de croissance d'un film mince. On a également montré que le paramètre énergétique a une conséquence directe sur la couche déposée (mode de croissance, rugosité, structure cristalline). On voit ainsi l'intérêt de pouvoir contrôler indépendamment l'énergie des ions primaires et la densité de courant d'ions.

VI) CONCLUSION

Ce chapitre a présenté les évolutions technologiques des jonctions tunnels à base d'alumine. Ainsi, en dix ans les performances atteintes avec cet isolant ont été multipliées par cinq. Les applications industrielles existent actuellement avec les têtes de lecture à effet MRT. La MRAM quant à elle rencontre certaines difficultés technologiques. L'utilisation d'une nouvelle barrière pourrait résoudre certains problèmes rencontrés actuellement avec l'alumine. Mais le changement de matériau dans l'élaboration de l'empilement n'est jamais anodin, surtout lorsqu'il s'agit de la barrière isolante. Dans ce contexte, on présentera les derniers résultats atteints par la magnésie à la fin de cette étude.

L'évolution des performances est liée à l'amélioration des techniques de dépôts. L'utilisation de la pulvérisation permet de favoriser une croissance bidimensionnelle des films ultramines du fait de l'énergie suprathermique des atomes pulvérisés. On remarque une percée de la pulvérisation par faisceau d'ions dans l'élaboration des jonctions tunnels, grâce aux qualités précédemment décrites. Ce sont les principes théoriques de cette technique qui vont être présentés en détail dans le chapitre suivant.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE I

- [Aga02] L. Agazzi, S. Bennett, F.J. Berry, M. Carbucicchio, M. Rateo, G. Ruggiero, G. Turrilli, *J. Appl. Phys.*, 92(6), p.3231, 2002.
- [Bae02] J.S. Bae, K.H. Shin, H.M. Lee, *J. Appl. Phys.*, 91(10), p.7947, 2002.
- [Baib88] M.N. Baibich, J.M. Broto, A. Fert, F. Nguyen Van Dau, F. Petroff et al., *Phys. Rev. Lett.*, 61, p.2472, 1998.
- [Chap88] C. Chappert, B. Bruno, *J. Appl. Phys.*, 64, p.5736, 1988.
- [Fer05] R. Ferreira, P.P. Freitas, M. MacKenzie, J.N. Chapman, *J. Appl. Phys.*, 97, n°10C903, 2005.
- [Fran49] F.C. Franck, J.H. Van der Merwe, *Proc. Roy. Soc. London, Ser. A*, 198, p.216, 1949.
- [Gogl05] D. Gogl, C.Arndt, J.C. Barwin, A. Bette J. Debrosse, J. Gow et al., *IEEE journal of Solide State Circuits*, 40(4), p.902, 2005.
- [Guth02] M. Guth, G. Schmerber, A. Dinia, *Mat. Sci. Eng. C*, 19, p.129, 2002.
- [Heg99] H. Hegde, J. Wang, A. Hayes, V. Kanarov, R. Yevtukov, A.J. Devasahayam, R.J. Gambino, M. Mao, M. Miller, *J. Appl. Phys.*, 85(8), p.4922, 1999.
- [Jiang04] Q. Jiang, H.M. Lu, M. Zhao, *J. Phys. Condens. Matter*, 16, p.521, 2004.
- [Jul75] M. Julliere, *Phys. Lett. A*, 54, p.225, 1975.
- [Kubo00] H. Kubota, *J. Magn. Soc. Jap.*, 24, p.595, 2000.
- [Kuwa04] T. Kuwashima, K. Fukuda, H Kiyono, K. Sato, T. Kagami, S. Saruki et al., *IEEE Trans. Magn.*, 40, p.176, 2004.
- [Lac02] D. Lacour, thèse de l'université Henri Poincaré, 2002.
- [Mes94] R. Meservey, P.M. Tedrow, *Phys. Rep.*, 238, p.173, 1994.
- [Mied89] A.R. Miedema et al., *Cohesion in metals*, Elsevier Science Publishers, B.V., 1989.
- [Mons00] D.J. Monsma, S.S. Parkin, *Appl. Phys. Lett.*, 77(5), p.720, 2000.
- [Mood95] J.S. Moodera, L.R. Kinder, T.M. Wong, R. Meservey, *Phys. Rev. Lett.*, 74, p.3273, 1995.
- [Myer51] H.P. Myers, W. Sucksmith, *Proc. Roy. Soc. Lond.*, A207, p.427, 1951.
- [Nas99] J. Nassar, thèse de l'école polytechnique, 1999.
- [Néel54] L. Néel, *J. Phys. Rad.*, 15, p.376, 1954.
- [Néel63] L. Néel, *C.R. Aca. Sci. Paris*, A122, p.521, 1963.

- [Nick03] J. Nickel, L. Tran, X. Portier, A.K. Petford-Long, J. Appl. Phys., 94(12), p.7687, 2003.
- [Over75] S.H. Overbury, P.A. Bertrand, G.A. Somorjai, Chem. Rev., 75, p.547, 1975.
- [Park99] S.S. Parkin, K.P. Roche, M.G. Samant, P.M. Rice, R.B. Beyers et al., J. Appl. Phys., 85(8), p.5828, 1999.
- [Park05] M.H. Park, Y.K. Hong, T. Tanaka, S.H. Gee, C. Byun, J. Mag. Mag. Mat., 286, p.83, 2005.
- [Schra00] B.D. Schrag, A. Anguelouch, S. Ingvarsson, G. Xiao et al., App. Phys. Lett. 77, p.2373, 2000.
- [Shar81] M.P. Sharrock, J. McKinney, IEEE Trans. Magn., 17, p.3020, 1981.
- [Sato70] H. Sato, S. Shinozaki, Surf. Sci., 22, p.229, 1970.
- [Sato98] M. Sato, H. Kikuchi, K. Kobayashi, J. Appl. Phys., 83(11), p.6691, 1998.
- [Schow88] L.J. Schowalter, Master. Res. Soc. Symp. Proc. MRS, 116, p.3, 1988
- [Slonc89] J.C. Slonczewski, Phys. Rev. B, 39, p.6995, 1989.
- [Stran39] I.N. Stranski, V.L. Krastanow, Akad. Wiss. Lit. Mainz Math. Nat. Kl. IIb, 146, p.797, 1939.
- [Su04] M.H. Su, C.Y. Lin, S.H. Wang, C.C. Chi-Chuan Hwang, Journ. Magn. Magn. Mat., 277, p.263, 2004.
- [Tslug97] H. Tsuge, T. Mitsuzuka, Appl. Phys. Lett., 71, p.3296, 1997.
- [Tsu02] M. Tsunoda, K. Nishikawa, S. Ogata, M. Takahashi, Appl. Phys. Lett., 80(17), p.3135, 2002.
- [Vol26] M. Volmer, A. Weber, Z. Phys. Chem, 119, p.277, 1926.
- [Wang04] D. Wang, C. Nordman, J.M. Daughton, Z. Qian, J. Fink, IEEE Trans. Magn., 40(4), p.2269, 2004.
- [Weng02] C. Weng, C.C. Hwang, C.L. Chang, J.G. Chang, S.P. Ju, Phys. Rev. B, 65, n°195420, 2002.
- [Wong98] P.K. Wong, J.E. Evetts, M.G. Blamire, J. Appl. Phys., 83, p.6697, 1998.
- [Zhan01] Z.G. Zhang, P.P. Freitas, A.R. Ramos, N.P. Barradas, J.C. Soares, Appl. Phys. Lett., 79(14), p.2219, 2001.
- [Zhang01] Z. Zhang, S. Cardoso, P.P. Freitas, X. Battle, P. Wei, N. Barradas, J.C. Soares, J. Appl. Phys., 89, p.6665, 2001.

Chapitre II : La relation faisceau d'ions – matière

I°) La pulvérisation ionique

1°) Introduction

Dans cette étude, les procédés d'élaboration des empilements ferromagnétiques et de structuration en jonctions circulaires, sont basés sur l'utilisation d'un faisceau d'ions argon. La première technique est le dépôt par la pulvérisation ionique (fig. 2.1). Elle permet un dépôt dans des conditions de pressions partielles correspondant à l'ultravide. De plus, les faibles vitesses de dépôt permises par cette technique sont adaptées à la réalisation de films ultraminces. D'autre part, comme nous l'avons mentionné, l'énergie des ions primaires est indépendante du courant d'ions. Enfin, cette technique permet d'ajuster la stœchiométrie des oxydes en modifiant le rapport flux d'oxygène / flux d'atomes pulvérisés.

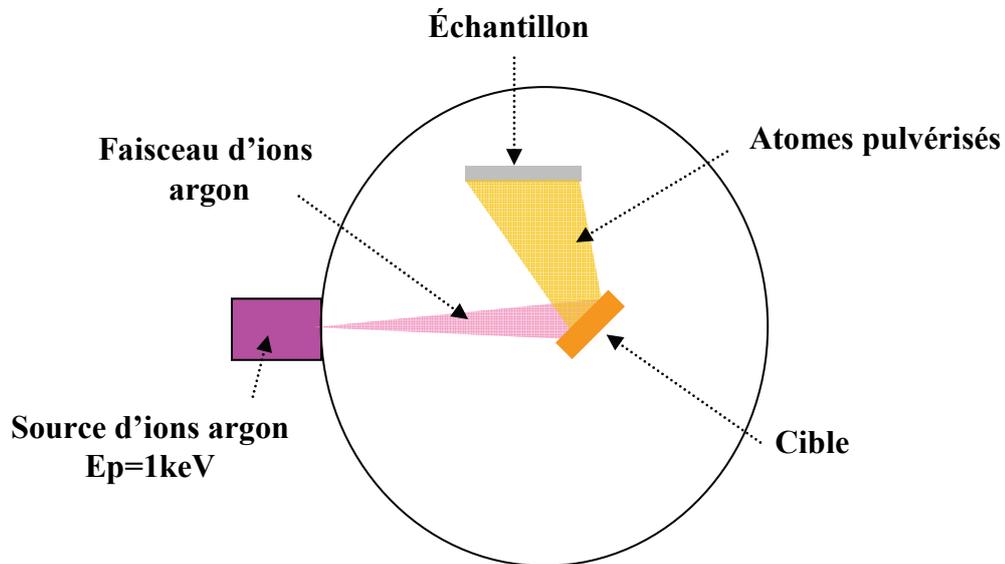


Figure 2.1 : Le dépôt des empilements magnétiques par la pulvérisation ionique

Dans la deuxième technique, on expose directement l'échantillon au faisceau d'ions. On grave ainsi les films minces, ce qui permet de lithographier les jonctions circulaires dans les empilements ferromagnétiques (fig. 2.2). Dans les deux cas, le cœur du procédé reste identique : la pulvérisation. L'énergie des ions primaires est ajustable entre 100 eV et 1 keV.

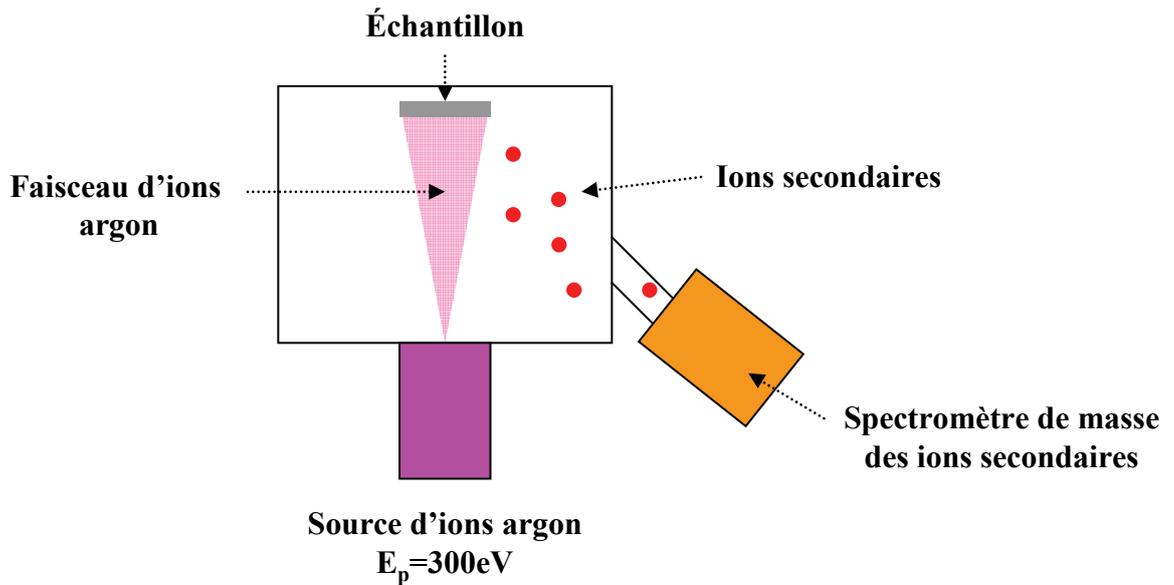


Figure 2.2 : La gravure des empilements ferromagnétiques par la pulvérisation ionique

Dans ce chapitre, les phénomènes physiques qui interviennent lors du bombardement d'une surface par un faisceau d'ions vont être abordés. On définira le taux de pulvérisation Y , puis on présentera les différents paramètres qui influent directement ce taux. Une attention particulière sera donnée à la pulvérisation ionique à basse énergie ($<1\text{keV}$), car elle intervient dans le procédé de gravure. Enfin, on abordera l'émission des ions secondaires lors de l'érosion d'une surface, qui est utilisée dans le suivi de la gravure.

2°) Principe général

Quand un ion doté d'une certaine énergie interagit avec un solide, on peut observer deux types de collisions (fig. 2.3):

- Les collisions élastiques des ions incidents avec les noyaux du solide qui entraînent le déplacement des atomes du réseau, voir l'éjection d'atomes ou d'agrégats (neutres ou chargés).
- Les collisions inélastiques (ou électroniques) des ions incidents avec le nuage électronique du solide qui se traduisent par des phénomènes d'ionisation et d'excitation conduisant à l'émission d'électrons secondaires ou de photons.

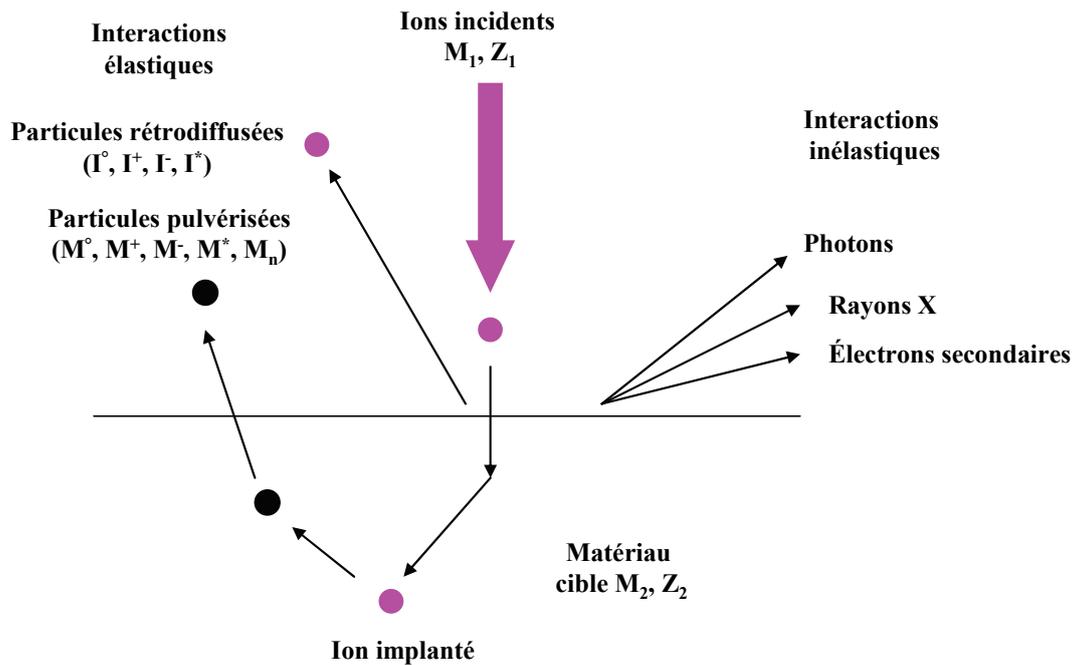


Figure 2.3 : Les phénomènes mis en jeu lors de la pulvérisation ionique

Pour pulvériser une surface, on privilégiera le premier type de collision. Quant aux collisions inélastiques, elles sont plus utiles pour une caractérisation du matériau. Suivant l'énergie de l'ion incident, on observe les mécanismes de collisions avec les énergies seuils correspondantes. En effet, un matériau possède deux grandeurs caractéristiques :

- L'énergie de déplacement U_d qui caractérise les forces de liaisons des atomes au sein du matériau.
- L'énergie de surface U_s qui caractérise ces mêmes forces mais à la surface du matériau.

Ainsi pour qu'un atome soit pulvérisé, on doit lui fournir assez d'énergie pour vaincre toutes les forces de liaisons.

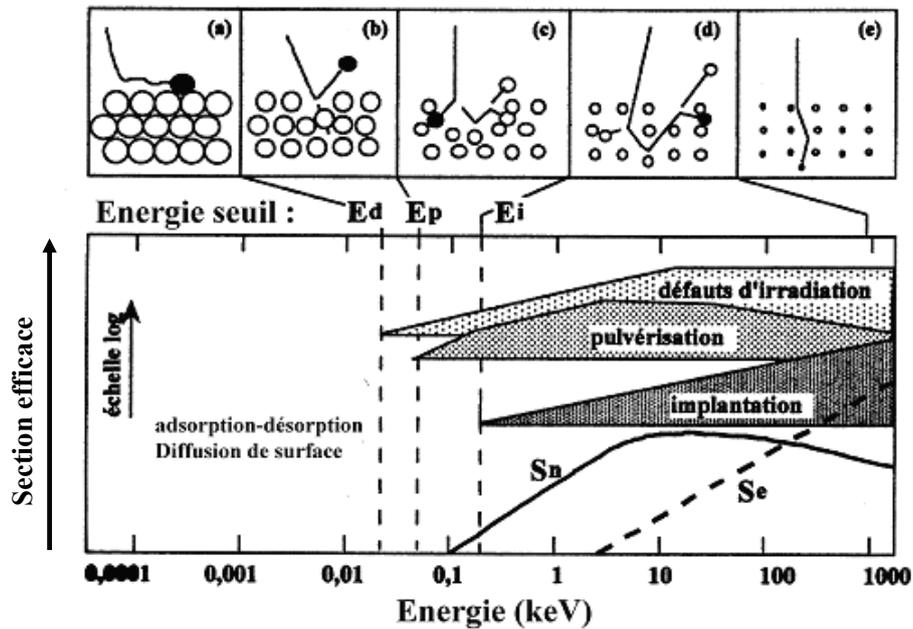


Figure 2.4 : Mécanismes de collisions : (a) déplacement sur la surface, (b) réflexion par la surface, (c) pulvérisation de la surface par des simples collisions, (d) pulvérisation de la surface par des cascades de collisions, (e) implantation ionique [Mau03]

On voit sur la figure 2.4a qu'à faible énergie, l'ion incident se déplace sur la surface pour finalement s'y fixer par chimisorption ou physisorption sans modifier l'arrangement des atomes. Pour des énergies supérieures à la valeur seuil E_d , les atomes de la surface sont déplacés. Lorsque l'énergie de l'ion augmente, il pénètre dans la cible. On observe alors un phénomène d'éjection des atomes de la surface si on dépasse l'énergie seuil de pulvérisation E_p ou à l'implantation de l'ion incident dans la cible, si l'énergie est supérieure à E_i .

Lorsque la pulvérisation prédomine, on peut distinguer trois régimes de collisions représentés sur la figure 2.5 [Sigm81] :

- Le régime de simples collisions (fig. 2.5a)
- Le régime de cascades linéaires de collisions (fig. 2.5b)
- Le régime de pointes thermiques (fig. 2.5c)

On observe l'un ou l'autre de ces régimes en fonction de la nature et de l'énergie des ions incidents, des atomes de la cible ainsi que de la géométrie.

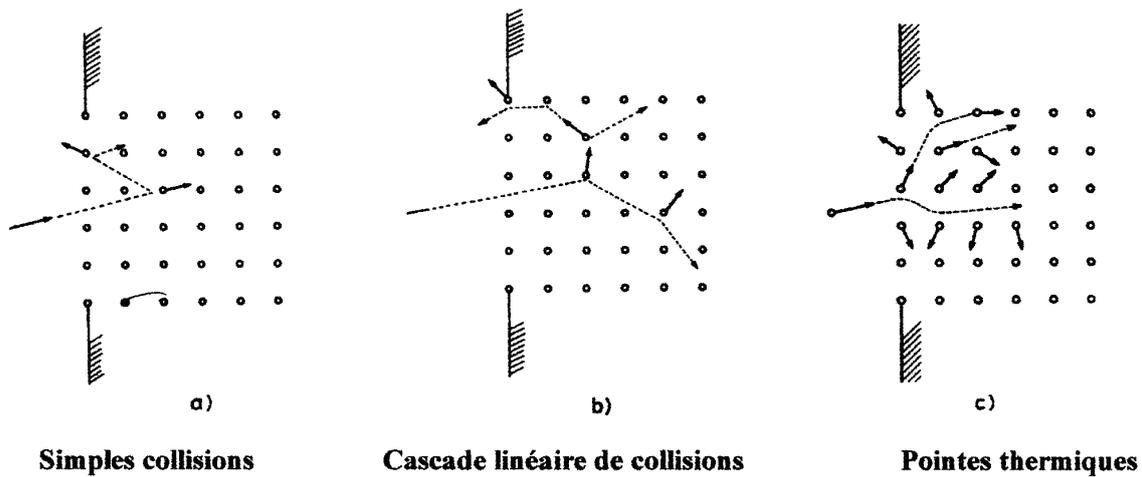


Figure 2.5 : Les trois régimes de collisions

Lors du régime de simples collisions, l'ion incident transfère aux atomes de la cible une énergie supérieure à l'énergie de liaison surfacique. On assiste alors à l'éjection de l'atome de la surface. Cependant, l'énergie mise en jeu est insuffisante pour générer un régime de cascades de collisions. Le régime de simples collisions est prépondérant pour une énergie ionique incidente comprise entre quelques eV et quelques centaines d'eV. Au dessus de quelques keV, ce mécanisme peut encore apparaître dans le cas d'ions très légers percutant une cible constituée d'atomes plus lourds [Ande76]. Le transfert d'énergie est alors très faible et conduit au régime de simples collisions avec des ions rétrodiffusés.

Pour les deux régimes restants, l'ion transfère aux atomes de la cible une énergie suffisante pour les mettre en mouvement et provoquer des collisions avec d'autres atomes de la cible, qui vont à leur tour engendrer d'autres collisions. Ces deux régimes coexistent pour une énergie des ions primaires dépassant 1 keV. La différence entre les cascades linéaires et les pointes thermiques, repose sur la densité d'atomes mis en mouvement dans la cible. Dans le premier cas, cette densité est relativement faible, entraînant une collision entre un atome en mouvement et un atome au repos. On parle alors de collisions binaires. En ce qui concerne le régime des pointes thermiques, les collisions peuvent également avoir lieu entre des atomes en mouvement. On a alors une superposition des cascades de collisions.

Ralentissement des ions dans le matériau

Le ralentissement des ions dans le solide résulte essentiellement de deux types d'interactions :

- L'interaction élastique entre l'ion et les noyaux des atomes du solide, qui génère un transfert de quantité de mouvement, ou un déplacement des atomes du réseau avec une émission éventuelle de particules neutres ou chargées. On assiste à un ralentissement nucléaire, résultant d'une suite de collisions entre l'ion et les atomes du réseau. Pour nos conditions expérimentales, la fréquence des collisions est suffisamment faible pour que le parcours de l'ion soit décrit par une suite d'interactions binaires.
- L'interaction inélastique entre l'ion incident et le nuage électronique des atomes du solide, qui se traduit par l'émission d'électrons secondaires, de rayons X ou de photons.

Les sections efficaces des ralentissements nucléaires et électroniques (S_n , S_e) sont représentées sur la figure 2.4, en fonction de l'énergie de l'ion incident. La section efficace de ralentissement électronique S_e croît linéairement avec l'énergie à partir de 3 keV, tandis que la section efficace de ralentissement nucléaire S_n apparaît vers 0,1 keV et présente un maximum vers 10 keV. On définit le ralentissement des ions à partir du pouvoir d'arrêt qui désigne la perte d'énergie moyenne de la particule incidente dans le solide par unité de longueur. En tenant compte des deux interactions décrites ci-dessus, on exprime le pouvoir d'arrêt total d'après la relation suivante:

$$\left(\frac{dE}{dx}\right)_{\text{total}} = \left(\frac{dE}{dx}\right)_{\text{électronique}} + \left(\frac{dE}{dx}\right)_{\text{nucléaire}} \quad (2.1)$$

Pour un ion incident avec une énergie de 1 keV, la section efficace d'arrêt électronique est très faible devant la section efficace d'arrêt nucléaire. Le ralentissement est dû essentiellement à des collisions élastiques entre l'ion et les atomes de la cible.

3°) L'énergie seuil de pulvérisation

La variation du taux de pulvérisation en fonction de l'énergie des ions est représentée sur la figure 2.6. Dans le premier cas, on étudie la pulvérisation de plusieurs cibles métalliques par des ions argon. Dans le second cas, on compare la pulvérisation d'une cible de tungstène pour des ions incidents de différentes natures.

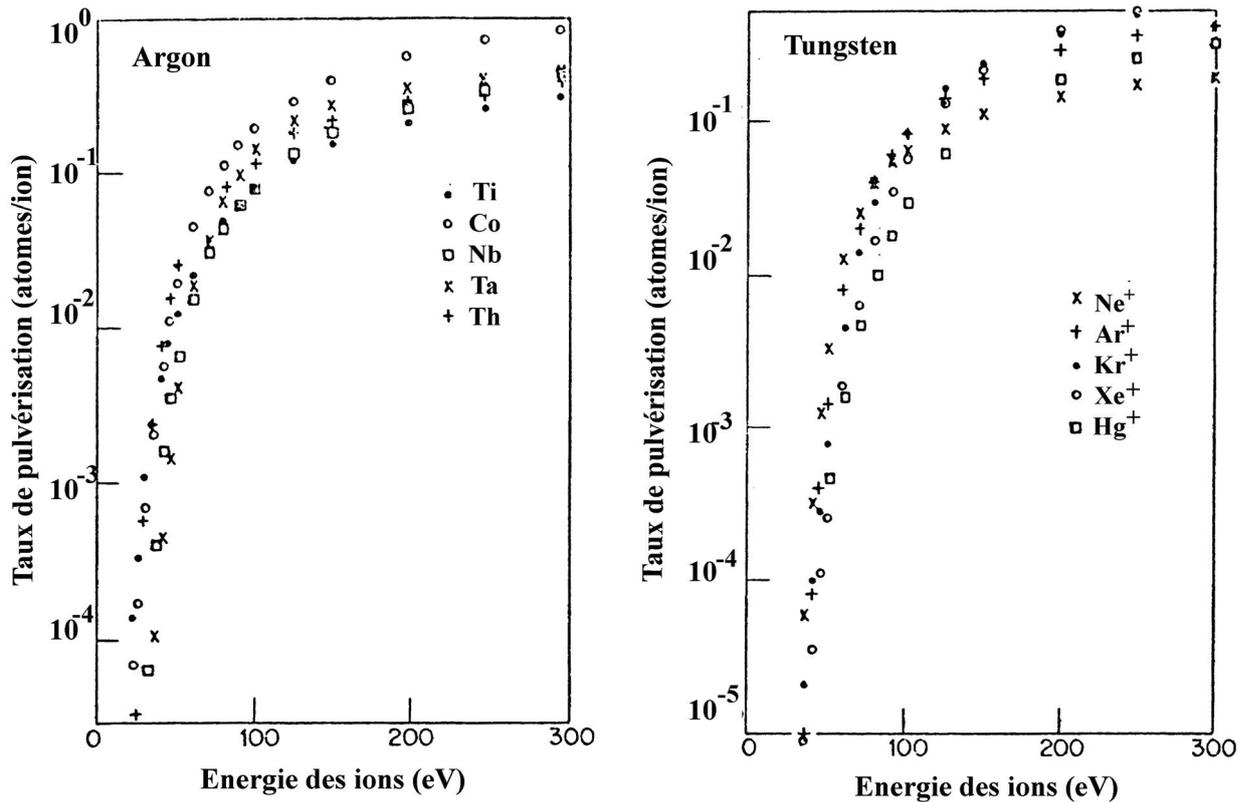


Figure 2.6 : Variation du taux de pulvérisation de différents métaux pour des ions argon ; variation du taux de pulvérisation du tungstène pour différents ions incidents [Macé01]

On constate que les deux courbes décroissent rapidement vers les faibles énergies, jusqu'à une valeur seuil E_{seuil} égale à 25 eV, valeur typique pour les métaux. Cette énergie correspond à l'énergie de déplacement U_d des atomes dans le matériau.

Des études ont tenté de déterminer une relation de l'énergie seuil E_{seuil} en fonction de M_1 , M_2 et U_s , mais la comparaison entre la théorie et les expériences montre que ce n'est pas applicable dans tous les cas. De manière générale, on distingue trois configurations :

- $M_1 \ll M_2$: l'ion léger ne peut directement éjecter un atome très lourd de la surface après un seul choc. Par contre, il est facilement rétrodiffusé par les atomes des couches sous-jacentes et peut alors éjecter en retour un atome de la surface. Le seuil de pulvérisation est

$$\text{alors } E_{\text{seuil}} \approx \frac{M_2 \cdot U_s}{4 \cdot M_1} \text{ [Sigm81].}$$

- $M_1 \gg M_2$: l'ion très lourd dans une pulvérisation inclinée pénètre très peu sous la surface, mais peut directement éjecter un atome de celle-ci. L'énergie seuil sera alors

$$E_{\text{seuil}} \approx \frac{U_s}{(1-\gamma)\gamma} \text{ avec } \gamma = 4 \frac{M_1 \cdot M_2}{(M_1 + M_2)^2} \text{ qui est le coefficient de transmission maximale}$$

d'énergie [Boh80].

- $M_1 \sim M_2$: la transmission d'énergie est efficace ($\gamma \sim 1$) et on mesure une énergie seuil proche de l'énergie de déplacement d'un atome dans le solide considéré. Ceci aboutit à la relation suivante : $E_{\text{seuil}} = 4 \times U_s$ [Ande81].

4°) La pulvérisation d'un alliage

Quand la cible est composée de plusieurs espèces atomiques, la pulvérisation est alors plus complexe. Dans le cas d'un composé binaire AB comme le permalloy ($\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$) pulvérisé par des ions I, on distingue cinq types de collisions : I/A, I/B, A/A, A/B, B/B. Le

coefficient de transmission d'énergie $\gamma = 4 \frac{M_1 \cdot M_2}{(M_1 + M_2)^2}$ utilisé dans l'évaluation de l'énergie

seuil lorsque $M_1 \gg M_2$ (cf. I.3) est différent pour chacun de ces cinq types de collisions. Ainsi, la répartition de l'énergie déposée n'est pas proportionnelle aux concentrations des différents atomes constituant la cible. Par ailleurs, l'énergie de surface joue un rôle important dans le phénomène de pulvérisation. Pour le composé AB, les énergies de liaisons entre les atomes A et B sont différentes. On peut donc penser à une éjection préférentielle des atomes les moins liés en surface.

Dans cette description, on fait l'hypothèse que les propriétés des matériaux, telles que la densité, la structure cristalline et la texture, n'ont aucune influence sur le taux de pulvérisation. Mais il faudrait tenir compte de l'éventuelle inhomogénéité de composition du solide, ainsi que celle provoquée par l'érosion ionique. Toutes ces hypothèses montrent que l'étude de la pulvérisation d'un composé est complexe car elle nécessite un contrôle de la composition de la surface du solide bombardé et de la matière pulvérisée. La pulvérisation d'un composé entraîne une modification de la composition de surface. Cette modification intervient dans une zone dite « couche altérée ». Il y a alors un enrichissement en surface de l'espèce la plus difficile à pulvériser comme on le voit sur la figure 2.7 :

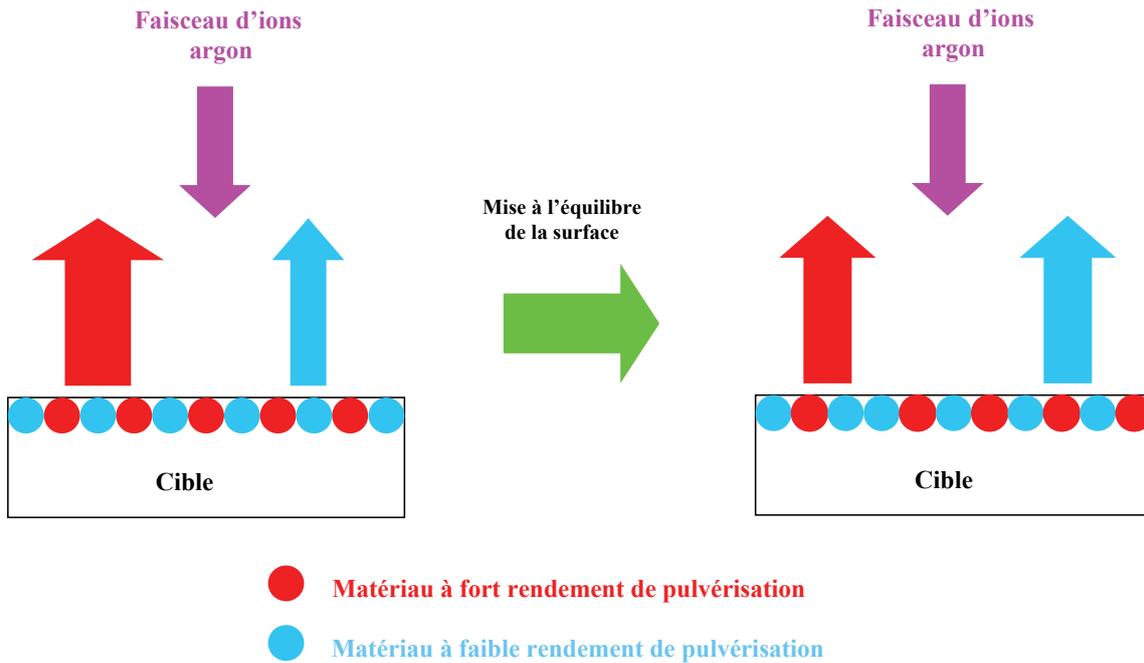


Figure 2.7 : Modification de la composition de la surface d'une cible composée de deux matériaux

L'examen approfondi du phénomène indique que la pulvérisation d'un composé comporte un régime transitoire pendant lequel la composition de surface et la composition des produits pulvérisés changent au cours de l'érosion. Ensuite on voit apparaître un régime permanent. Pour le comprendre, on se propose de suivre la composition de la surface et la composition des produits de pulvérisation d'un alliage A-B de concentrations nominales uniformes C_A et C_B (fig. 2.8). On suppose que l'espèce B se pulvérise plus facilement que l'espèce A.

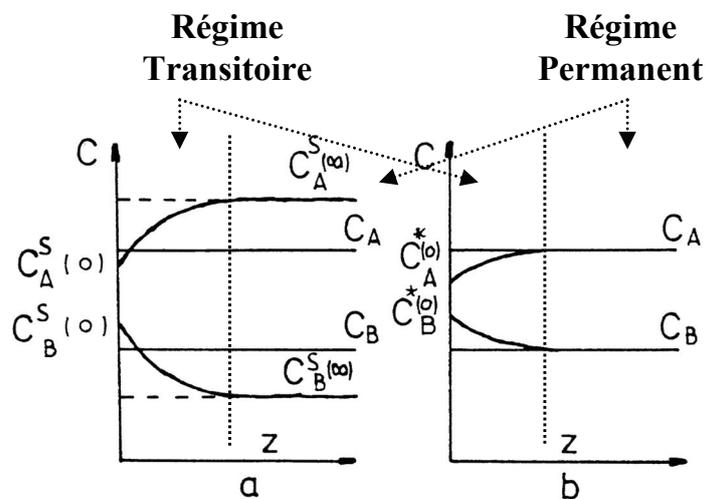


Figure 2.8 : Evolution de la composition moyenne de surface (a), et de la composition des produits de pulvérisation (b) pour un alliage A-B de concentrations nominales uniformes C_A et C_B [Mau03]

Avant le début de l'érosion, on note les compositions à la surface de la cible $C_A^S(0)$ et $C_B^S(0)$. Puisque B se pulvérise plus facilement que A, la composition des produits pulvérisés $C_A^*(0)$ et $C_B^*(0)$ est enrichie en B par rapport à la composition de la surface au démarrage de la pulvérisation. Lorsque l'érosion ionique se poursuit, la surface s'appauvrit progressivement de l'espèce B jusqu'à atteindre les compositions finales $C_A^S(\infty)$ et $C_B^S(\infty)$ différentes de la composition initiale de la cible. La composition des flux des produits pulvérisés évolue jusqu'à la composition initiale de la cible.

Cette analyse montre que le dépôt d'un alliage nécessite une pulvérisation préalable de la cible pendant un temps qui permet d'atteindre le régime permanent, et ainsi conserver la stoechiométrie de la cible dans le film déposé, si les coefficients de collage des atomes composant la cible sont proches.

II°) La pulvérisation à haute énergie

1°) Le rendement de pulvérisation

Concernant les conditions expérimentales du procédé de dépôt, à savoir un faisceau d'ions argon de 1keV, on a montré que le parcours des ions est décrit par une cascade de collisions binaires. Les atomes de la cible sont donc mis en mouvement par l'impact ionique et peuvent quitter le solide si leur énergie est suffisante. On définit donc le taux de pulvérisation Y comme le nombre de particules éjectées du solide par ion incident

$Y = \frac{\Phi_{\text{pulvérisés}}}{\Phi_{\text{ion}}}$. A partir d'un modèle analytique, le taux de pulvérisation a été calculé en

incidence normale en faisant les hypothèses suivantes [Sigm69]:

- La cible est considérée comme amorphe
- La cible est supposée infinie
- Les collisions ions/atomes et atomes/atomes sont supposées binaires
- Le pouvoir d'arrêt électronique est négligeable
- Les forces de liaisons en volume sont ignorées

- Le flux des atomes cibles en mouvement est supposé isotrope, ce qui implique un grand nombre d'atomes concernés par les cascades et donc une énergie des ions incidents égale au moins à 1 keV

Le rendement de pulvérisation s'exprime par la relation suivante [Sigm69] :

$$Y_{\text{atome/ion}} = 0,042 \cdot \alpha \left(\frac{M_2}{M_1}, \theta, E_0 \right) \cdot \frac{S_n(E_0, Z_1, Z_2, M_1, M_2)}{U_s} \quad (2.2)$$

- M_1 : Masse de l'ion incident (g/mol)
- M_2 : Masse de l'atome cible (g/mol)
- $\alpha \left(\frac{M_2}{M_1}, \theta, E_0 \right)$: Fonction sans dimension qui dépend du rapport des masses M_2 / M_1 , de l'angle d'incidence θ de l'ion défini par rapport à la normale de la cible et E_0 l'énergie de l'ion incident
- U_s : Energie de liaison des atomes de surface ; pour les métaux, on considère U_s égale à l'énergie de sublimation (eV) (tab. 2.1)
- $S_n(E_0, Z_1, Z_2, M_1, M_2)$: Pouvoir d'arrêt nucléaire qui est défini par la suite

Matériau	Energie de surface U_s (eV)
Al	3,42
Co	4,39
Fe	4,29
Ni	4,39

Tableau 2.1 : Energie de surface des différents matériaux utilisés dans cette étude [Seah05]

La relation 2.2 est valable pour des énergies E_0 très supérieures à l'énergie de liaison de surface U_s . Le tableau 2.1 rassemble les énergies de surface des matériaux utilisés dans cette étude.

Il faut avoir à l'esprit que le modèle développé par Sigmund devient insuffisant lorsque l'énergie des ions incidents est relativement basse (<1 keV) [Son99]. En effet, dans cette gamme d'énergie, le régime de simples collisions devient prépondérant. Des modèles ont été développés pour décrire l'érosion à basse énergie. Ils seront abordés par la suite.

La figure 2.9 représente l'évolution du rendement de pulvérisation de l'aluminium et du cobalt en fonction de la nature de l'ion incident et de son énergie primaire sous incidence normale. Ainsi pour un faisceau d'ions argon de 1keV, les rendements de pulvérisation de l'aluminium et du cobalt sont respectivement $Y_{Al}=1,8$ et $Y_{Co}=1,5$.

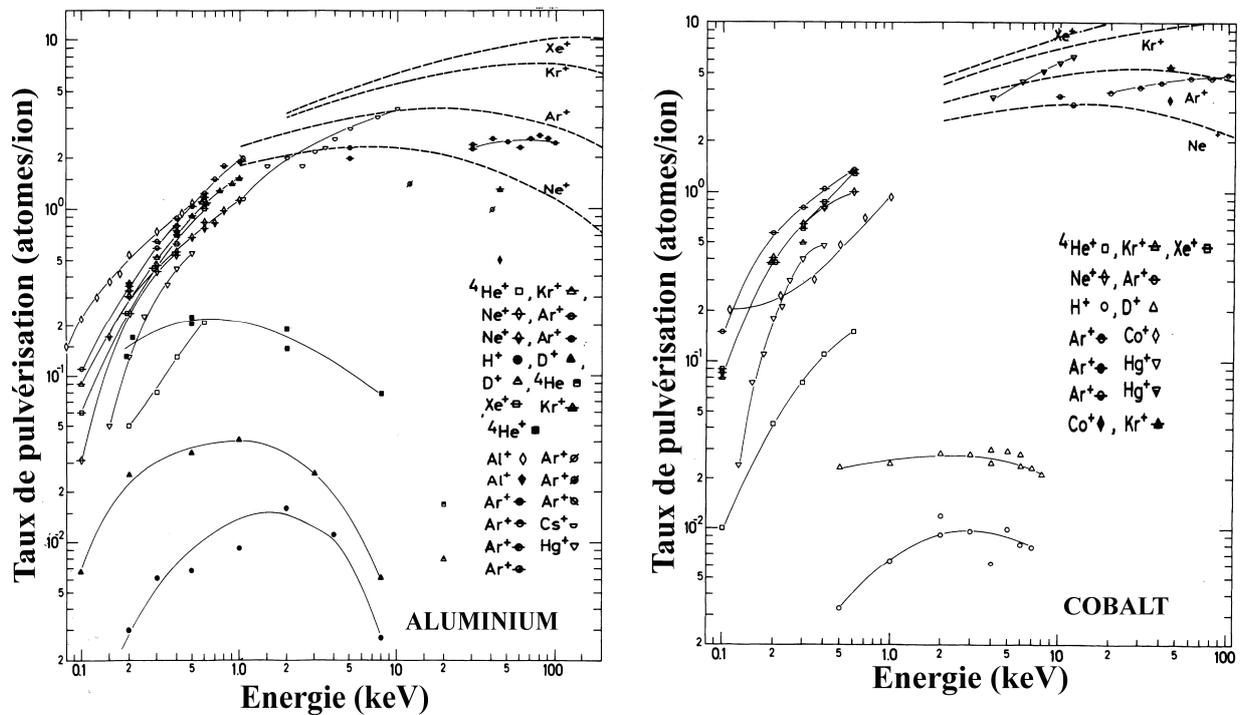


Figure 2.9 : Taux de pulvérisation de l'aluminium et du cobalt en fonction de la nature et de l'énergie des ions incidents [Ande81]

Le modèle de Sigmund décrit fidèlement la pulvérisation pour une énergie primaire supérieure à 1 keV.

2°) Influence de l'angle d'incidence

Jusqu'à présent, on a considéré la pulvérisation d'une cible sous une incidence normale. Quel est donc l'impact de l'angle d'incidence θ sur le taux de pulvérisation ? Lorsqu'on pulvérise un matériau sous une incidence oblique, une composante de la quantité de mouvement de l'ion incident est parallèle à la surface et une partie de son énergie peut être transférée aux atomes de la surface. Un plus grand nombre d'atomes est alors pulvérisé (fig. 2.10 et 2.11).

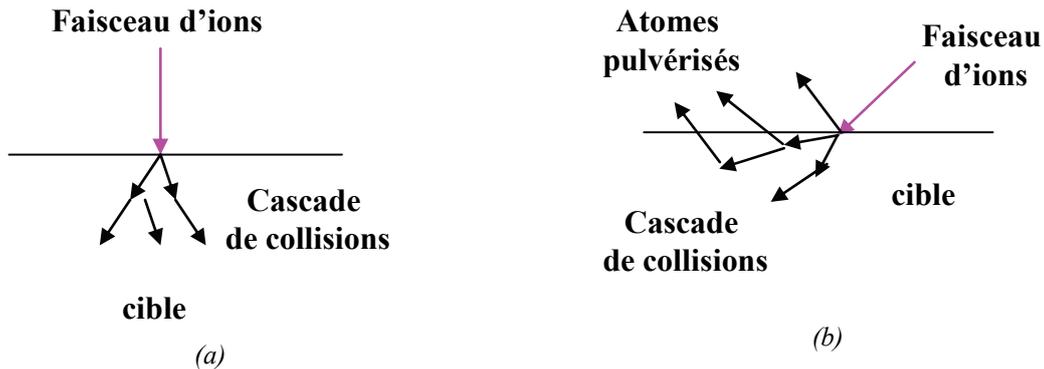


Figure 2.10 : Schéma de la cascade de collisions en fonction de l'angle d'incidence
(a) incidence normale ; (b) incidence oblique

Le rendement croît avec l'angle d'incidence comme le montre la relation suivante :

$$Y(\theta) = Y_0 \cdot (\cos\theta)^{-n} \quad (2.3)$$

- Y_0 : Taux de pulvérisation sous incidence normale
- θ : Angle d'incidence
- n : Paramètre lié aux conditions de pulvérisation

Si l'énergie de l'ion ainsi que le rapport M_2/M_1 sont assez grands, alors il a été montré que n est proche de 1 [Sigm69] et [Sigm69]. Par contre, à faible énergie (<1 keV), le taux de pulvérisation varie beaucoup moins avec l'angle d'incidence. D'autre part, le taux de pulvérisation est encore plus sensible à l'évolution de l'angle d'incidence, lorsque le rapport M_2/M_1 diminue.

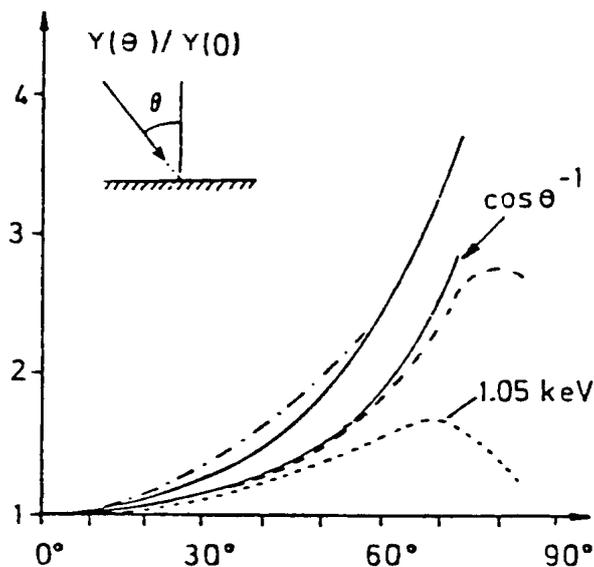


Figure 2.11 : Variation du rendement de pulvérisation du cuivre sous un faisceau d'ions argon en fonction de l'angle d'incidence θ [Macé01]

Les résultats expérimentaux reportés sur la figure 2.11 indiquent que le taux de pulvérisation augmente avec l'angle d'incidence θ . Le maximum est situé entre 60° et 80° , puis le taux de pulvérisation décroît rapidement à cause de l'importance de la réflexion des ions lorsque l'incidence devient rasante.

Compte tenu de la configuration géométrique faisceau – cible - substrat, on utilise un faisceau d'ions argon avec un angle d'incidence de 45° par rapport à la normale de la cible, afin d'avoir un dépôt homogène sur la surface de l'échantillon. Ce choix réduit également la probabilité de bombardement de l'échantillon par des ions réfléchis et rétrodiffusés, comme nous le verrons par la suite.

3°) Variation du taux de pulvérisation avec le rapport des masses M_2/M_1

Le taux de pulvérisation varie avec le rapport des masses M_2/M_1 par l'intermédiaire du paramètre α et du pouvoir d'arrêt nucléaire. D'après les figures 2.9, le taux de pulvérisation croît avec le rapport des masses M_1/M_2 dans le cas où l'ion est plus léger que les atomes de la cible ($M_2/M_1 > 1$). Lorsque l'ion est plus lourd que les atomes de la cible ($M_2/M_1 < 1$), le taux de pulvérisation varie beaucoup plus lentement avec M_1 . On peut lier ces observations à l'évolution du paramètre α avec le rapport M_2/M_1 déduit expérimentalement. La figure 2.12 présente les résultats expérimentaux donnant l'évolution de α en fonction du rapport M_2/M_1 pour des cibles de Si, Cu, Ag et Au. Les courbes théoriques de Sigmund et de Winterbon sont également tracées sur la figure 2.12 [Ande81].

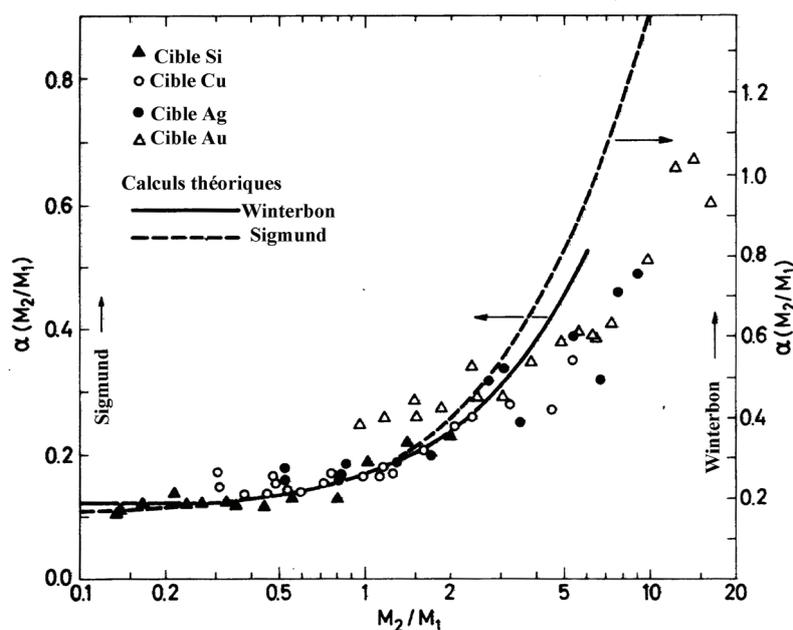


Figure 2.12 : Variation de la fonction α avec le rapport M_2/M_1 [Ande81]

Pour l'aluminium, le cobalt et le permalloy pulvérisés par des ions argon, les rapports M_2/M_1 valent respectivement 0,7, 1,5 et 1,45. D'après la figure 2.12, la fonction α est quasiment constante pour $M_2/M_1 < 1,5$. Le taux de pulvérisation ne varie alors avec le rapport M_2/M_1 qu'au travers du pouvoir d'arrêt nucléaire. La comparaison des points expérimentaux et des courbes théoriques montre que le modèle de Sigmund est adapté dans l'estimation du rendement de pulvérisation pour nos conditions de dépôt.

4°) Incorporation de gaz rares

Un inconvénient de la méthode de dépôt par pulvérisation est le risque d'incorporation du gaz rare dans les couches déposées. Le taux d'incorporation des atomes thermiques est relativement faible : il varie de zéro à quelques 1% au maximum, en fonction de la nature des ions, de la cible et de la température. En effet, les atomes de gaz rares ont un très faible coefficient de collage du fait de leur temps de séjour ($< 10^{-9}$ s à $T \geq 300$ K). Ainsi l'incorporation provient essentiellement d'ions ou d'atomes suprathermiques. Ces particules peuvent provenir d'une réflexion des ions sur la cible, ou de la cible elle-même, suite à leur implantation et à leur pulvérisation.

On définit l'énergie d'incorporation comme l'énergie nécessaire au projectile pour pénétrer dans la surface. Sigmund a estimé que celle-ci est comprise entre 10 eV (pour des particules légères arrivant sur des atomes cibles légers) et 100 eV (pour des particules lourdes arrivant sur des atomes cibles lourds).

La figure 2.13 présente la probabilité d'implantation de différents gaz rares dans une cible de tungstène en fonction de l'énergie incidente [Korn64]. On note que l'énergie seuil d'implantation augmente avec le numéro atomique et la masse de l'ion incident. Par ailleurs, on remarque également que la probabilité d'implantation augmente avec l'énergie incidente, pour se stabiliser à partir de 10^3 eV. Ceci s'explique par le fait que lors du bombardement ionique, le matériau se sature progressivement en gaz rare. Lorsque tous les sites de piégeages sont occupés, les ions incidents peuvent diffuser à la surface ou vers les couches inférieures du matériau. Ces ions ainsi implantés peuvent être pulvérisés à leur tour.

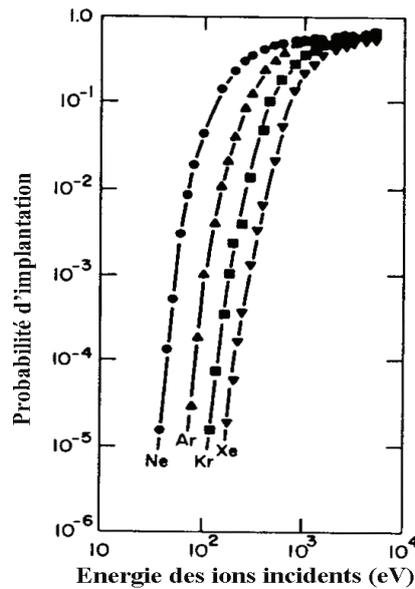


Figure 2.13 : Probabilité d'implantation de gaz rares en fonction de l'énergie incidente dans une cible de tungstène [Korn64]

D'après la figure 2.13, l'énergie seuil d'implantation d'ions argon dans le tungstène est de l'ordre de 100 eV. En étudiant plus précisément le cas de l'argon, on peut déterminer un coefficient d'implantation $\eta = \frac{n_i}{n_i}$ avec n_i la dose d'ions incidents par unité de surface et n_i la quantité d'ions piégés par unité de surface. La figure 2.14 permet de déterminer ce coefficient pour des ions argons implantés dans une cible de tungstène.

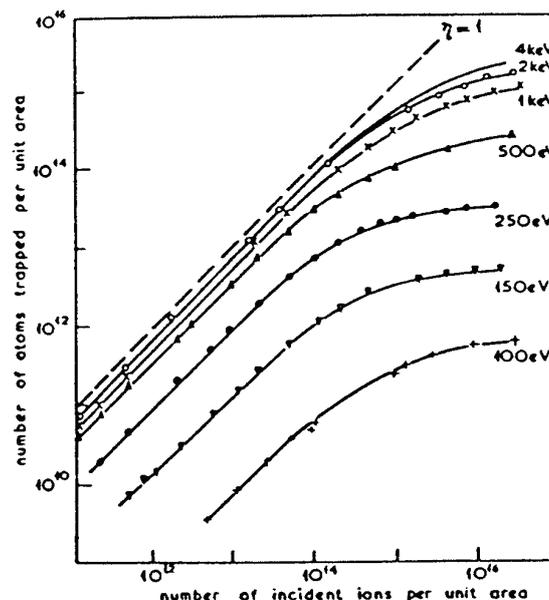


Figure 2.14: Implantation des ions argon par unité de surface en fonction de la dose d'ions argon incidents et de l'énergie primaire [Macé01]

Pour une énergie donnée, le coefficient d'implantation augmente avec la dose d'ions incidents pour atteindre la saturation du matériau en surface. En augmentant l'énergie des ions primaires, on favorise une implantation dans les couches inférieures du matériau. Mais au-delà de 3 keV, le coefficient d'implantation devient relativement constant pour une dose d'ions fixe. Ainsi pour une cible de tungstène, la densité maximale d'ions argon incorporable par unité de surface est de l'ordre de 10^{15} . On peut raisonnablement extrapoler cette densité d'incorporation aux autres cibles métalliques.

Ces deux exemples montrent qu'en augmentant l'énergie, on augmente naturellement le nombre d'ions implantés jusqu'à la saturation de la cible. Ces ions implantés sont ensuite pulvérisés et peuvent être présents dans le film déposé. On va maintenant considérer le cas des ions directement réfléchis par la surface de la cible.

5°) Les ions réfléchis et rétrodiffusés

Lors du bombardement ionique de la cible, une partie des ions peuvent être réfléchis ou rétrodiffusés par la surface de la cible dans les premières couches atomiques. Ces ions sont caractérisés par deux coefficients de réflexion R_E et R_N [Sigm68]. On définit R_N comme le rapport du nombre d'ions réfléchis et rétrodiffusés sur le nombre d'ions incidents. Le coefficient R_E définit le quotient de l'énergie réfléchie sur l'énergie incidente. Ces deux coefficients dépendent du rapport M_2/M_1 , de l'angle d'incidence θ , et de l'énergie du faisceau d'ions E_0 incident [Eck86]. Pour déterminer ces deux coefficients, on utilise le paramètre d'énergie réduite ε :

$$\varepsilon = \frac{0,03255}{Z_1 Z_2 (Z_2^{2/3} + Z_1^{2/3})} \cdot \frac{M_2}{M_1 + M_2} \cdot E_0 \quad (2.4)$$

- Z_1 : numéro atomique de l'ion incident
- M_1 : masse molaire de l'ion incident (g/mol)
- Z_2 : numéro atomique des atomes de la cible
- M_2 : masse molaire des atomes de la cible (g/mol)
- E_0 : énergie des ions primaire (eV)

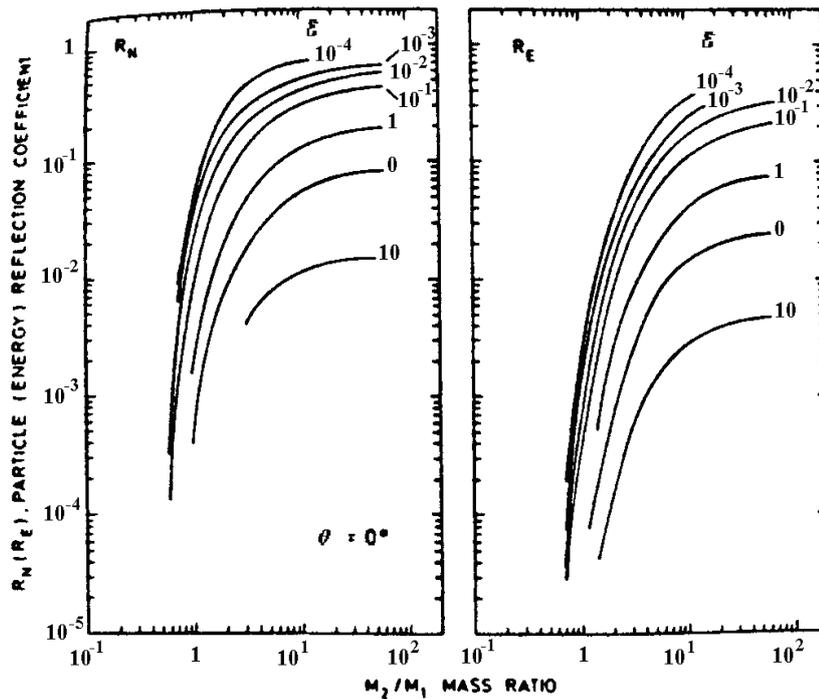


Figure 2.15 : Coefficients de réflexion R_N et R_E en fonction du rapport des masses M_2/M_1 , pour différentes valeurs de ε et pour une incidence normale [Macé01]

La figure 2.15 montre l'évolution des coefficients R_E et R_N sous une incidence normale. Ceux-ci croissent jusqu'à ce que le rapport M_2/M_1 soit proche de 10, puis deviennent constants. La probabilité de réflexion diminue avec l'augmentation du nombre de collisions, car l'ion perd son énergie à chaque choc. Cette probabilité diminue d'autant si la masse de l'ion est importante, car il pénétrera plus profondément dans le matériau.

Matériau	Energie réduite ε	Rapport M_2/M_1 pour un ion argon	Coefficient de réflexion R_N	Coefficient de réflexion R_E
Al	$4 \cdot 10^{-3}$	0,67	$8 \cdot 10^{-3}$	10^{-5}
Co	$2 \cdot 10^{-3}$	1,47	0,08	0,02
Fe	$2 \cdot 10^{-3}$	1,39	0,08	0,02
Ni	$2 \cdot 10^{-3}$	1,47	0,08	0,02

Tableau 2.2 : Energie réduite calculée à l'aide de l'équation 2.4 en fonction du rapport M_2/M_1 des matériaux utilisés dans cette étude

Avec les données du tableau 2.2 et la figure 2.15, on peut estimer les coefficients de réflexion R_N à 8% et R_E à 2% sous une incidence normale. Voyons maintenant l'influence de l'angle d'incidence sur ces deux coefficients.

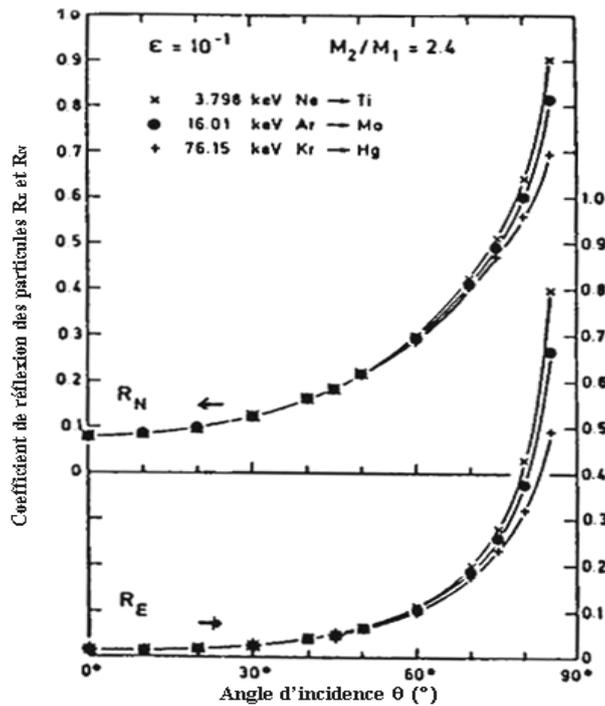


Figure 2.16 : Variation des coefficients de réflexion R_N et R_E en fonction de l'angle d'incidence [Macé01]

La figure 2.16 montre que le coefficient R_N augmente de 8% à 15% en pulvérisant à 45° pour les conditions expérimentales retenues ($\epsilon=10^{-1}$ et $M_2/M_1=2,4$), quelque soit l'énergie primaire. En effet, la probabilité de réflexion augmente avec l'angle d'incidence car l'ion pénètre moins profondément dans la cible. Cette augmentation est moins marquée pour le coefficient R_E . Dans notre cas, l'énergie réduite étant inférieure à celle indiquée dans la figure 2.16, on peut s'attendre à une hausse plus nette des deux coefficients de réflexion en travaillant à 45° , par rapport à ceux présentés dans le tableau 2.2. Des simulations de pulvérisation ionique ont été effectuées à l'aide du logiciel SRIM2003 afin de les estimer dans le cas d'une érosion sous incidence normale et à 45° . Ce logiciel sera détaillé dans le chapitre IV. Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau suivant.

Matériau	Pulvérisation à 0°		Pulvérisation à 45°	
	R_N	R_E	R_N	R_E
Al	8.10^{-4}	8.10^{-3}	0,04	0,05
Co	0,05	0,04	0,15	0,13
Fe	0,05	0,04	0,15	0,12
Ni	0,05	0,04	0,15	0,13

Tableau 2.3 : Calcul des coefficients de réflexion R_N et R_E effectué grâce au logiciel SRIM 2003 pour un faisceau d'ions argon de 1keV

Les coefficients de réflexion calculés grâce à SRIM2003 pour une incidence normale sont très proches de ceux estimés précédemment (tab. 2.2), avec des valeurs de quelques 5%. En pulvérisant avec une incidence de 45°, les coefficients R_N et R_E augmentent assez nettement pour se situer à 5% pour l'aluminium et aux environs de 15% pour les métaux ferromagnétiques.

Les simulations de pulvérisation ionique ont permis de calculer les coefficients de réflexion des ions incidents argon avec une énergie de 1 keV et un angle d'incidence de 45°. Les coefficients R_N et R_E sont donc compris entre 5% et 15% suivant le matériau. Mais il faut également tenir compte du lobe de réémission de ces ions comme nous le verrons par la suite.

Au cours de cette première partie, on a exposé les principes de la pulvérisation ionique à haute énergie (>1 keV). On a défini le rendement de pulvérisation Y , puis on s'est attaché à montrer l'influence des principaux paramètres expérimentaux sur celui-ci. Enfin, on s'est intéressé aux ions réfléchis dans le processus de pulvérisation en estimant les deux coefficients de réflexion.

On va maintenant s'intéresser à l'érosion à basse énergie, qui intervient lors des deux premières étapes du procédé de structuration.

III°) La pulvérisation à basse énergie

1°) Le rendement de pulvérisation

Dans les paragraphes précédents, on a décrit le rendement de pulvérisation défini par Sigmund. Celui-ci est assez bien adapté dans la phase de dépôt qui utilise un faisceau d'ions argon de 1 keV (fig. 2.1).

La deuxième partie de cette étude est la structuration des empilements obtenus en un micro-dispositif de mesure. On utilise dans l'étape de gravure un faisceau d'ions argon de 300 eV (fig. 2.2). Il a été démontré expérimentalement que la théorie de Sigmund n'est plus adaptée pour une énergie inférieure à 1keV [Son99]. En effet, le régime de simples collisions devient prépondérant dans cette gamme d'énergie. Le processus de pulvérisation devient alors de plus en plus rare, à mesure que l'énergie se rapproche du seuil de pulvérisation. Des

modèles ont donc été développés afin de décrire le phénomène de pulvérisation à basse énergie.

Avant de présenter ces modèles, on va introduire l'expression du pouvoir d'arrêt nucléaire $S_n(E_0)$ [Sigm81]:

$$S_n(E_0) = 84,375 \cdot \frac{Z_1 Z_2}{(Z_2^{2/3} + Z_1^{2/3})^{1/2}} \cdot \frac{M_1}{M_1 + M_2} \cdot S_n(\varepsilon) \quad (2.5)$$

Le paramètre ε est l'énergie réduite définie par l'équation 2.4. La fonction $S_n(\varepsilon)$ est donnée initialement par le potentiel d'interaction entre les ions incidents et les atomes de la cible. Celui-ci est exprimé par l'approximation de Thomas-Fermi [Matsu80] :

$$S_n(\varepsilon) = \frac{3,441 \cdot \sqrt{\varepsilon} \cdot \ln(\varepsilon + 2,718)}{1 + 6,355 \sqrt{\varepsilon} + \varepsilon(6,882 \cdot \sqrt{\varepsilon} - 1,708)} \quad (2.6)$$

Si on reprend l'expression du rendement de pulvérisation de Sigmund, elle est de la forme :

$$Y = \frac{0,042}{U_s} \cdot \alpha \left(\frac{M_2}{M_1} \right) \cdot S_n(E_0).$$

Néanmoins, elle ne tient pas compte d'une condition très importante à basse énergie, à savoir un rendement de pulvérisation nul si l'énergie des ions primaires est inférieure à l'énergie seuil. Pour corriger cette erreur, les différents auteurs des ces modèles ont introduit une fonction supplémentaire au modèle de Sigmund de la forme $f\left(\frac{E_{\text{seuil}}}{E_0}\right)$. L'expression suivante a donc été proposée [Matsu80] [Matsu84] [Yam82] [Yam83] :

$$f\left(\frac{E_{\text{seuil}}}{E_0}\right) = \left[1 - \left(\frac{E_{\text{seuil}}}{E_0}\right)^{1/2} \right]^n \quad (2.7)$$

D'où l'expression du rendement de pulvérisation :

$$Y(E) = \frac{0,042}{U_s} \cdot \alpha \left(\frac{M_2}{M_1} \right) \cdot S_n(E_0) \cdot \left[1 - \left(\frac{E_{\text{seuil}}}{E_0} \right)^{1/2} \right]^n \quad (2.8)$$

Les cas où $n=1$ [Matsu80], $n=2$ [Yam83] et $n=2,8$ [Matsu84] ont été étudiés. Pour les différencier on nomme ces trois cas respectivement Matsunami I, Yamamura et Matsunami II.

Par la suite, autre fonction de E_{seuil} a été décrite [Boh84]:

$$f\left(\frac{E_{\text{seuil}}}{E_0}\right) = \left[1 - \left(\frac{E_{\text{seuil}}}{E_0}\right)^{2/3} \right] \left(1 - \frac{E_{\text{seuil}}}{E_0} \right)^2 \quad (2.9)$$

Le tableau suivant résume les expressions du rendement de pulvérisation proposées par les différents auteurs. Ce tableau est à rapprocher de la figure 2.17, qui compare directement les expressions de Y en fonction de l'énergie des ions primaires dans le cas de la pulvérisation du cuivre par de l'argon.

Nom	Rendement de pulvérisation Y (atome/ion)	Courbe sur la figure 2.17
Sigmund	$Y = \frac{0,042}{U_s} \cdot \alpha \left(\frac{M_2}{M_1} \right) \cdot S_n(E_0)$	1
Matsunami I	$Y = \frac{0,042}{U_s} \cdot \alpha \left(\frac{M_2}{M_1} \right) \cdot S_n(E_0) \cdot \left[1 - \left(\frac{E_{\text{seuil}}}{E_0} \right)^{1/2} \right]^1$	2
Bohdansky	$Y = \frac{0,042}{U_s} \cdot \alpha \left(\frac{M_2}{M_1} \right) \cdot S_n(E_0) \cdot \left[1 - \left(\frac{E_{\text{seuil}}}{E_0} \right)^{2/3} \right] \left(1 - \frac{E_{\text{seuil}}}{E_0} \right)^2$	3
Yamamura	$Y = \frac{0,042}{U_s} \cdot \alpha \left(\frac{M_2}{M_1} \right) \cdot S_n(E_0) \cdot \left[1 - \left(\frac{E_{\text{seuil}}}{E_0} \right)^{1/2} \right]^2$	4
Matsunami II	$Y = \frac{0,042}{U_s} \cdot \alpha \left(\frac{M_2}{M_1} \right) \cdot S_n(E_0) \cdot \left[1 - \left(\frac{E_{\text{seuil}}}{E_0} \right)^{1/2} \right]^{2,8}$	5

Tableau 2.4 : Les différentes expressions du rendement de pulvérisation à basse énergie

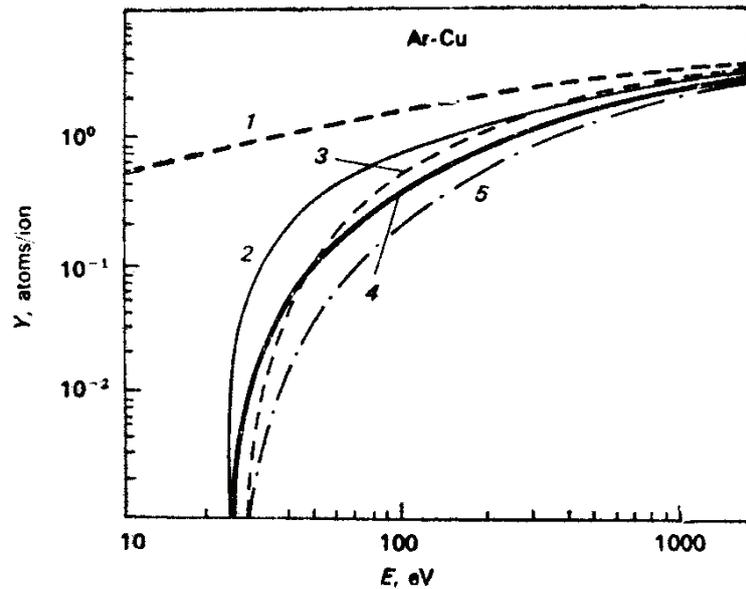


Figure 2.17: Variation du rendement de pulvérisation en fonction de l'énergie des ions primaires pour les différents modèles cités [Macé01]

D'après la figure 2.17, le rendement de pulvérisation décrit par Sigmund diverge par rapport aux autres expressions en dessous de 1 keV. Cette divergence s'explique par l'absence de l'énergie seuil dans celui-ci. Globalement, ces expressions de Y à basse énergie sont équivalentes jusqu'à 100 eV. En dessous de cette limite, l'expression Matsunami I tend plus rapidement vers $Y=0$. La fonction d'énergie ne concorde pas avec les autres modèles pour $n=1$.

On peut donc conclure que les expressions de Bohdansky, de Matsunami II et de Yamamura sont adaptées à l'étude du rendement de pulvérisation à basse énergie, comme nous le verrons par la suite. De plus, ces modèles offrent la possibilité de faire varier l'énergie seuil E_{seuil} et le paramètre α en fonction du rapport M_2/M_1 . Le tableau suivant résume l'expression de E_{seuil} pour chacun des modèles introduits.

Nom	Expression de E_{th}	Courbe sur la figure 2.18
Bohdansky [Boh80]	$E_{seuil} = 8 U_s \left(\frac{M_2}{M_1} \right)^{-1/3} \text{ pour } \frac{M_2}{M_1} \leq 3$ $E_{seuil} = \frac{U_s}{\gamma(1-\gamma)} \text{ pour } \frac{M_2}{M_1} > 3$	1
Yamamura [Yam83]	$E_{seuil} = \frac{1,5 \cdot U_s}{\gamma} \cdot \left[1 + 1,38 \left(\frac{M_1}{M_2} \right)^h \right]^2$ <p>avec $h = 0,834$ pour $\frac{M_2}{M_1} > 1$ et $h = 0,18$ pour $\frac{M_2}{M_1} < 1$</p>	2
Matsunami [Matsu84]	$E_{seuil} = U_s \cdot \left[1,9 + 3,8 \left(\frac{M_2}{M_1} \right)^{-1} + 0,134 \left(\frac{M_2}{M_1} \right)^{1,24} \right]$	3
Yamamura + simulations [Yam84]	$E_{seuil} = U_s \cdot \left[0,214 + 4,77 \left(\frac{M_1}{M_2} \right)^{0,567} + 0,256 \left(\frac{M_2}{M_1} \right) \right]$	4

Tableau 2.5 : Expression de l'énergie seuil pour les différents modèles introduits

La figure suivante compare directement ces expressions en fonction du rapport des masses M_2/M_1 .

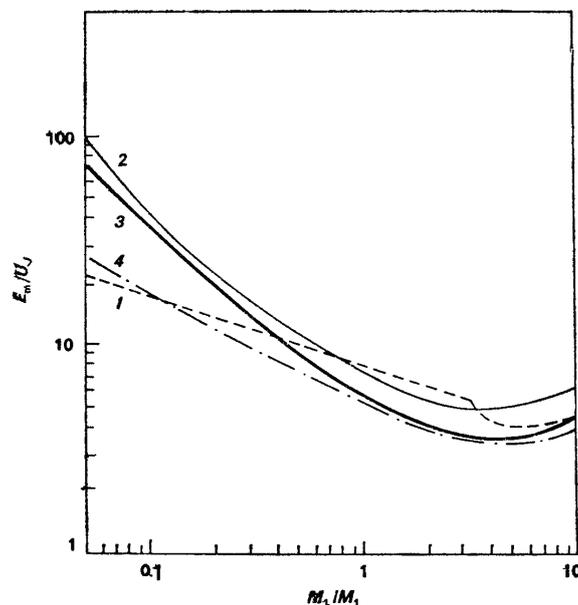


Figure 2.18 : Variation de l'énergie seuil réduite E_{th}/U_s en fonction du rapport des masses M_2/M_1 [Macé01]

D'après la figure 2.18, toutes les expressions de E_{seuil} sont sensiblement équivalentes sauf dans l'intervalle $M_2/M_1 < 0,5$, où une divergence est observée entre les courbes 1-4 et 2-3.

On va maintenant considérer le paramètre α , en résumant ses différentes expressions en fonction des modèles dans le tableau suivant.

Nom	Expression de α	Courbe sur la figure 2.19
Bohdansky [Boh84]	$\alpha \approx 0,2$ pour $\frac{M_2}{M_1} \leq 0,5$ $\alpha \approx 0,3 \left(\frac{M_2}{M_1}\right)^{2/3}$ pour $0,5 < \frac{M_2}{M_1} < 10$	1
Yamamura [Yam83]	$\alpha = 0,1 + 0,155 \left(\frac{M_2}{M_1}\right)^{0,73}$	2
Matsunami [Matsu84]	$\alpha = 0,08 + 0,164 \left(\frac{M_2}{M_1}\right)^{0,4} + 0,0145 \left(\frac{M_2}{M_1}\right)^{1,29}$	3

Tableau 2.6 : Expression de la fonction α pour les différents modèles introduits

Ce tableau est joint à la figure 2.19, qui représente la fonction α en fonction du rapport M_2/M_1 pour ces trois expressions.

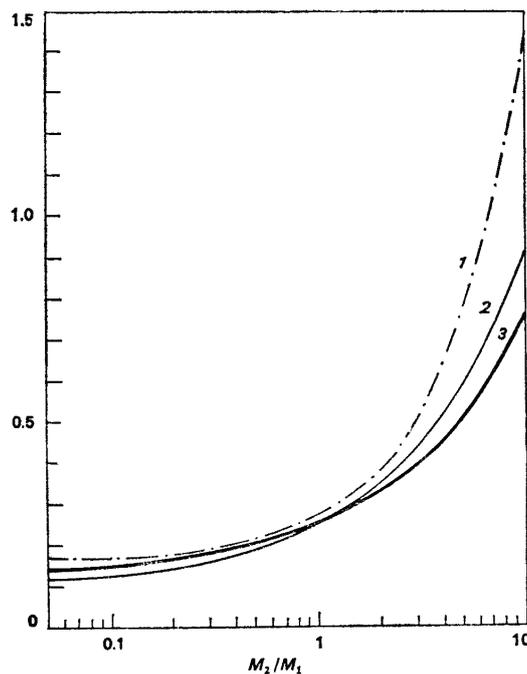


Figure 2.19 : Variation de la fonction α en fonction du rapport M_2/M_1 [Macé01]

La figure 2.19 indique une évolution comparable des trois fonctions jusqu'à un rapport $M_2/M_1 < 3$. Par la suite, l'expression de Bohdansky diverge sensiblement des deux autres modèles. Les modèles de Matsunami et de Yamamura sont donc les plus aptes à déterminer le rendement de pulvérisation à basse énergie. La figure 2.20 suivante compare ces deux modèles à des résultats expérimentaux pour différents cas.

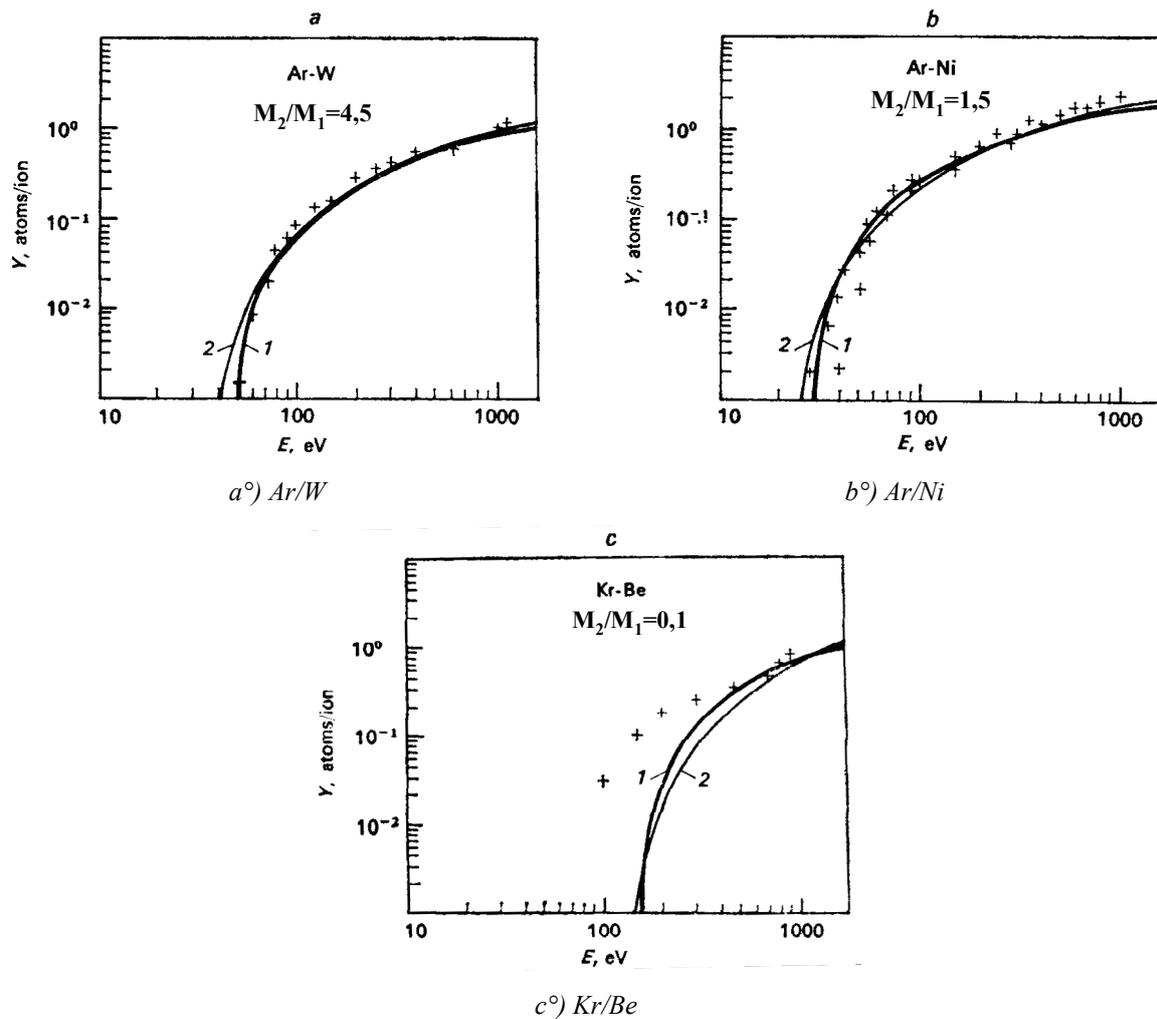


Figure 2.20 : Comparaison théorique et expérimentale du rendement de pulvérisation en fonction de l'énergie des ions primaires ; courbe 1 Yamamura ; courbe 2 Matsunami ; + expérience [Macé01]

La figure 2.20 montre le bon accord entre les modèles théoriques de Matsunami et de Yamamura et les expériences concernant la détermination du rendement de pulvérisation. On note une divergence dans le cas d'un faible rapport M_2/M_1 (fig. 2.20c). Une autre expression de E_{th} a donc été introduite par Yamamura dans le cas où $M_2/M_1 \leq 0,3$:

$$E_{seuil} = 10 \cdot U_s \cdot \left(\frac{M_2}{M_1} \right)^{-1/3} \quad (2.10)$$

La figure suivante présente l'amélioration du modèle grâce à cette nouvelle expression.

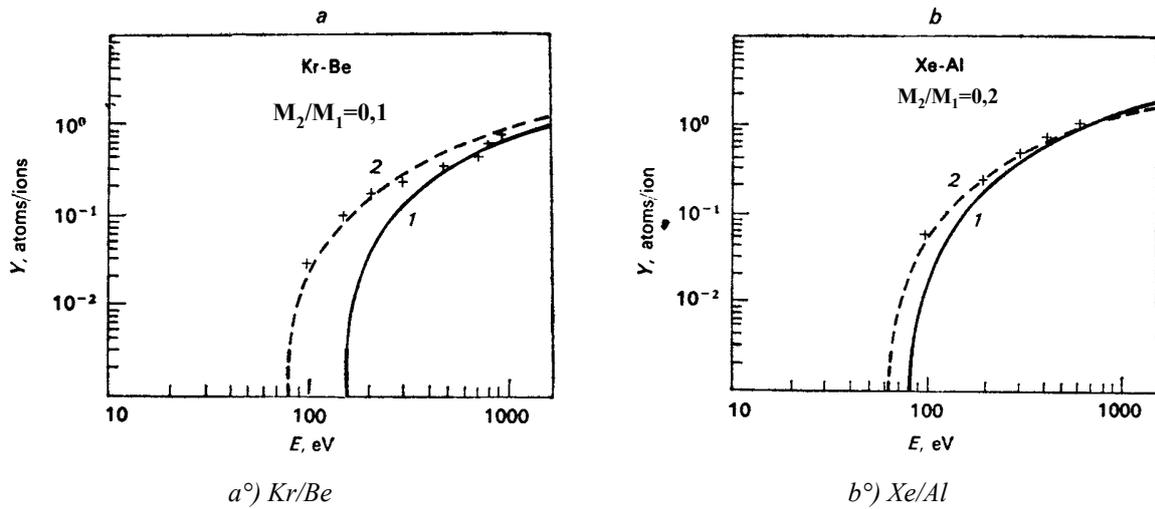


Figure 2.21 : Comparaison théorique et expérimentale du rendement de pulvérisation en fonction de l'énergie des ions primaires ; courbe 1 Yamamura ; courbe 2 Yamamura avec correction de E_{ih} ; + expérience [Macé01]

Cette partie se proposait de présenter les modèles de rendement de pulvérisation à basse énergie (<1 keV). Parmi tous les modèles présentés, ceux de Matsunami et de Yamamura sont les plus proches des résultats expérimentaux. Le procédé de structuration utilise un faisceau d'ions argon de 300 eV. Ces deux modèles sont donc parfaitement adaptés.

On va maintenant aborder la détermination des vitesses de gravure à partir du rendement de pulvérisation et étudier l'effet de l'énergie des ions primaires.

2°) La gravure par faisceau d'ions à basse énergie

A partir du taux de pulvérisation Y , on peut calculer la vitesse d'érosion d'une surface pour une densité de courant donnée. On utilise alors les relations suivantes [CWC]:

$$V = K \times Y \quad (2.11)$$

$$K = 6.10^9 \times \frac{I.M}{e.N_a.\rho} \quad (2.12)$$

- V : Vitesse d'érosion ($\text{\AA}/\text{min}$)
- Y : Taux de pulvérisation (atome/ion)
- I : Densité de courant (mA/cm^2)
- M : Masse molaire (g/mol)
- e : Charge élémentaire ($1,6.10^{-19}$ C)
- N_a : Nombre d'Avogadro ($6,023.10^{23}$)
- ρ : Masse volumique (kg/m^3)

Ainsi on peut influencer la vitesse de gravure en modifiant l'énergie des ions primaires. Mais quelles seront les répercussions sur l'état de surface et la rugosité notamment ?

a°) L'état de surface en fonction de l'énergie primaire

Classiquement, la gravure sèche par faisceau d'ions utilise une énergie primaire de l'ordre de quelques centaines d'électron-volt. En travaillant dans cette gamme d'énergie, le régime de simples collisions devient prépondérant. On favorise alors l'érosion superficielle, ce qui permet de limiter la dégradation de la surface et de conserver une faible rugosité le cas échéant. En effet, les propriétés magnétiques (coercivité, saturation magnétique) des films minces peuvent être modifiées après une gravure sèche, du fait d'une augmentation de la rugosité [Kim99].

La rugosité des films minces après gravure dépend de nombreux paramètres expérimentaux: nature de l'ion incident, énergie primaire, angle d'incidence, densité de courant, matériau cible, rugosité initiale de la surface et épaisseur gravée. Le choix des conditions opératoires dépend des matériaux et des épaisseurs à graver. Dans le cadre du procédé de structuration, on a travaillé exclusivement avec de l'argon, à courant constant sous incidence normale. On va donc considérer l'influence de l'énergie des ions primaires et du temps de gravure.

La gravure par faisceau d'ions entraîne souvent une augmentation de la rugosité initiale de surface du fait de la pulvérisation. De plus la rugosité augmente également avec le temps de gravure. Cependant, si on compare des surfaces gravées avec différentes énergies primaires, celles qui présentent la plus grande rugosité sont celles qui ont été pulvérisées avec la plus grande énergie, pour des épaisseurs gravées comparables. Cette hypothèse se vérifie dans le cas du PZT [Soyer02] et du nickel [Gailly04].

Le procédé d'érosion, qui sera présenté dans le chapitre IV, utilise un faisceau d'ions d'argon de 300 eV. On utilise cette très faible énergie, du fait des faibles épaisseurs des empilements magnétiques (<40 nm). La profondeur de pénétration des ions dans les couches ferromagnétiques serait de l'ordre 0,8 nm selon SRIM2003, soit trois monocouches atomiques.

Au cours du procédé de gravure, on utilise un Spectromètre de Masse des Ions Secondaires (SIMS) afin de contrôler l'avancement de la gravure. Cet appareil sera décrit plus précisément dans le chapitre IV. On va donc préciser le phénomène d'émission ionique secondaire qui intervient lors de la pulvérisation d'une cible (fig. 2.2).

b°) L'émission ionique secondaire

La pulvérisation d'une cible entraîne l'émission d'atomes neutres et ionisés. L'émission ionique secondaire d'un matériau est donc le phénomène sur lequel le SIMS s'appuie. La sensibilité de cette méthode est fonction du taux d'ionisation de l'espèce pulvérisé.

On définit le rendement ionique $K_m^{n(+/-)}$ comme étant le nombre d'ions d'une espèce mono ($n=1$) ou multichargée, atomique ($m=1$) ou moléculaire émis par ion incident. On utilise également le taux d'ionisation qui se définit par le rapport suivant :

$$\tau = \frac{N^{+/-}}{N_0} \quad (2.13)$$

- $N^{+/-}$: nombre total d'ions émis
- N_0 : nombre de particules neutres émises

L'ionisation intervient selon des phénomènes complexes et dépend grandement des conditions expérimentales de gravure. Dans le cas de cibles métalliques ou de semi-conducteurs, τ est compris entre 10^{-1} et 10^{-6} [Aud97]. On peut distinguer deux modes d'émission :

- **L'émission ionique intrinsèque** : elle se compose d'espèces atomiques réellement présentes dans le solide pulvérisé. Cette émission nécessite une pulvérisation par un gaz rare et une absence des gaz réactifs (O_2 , H_2O , CO_2) pour éviter toute réaction d'oxydation en surface.
- **L'émission induite par une réaction chimique de surface** : elle est provoquée par l'adsorption en surface d'une espèce réactive comme l'oxygène, qui favorise l'émission d'ions secondaires. On peut ainsi introduire le flux gazeux réactif lors de la pulvérisation par le gaz rare ou utiliser directement une espèce active dans le faisceau d'ions (O_2 , Cs).

Selon la nature du matériau pulvérisé, on distingue plusieurs mécanismes d'émission qui peuvent éventuellement survenir simultanément.

Mécanisme d'émission directe

Ce mécanisme intervient lors de la pulvérisation de cristaux ioniques (NaCl, KCl, etc.) dans lesquels il n'y a pas de d'électron libre. Ainsi la pulvérisation d'un cristal ionique entraîne une émission d'ions très importante : $\tau = 0,9$ pour une cible de KBr [Aud97].

Mécanisme d'émission chimique

Ce mécanisme concerne les oxydes (Al_2O_3 , NiO, etc.), où l'atome métallique possède un degré d'oxydation plus élevé comparativement à sa forme métallique pure. La rupture des liaisons chimiques lors de la pulvérisation entraîne une émission d'ions métalliques plus importante. On peut favoriser ce phénomène lors de la pulvérisation de métaux, en introduisant des espèces réactives comme l'oxygène.

L'émission cinétique interne

Dans le cas d'un métal ou d'un semi-conducteur, et en l'absence d'oxygène, un autre processus est à l'origine de l'émission ionique secondaire. Ce mécanisme cinétique est basé sur une approche microscopique où les cascades de collisions sont considérées comme responsables de l'ionisation [Joy69]. Lors de la cascade, une collision binaire peut induire la création d'un trou électronique dans une couche profonde (couche K ou L). Les électrons de la bande de conduction cachent ce défaut de charge de l'atome ainsi excité pendant son trajet vers la surface (quelques nm). Alors deux possibilités peuvent se produire :

- Une désexcitation de l'atome par l'émission d'un électron Auger après avoir quitté la surface, entraînant la formation d'un ion secondaire.
- Une désexcitation à l'intérieur de la cible, ce qui entraîne la formation d'un neutre.

L'émission cinétique interne est le mécanisme prépondérant pour beaucoup de matériaux. Elle nécessite cependant une énergie des ions primaires très importante ($>2\text{keV}$). En dessous de cette limite, les ions secondaires sont formés par l'émission cinétique externe.

Mécanisme d'émission cinétique externe

Une énergie des ions primaires inférieure à 2 keV n'est pas suffisante pour créer une lacune électronique dans une couche profonde. Pourtant on observe expérimentalement

l'émission d'ions secondaires pour des énergies de l'ordre de la centaine d'électron-volt. Une autre hypothèse a donc été émise, basée également sur une approche microscopique [Blaise70] [Blaise74]. Ainsi lorsqu'un atome est éjecté de la cible, il y a une réorganisation de son nuage électronique. Il transite d'une structure de bande à une organisation en niveaux électroniques discrets. Cette réorganisation quasi instantanée entraîne une excitation de l'atome, qui se relaxe par une émission électronique Auger pour former un ion secondaire.

On a présenté les principaux mécanismes qui interviennent dans la formation des ions secondaires. On note un changement du mécanisme d'émission lors de la transition de basse énergie (<2 keV) à haute énergie. Mais quelle est l'évolution du taux d'ionisation en fonction de l'énergie des ions primaires ?

c°) Influence de l'énergie des ions primaires sur le taux de ionisation

En règle générale, un SIMS s'utilise avec un faisceau d'ions dont l'énergie est de plusieurs keV. Une telle énergie est utilisée afin de favoriser le mécanisme d'émission cinétique interne. La figure suivante présente l'évolution du taux d'ionisation en fonction de l'énergie primaire.

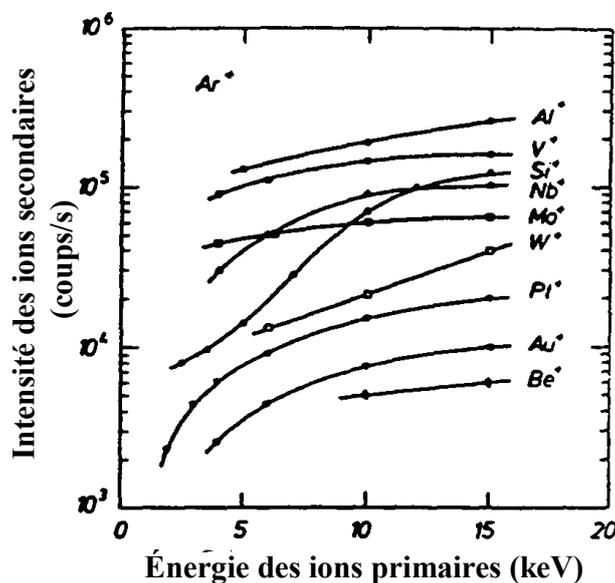


Figure 2.22: Taux d'ionisation des différents éléments en fonction de l'énergie des ions primaires [Witt75]

Comme l'indique la figure 2.22, le taux d'ionisation augmente en fonction de l'énergie primaire entre 5 keV et 15 keV. Par contre si on se fie à la courbe du platine, il semblerait que le taux d'ionisation chute assez rapidement à mesure que l'on diminue l'énergie primaire.

Dans notre cas, une pulvérisation à 300 eV devrait entraîner un très faible rendement d'ionisation.

L'émission des ions secondaires obéit à des mécanismes complexes qui sont encore difficiles à expliquer dans le cas des métaux. La gravure des empilements Co/Al₂O₃/Co/Ni₈₀Fe₂₀ par un faisceau d'ions argon de 300 eV entraîne la formation des ions secondaires par une émission cinétique externe dans le cas des électrodes métalliques. Le rendement d'ionisation devrait être plus important lors de la gravure de la barrière isolante, car le mécanisme résulterait alors une émission chimique.

IV°) CONCLUSION

Ce chapitre a présenté les principes de la pulvérisation ionique. Ainsi, on décrit les différents régimes de collisions, puis on a défini l'énergie seuil de pulvérisation.

Ensuite, on s'est intéressé au procédé de dépôt des films minces, en abordant la pulvérisation d'une cible par un faisceau d'ions d'énergie primaire supérieure ou égale à 1 keV. Le taux de pulvérisation a été défini dans cette gamme d'énergie. On a également présenté les phénomènes qui peuvent intervenir dans la croissance des films : la rétrodiffusion et la réflexion des atomes de gaz rares sur la cible.

Ensuite, on s'est intéressé au procédé de structuration des empilements, en étudiant l'érosion ionique à une énergie inférieure à 1 keV. On a considéré l'impact du paramètre énergétique sur la surface gravée. Enfin, on a conclu par aperçu des différents mécanismes d'émissions des ions secondaires.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE II

- [Ande76] H.H Andersen, T. Lenskjaer, G. Sidenius, H. Sorensen, J. Appl. Phys., 47(1), p.13, 1976.
- [Ande81] H. H. Andersen, H. L. Bay, Topics in Applied Physics, 47, p.145, 1981.
- [Aud97] P. Audureau, thèse de l'université Paris XI, 1997.
- [Boh80] J. Bohadsky, J. Roth, H.L. Bay, J. Appl. Phys., 51, p.2861, 1980.
- [Boh84] J. Bohdanský, Nuc. Inst. Meth., B2, p.587, 1984.
- [CWC] Données du Commonwealth Scientific Corporation.
- [Eck86] W. Eckstein, J.P. Biersack, J. Phys. Cond. Matt., B63, p.471, 1986.
- [Gailly04] P. Gailly et al., Nucl. Inst. Meth. Phys. Res. B, 216, p.206, 2004.
- [Kim99] S.D. Kim, J.J. Lee, S.H. Lim, H.J. Kim, J. Appl. Phys., 85(8), p.5992, 1999.
- [Korn64] E.V. Kornelson, Canadian J. Phys., 42, p.364, 1964.
- [Macé01] C. Macé, thèse de l'université Paris XI, 2001.
- [Mau03] C. Maunoury, thèse de l'université Paris XI, 2003.
- [Matsu80] N. Matsunami, Y. Yamamura, Radiation Effects Letters, 57, p.15, 1980.
- [Matsu84] N. Matsunami et al., Atomic Data and Nuclear Data Tables, 31, p.1, 1984.
- [Seah05] M.P. Seah, C.A. Clifford, F.M. Green, I.S. Gilmore, Surface and Interface Analysis, 37, p.444, 2005.
- [Sigm68] P. Sigmund, Canadian J. Phys., 46, p.731, 1968.
- [Sigm69] P. Sigmund, Phys. Rev., 187, p.768, 1969.
- [Sigm69] P. Sigmund, Phys. Rev., 184, p.383, 1969.
- [Sigm81] P. Sigmund, Topics in Applied Physics, 47, p.9, 1981.
- [Son99] C. Son, S. J. Cho, J. Vac. Sci. Tech., A17 (5), p.2619, 1999.
- [Soyer02] C. Soyer, E. Cattani, D. Rèmes, M. Guilloux-Viry, J. Appl. Phys., 92(2), p.1048, 2002.
- [Witt75] W. Wittmack, Surf. Sci., 53, p.626, 1975.
- [Yam82] Y. Yamamura, Nuc. Inst. Meth., 194, p.515, 1982.
- [Yam83] Y. Yamamura, N. Matsunami, Radiation Effects, 71, p.65, 1983.
- [Yam84] Y. Yamamura, Y. Mizuno, J. Nuc. Mat., 128-129, p.559, 1984.
- [Zieg85] J.F. Ziegler, J.P. Biersack, U. Littmark, The stopping and Range of Ions in Matter, Pergamon Press, 1985.

Chapitre III : L'élaboration et la caractérisation de l'empilement Co/Al₂O₃/Co/Ni₈₀Fe₂₀

I° Introduction

L'empilement ferromagnétique Co/Al₂O₃/Co/Ni₈₀Fe₂₀ a été réalisé dans le cadre de ce travail. La mise au point du bâti de dépôt utilisé a déjà fait l'objet d'une thèse [Mau03]. Elle a permis de définir les conditions d'élaboration de la couche isolante et la calibration des vitesses de dépôt des différents matériaux.

Au cours de ce chapitre, on va dans un premier temps, faire une présentation du bâti de dépôt par pulvérisation ionique et des méthodes de caractérisation dont il est équipé. Les conditions expérimentales d'élaboration des couches ferromagnétiques et de la barrière isolante d'alumine vont être détaillées. Ensuite, on présentera les résultats des caractérisations ex situ réalisées sur les empilements Co/Al₂O₃/Co/Ni₈₀Fe₂₀. Celles-ci ont permis d'accroître les connaissances sur la structure cristalline et sur les propriétés magnétiques pour les conditions expérimentales retenues.

II° Le dispositif expérimental

Les empilements ferromagnétiques étudiés sont réalisés au sein d'un bâti expérimental de pulvérisation ionique sous ultravide réalisé au laboratoire (fig. 3.1). Ce bâti se compose d'une chambre de dépôt cylindrique d'un diamètre $\Phi = 500$ mm et d'une hauteur $h = 500$ mm. La chambre est continuellement maintenue sous ultravide avec une pression résiduelle de l'ordre de 10^{-9} mbar. Ainsi une canne de transfert équipée d'un sas d'introduction rapide est utilisée pour charger les échantillons.

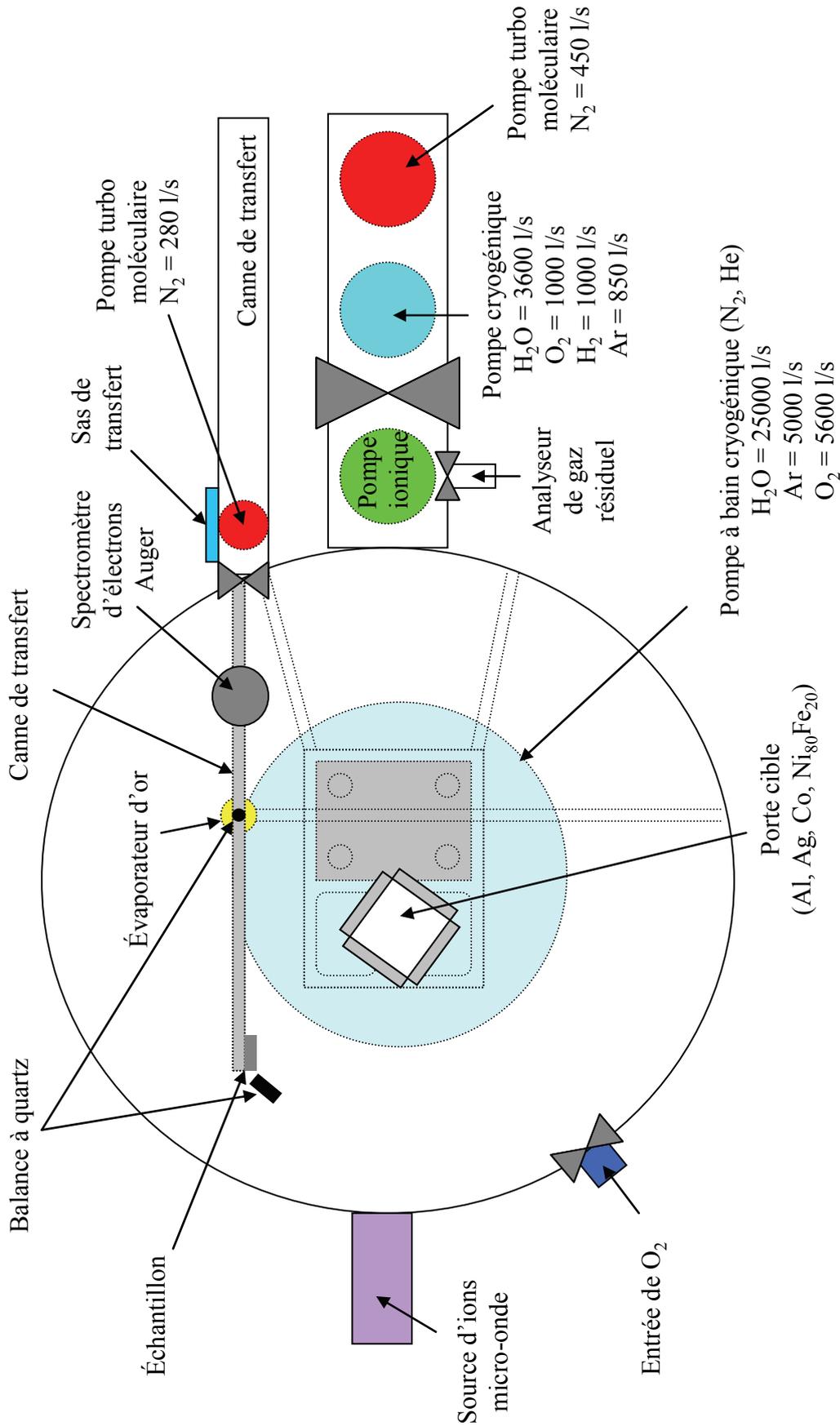


Figure 3.1 : Schéma de principe du bâti expérimental de dépôt vu de dessus

Les éléments du bâti utilisés lors de dépôt sont :

- Un canon à ions argon de type micro-onde ;
- Un porte-cible tournant et refroidi, équipé de 4 matériaux : Ag, Al, Co, $Ni_{80}Fe_{20}$;
- Un dose-mètre relié au porte-cible qui permet calculer la dose d'ions incidents en coulomb ;
- Un évaporateur d'or composé d'un creuset en alumine et d'un filament de tungstène ;
- Deux balances à quartz placées respectivement au niveau de l'échantillon et au niveau de l'évaporateur.

La figure 3.2 présente l'intérieur de la chambre de pulvérisation avec un échantillon dans la position de dépôt.

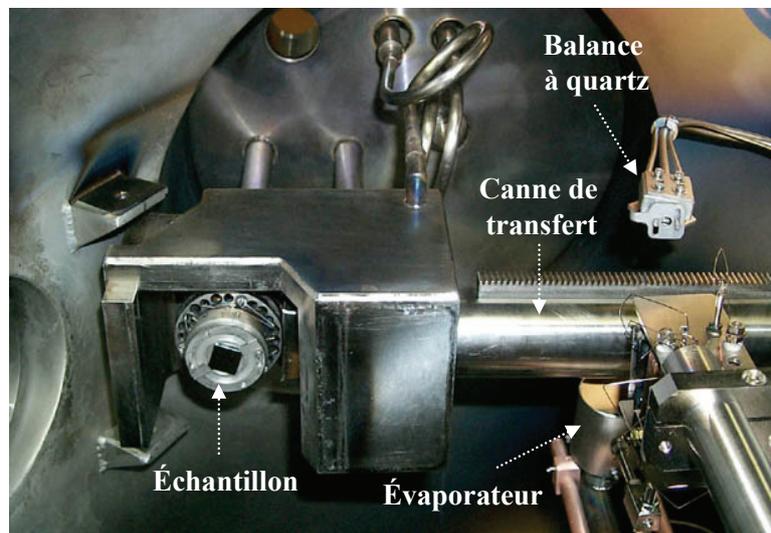


Figure 3.2 : Photographie de l'intérieur de la chambre de pulvérisation

Les moyens de caractérisation in situ sont :

- Un spectromètre d'électrons Auger, pour une analyse chimique du film mince ;
- Un analyseur de gaz résiduel quantifiant les pressions partielles ;

Les dispositifs permettant l'obtention de l'ultravide sont :

- Une pompe turbo moléculaire ;
- Une pompe cryogénique ;
- Une pompe à bain cryogénique ;
- Une pompe ionique ;
- Un système de prévidage propre (pompe sèche)

Les vitesses de pompage des divers éléments sont données dans la figure 3.1.

On va maintenant s'attacher à décrire les divers éléments constituant le bâti, notamment la source d'ions micro-onde et les dispositifs de caractérisation in situ.

1°) Le canon à ions micro-onde

Le canon à ions a été développé au sein du département de recherche. Il se compose de deux parties : une source d'ions dans laquelle est créé un plasma et une optique ionique qui permet d'extraire et de former le faisceau d'ions. Le schéma de principe du canon est présenté en figure 3.3.

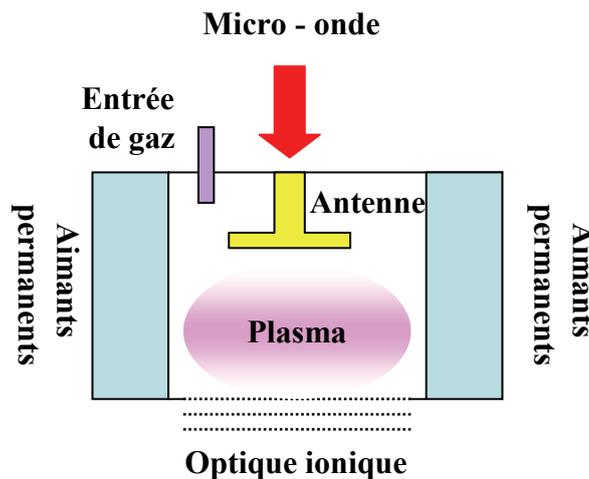


Figure 3.3 : Schéma de principe du canon à ions micro-onde

Le plasma est produit grâce à une excitation micro-onde. L'absence de filament chaud permet d'utiliser des gaz réactifs tels que l'oxygène. Le modèle de canon employé est une SIMO 30 développé au laboratoire [Bouk95]. Le nombre associé au nom du modèle correspond au diamètre maximal du faisceau (30 mm). Le plasma est produit par l'intermédiaire de l'effet de Résonance Cyclotronique Electronique (RCE). La fréquence de résonance est atteinte lorsque la fréquence cyclotronique de l'électron est égale à la fréquence de l'onde. Les électrons sont ainsi accélérés dans le volume RCE, ionisent le gaz et créent le plasma. L'avantage de l'effet RCE est de pouvoir créer une décharge à basse pression avec une densité élevée. La fréquence utilisée avec cette source d'ions est 2,45 GHz. A cette fréquence, l'effet RCE est obtenu par un champ magnétique statique de 875 Gauss.

On va maintenant détailler les deux parties du canon à ions : la source et l'optique ionique.

a°) La source d'ions

La source est composée d'un tube cylindrique en acier inoxydable amagnétique équipé d'un ensemble d'aimants permanents en Samarium – Cobalt ($SmCo_5$). Ces aimants sont disposés autour de la chambre d'ionisation afin de créer le champ magnétique nécessaire à l'effet RCE.

La puissance micro-onde est injectée par une antenne présente dans l'espace d'ionisation. Il s'agit d'un cylindre en acier inoxydable dont les dimensions ont été optimisées afin d'obtenir l'absorption maximale de l'onde par le volume de création du plasma. La puissance de l'onde est réglée par l'utilisateur entre 40 W et 300 W, de façon à ajuster le courant d'ions.

b°) L'optique ionique

Une fois la décharge créée, le faisceau d'ions est formé par une optique à multi-ouvertures composée de trois électrodes en acier inoxydable, placées à l'extrémité de la chambre d'ionisation. L'intensité totale du courant d'ions extrait est égale à la somme des intensités des pinceaux élémentaires issus de chacun des trous de la grille. Le faisceau est diaphragmé à un diamètre de 10mm pour permettre l'obtention de faibles vitesses de dépôt.

Les conditions de formation du faisceau sont les suivantes :

- Le corps de la source incluant la grille plasma est polarisé positivement par rapport à la masse, tout comme la chambre d'ionisation, à la tension V_{Source} qui fixe l'énergie finale des ions sur la cible.
- La grille accélératrice est portée à un potentiel V_{Accel} qui est négatif par rapport à la masse ; cela évite notamment une remontée sur l'électrode positive d'électrons secondaires créés par le faisceau ou par la cible.
- Le potentiel de la grille de décélération V_{Decel} est à la masse afin de fixer le potentiel du faisceau en sortie de l'optique.

Dans un système à 3 grilles comme celui-ci, la tension d'extraction est égale à $V_{ext} = V_{source} - V_{accel}$. L'énergie des ions est fonction du potentiel appliqué sur la source ; elle est égale à $E = e(V_{source} + V_{plasma})$. En agissant sur le potentiel de la grille accélératrice, on cherche à adapter le faisceau d'ions, c'est-à-dire à ajuster le courant extrait en minimisant le courant sur les grilles (fig. 3.4):

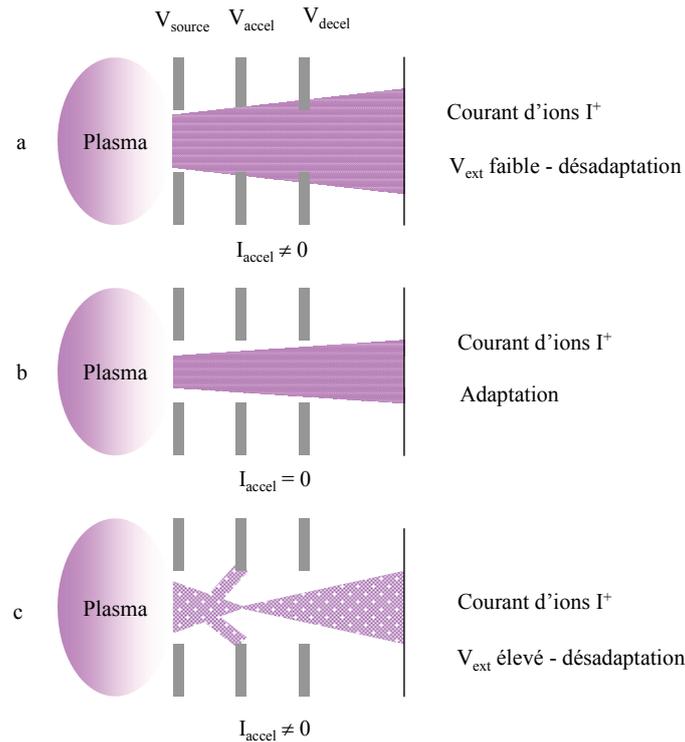


Figure 3.4 : Influence de la tension d'extraction sur le faisceau d'ions

(a) V_{ext} faible – faisceau divergent

(b) V_{ext} correct – adaptation du faisceau

(c) V_{ext} élevé – apparition de trajectoires translaminaires, interceptées par la grille accélératrice

On doit donc trouver la plage de tension d'extraction afin de focaliser au mieux le faisceau d'ions. En effet si le faisceau diverge ou converge de manière trop importante, une partie des ions est interceptée par la grille accélératrice. On mesure alors un courant d'ions sur celle-ci. Le risque est de pulvériser ainsi cette grille et de provoquer son usure prématurée et de polluer la surface de la cible.

c°) Caractéristiques du plasma émetteur

Influence de pression de gaz neutre

Le gaz neutre employé est de l'argon. La figure 3.5 présente la variation du courant ionique extrait en fonction de la pression dans la source pour une puissance micro-onde de 75 W et une tension d'extraction de $V_{ext}=1$ keV [Bouk95]. On note que pour $P_s < 1.10^{-3}$ mbar, la population en atomes neutres n'est pas suffisante pour amorcer la décharge. Ensuite, en augmentant la pression, le courant d'ions passe par un maximum puis décroît rapidement. Cette décroissance est due à la diminution du libre parcours moyen des électrons, ce qui entraîne une baisse du rendement d'ionisation.

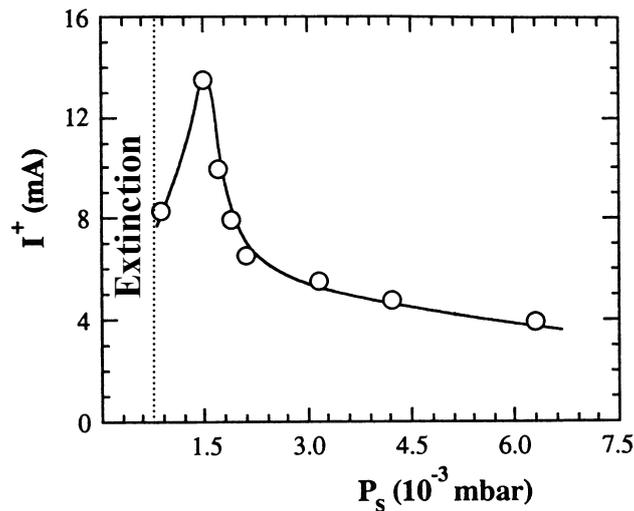


Figure 3.5 : Courant d'ions extrait en fonction de la pression de gaz [Bouk96]

On note donc qu'il existe une pression de neutres optimale relativement proche de la pression d'extinction. Pour le cas présenté, elle est égale à $1,5 \cdot 10^{-3}$ mbar.

Influence de la puissance micro-onde

La figure 3.6 présente la variation de l'intensité du courant d'ions en fonction de la puissance micro-onde pour une pression d'argon de $1,5 \cdot 10^{-3}$ mbar et une tension d'extraction de 1 keV.

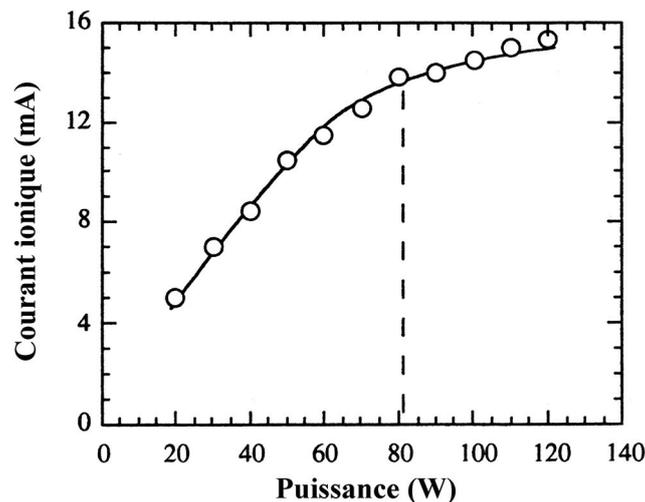


Figure 3.6 : Evolution du courant d'ions en fonction de la puissance micro-onde [Bouk95]

Le courant d'ions augmente jusqu'à une puissance micro-onde de 80 W, puis se stabilise progressivement. Cette croissance du courant est due à l'accroissement de la densité du plasma. Donc, pour une pression fixée, il existe toujours une valeur maximale de la

puissance micro-onde au delà de laquelle le courant extrait varie très faiblement. Par ailleurs, il n'est pas toujours judicieux de travailler avec une puissance trop élevée car on risque un échauffement de la ligne micro-onde.

Dispersion en énergie du faisceau d'ions

La figure 3.7 présente la distribution énergétique des ions dans la chambre d'ionisation en fonction de la pression d'argon pour une puissance micro-onde de 75 W [Bouk96].

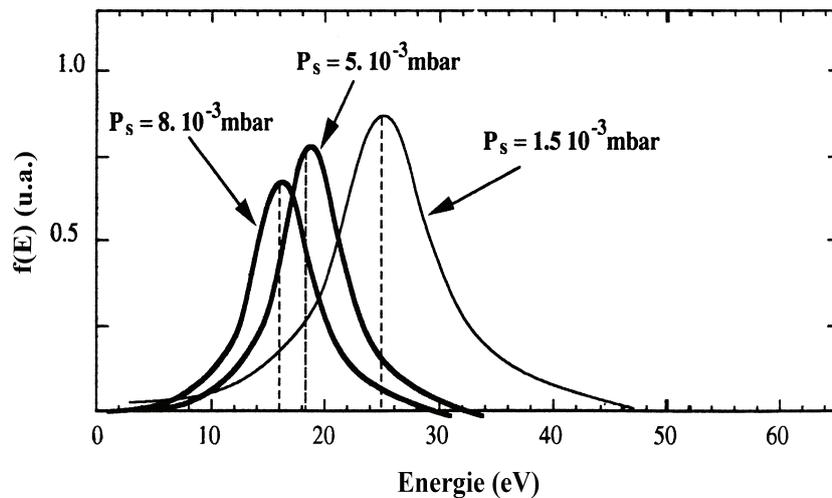


Figure 3.7 : Evolution de la distribution énergétique des ions en fonction de la pression d'argon [Bouk96]

Le maximum de la distribution énergétique correspond au potentiel plasma d'où sont extraits les ions. La largeur à mi-hauteur correspond à la dispersion en énergie. On note que cette dispersion augmente (7-10 eV) lorsque la pression diminue. Ceci est dû à l'augmentation du libre parcours moyen des ions. Dans ce cas, les ions proviennent également de la zone RCE et non plus uniquement de la zone de diffusion. Cela se traduit par une augmentation du potentiel plasma de 16 à 25 eV et par une augmentation de la dispersion en énergie.

Il faut tenir compte du potentiel plasma pour déterminer précisément l'énergie des ions incidents sur la cible. Cette valeur étant faible par rapport au potentiel appliqué, nous n'en tiendrons pas compte.

2°) Les dispositifs de caractérisation in situ

a°) La spectroscopie d'électrons Auger

La spectroscopie d'électrons Auger (AES) est une technique d'analyse chimique basée sur le processus de recombinaison électron - trou lors de l'ionisation d'un niveau électronique dans un solide (annexe 1). Chaque atome possède une ou plusieurs émissions d'électrons Auger caractéristiques. On peut donc déterminer la nature chimique de l'élément analysé. On peut également utiliser la spectroscopie Auger pour étudier le mode de croissance du film déposé [Mar99]. Dans cette étude, on utilise cette technique uniquement dans le cadre de l'analyse chimique.

Avec une énergie électronique de 3 keV, le libre parcours moyen des électrons incidents est d'environ 3 nm en moyenne dans le solide. Ainsi, l'analyse concerne essentiellement la zone superficielle de l'échantillon. On note toutefois qu'un phénomène d'interférence peut intervenir si la couche analysée a une très faible épaisseur (<3 nm). On peut alors d'observer un signal qui appartient au film inférieur.

b°) L'analyseur de gaz résiduel

L'analyseur de gaz résiduel est un spectromètre de masse quadripolaire, qui permet l'analyse de la composition gazeuse lors du dépôt. On peut ainsi déterminer les pressions partielles des gaz pour des rapports masse/charge compris entre 0 et 200.

III°) La démarche expérimentale

Nous décrivons ci-dessous l'élaboration d'un empilement type en partant du substrat de silicium pour obtenir la multicouche $\text{Si}/\text{SiO}_2/\text{Co}/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Co}/\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}/\text{Au}$.

1°) La préparation du substrat de silicium

Le substrat est un wafer de 2 pouces de silicium très faiblement dopé. Il a une résistivité de 5000 à 10000 $\Omega\cdot\text{cm}$. Cette forte résistivité est nécessaire à la réalisation du micro-dispositif qui sera vu par la suite (Chap. IV). Dans un premier temps, ce wafer est enduit d'une résine classique Shipley 1818 ou 1813 qui protège la surface pendant la découpe en carrés de $15 \times 15 \text{mm}^2$ grâce à une scie à lame diamantée. Ces carrés sont ensuite préparés selon une procédure « Shiraki » modifiée (tab. 3.1) [Leth00].

Une pollution de la surface entraîne des modifications de la morphologie et des propriétés des films déposés. En effet, s'il subsiste des traces de contaminants comme le carbone du fait de résidus de résine, le mode de croissance s'en trouve modifié et les propriétés de la couche également.

Dans un premier temps, on retire la résine de protection à l'aide d'un bain d'acétone. Ensuite les substrats sont dégraissés à l'aide de solvants organiques. La troisième étape consiste à éliminer les résidus métalliques à l'aide d'oxydations et de désoxydations successives. On termine par une oxydation chimique du substrat. On obtient alors une épaisseur de SiO_2 de l'ordre du nm [Det01]. Cette couche d'oxyde est utile notamment pour limiter la formation de siliciures de cobalt [Smar92]. Les substrats sont conservés dans l'éthanol jusqu'à l'introduction dans la canne de transfert.

Enlèvement de la résine de protection	
Acétone (C_3H_6O) + ultrasons	5 min
Rinçage à l'eau desionisée (ODI)	3 min
Dégraissage	
Acétone (C_3H_6O) + ultrasons	5 min
Ethanol (C_2H_5OH) + ultrasons	7 min
Trichloréthylène (C_2HCl_3) + ultrasons	10 min
Attaques Acides	
Désoxydation: BHF	50 s
Oxydation: acide sulfurique (H_2SO_4) + eau oxygéné (H_2O_2) (3:1)	10 min
Désoxydation: BHF	50 s
Oxydation: acide nitrique (HNO_3) chaud	10 min
Désoxydation : BHF	50 s
Oxydation : ODI + acide chlorhydrique (HCl) + eau oxygéné (H_2O_2) (1:3:1)	10 min

Tableau 3.1: Procédure de préparation des substrats de Si

La topographie de la surface a été étudiée par Microscopie à Force Atomique. La rugosité RMS de ces échantillons est relativement faible ; elle est égale à 0,1 nm sur un parcours de 2 μm après nettoyage (fig. 3.8). Cette technique d'analyse sera détaillée par la suite.

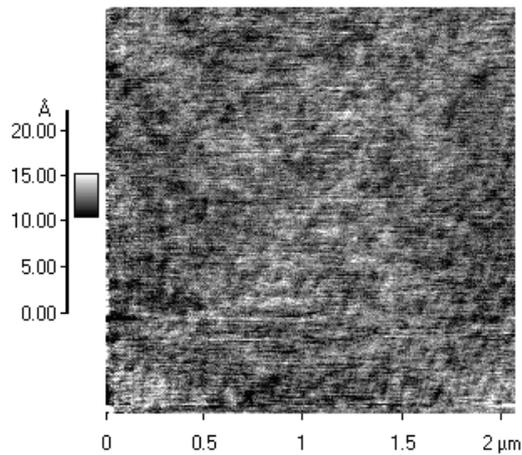


Figure 3.8: Image AFM du substrat de Si/SiO_2

L'analyse chimique par spectroscopie Auger du substrat de Si/SiO_2 est faite systématiquement avant chaque dépôt afin de s'assurer la nature de la surface de départ (fig. 3.9).

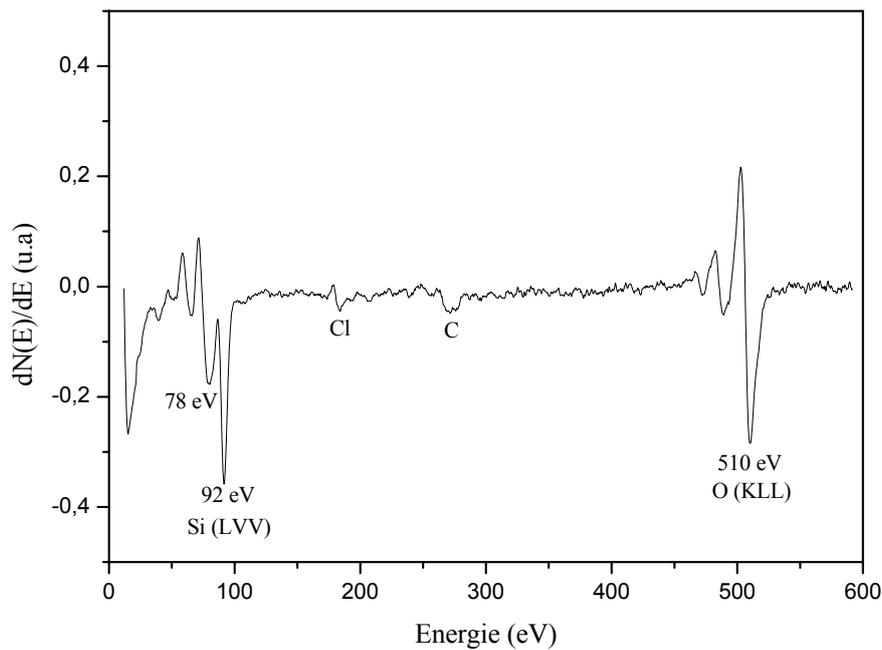


Figure 3.9 : Spectre Auger obtenu sur le substrat de Si/SiO_2

Le spectre présente les pics caractéristiques du silicium oxydé (78 eV - LVV) et non oxydé (92 eV - LVV). On note la présence du pic oxygène à 510 eV (KLL). On remarque également la présence d'un pic à 170 eV, signe de la présence de traces de chlore, imputable au dernier bain d'acide chlorhydrique. Par ailleurs, on note également la présence de carbone.

Ces traces de carbone pourraient provenir d'une pollution du substrat avant son introduction dans le bâti, du mode de conservation dans l'éthanol, ou d'une adsorption stimulée par les électrons incidents du spectromètre Auger pendant l'analyse.

Malgré la procédure de nettoyage stricte des substrats de silicium, la spectroscopie d'électrons Auger indique la présence de traces de carbone.

2°) Le dépôt des électrodes ferromagnétiques

Dans les conditions expérimentales de dépôt, on fixe la tension de la source à $V_{\text{source}} = 1000$ V, soit une énergie des ions de 1 keV au potentiel plasma près. La tension appliquée sur la grille accélératrice est fixée à $V_{\text{accel}} = -50$ V. On a donc une tension d'extraction égale à $V_{\text{ext}} = 1050$ V. Le courant d'ions mesuré sur la grille accélératrice est compris entre $3\mu\text{A} < I_{\text{accel}} < 20\mu\text{A}$, pour un courant d'ions extrait de 55 μA à 260 μA suivant le matériau déposé.

Les cibles sont reliées à un ampèremètre et à au dose-mètre présenté précédemment. Par ailleurs, les cibles sont polarisées à +50 V afin de limiter l'émission d'électrons secondaires. Le courant d'ions mesuré sur la cible est égal à 260 μA lors des dépôts des électrodes métalliques (Co, Ni₈₀Fe₂₀). Lors du dépôt de la couche isolante (Al₂O₃), ce courant d'ions est réduit à 55 μA . L'élaboration de la couche isolante a fait l'objet d'une étude poussée présentée dans ce document.

Pour le dépôt des couches de cobalt et de permalloy, on utilise des conditions identiques car leurs taux de pulvérisation respectifs sont équivalents (tab. 2.6). Les vitesses de dépôt ont été déterminées pour une énergie primaire de 1 keV [Mau03]. Ainsi pour le cobalt, la correspondance dose/épaisseur est de 6,67 mC / 0,1 nm, soit une dose de 1C pour une épaisseur de 15nm.

	Energie primaire (keV)	Puissance micro-onde (W)	Pression d'argon dans la chambre (mbar)	Courant d'ions argon sur la cible (μA)	Vitesse de dépôt (nm/min)
Co	1	105	10^{-6}	260	0,25
Ni ₈₀ Fe ₂₀	1	105	10^{-6}	260	0,27

Tableau 3.2 : Conditions expérimentales utilisée pour les dépôts des électrodes métalliques

Les vitesses de dépôt ont été calculées à partir des données de la balance à quartz, qui a été préalablement étalonnée. On note que pour le cas du permalloy, la balance est configurée avec les paramètres du nickel, car le constructeur n'a pas fourni les données pour cet alliage.

L'analyse de gaz obtenue lors du dépôt d'un film de cobalt, est présentée en figure 3.10. La pression totale est de $3,9 \cdot 10^{-6}$ mbar.

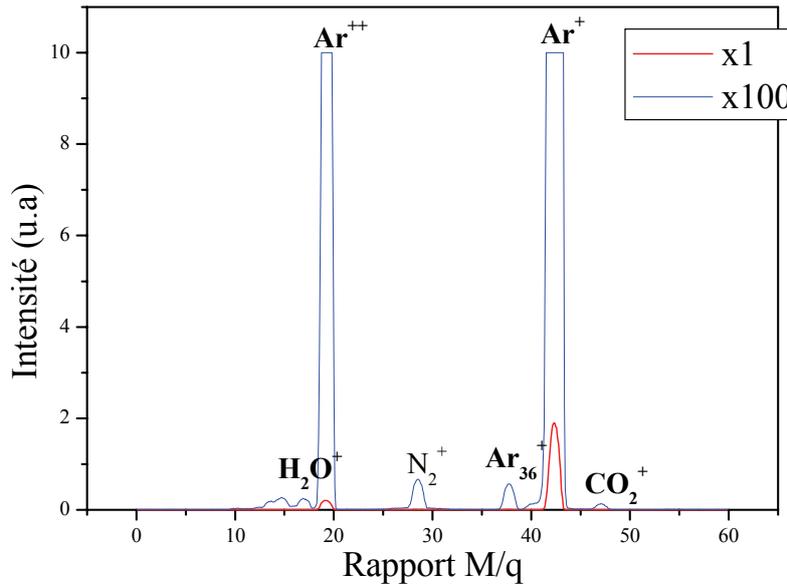


Figure 3.10 : Spectre de masse obtenu lors du dépôt de 15 nm de cobalt

Les pressions partielles des différents gaz présents dans l'enceinte sont données dans le tableau 3.3 suivant :

Ion	Composé	Rapport m/q	Pression partielle (mbar)
Ar^+	Ar	40	$3,5 \cdot 10^{-6}$
Ar^{++}	Ar^+	20	$3,7 \cdot 10^{-7}$
N_2^+	N_2	28	$1,27 \cdot 10^{-8}$
Ar_{36}^+	Ar_{36}	36	$1,03 \cdot 10^{-8}$
H_2O^+	H_2O	18	$4,62 \cdot 10^{-9}$
CO_2^+	CO_2	44	$2,6 \cdot 10^{-9}$

Tableau 3.3 : Pressions partielles des différentes molécules pendant le dépôt de 15nm de cobalt

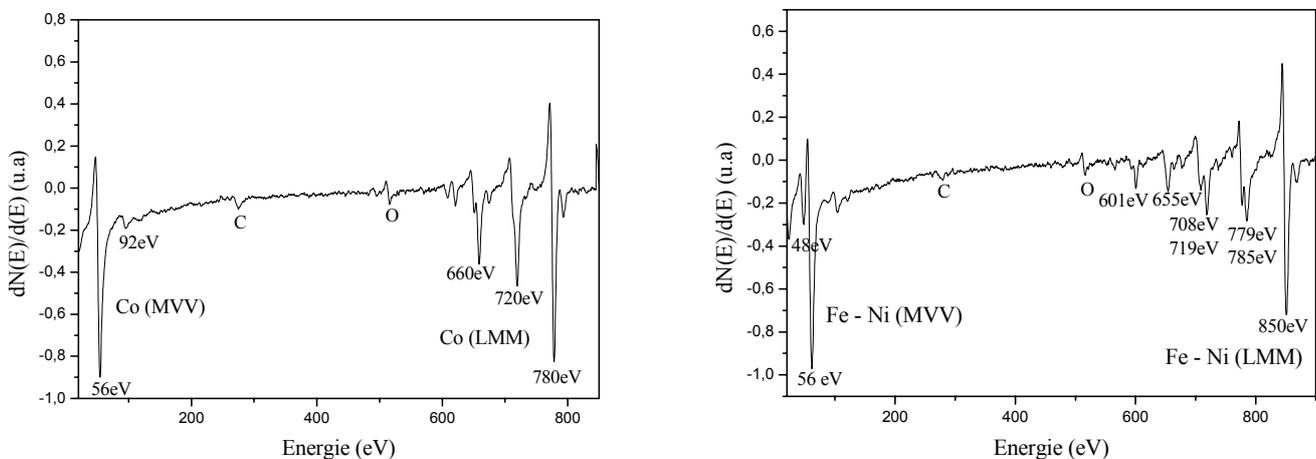
Les molécules oxygénées susceptibles d'oxyder le métal ont une pression très faible, de l'ordre de 10^{-9} mbar. Pendant l'élaboration de la couche de cobalt, la concentration d' O_2 incorporée dans le film peut être calculée par la relation suivante [Mau03]:

$$[O_2] = \frac{P_{O_2}}{V_{Co} \cdot \rho_{Co}} \cdot \frac{m_{Co}}{\sqrt{2\pi \cdot k_b \cdot T \cdot m_{O_2}}} \cdot \frac{C_{O_2} (1-\theta)}{C_{Co}} \quad (3.1)$$

- P_{O_2} : pression d'oxygène (mbar)
- V_{Co} : vitesse de dépôt du cobalt (nm/min)
- ρ_{Co} : masse volumique du cobalt ($kg \cdot m^{-3}$)
- C_{O_2}, C_{Co} : coefficient de collage
- m_i : masse molaire ($g \cdot mol^{-1}$)
- θ : Taux de recouvrement
- T : température (293K)
- k_b : constante de Boltzmann ($1,38 \cdot 10^{-23} J \cdot K^{-1}$)

Ainsi, pour une vitesse de dépôt de 0,3 nm/min, une pression de 10^{-9} mbar, un coefficient de collage de l'oxygène et de cobalt fixé à 1 et un taux de recouvrement nul, le taux d'incorporation est de l'ordre de $3^{0/100}$ molécules d' O_2 par atome de cobalt. Ce taux d'incorporation peut être surestimé dans la mesure où le coefficient de collage de l'oxygène peut être inférieur à 1. Il reste néanmoins très faible, ce qui limite le risque d'oxydation des films métalliques déposés

La figure 3.11 représente les spectres Auger obtenus des électrodes ferromagnétiques déposées dans ces conditions.



Co(15nm)

Co(15nm)/ Al_2O_3 (2nm)/Co(2nm)/ $Ni_{80}Fe_{20}$ (15nm)

Figure 3.11: Spectres Auger des électrodes ferromagnétiques

On observe les pics caractéristiques du cobalt, du fer et du nickel. On note la présence d'un faible pic d'oxygène à 510 eV, malgré la faible pression partielle des gaz oxydants (H_2O , CO_2). L'intensité du pic indique qu'il s'agit d'une oxydation superficielle, éventuellement dû à une adsorption stimulée par le faisceau d'électrons Auger. On note également la présence d'un pic de carbone à 270 eV, probablement dû aux molécules de CO_2 .

Malgré l'environnement ultravide, on note l'oxydation superficielle des électrodes ferromagnétiques.

3°) Le dépôt de la barrière isolante d'alumine

Le dépôt de la barrière isolante est une phase critique dans l'élaboration de la jonction. On doit obtenir la juste stoechiométrie sur une fine épaisseur de 1 à 2 nm et sans défaut.

La première idée serait de pulvériser une cible d' Al_2O_3 pour déposer la barrière isolante [Nair02]. Dans ce cas une neutralisation du faisceau d'ions est nécessaire, compte tenu de la nature de la cible. Un apport d'oxygène serait également nécessaire pour conserver la stoechiométrie. Les résultats obtenus montrent des films stoechiométriques, mais la rugosité mesurée (>nm) n'est pas satisfaisante pour une barrière tunnel [Nair02].

L'autre alternative est la pulvérisation réactive d'une cible d'aluminium [Lee01]. Il s'agit de pulvériser de l'aluminium avec un faisceau d'ions en présence d'une pression partielle d'oxygène. L'avantage de la pulvérisation réactive est le dépôt direct de la barrière isolante. C'est cette solution qui a été retenue. Nous allons présenter les grandes étapes qui ont permis de déterminer les conditions d'obtention d'une barrière stoechiométrique [Mau03].

Une autre méthode a été initiée à la fin de cette thèse : l'oxydation post-dépôt d'une couche d'aluminium par de l'oxygène moléculaire gazeux. Par la suite, on a comparé les propriétés chimiques et topographiques des oxydes obtenus par ces deux méthodes. L'intérêt est de confronter la pulvérisation réactive, technique peu utilisée dans l'élaboration de la barrière d'alumine, à la très classique oxydation post dépôt.

a°) La pulvérisation réactive

L'évolution de la stoechiométrie des oxydes déposés a été observée en fonction de la pression partielle de O_2 , grâce à la spectrométrie d'électrons Auger. La référence utilisée est le spectre Auger d'un substrat de saphir (fig. 3.12).

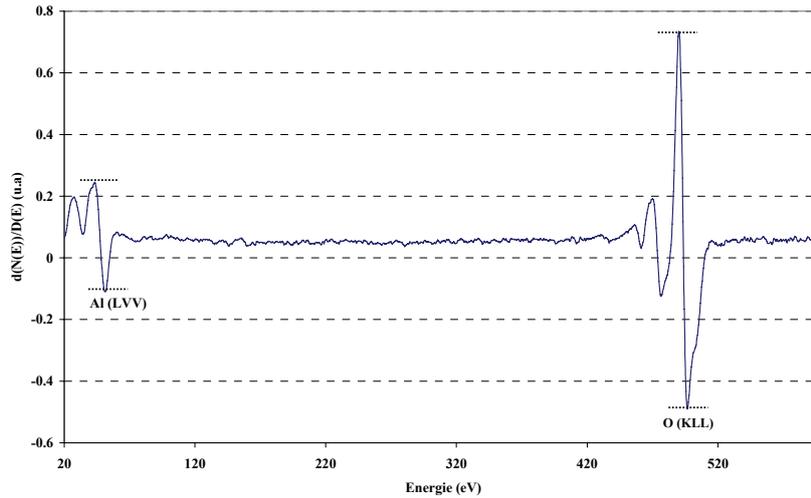


Figure 3.12 : Spectre Auger d'un substrat de saphir

A partir de ce spectre, on a établi le rapport des pics d'aluminium à 57eV (LVV) et d'oxygène à 510eV (KLL). Un rapport de 0,31 correspond donc à un film stoechiométrique d' Al_2O_3 . A partir de là, des échantillons d' Al_xO_y ont été élaborés pour différentes pressions partielles d'oxygène (fig. 3.13). Les conditions de dépôt sont une énergie primaire de 1 keV et une intensité du faisceau d'ions de $55\mu\text{A}$.

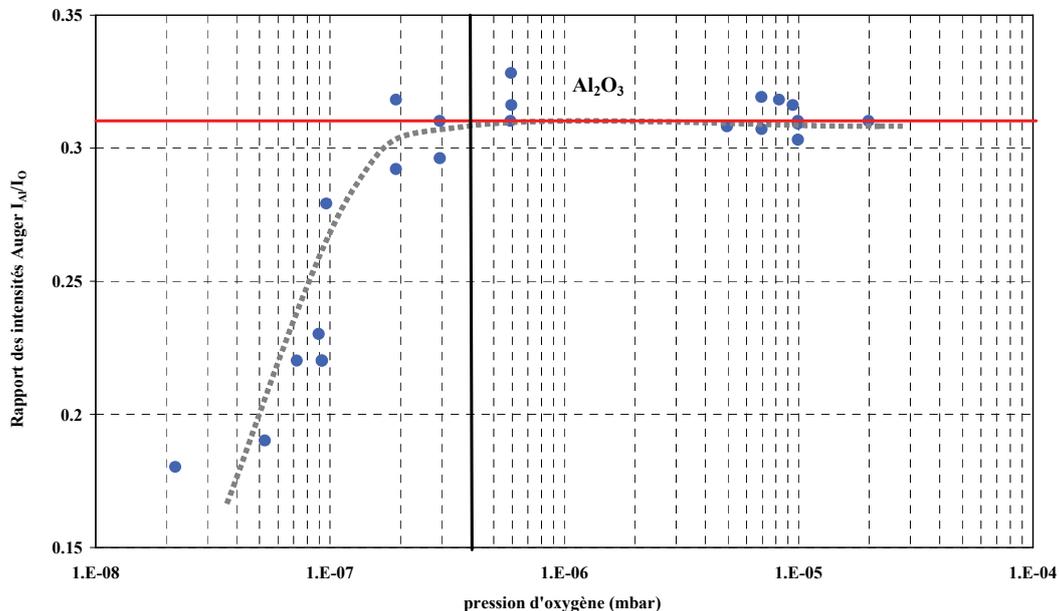


Figure 3.13 : Evolution du rapport des intensités Auger des pics Al (57 eV) / O (510 eV) en fonction de la pression partielle d'oxygène introduite dans l'enceinte pendant la pulvérisation d'aluminium [Mau03]

D'après la figure 3.13, une pression de 3.10^{-7} mbar est suffisante pour obtenir une couche d'alumine stoechiométrique. Au delà, le rapport des intensités des pics n'évolue plus

du fait du caractère autolimitant de l'oxydation de l'aluminium [Cab48]. Ces résultats ont été complétés par des analyses RBS (Rutherford Backscattering Spectroscopy), qui ont confortés l'étude par spectroscopie d'électrons Auger [Mau03].

b°) Comparaison chimique des deux méthodes d'élaboration de l'alumine

La pulvérisation réactive

Le tableau 3.4 présente les conditions expérimentales qui ont été utilisées pour le dépôt de 2 nm d'Al₂O₃ par pulvérisation réactive, soit une dose d'ions de 134 mC:

	Ep (keV)	P ₁ (W)	I _{cible} (mA)	P _{Ar} (mbar)	P _{O₂} (mbar)	V _{dépôt} (nm/min)
Al ₂ O ₃	1	47	55.10 ⁻³	10 ⁻⁵	6.10 ⁻⁷	0,05

Tableau 3.4 : Paramètres expérimentaux pour le dépôt de la couche d'Al₂O₃ par pulvérisation réactive

Afin de diminuer le risque d'oxydation de l'électrode inférieure de cobalt, l'oxygène est introduit dans l'enceinte une minute après que l'échantillon soit exposé au flux d'aluminium. La figure 3.14 représente le spectre de masse obtenu lors du dépôt de la barrière isolante d'alumine par pulvérisation réactive pour une pression totale de 4,5.10⁻⁵ mbar :

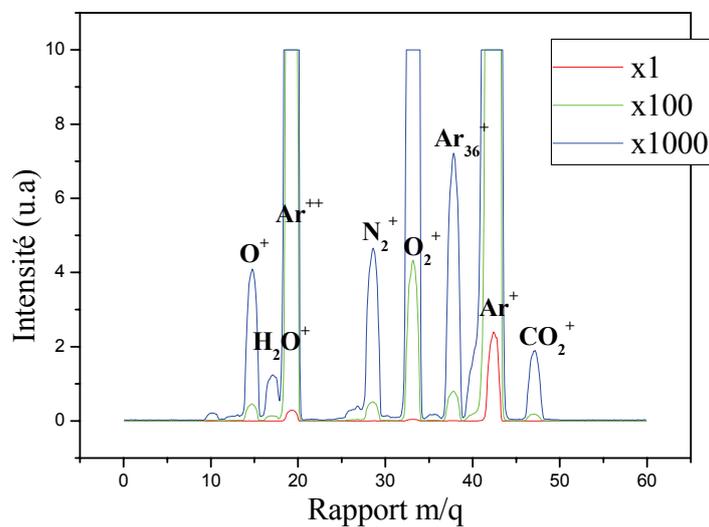


Figure 3.14 : Spectre de masse effectué pendant le dépôt de 2nm d'alumine par pulvérisation réactive

Les pressions partielles des différents gaz déduites sont présentées dans le tableau 3.5 suivant :

Ion	Composé	Rapport m/q	Pression partielle (mbar)
Ar ⁺	Ar	40	3,91.10 ⁻⁵
Ar ⁺⁺	Ar ⁺	20	4,81.10 ⁻⁶
O ₂ ⁺	O ₂	32	7.10 ⁻⁷
Ar ₃₆ ⁺	Ar ₃₆	36	1,18.10 ⁻⁷
N ₂ ⁺	N ₂	28	7,6.10 ⁻⁸
O ⁺	O	16	6,7.10 ⁻⁸
CO ₂ ⁺	CO ₂	44	3,1.10 ⁻⁸
H ₂ O ⁺	H ₂ O	18	2.10 ⁻⁸

Tableau 3.5 : Pressions partielles des différentes molécules présentes pendant le dépôt d'alumine

Les conditions expérimentales de la pulvérisation réactive sont respectées, notamment la pression partielle d'oxygène.

L'oxydation post dépôt

Les conditions de dépôt du film d'aluminium sont similaires à celles utilisées dans le cadre de la pulvérisation réactive, excepté l'oxygène qui n'est pas introduit pendant le dépôt (Tab. 3.6). La vitesse de dépôt est alors deux fois plus grande. En effet, l'utilisation de l'oxygène dans la pulvérisation réactive entraîne une oxydation partielle de la surface de la cible d'aluminium, ce qui diminue le rendement de pulvérisation et donc la vitesse de dépôt. Ainsi la dose d'ions pour déposer 2nm d'aluminium est de 67 mC.

	Ep (keV)	P _I (W)	I _{cible} (mA)	P _{Ar} (mbar)	P _{O₂} (mbar)	V _{dépôt} (nm/min)
Al	1	47	55.10 ⁻³	10 ⁻⁵	x	0,1

Tableau 3.6 : Paramètres expérimentaux pour le dépôt de la couche d'aluminium

Après le dépôt de 2 nm d'aluminium, le substrat est isolé dans la canne de transfert. Puis il est exposé à une pression de 200 mbar de O₂ pendant 2 heures afin d'oxyder le film d'aluminium.

Comparaison des deux films d'oxyde par spectroscopie d'électrons Auger

Les spectres Auger des deux films d'Al_xO_y sont présentés selon les deux méthodes d'élaboration (fig. 3.15) :

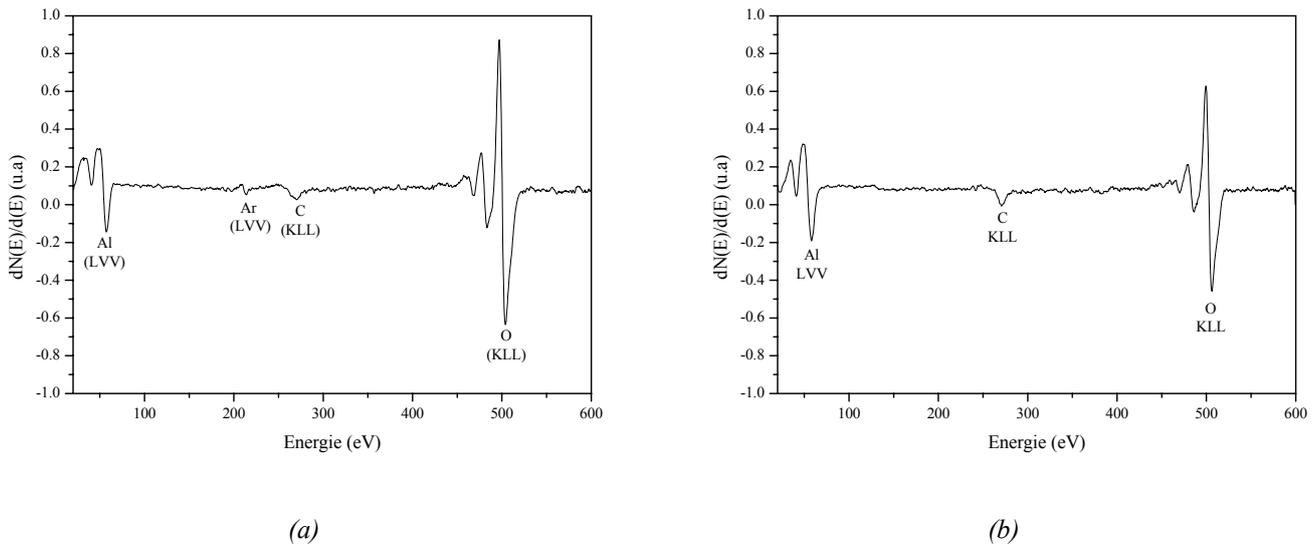


Figure 3.15 : Spectres Auger de la barrière isolante ; (a) pulvérisation réactive ; (b) oxydation post dépôt

L'oxyde d'aluminium déposé par pulvérisation réactive est stoechiométrique, car le rapport des pics Al/O est bien égal à 0,31. On note également la présence d'un faible pic d'argon ; ce pic est uniquement présent dans la barrière isolante. Il peut s'agir d'ions rétrodiffusés ou réfléchis. Néanmoins, une faible incorporation d'argon au sein de la barrière isolante ne semble pas rédhibitoire [Mont99].

Quant aux quelques barrières élaborées par oxydation post dépôt, elles ne sont pas stoechiométriques. En effet, le rapport des pics Al/O est égal à 0,45. On constate également que le pic de carbone est plus important. Malgré la qualité de l'oxygène gazeux, la pression totale utilisée (200 mbar) est telle que la pression partielle des contaminants (CO_2) doit être plus importante que dans le cas de la pulvérisation réactive.

Le procédé d'élaboration de l'alumine par pulvérisation réactive a nécessité une étude complexe pour déterminer les conditions optimales de dépôt [Mau03]. Cette technique permet d'obtenir un oxyde stoechiométrique d'un point de vu chimique. Quant à l'oxydation post dépôt, les premiers résultats indiquent une oxydation incomplète de la couche d'aluminium.

On va maintenant aborder les caractérisations structurales et magnétiques qui ont été effectuées sur des monocouches et des empilements complets.

IV^o) Les caractérisations ex situ

1^o) Les appareils de caractérisation ex situ

Les paragraphes suivants vont présenter l'ensemble des techniques de caractérisation ex situ mises en jeu.

a^o) La Microscopie à Force Atomique (AFM)

Pour cette étude, la Microscopie à Force Atomique a été utilisée en mode contact sur un parcours latéral de 1 à 5 μm (annexe 2) [Bin86]. L'objectif est d'étudier la surface et déterminer la rugosité de l'électrode inférieure de cobalt et de la barrière isolante d'alumine. En effet, la rugosité des films déposés est un critère important, notamment dans le cas d'un couplage ferromagnétique (chap. I, I.1.f). Pour caractériser la topographie des surfaces, on utilisera deux grandeurs types :

- R_{ms} : Rugosité RMS qui est une moyenne quadratique des hauteurs mesurées
- R_{max} : L'amplitude maximale de la rugosité, qui est la variation de hauteur entre le point le plus haut et le point le plus bas

Les images AFM ont été réalisées par Dominique Debarre à L'IEF, sur un microscope Park Instrument Autoprobe CP.

b^o) Le Microscope Electronique en Transmission (MET)

Le microscope électronique en transmission (MET) permet une observation de la section transverse des échantillons (annexe 3). Cela permet d'observer les défauts ponctuels au sein des films déposés, notamment au sein de la barrière isolante d'alumine. La préparation des échantillons ainsi que les images MET ont été réalisées à l'IPCMS à Strasbourg par l'équipe du professeur Aziz Dinia. L'appareil utilisé est un Topcom EM002B avec une tension accélératrice de 200 keV.

c^o) Le magnétomètre à gradient de champ alternatif

Pour déterminer les propriétés magnétiques des empilements $\text{Co}/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Co}/\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$, on a utilisé un magnétomètre à gradient de champ alternatif (AGFM en anglais) de type PMC 2900. Il s'agit de mesurer le moment magnétique de l'échantillon en le faisant vibrer dans un gradient de champ magnétique alternatif (annexe 4) [Fland88]. Cette force de vibration mécanique est directement proportionnelle au moment magnétique de l'échantillon. Pour une mesure précise, on se place toujours à la fréquence de résonance du système. Par ailleurs

toutes les mesures sont à température ambiante. On peut appliquer le champ magnétique parallèlement ou perpendiculairement au plan des couches.

Dans le cas de films ultraminces, l'anisotropie de forme a tendance à orienter l'aimantation dans le plan. C'est pour cette raison que l'on considère uniquement la composante planaire de l'aimantation. On applique donc le champ magnétique parallèlement au plan des couches.

2°) Topographie des films déposés par pulvérisation ionique sous ultra vide

La rugosité des films de cobalt a été mesurée par AFM sur des substrats de $Si(100)/SiO_2$. On rappelle que la fine de couche de silice est présente pour limiter la réaction entre le cobalt et le silicium [smar92]. Les épaisseurs considérées vont de 4 nm à 20 nm.

La rugosité RMS des films sur une distance de $1\mu m$ est très faible avec une valeur de $R_{ms}=0,1$ nm (fig. 3.16). L'amplitude maximale de la rugosité est de l'ordre de $R_{max}=0,7$ nm. Ces faibles valeurs de rugosité sont comparables à celles obtenues par d'autres méthodes de dépôt comme la pulvérisation cathodique [Mont99]. La planéité de l'électrode inférieure doit être maximale pour pouvoir déposer la barrière isolante de manière homogène et sans défaut.

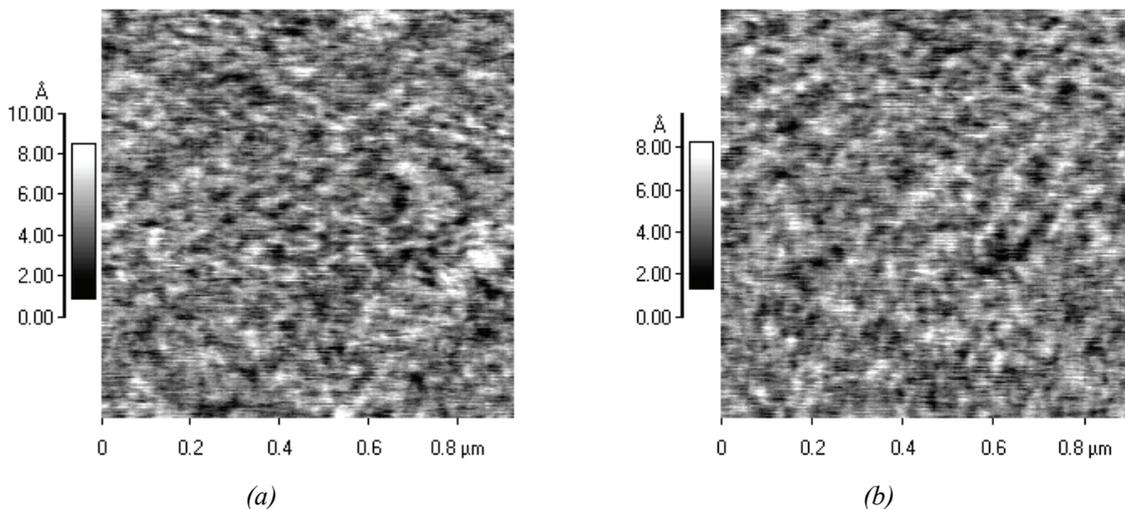


Figure 3.16 : Images AFM des films de cobalt déposés sur substrat de Si/SiO_2

(a) 4nm ; (b) 10nm

	R_{ms} (nm)	R_{max} (nm)
4nm	0,1	0,7
10nm	0,1	0,7

Tableau 3.7 : Caractéristiques topographiques des films de cobalt déterminées par AFM en fonction de l'épaisseur

Cette très faible rugosité (tab. 3.7) démontre la capacité de la pulvérisation ionique à déposer des films avec une excellente qualité de surface.

On va maintenant déterminer la rugosité RMS de la barrière isolante. Celle-ci a été également mesurée sur un parcours de $1\mu\text{m}$ à $2\mu\text{m}$ sur un substrat de Si/SiO_2 sur lequel on a d'abord déposé 5nm de cobalt (fig. 3.17).

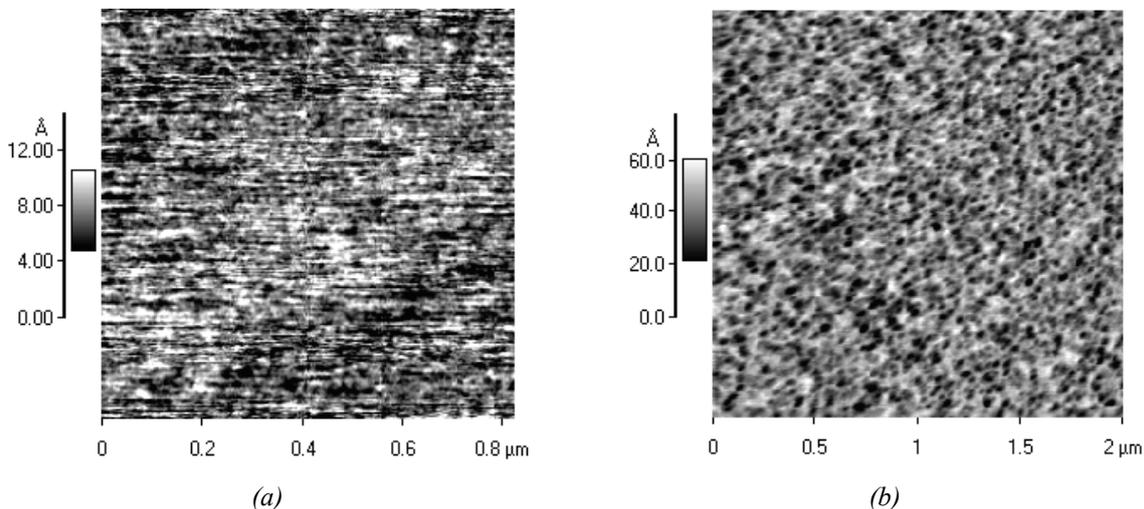


Figure 3.17: Images AFM de la barrière isolante de Al_xO_y (2nm) déposée sur $\text{Si}/\text{SiO}_2/\text{Co}(5\text{nm})$ (a) pulvérisation réactive ; (b) oxydation post dépôt

La rugosité RMS de la barrière isolante élaborée par pulvérisation réactive est de $R_{\text{ms}} = 0,2\text{ nm}$ avec amplitude maximale de $R_{\text{max}} = 0,6\text{ nm}$. Ces valeurs sont inférieures à celles obtenues par pulvérisation d'une cible d'alumine [Nair02]. Le dépôt de la barrière isolante est homogène et la surface obtenue est très plane sur $1\mu\text{m}$. Cette faible rugosité doit théoriquement limiter le couplage ferromagnétique de Néel, qui dépend grandement de l'état de surface aux interfaces.

Au sujet de la barrière élaborée par oxydation post dépôt, l'état de surface est très décevant. La rugosité RMS est de l'ordre de $R_{\text{ms}} = 1\text{ nm}$ avec une amplitude maximale de $R_{\text{max}} = 4\text{ nm}$. Cette dernière valeur indique des discontinuités de la couche d'oxyde, ce qui

entraînerait un contact direct des deux électrodes ferromagnétiques. Avec les conditions actuelles d'élaboration, une telle barrière est donc inutilisable dans une jonction tunnel. Une étude plus poussée des conditions d'élaboration permettrait peut-être d'améliorer les résultats, mais ce n'est pas l'objectif de cette étude. On résume la comparaison topographique des deux barrières dans le tableau suivant.

	R_{ms} (nm)	R_{max} (nm)
Pulvérisation réactive	0.2	0.6
Oxydation post dépôt	1	4

Tableau 3.8 : Caractéristiques des deux films d'oxyde déterminées par AFM, en fonction des conditions d'élaboration

L'étude par AFM de l'électrode inférieure de cobalt indique une excellente qualité de surface, avec une très faible rugosité RMS de 0,1 nm. La pulvérisation réactive permet d'obtenir une surface d'alumine très favorable à l'obtention d'un signal de magnétorésistance. Concernant l'oxydation post dépôt, celle-ci est écartée dans cette étude.

3°) Imageries par microscopie électronique

Dans un premier temps, on a visualisé un empilement complet au Microscope Electronique à Balayage (MEB) (fig. 3.18). La couche en blanc correspond à l'empilement déposé. La barrière isolante n'est pas visible, compte tenu de son épaisseur. L'utilisation du MEB est une première approche car sa résolution n'est pas assez élevée pour distinguer les interfaces. Mais elle a permis une première visualisation transversale de l'empilement complet.

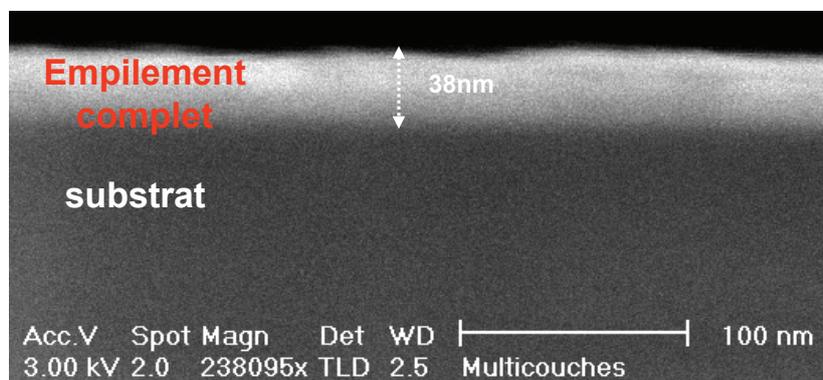


Figure 3.18 : Image MEB d'un empilement $Si/SiO_2/Co(15nm)/Al_2O_3(2nm)/Co(2nm)/NiFe(15nm)/Au(3nm)$

Cette image a permis de contrôler les épaisseurs déposées. En effet, en faisant la somme des épaisseurs déposées pour chaque matériau, on obtient une épaisseur totale théorique de 37 nm pour l'empilement complet. L'épaisseur totale mesurée au MEB est égale à 38 nm. Compte tenu de la précision de l'appareil, on confirme la maîtrise des épaisseurs des films minces dans les empilements.

Afin de visualiser l'état des interfaces, notamment au niveau de la barrière isolante, des observations par Microscopie Electronique en Transmission (MET) ont été effectuées. Les échantillons mesurent $5 \times 5 \text{ mm}^2$ et ont été prélevés au centre des substrats de $15 \times 15 \text{ mm}^2$. En effet, le substrat étant immobile pendant le dépôt, cette zone est celle où l'homogénéité du dépôt est maximale. La figure 3.19 présente deux clichés obtenus sur un même échantillon:

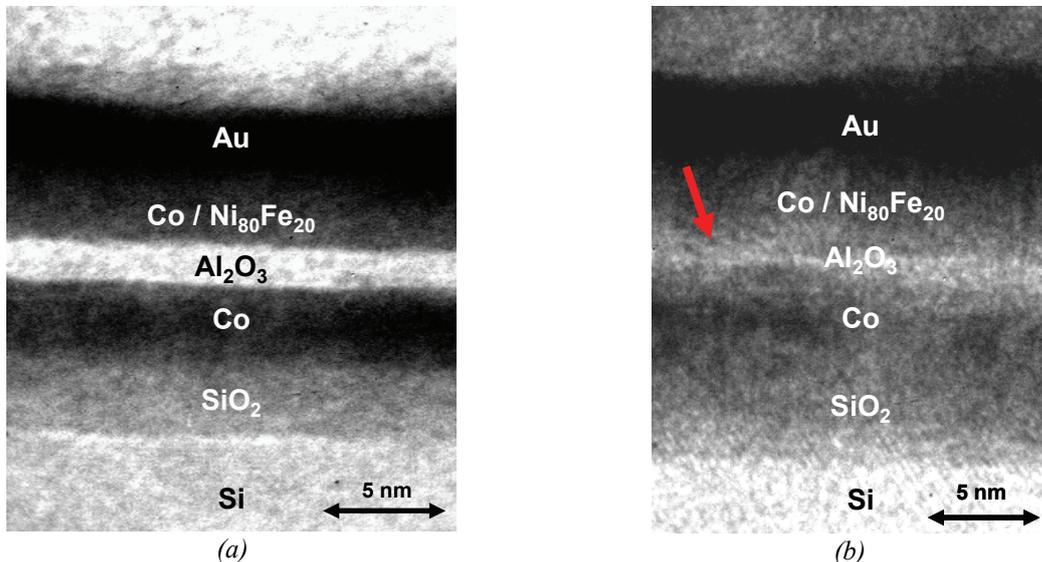


Figure 3.19: Images MET d'une multicouche $\text{Co}(6\text{nm})/\text{Al}_2\text{O}_3(2\text{nm})/\text{Co}(1\text{nm})/\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}(5\text{nm})/\text{Au}(3\text{nm})$; (a) alumine viable ; (b) alumine non viable

Le contraste entre les différents matériaux est en fonction du numéro atomique Z . On ne voit donc aucune différence de contraste entre le cobalt et le permalloy, du fait de la proximité de leur numéro atomique respectif. La couche de silice chimique a une épaisseur de 3 nm, ce qui est plus important que les épaisseurs indiquées dans la littérature (1 nm) [Det01]. Les électrodes métalliques de Co et de $\text{Co}/\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ ont une structure polycristalline et ont chacune une épaisseur de 4 nm. On constate une différence de 2 nm entre les épaisseurs théoriques et celles mesurées sur les deux images. Cet écart est difficilement explicable, car le bâti a été étalonné de manière précise.

La figure 3.19a montre également une barrière d'alumine amorphe de 2 nm d'épaisseur. Les interfaces sont clairement définies et peu rugueuses, et la barrière isolante est parfaitement continue. Par contre, la figure 3.19b montre une barrière d'alumine dont l'épaisseur n'est pas constante. Les interfaces entre les électrodes métalliques et la barrière isolante ne sont pas clairement définies. On peut craindre la présence de défauts, notamment dans la zone indiquée par la flèche rouge. Les images suivantes permettent de mieux les visualiser, en renforçant le contraste des images MET précédentes.



Figure 3.20 : Zoom sur le film d'alumine ; (a) alumine continue ; (b) alumine présentant des défauts

La figure 3.20b indique la présence des défauts au sein de la couche d' Al_2O_3 réalisée par pulvérisation réactive. Pourtant, la visualisation de celle-ci par AFM a montré une couche continue sur $1 \mu m$, avec une amplitude maximale de $R_{max} = 0,6 \text{ nm}$ (fig. 3.17a). En effet, les discontinuités du film se seraient matérialisées par une amplitude maximale de l'ordre de grandeur de l'épaisseur de la couche, soit 2 nm au moins. Une première explication pourrait être un manque de résolution latérale de la Microscopie à Force Atomique dans ce cas, dû au rayon de courbure de la pointe de plusieurs nanomètres ($>10 \text{ nm}$). L'observation d'une discontinuité de cet ordre de grandeur serait alors délicate, car la pointe la survolerait sans la voir (fig. 3.21). Une autre explication pourrait être une longueur d'analyse insuffisante dans ce cas précis ($1 \mu m$). Une analyse sur plusieurs μm permettrait éventuellement de révéler ces discontinuités. Cependant l'alumine est une surface très difficile pour les pointes AFM, ce qui entraîne une usure rapide de la pointe et une perte de la résolution.

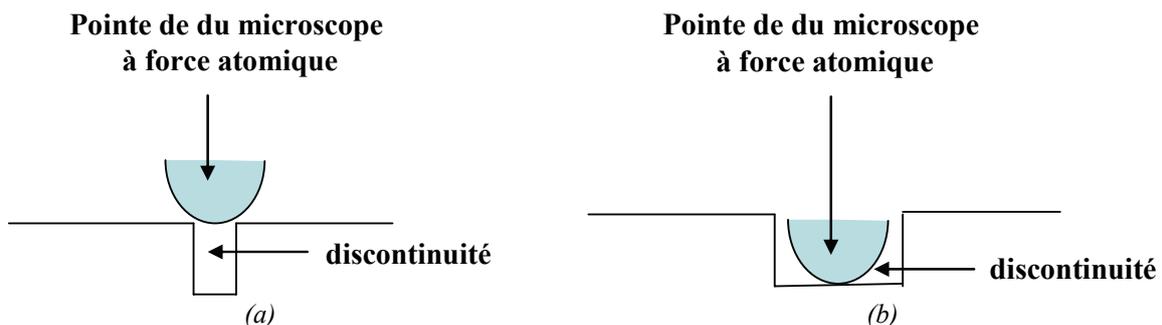


Figure 3.21 : Observation d'une discontinuité par AFM ; (a) discontinuité invisible ; (b) discontinuité visible

L'étude des empilements par Microscopie Electronique en Transmission révèle une hétérogénéité de la barrière d'alumine réalisée par pulvérisation réactive. Il pourrait donc être délicat de détecter une magnétorésistance tunnel dans certaines zones de l'échantillon.

4°) Les propriétés magnétiques des empilements $\text{Co}/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Co}/\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$

a°) Propriétés de l'électrode ferromagnétique de cobalt

Les propriétés de chaque matériau ferromagnétique ont été étudiées par AGFM sur des substrats de Si/SiO_2 . On rappelle que les cycles d'hystérésis présentés sont effectués à température ambiante avec un champ magnétique appliqué dans le plan des couches dans deux directions orthogonales. La surface des échantillons est égale à $2 \times 3 \text{ mm}^2$, et ont été découpés à la scie diamantée.

Les propriétés magnétiques du cobalt ont été étudiées pour des épaisseurs comprises entre 2 et 50 nm. Le caractère ferromagnétique apparaît à partir de 4 nm. Pour des épaisseurs inférieures, on constate expérimentalement l'absence de tout signal magnétique. Il y a donc une couche non magnétique, dite morte à l'interface $\text{Si}/\text{SiO}_2/\text{Co}$.

Une quelconque réaction entre le cobalt et la silice est peu probable : l'enthalpie de formation de CoO (-714 kJ/mol) est plus élevée que celle de SiO_2 (-1020 kJ/mol), la réaction chimique n'est pas favorisée [Bat89].

Une première explication serait une réaction entre le cobalt et le silicium, pour former des siliciures de cobalt de type CoSi et CoSi_2 [Tsay99]. Cela sous-entend un phénomène de diffusion à travers la couche de SiO_2 . On a déjà rapporté ce phénomène de diffusion à travers une silice chimique de très faible épaisseur (<1 nm) en chauffant à 1100°C [Det01]. Compte tenu de l'épaisseur de la silice chimique (3 nm) et d'une température constante à 20°C , cette possibilité est peu probable. Une analyse par spectroscopie de photoélectrons X [Tak01] permettrait de mettre en évidence l'existence de liaisons entre le cobalt et le silicium, mais on ne dispose pas de cet outil de caractérisation. Dans tous les cas, il serait intéressant d'étudier l'effet d'une couche tampon, comme l'argent [Lin00]. En effet, ce matériau, tout en limitant d'éventuelles réactions aux interfaces, permet au cobalt de conserver une aimantation planaire.

Entre 4 nm et 50 nm, le cobalt présente une aimantation planaire avec un axe de facile aimantation (fig. 3.22). Cet axe de facile aimantation se caractérise par un moment magnétique plus important à champ nul. Le champ coercitif H_c se situe entre 20 Oe et 30 Oe et le champ de saturation H_s est au alentour de 150 Oe dans la direction de facile aimantation.

L'origine de cette anisotropie planaire peut être un champ magnétique extérieur provenant des aimants permanents de la source d'ions. L'absence de rotation du porte-substrat pendant les dépôts peut également expliquer ce phénomène. En effet, une anisotropie planaire a également été observée sur des bicouches NiO/Co en l'absence de toute rotation de l'échantillon pendant le dépôt [Diou03]. Cette anisotropie serait le résultat de contraintes au sein de la couche de NiO, favorisant ainsi une anisotropie magnétoélastique. Cette anisotropie planaire disparaît en faisant tourner l'échantillon. Dans les perspectives d'amélioration du procédé, une rotation de l'échantillon est donc envisagée.

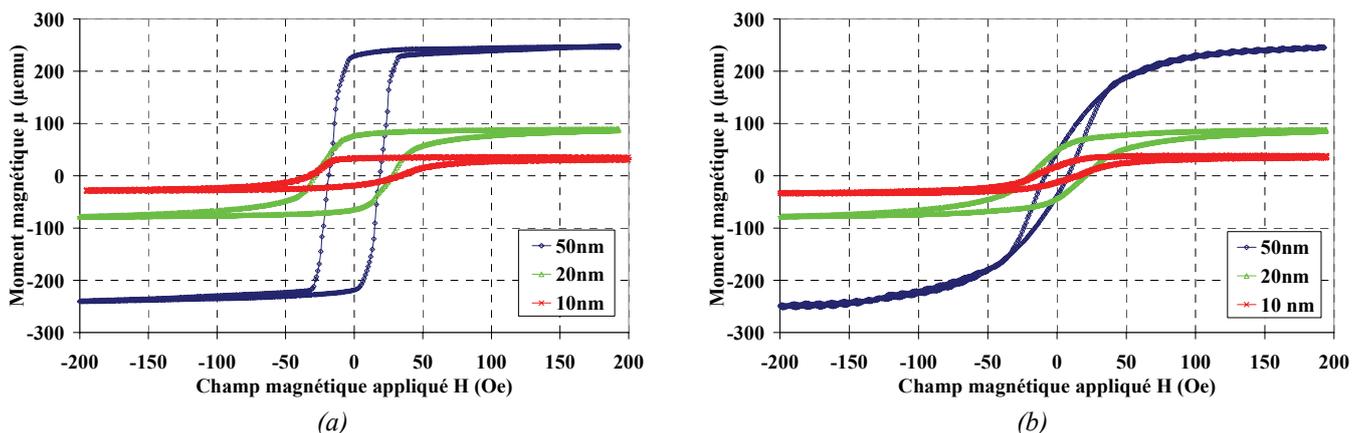


Figure 3.22: Cycles d'hystérésis obtenus sur un échantillon de composition $Si/SiO_2/Co/Au(3nm)$

(a) axe de facile aimantation ; (b) axe de difficile aimantation

La couche de cobalt présente une aimantation planaire anisotrope. Cette anisotropie pourrait trouver son origine dans la méthode de dépôt même. Par ailleurs, on note l'existence d'une couche non magnétique à l'interface $Si/SiO_2/Co$ de 4nm environ.

b°) Propriétés de l'électrode ferromagnétique supérieure de permalloy

Les propriétés magnétiques du permalloy ont d'abord été déterminées sur des substrats de Si/SiO_2 pour des épaisseurs comprises entre 5 et 50 nm. Les résultats ont indiqué une aimantation planaire avec une faible anisotropie (fig. 3.23). En effet, le permalloy étant un matériau doux, il s'aimante très rapidement avec un champ de saturation magnétique de

10 Oe. Le champ coercitif est de l'ordre de $H_c \sim 1$ Oe, ce qui est comparable aux valeurs mesurées par [Yao98].

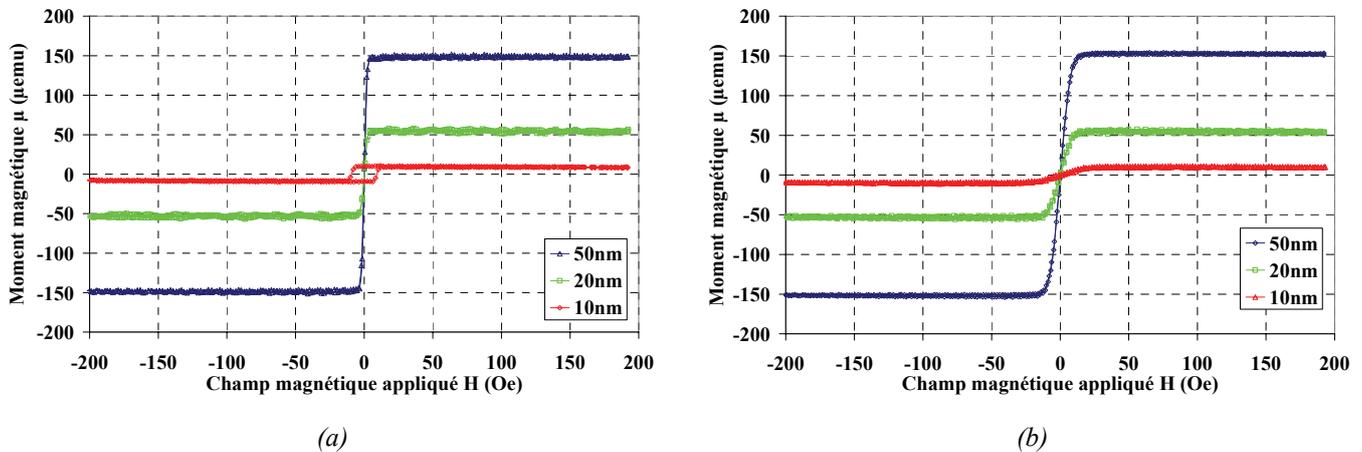


Figure 3.23 : Cycles d'hystérésis obtenus sur un échantillon de composition $Si/SiO_2/Ni_{80}Fe_{20}/Au(3nm)$

(a) axe de facile aimantation ; (b) axe de difficile aimantation

Par ailleurs, on note également la présence d'une couche non magnétique à l'interface $Si/SiO_2/Ni_{80}Fe_{20}$. En effet, le ferromagnétisme apparaît à partir d'une épaisseur minimale de 10 nm. Néanmoins, sa réactivité avec le silicium n'est pas considérée, car le permalloy est uniquement utilisé comme électrode supérieure dans cette étude. Ainsi, des mesures effectuées sur un film de 6 nm d'épaisseur de $Ni_{80}Fe_{20}$ ont montré un signal ferromagnétique, lorsqu'il est déposé sur 2 nm d'alumine (fig. 3.24).

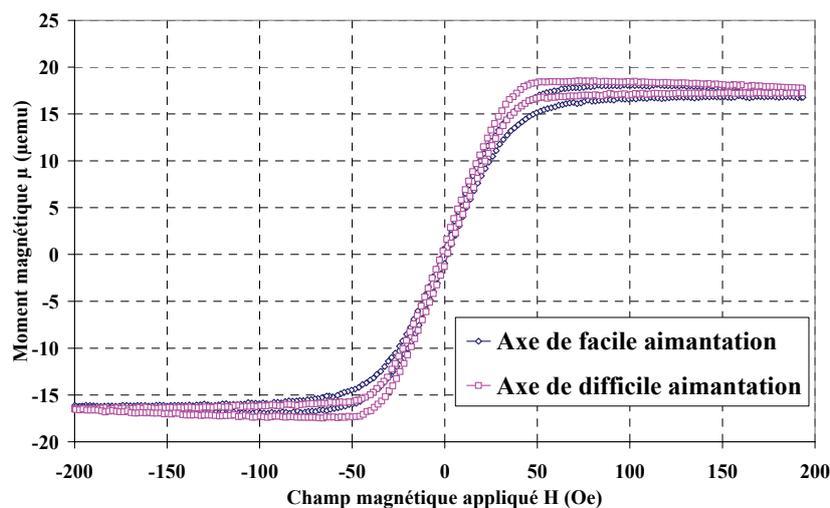


Figure 3.24 : Cycles d'hystérésis obtenus de 6nm de $Ni_{80}Fe_{20}$ déposé sur $Si/SiO_2/Al_2O_3(2nm)$

L'électrode supérieure de permalloy présente un caractère ferromagnétique, avec une aimantation planaire anisotrope. On observe également deux types d'interfaces : l'interface $\text{Si}/\text{SiO}_2/\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ qui présente une couche non magnétique et l'interface $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ qui ne présente pas cette propriété.

c°) Propriétés d'un empilement ferromagnétique complet

On a réalisé des empilements de type $\text{Co}(5-15\text{nm})/\text{Al}_2\text{O}_3(2-3\text{nm})/\text{Co}(1-2\text{nm})/\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}(5-15\text{nm})$ sur un substrat de Si/SiO_2 . On a introduit une couche intermédiaire de cobalt entre la barrière isolante et l'électrode supérieure de permalloy pour limiter une éventuelle réaction d'oxydation du fer à l'interface $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$, lorsqu'il subsiste des atomes d'oxygène à la surface de la barrière isolante. Il a été montré qu'une couche intermédiaire de cobalt de 2 nm permet d'obtenir un signal de magnéto transport plus important [Lym01]. Les cycles d'hystérésis obtenus sont présentés dans la figure 3.25 suivante :

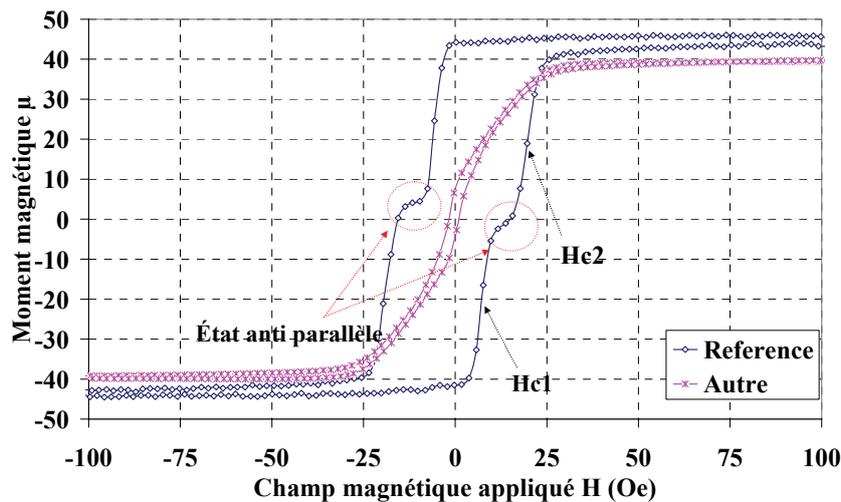


Figure 3.25 : Cycles d'hystérésis obtenus sur des empilements de type $\text{Co}(6\text{nm})/\text{Al}_2\text{O}_3(2\text{nm})/\text{Co}(1\text{nm})/\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}(5\text{nm})$

Le premier cycle de référence indique un état antiparallèle des deux aimantations magnétiques. On note les deux valeurs coercivités $H_{c1} \sim 6$ Oe et $H_{c2} \sim 17$ Oe, qui correspondent respectivement à l'électrode supérieure de $\text{Co}/\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ et à l'électrode inférieure de Co. Ce premier résultat est comparable à des jonctions $\text{Co}/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ réalisées par pulvérisation cathodique [Mont99].

Pourtant, les autres cycles obtenus présentent une seule coercivité égale à $H_c \sim 2$ Oe. La saturation magnétique est atteinte vers $H_s \sim 60$ Oe et l'état antiparallèle des aimantations n'est jamais observé quelque soit la direction du champ magnétique appliqué dans le plan.

Ces cycles d'hystérésis sont comparables à ceux présentant un couplage ferromagnétique direct [Aga02]

Un couplage ferromagnétique direct dans une jonction découle souvent de la présence de défauts dans la barrière isolante. Jusqu'à présent, seul l'échantillon de référence a montré des propriétés magnétiques satisfaisantes. Des échantillons ont été réalisés avec une épaisseur de barrière de 3 nm (fig. 3.26).

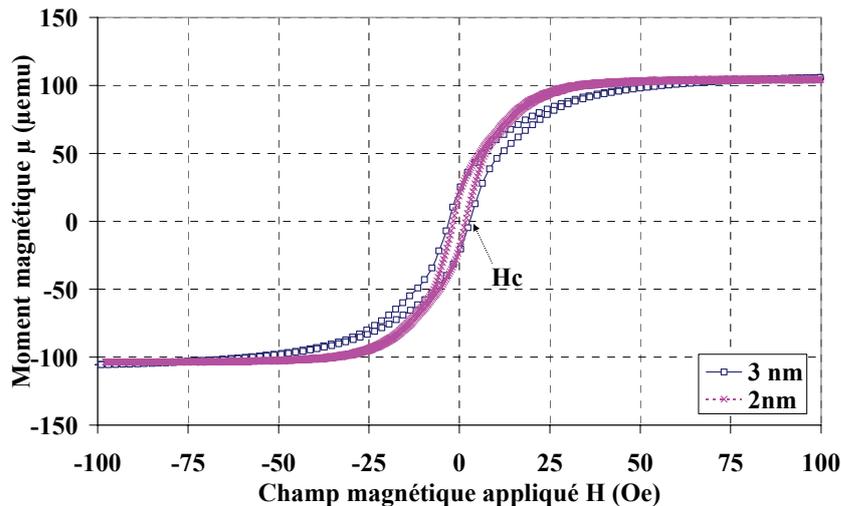


Figure 3.26 : Cycle d'hystérésis obtenus sur des empilements de type $Co(15nm)/Al_2O_3(2-3nm)/Co(2nm)/Ni_{80}Fe_{20}(15nm)$

Malgré une épaisseur de 3 nm, on observe toujours une seule coercivité donc un couplage direct des deux électrodes à travers la barrière isolante sur une la surface analysée soit 6 nm^2 .

L'état antiparallèle des aimantations a été observé dans un cas. Cependant, les mesures magnétiques effectuées sur d'autres empilements indiquent un couplage ferromagnétique direct des deux électrodes et une absence de l'état antiparallèle des deux aimantations. Dans le cas d'une jonction tunnel, un couplage direct est souvent la conséquence de la présence de défauts au sein de la barrière isolante.

V°) CONCLUSION

Ce chapitre a été consacré aux moyens expérimentaux utilisés dans l'élaboration des empilements Co/Al₂O₃/Co/Ni₈₀Fe₂₀ par pulvérisation ionique. Par la suite, les résultats des caractérisations ex situ ont été présentés.

L'observation des films déposés par Microscopie à Force Atomique indique des films déposés très faiblement rugueux. Quant aux images de la section transversale obtenues par Microscopie Electronique en Transmission, elles montrent des défauts dans certaines zones du film d'alumine élaboré par pulvérisation réactive.

Les propriétés magnétiques des films de cobalt et de permalloy sont satisfaisantes avec une aimantation planaire pour les épaisseurs étudiées. On a également observé le retournement distinct des deux électrodes et la présence de l'état antiparallèle des aimantations sur un empilement complet. Cependant les mesures effectuées sur la plupart des échantillons indiquent clairement un couplage magnétique direct sur une surface de 6mm². L'hétérogénéité de la barrière est donc importante à cette échelle.

Le changement de certains paramètres de dépôt pourrait améliorer les résultats actuels : la rotation du substrat qui permettrait un dépôt des films plus homogène et la diminution de l'énergie des ions primaires. Ce dernier point sera abordé plus en détail dans le prochain chapitre.

Le chapitre suivant est donc consacré à l'élaboration d'un micro-dispositif réalisé par lithographie optique à partir des empilements complets. L'objectif est de caractériser électriquement la barrière tunnel sur des dimensions micrométriques où la présence des défauts est moins probable.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE III

- [Aga02] L. Agazzi, S. Bennett, F.J. Berry et al., *J. Appl. Phys.*, 92(6), p.3231, 2002.
- [Bat89] J. Baten, M. Offenbergh, U. Emmerichs, P. Balk, *Appl. Surf. Sci.*, 39, p.266, 1989.
- [Bin86] G. Binning, C.F. Quate, Ch. Gerber, *Phys. Rev. Lett.*, 56, p.930, 1986.
- [Bouk95] F. Boukari, L. Wartski, V. Roy, P. Coste, C. Schwebel, J. Aubert, M. Souza, *Nucl. Inst. Meth. Phys. Res. B*, 101, p.459, 1995.
- [Bouk96] F. Boukari, thèse de l'université Paris Sud, 1996.
- [Cab48] N. Cabrera, N.F. Mott, *Rep. Prog. Phys.*, 12, p.163, 1948.
- [Det01] C. Detavernier, R.L. Van Meirhaeghe, F. Cardon, K. Maex, *Thin Solid Films*, 386, p.19, 2001.
- [Diou03] B. Diouf, L. Gabillet, A. Fert, D. Hrabovsky, V. Prochazka, E. Snoeck, J.F. Bobo, *J. Mag. Mag. Mat.*, 265, p.204, 2003.
- [Fland88] P.J Flanders, *J. Appl. Phys.*, 63, p.3940, 1988.
- [Lee01] C.C. Lee, J.C. Hsu, D.H. Wong, *Appl. Surf. Sci.*, 171, p.151, 2001.
- [Leth00] V. Le Than, D. Bouchier, G. Hincelin, *J. Appl. Phys.*, 87(8), p.3700, 2000.
- [Lin00] J.Y. Lin, J.S. Tsay, Y. Liou, Y.D. Yao, S.F. Lee, C.S. Yang, *J. Mag. Mag. Mat.*, 209, p.217, 2000.
- [Lym01] H.S. Lym, D.M. Jeon, H.K. Baek, S.Y. Yoon, D.H. Lee, D.H. Yoon, S.J. Suh, *Jpn. J. Appl. Phys.*, 40, p.6360, 2001.
- [Mar99] N. Marsot, thèse de l'université Paris Sud, 1999.
- [Mau03] C. Maunoury, thèse de l'université Paris Sud, 2003.
- [Mont99] F. Montaigne, thèse de l'université Paris VII, 1999.
- [Nair02] J.P. Nair, I. Zon, M. Oron, R. Popovitz-Biro, Y. Feldman, I. Lubomirsky, *J. Appl. Phys.*, 92(8), p.4784, 2002.
- [Nas98] J. Nassar, M. Hehn, A. Vaurès, F. Petroff, A. Fert., *Appl. Phys. Lett.*, 73(5), p.698, 1998.
- [Smar92] L. Smardz, U. Köbler, W. Zinn, *J. Appl. Phys.*, 71, p.5199, 1992.
- [Tak01] F. Takahashi, T. Irie, J. Shi, M. Hashimoto, *Appl. Surf. Sci.*, 169-170, p.315, 2001.
- [Tsay99] J.S. Tsay, C.S. Yang, Y. Liou, Y.D. Yao, *J. Appl. Phys.*, 85(8), p.4967, 1999.
- [Yao98] Y.D. Yao, C.H. Ho, Y. Liou, S.F. Lee, I. Klik, C.K. Lo, *Chin. J. Phys.*, 36(2), p.463, 1998.

Chapitre IV : Elaboration d'un micro-dispositif pour les mesures de magnétorésistance

I°) Introduction

Le dépôt de l'empilement ferromagnétique décrit précédemment constitue la première étape de l'élaboration des jonctions tunnel.

La mesure de la magnétorésistance tunnel se fait généralement sur des structures, qui permettent de prendre les contacts électriques sur l'électrode supérieure et inférieure. Ainsi les premières valeurs ont été obtenues sur des croix élaborées pendant le dépôt à travers des masques métalliques in situ [Moo97]. L'avantage de cette méthode est d'obtenir de manière directe la structure de mesure. L'inconvénient est généralement une exposition des couches à la pression atmosphérique lors du changement de masque, ce qui peut contaminer la surface. De plus un effet d'ombrage dû au masque entraîne des variations d'épaisseur sur les bords des motifs, ce qui peut être critique pour la barrière tunnel. Enfin, la taille latérale des jonctions tunnel est limitée à 50 μm au minimum avec cette technique [Oep98].

Une nouvelle méthode non destructive a été développée par IBM et Infineon. Elle a donné lieu à un banc de mesure commercialisé par la société Capres A/S. Elle consiste à mesurer la magnétorésistance sur un empilement complet sans structure particulière à l'aide de micro-pointes [Worl03]. Cette mesure repose sur le principe du CIPT (Current In Plane Tunneling). A partir des résultats électriques et d'une modélisation de l'empilement, on peut extraire la valeur de la MRT. L'avantage de cette méthode est sa relative simplicité, par rapport aux procédés technologiques cités précédemment. Elle est idéale pour étudier et optimiser les conditions opératoires d'un bâti de dépôt.

Enfin des procédés ont été mis au point pour structurer les empilements ferromagnétiques en appliquant le principe du « Top Down » [Gal97]. Il s'agit de définir les jonctions tunnel par des étapes de lithographie et de gravure (ionique ou chimique) à partir d'un empilement complet. L'avantage de ce procédé est la grande liberté de taille des jonctions, liée à la résolution des appareils de lithographie.

Cependant, les inconvénients sont le temps de développement important et une maîtrise des différentes étapes technologiques, plus particulièrement la gravure. Ils sont néanmoins incontournables pour l'intégration des jonctions tunnel dans des systèmes complexes.

Pour cette étude, nous avons opté pour un procédé de structuration de type « Top Down », en utilisant les moyens de la Centrale Technologique Universitaire IEF-MINERVE. Ce chapitre est donc consacré à la présentation des différentes étapes technologiques mises en œuvre dans ce procédé. Nous présentons ensuite les résultats des mesures électriques effectuées sur les micro-dispositifs obtenus et sur les empilements complets. Ces derniers ont été caractérisés avec la méthode CIPT par la société Altis Semiconductor. Enfin nous terminons par une analyse des résultats électriques qui nous ont conduit à effectuer des simulations de pulvérisation afin d'estimer l'énergie des atomes pulvérisés et des ions réfléchis en fonction de l'énergie primaire.

II°) Le procédé de structuration des jonctions tunnel magnétiques

Les micro-dispositifs sont élaborés à partir d'un empilement de composition $\text{Co}(15\text{nm})/\text{Al}_2\text{O}_3(2\text{nm})/\text{Co}(2\text{nm})/\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}(15\text{nm})/\text{Au}(3\text{nm})$. Le procédé de structuration est basé sur celui mis au point à l'unité mixte CNRS/Thalès par F. Montaigne [Mont98].

1°) Le procédé de structuration des empilements

Le procédé de structuration nécessite quatre étapes de lithographie optique. Le déroulement du procédé est présenté dans la figure 4.1.

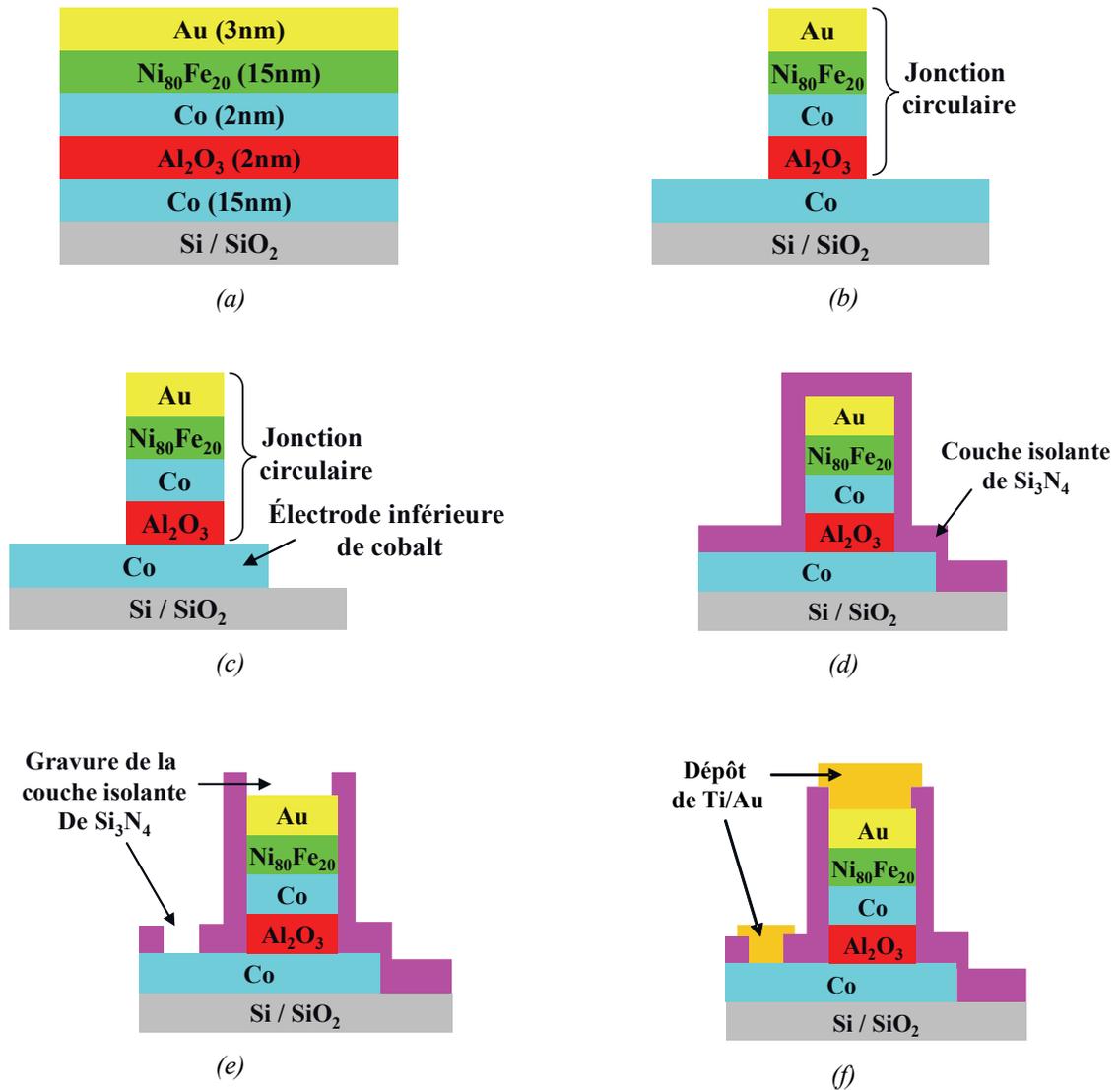


Figure 4.1 : Séquence du procédé de structuration de l'empilement ferromagnétique; (a) empilement complet ; (b) définition de la jonction circulaire ; (c) définition de l'électrode inférieure ; (d) isolation de la structure par Si₃N₄ ; (e) gravure de la couche isolante de Si₃N₄ ; (f) métallisation des contacts inférieurs et supérieurs par un dépôt de Ti/Au

A partir de l'empilement complet (fig. 4.1a), on définit la jonction circulaire par une gravure sèche (fig. 4.1b). Cette première étape est critique car elle nécessite un contrôle du procédé pour arrêter la gravure dans la couche inférieure de cobalt. On définit ensuite l'électrode inférieure toujours par gravure sèche (fig. 4.1c). Puis on dépose une couche isolante de Si₃N₄ sur toute la surface de l'échantillon (fig. 4.1d) afin d'éviter la formation de courts-circuits lors de la dernière étape de métallisation. Celle-ci est gravée pour retrouver les électrodes inférieures et supérieures (fig. 4.1e). Enfin après une métallisation des contacts supérieurs et inférieurs par un alliage Ti/Au (fig. 4.1f), on obtient la structure de mesure présentée en figure 4.2.

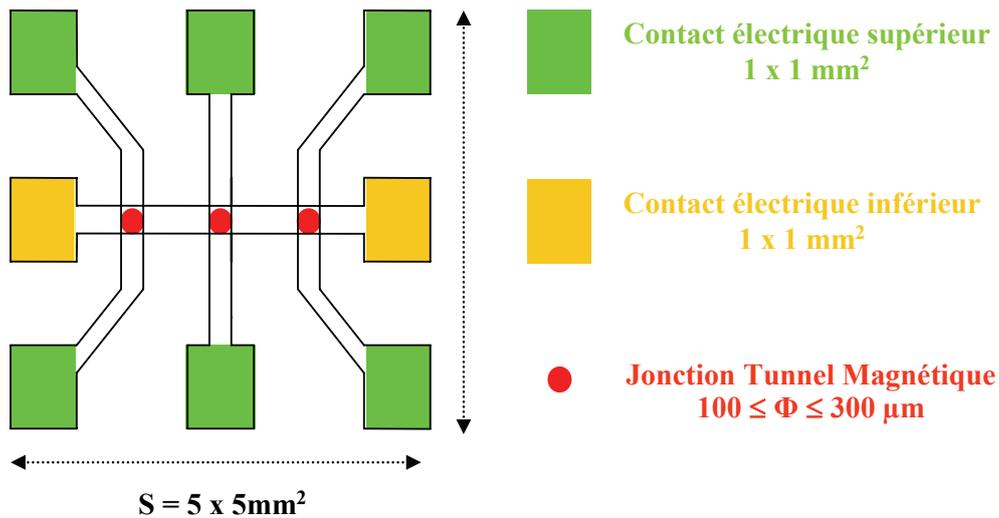


Figure 4.2 : Schéma du micro-dispositif vu de dessus

Les masques de lithographie optique ont été dupliqués à partir des originaux prêtés par l'unité mixte CNRS/Thalès [Mont99]. Les motifs de $5 \times 5 \text{ mm}^2$ contiennent trois jonctions tunnel circulaires de 100 à 300 μm de diamètre. L'électrode inférieure a une largeur de 400 μm et les plots de contacts électriques sont des carrés de $1 \times 1 \text{ mm}^2$.

Dans un premier temps, on va présenter le procédé de gravure sèche utilisé lors des deux premières étapes. On insistera plus particulièrement sur les deux dispositifs qui permettent de contrôler la gravure lors de la première étape. Ensuite, on détaillera les différentes successions de lithographie optique qui conduisent à la structure de la figure 4.2.

2°) Le bâti de gravure sèche

Les deux premières étapes du procédé consistent à une structuration de l'empilement par une gravure des films minces. Pour graver les matériaux, on utilise un bâti expérimental d'érosion par faisceau d'ions sous ultravide, développé au laboratoire dans le département « Magnétisme, Micro et nano Structures » (fig. 4.3 et fig. 4.4).

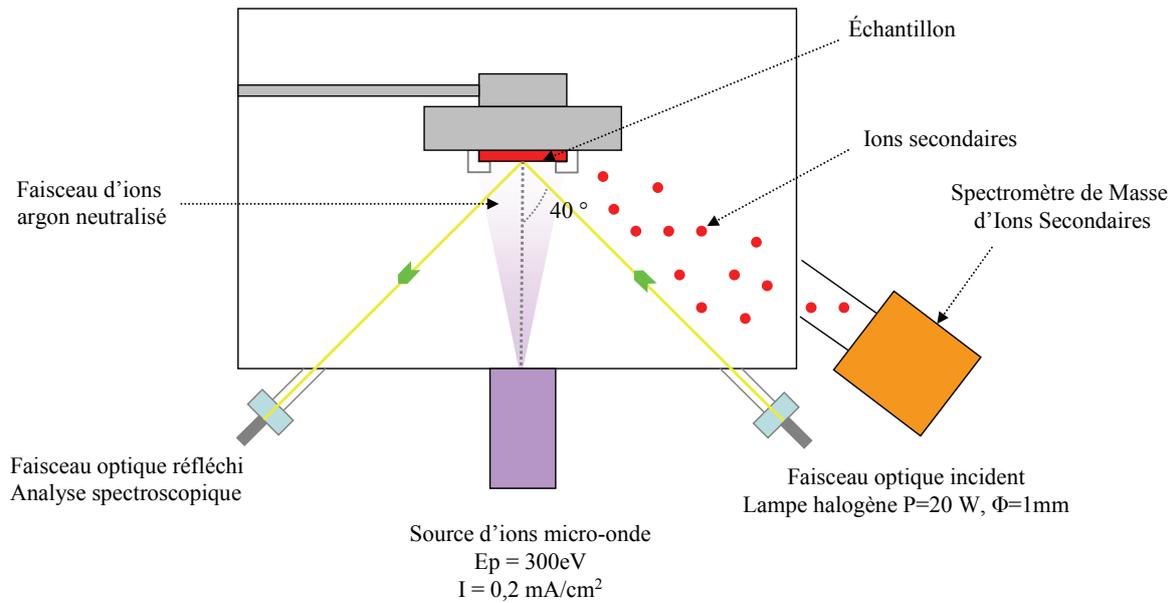


Figure 4.3 : Schéma de principe du bâti expérimental d'érosion ionique

Le faisceau d'ions argon est produit par une source micro-onde ECR identique à celle utilisée dans le bâti de dépôt (chap. III, II.1). Ce faisceau est neutralisé par les électrons émis par un pont plasma argon également mis au point au laboratoire. La neutralisation réduit la répulsion coulombienne, ce qui entraîne une diminution de la divergence du faisceau à basse énergie, et surtout, évite l'effet de charge des matériaux isolants lors de leur gravure.

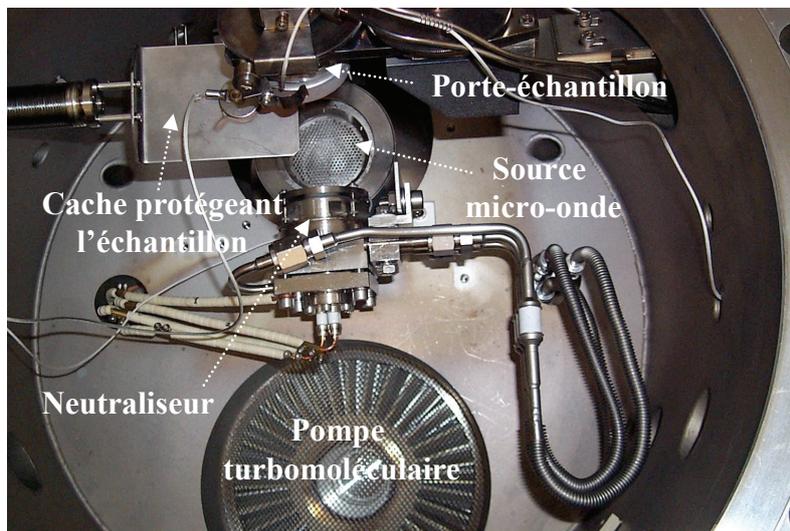


Figure 4.4 : Photographie de la partie interne du bâti de gravure sèche

La chambre de gravure est constamment sous ultravide ($P_{limite} \sim 10^{-9}$ mbar). L'intérêt d'un tel environnement est de pouvoir limiter les réactions chimiques à la surface des films lors de la gravure. Pour contrôler l'avancement du procédé, le bâti d'érosion est doté

exceptionnellement de deux détections de fin de gravure en temps réel (fig. 4.3) : un système de réflectivité optique et un spectromètre de masse d'ions secondaires (SIMS en anglais). Le procédé par faisceau d'ions permet l'utilisation du SIMS car la pression dans l'enceinte est suffisamment faible lors de la gravure (10^{-4} mbar).

a°) La réflectivité optique des films minces

On rappelle que la gravure ionique doit être contrôlée afin de pouvoir la stopper avec précision dans l'électrode inférieure de cobalt. Une des deux méthodes est la réflectivité optique spectroscopique. Celle-ci a déjà été utilisée pour contrôler la gravure de structures de type Pt/Co et Cu/Co avec un laser de longueur d'onde $\lambda = 679$ nm [Kham97].

Pour cette étude, on utilise une lampe halogène générant une lumière blanche. Le faisceau réfléchi est analysé par un spectromètre optique, ce qui permet de sélectionner la longueur d'onde présentant la fonction de contraste maximale. L'angle d'incidence est de 40° par rapport à la normale de l'échantillon.

Cependant la réflexion du faisceau optique impose un faisceau d'ions incident normale à la surface et ne permet pas la rotation de l'échantillon pendant la gravure. Ces deux conditions peuvent être un frein à l'amélioration de la qualité de la gravure. En effet, la rotation de l'échantillon permettrait d'homogénéiser la gravure. Quant à l'angle d'érosion, une inclinaison de celui-ci permettrait d'exposer les flancs des motifs gravés, limitant ainsi un phénomène de redépôt latéral. Ce point sera abordé par la suite.

On présente ci-dessous le principe de la réflectivité optique. Lors de la propagation, le champ électrique dans la direction z est la somme de deux vecteurs dans le plan xy tel que :

$$E = E_x x + E_y y \text{ avec } E_x(z, t) = R_e \left\{ E_{0x} e^{-i(\omega t - kz + \delta_x)} \right\} \text{ et } E_y(z, t) = R_e \left\{ E_{0y} e^{-i(\omega t - kz + \delta_y)} \right\} \quad (4.1)$$

- ω : Pulsation de l'onde
- k : Vecteur d'onde
- δ : Déphasage de l'onde

L'amplitude de l'onde électrique dans un milieu est tel que : $E.k = \frac{2\pi\tilde{n}}{\lambda}$ (4.2)

- λ : Longueur d'onde
- \tilde{n} : Indice optique de réfraction complexe

L'indice optique de réfraction complexe se définit par la relation suivante :

$$\tilde{n} = n + ik \quad (4.3)$$

- n : indice de réfraction
- k : indice d'absorption

Chaque matériau est caractérisé par des indices optiques qui définissent ses propriétés face à la lumière. Dans un premier temps, on considère la réflexion dans un milieu à deux indices (fig. 4.5).

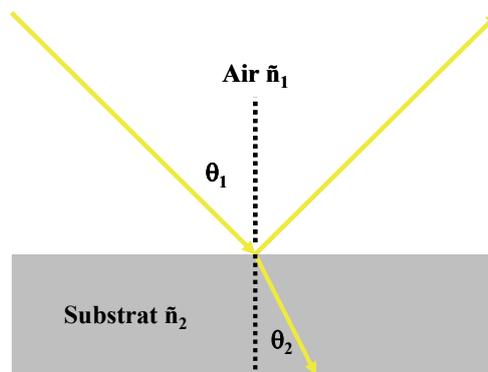


Figure 4.5 : réflexion d'un système à deux indices

Une partie du faisceau est réfléchi, l'autre est transmise. On peut calculer l'angle θ_2 par les lois de Snell-Descartes :

$$\tilde{n}_1 \sin \theta_1 = \tilde{n}_2 \sin \theta_2 \quad (4.4)$$

Suivant la polarisation s (orthogonal au plan d'incidence) ou p (parallèle au plan d'incidence) de la lumière, les coefficients de réflexion et de transmission s'écrivent alors :

$$r_s = \frac{\tilde{n}_1 \cos \theta_1 - \tilde{n}_2 \cos \theta_2}{\tilde{n}_1 \cos \theta_1 + \tilde{n}_2 \cos \theta_2} \quad \text{et} \quad t_s = \frac{2\tilde{n}_1 \cos \theta_1}{\tilde{n}_1 \cos \theta_1 + \tilde{n}_2 \cos \theta_2} \quad \text{pour une polarisation s} \quad (4.5)$$

$$r_p = \frac{\tilde{n}_2 \cos \theta_1 - \tilde{n}_1 \cos \theta_2}{\tilde{n}_2 \cos \theta_1 + \tilde{n}_1 \cos \theta_2} \quad \text{et} \quad t_p = \frac{2\tilde{n}_1 \cos \theta_1}{\tilde{n}_2 \cos \theta_1 + \tilde{n}_1 \cos \theta_2} \quad \text{pour une polarisation p} \quad (4.6)$$

Les coefficients de réflexion et de transmission sont sous forme complexe ; les modules de réflexion s'obtiennent en les multipliant par les conjugués respectifs.

Dans le cas d'un film mince déposé sur un substrat (fig. 4.6), la réflectivité mesurée est le produit de deux réflectivités.

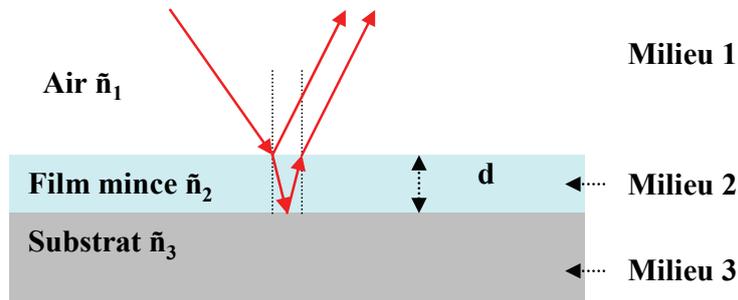


Figure 4.6 : réflexion d'un film mince déposé sur un substrat

Pour une longueur d'onde du faisceau optique telle que $d < \lambda$, on observe un phénomène d'interférence entre la réflexion sur la surface du film mince et la surface du substrat. En effet, en considérant la réflexion au premier ordre, on peut décomposer celle-ci en deux parties : une fraction du faisceau est réfléchi par la couche mince, l'autre partie étant réfléchi par le substrat. Le coefficient de réflexion s'écrit alors :

$$r_{123} = \frac{r_{12} + r_{23}e^{i\beta_2}}{1 + r_{12}r_{23}e^{i\beta_2}} \quad \text{avec} \quad \beta_2 = \frac{2\pi \cdot \tilde{n}_2 \cdot d \cdot \cos\theta_2}{\lambda} \quad (4.7)$$

- r_{12} : coefficient complexe de réflexion à l'interface 1/2
- r_{23} : coefficient complexe de réflexion à l'interface 2/3

D'après l'équation 4.7, le coefficient de réflexion d'un film mince sur un substrat, est fonction de son épaisseur d . Lors de l'érosion ionique, on doit donc observer une variation de la réflectivité optique en fonction de la diminution de l'épaisseur du film mince et par conséquent du temps de gravure. La transition d'un matériau à l'autre est visible sur les contrastes observés : si par exemple, on transite d'un matériau peu réfléchissant à un matériau très réfléchissant à longueur d'onde donnée, on observe alors une augmentation de l'intensité réfléchi.

Dans le cas d'un empilement de couches ultraminces, la réflectivité optique d'un tel système se calcule à l'aide d'une méthode récursive basée sur les matrices de transfert (annexe 5) [Jell93.]. En reprenant la relation 4.7, on considère que le coefficient de réflexion r_{12} est celui de la couche supérieure et r_{23} celui de l'ensemble des couches inférieures.

Cette technique sera pertinente si les matériaux présentent des coefficients de réflexion très différents afin d'observer des variations significatives de la réflectivité lors de la transition d'un film à l'autre. Par ailleurs, cette technique a une précision limitée car une couche mince devient transparente à partir d'une certaine épaisseur. Celle-ci a été estimée à 5nm [Kham97]. Il est donc difficile d'utiliser cette technique pour des films ultraminces. Pour cette raison, la réflectivité optique a été associée une détection des produits de gravure par spectromètre de masse.

b°) Le spectromètre de masse d'ions secondaires

Pour s'affranchir des limitations de la mesure optique, le bâti a été équipé récemment d'un autre système de fin de gravure basé sur la spectrométrie de masse des ions secondaires (Secondary Ion Mass Spectroscopy).

Son principe consiste à détecter les ions secondaires émis par la surface de l'échantillon lors de la pulvérisation. Le spectromètre a été développé par la société Hiden Analytical spécialement pour le suivi de la gravure sèche. Il est doté d'un pompage différentiel afin d'avoir un vide suffisant au niveau de la cellule de détection. La configuration géométrique rend le SIMS utilisable même si la gravure est effectuée sous incidence oblique avec un échantillon tournant.

Par rapport à la réflectivité optique, la transition d'un film à l'autre est plus facilement observable car tous les matériaux émettent des ions secondaires sous l'effet de la pulvérisation. Mais l'énergie des ions primaires étant relativement faible (300eV), le rendement d'ionisation est également très faible (chap. II, II.2.c). Cela nécessite donc une détection à très forte sensibilité.

Concernant la précision d'arrêt en fin de gravure, le constructeur indique une valeur de 1nm, confirmée expérimentalement [Rod04]. Le spectromètre de masse est donc plus précis que la mesure de la réflectivité optique. Mais ce dispositif ayant été installé à la fin de cette thèse, il n'a été utilisé que dans le cadre d'une étude comparative avec la réflectivité optique.

3°) Utilisation des deux détections de fin de gravure

Cette première étape est donc la plus critique. Elle consiste à graver la jonction circulaire, puis d'arrêter le procédé dans la couche inférieure de cobalt. Ensuite, on définit l'électrode inférieure dans celle-ci jusqu'à atteindre le substrat de silicium.

a°) Simulation de la réflectivité optique pendant la gravure

Un logiciel (WinElli v.4.08) développé par la société Sopra permet de simuler l'évolution de la réflectivité d'un empilement de couches minces en fonction de l'épaisseur des films. Les longueurs d'onde étudiées correspondent à celles présentes dans la source optique. Elles sont comprises entre 500 et 900 nm. L'angle d'incidence est fixé à 40° afin de correspondre à la configuration expérimentale. On a effectué la simulation pour les deux polarisations s et p. Le permalloy a été remplacé par une couche de nickel, car le logiciel ne dispose pas des indices optiques pour cet alliage. Les résultats des simulations optiques sont présentés par les figures 4.7a et 4.7b.

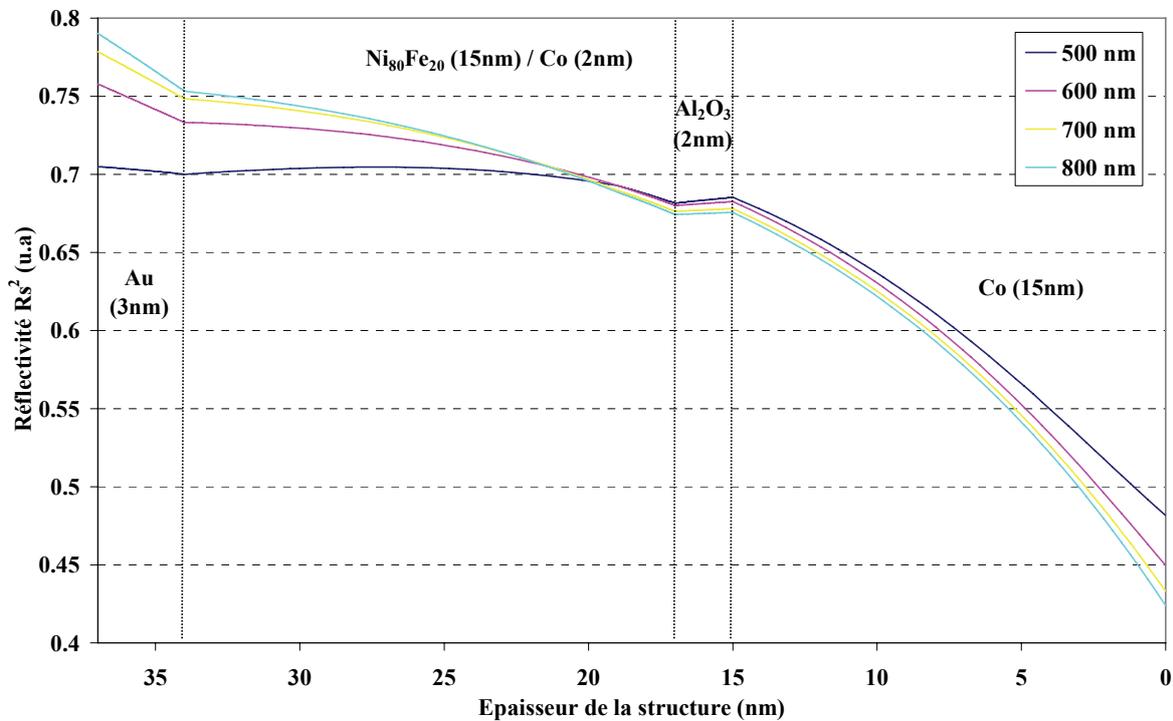


Figure 4.7a : Simulation de la réflectivité en fonction de l'épaisseur de la structure pour une polarisation s

tel-00011764, version 1 - 6 Mar 2006

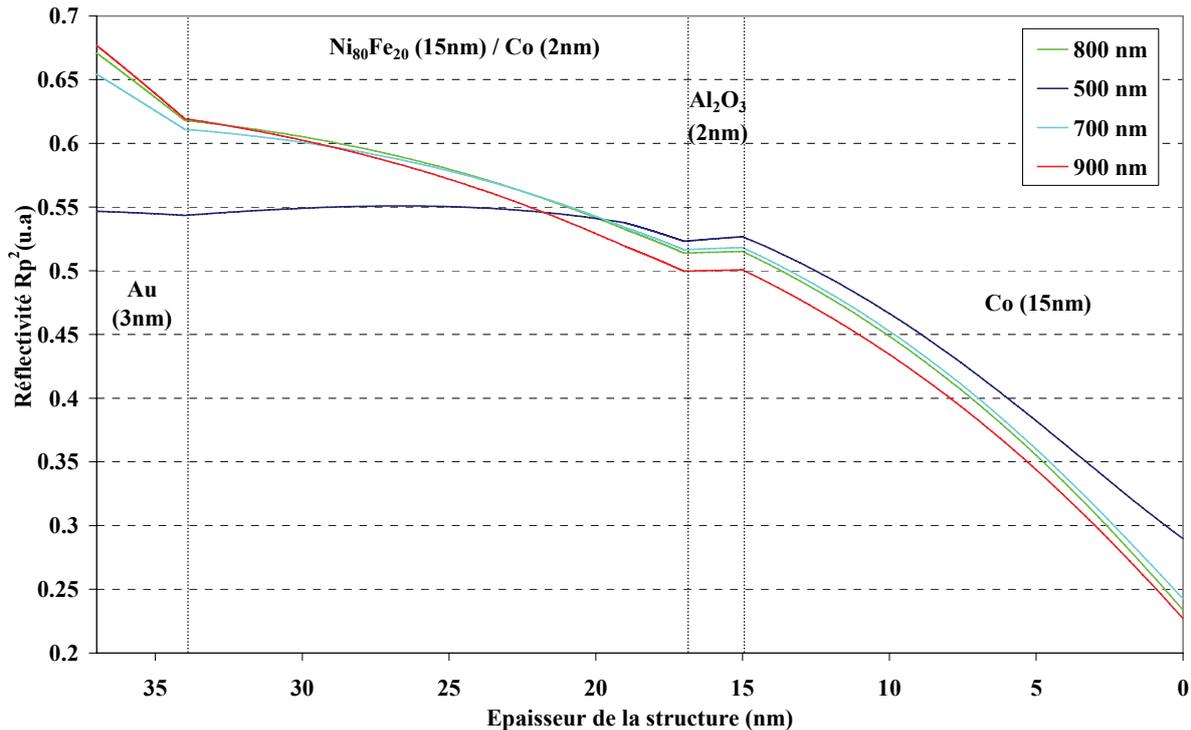


Figure 4.7b : Simulation de la réflectivité en fonction de l'épaisseur de la structure pour une polarisation p

On observe une décroissance de la réflectivité pour la majorité des longueurs d'onde lors de la gravure simulée des films supérieurs : Au, Ni et Co. Ce résultat n'est pas surprenant car le coefficient de réflexion est une fonction de l'épaisseur (éq. 4.7). On note toutefois une longueur d'onde de 500 nm, peu intéressante dans cette même gamme d'épaisseur. La décroissance est peu marquée, ce qui peut être attribué à un phénomène d'absorption.

Un premier plateau est atteint lors du passage dans la barrière d'alumine : celle-ci étant transparente dans le visible, la réflectivité mesurée est constante et correspond au système Co(15nm)/Si. La seconde décroissance commence lors de l'érosion de l'électrode inférieure de cobalt. Pour réussir la première étape du procédé, on doit donc arrêter la gravure à ce moment précis. Le contraste maximal se situe dans les longueurs d'onde λ comprises entre 600 et 900 nm, ce qui correspond à l'intervalle de réflectivité maximale pour les métaux en général.

Les simulations de réflectivité optique effectuées à l'aide du logiciel WinElli montrent qu'il est possible d'observer la transition optique entre la barrière isolante et l'électrode inférieure de cobalt.

b°) Mesure de la réflectivité optique pendant la gravure ionique

Les paramètres principaux de gravure sont un faisceau d'ions d'argon avec une énergie primaire de 300 eV et une densité de courant d'ions de $I = 0,2 \text{ mA/cm}^2$ avant neutralisation. L'énergie des ions primaires est volontairement faible, afin d'être dans des conditions superficielles de gravure. La figure 4.8 présente l'évolution expérimentale de la réflectivité lors de l'érosion :

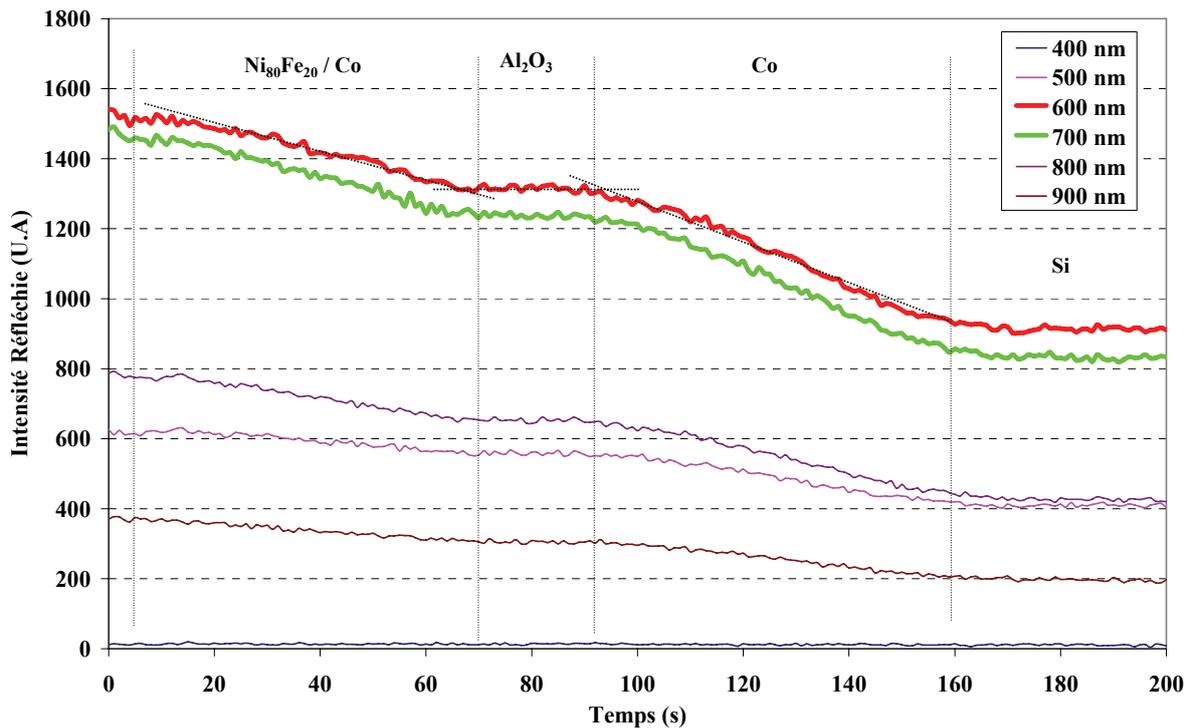


Figure 4.8 : Profil réel de la réflectivité mesuré pendant la gravure ionique

L'évolution de la réflectivité a été considérée pour l'ensemble des longueurs d'onde du visible. Les courbes obtenues sont interprétables grâce aux simulations effectuées à l'aide de WinElli. Les courbes simulées montrent l'évolution de la réflectivité en fonction de l'épaisseur de la multicouche et l'acquisition expérimentale en fonction du temps. Les deux sont reliés par la vitesse de gravure.

Pour les longueurs d'onde 400, 500 et 900 nm, l'intensité optique réfléchie est relativement faible. On suppose un phénomène d'absorption des fibres optiques, qui n'est pas pris en compte dans les simulations. Par contre, les profils optiques sont similaires dans la gamme $600 \text{ nm} \leq \lambda \leq 700 \text{ nm}$. Ces longueurs d'onde correspondent bien à l'intervalle de réflectivité maximale. L'utilisation d'un laser dans cette gamme pourrait être intéressante car

l'intensité lumineuse serait plus importante [Kham97]. La présence d'un plateau est observée, traduisant le passage dans la barrière isolante selon les simulations. Pour contrôler la profondeur de gravure, on a utilisé le spectromètre d'électrons Auger du bâti de dépôt. La figure 4.9 présente les spectres obtenus lors de l'arrêt dans le plateau optique :

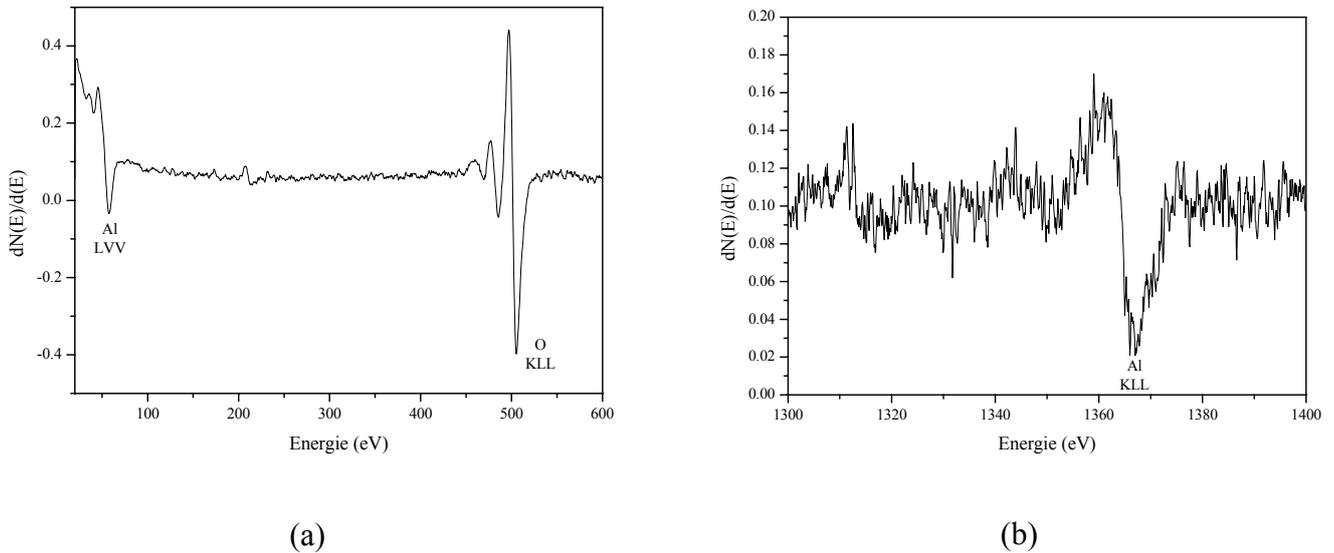


Figure 4.9 : Spectres Auger obtenus lors de l'arrêt de gravure dans le plateau optique ;
(a) spectre basse énergie ; (b) spectre à haute énergie

L'analyse des spectres Auger prouve que le plateau optique observé expérimentalement correspond à la barrière isolante d' Al_2O_3 . En effet, on détecte les pics de l'aluminium oxydé à basse énergie (55 eV – LVV) et à haute énergie (1367 eV – KLL). On observe également le pic d'oxygène (510 eV – KLL).

On étudie maintenant la seconde décroissance de la courbe de réflectivité, qui doit correspondre au cobalt. On précise que la gravure a été arrêtée une dizaine de secondes après le commencement de la deuxième décroissance, afin d'écartier toute présence d'alumine. La figure 4.10 présente le spectre Auger obtenu après arrêt de la gravure dans cette zone.

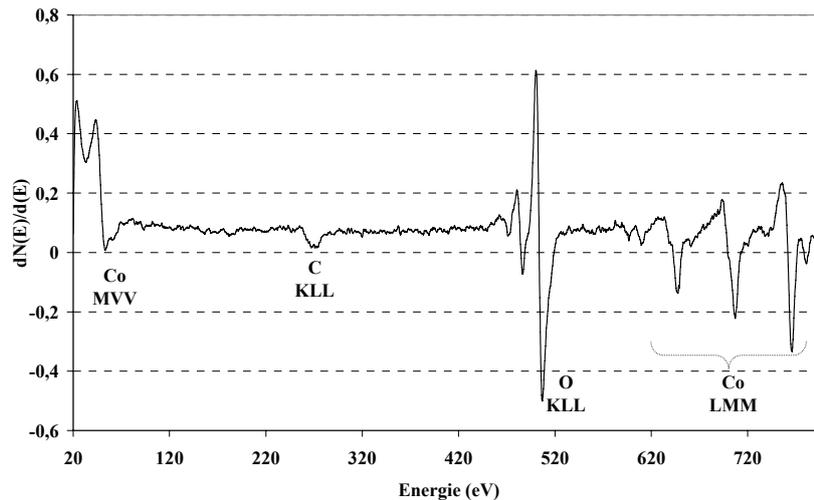


Figure 4.10 : Spectre Auger obtenu lors de l'arrêt de gravure dans la seconde décroissance de la réflectivité

Le spectre Auger obtenu indique les pics caractéristiques du cobalt à basse énergie (transition MVV) et à haute énergie (LMM). On constate également la présence d'un important pic oxygène et d'un pic de carbone dus à une exposition à l'air ambiant, lors du transfert de l'échantillon du bâti d'érosion au bâti de dépôt. L'absence de tout pic d'aluminium prouve que la barrière isolante a été complètement gravée.

Grâce à la courbe de réflectivité, on peut maintenant estimer les vitesses de gravure des différents matériaux. Sur des nombreux essais réalisés, le temps de gravure moyen de l'empilement complet est compris entre 160 s et 180 s environ (tab. 4.1). On observe donc une certaine disparité dans les temps de gravure. Cette disparité des temps pourrait provenir d'une inhomogénéité de la gravure ou d'une inhomogénéité des épaisseurs des films déposés. Cependant, il est difficile de dire si cette inhomogénéité est généralisée car la surface suivie par le faisceau optique est très faible (1 mm^2) par rapport à la surface gravée (121 mm^2).

Temps de gravure (s)	Co	Al ₂ O ₃	Ni ₈₀ Fe ₂₀
1 ^{er} essai	73	41	75
2 ^e essai	74	27	74
3 ^e essai	70	35	60
4 ^e essai	60	30	65

Tableau 4.1 : temps de gravure des différents matériaux

On rappelle que l'électrode ferromagnétique supérieure se compose de 15 nm de Ni₈₀Fe₂₀ et de 2 nm de Co. Puisqu'on ne peut les distinguer sur la courbe de réflectivité, on a assimilé le cobalt au permalloy. Cette approximation n'est pas gênante, car ces deux composés ont un rendement de pulvérisation très proche. On a calculé le temps moyen de gravure pour chaque partie de la courbe, en les attribuant à chacun des films minces. Les résultats sont présentés dans le tableau 4.2.

	E_{paisseur} (nm)	T_{moyen} gravure (s)	V_{gravure} (nm/min)	M (g/mol)	ρ (kg/m³)	Facteur K	Y (atome /ion)
Ni₈₀Fe₂₀	17	69	14,8	58,15	8.71.10 ³	83,1	1,8
Al₂O₃	2	34	3,5	102	3.10 ³	423,5	0,08
Co	15	69	13	58,92	8,9.10 ³	82,4	1,6

Tableau 4.2 : Vitesses de gravure et taux de pulvérisation des films minces

Les taux de pulvérisation ont pu être calculés grâce aux équations 2.11 et 2.12 du chapitre II, avec une densité de courant de 0,2 mA/cm². En reprenant la figure 2.20b de ce même chapitre, on peut déterminer le rendement de pulvérisation du nickel à 300 eV en suivant le modèle de Yamamura. On extrapole ce résultat au cobalt et au permalloy car leurs rendements de pulvérisation sont très proches. Les résultats sont résumés dans le tableau suivant.

	Rendement de pulvérisation Y (Yamamura, fig. 2.20b)	Rendement de pulvérisation Y déduit de l'expérience
Co	0,8	1,6
Ni₈₀Fe₂₀	0,8	1,8

Tableau 4.3 : Comparaison des rendements de pulvérisation à 300eV

Le rendement de pulvérisation que l'on a calculé est supérieur d'un facteur deux à celui de Yamamura. La raison pourrait être des énergies de cohésion et de surface bien moindre dans les films minces que dans les matériaux massifs. Mais une certaine incertitude demeure sur la densité de courant, car celle-ci est mesurée sur le cache qui protège l'échantillon. Une caractérisation du faisceau d'ions au niveau de l'échantillon permettrait de déterminer précisément la densité de courant et donc d'affiner ces résultats.

La réflectivité optique a été utilisée avec succès comme une détection de fin de gravure en temps réel. La longueur d'onde utilisée est au alentour de $\lambda = 650$ nm, car elle se situe dans la gamme de réflectivité maximale. Par ailleurs, on a également calculé le rendement de pulvérisation de chaque film mince.

On va maintenant coupler cette technique à la spectrométrie de masse des ions secondaires.

c°) La spectrométrie de masse des ions secondaires

Une expérience de pulvérisation d'un empilement complet a été réalisé, afin d'obtenir le profil des ions secondaires émis. La réflectivité optique a été utilisée parallèlement au SIMS, afin de tester la concordance des deux détections de fin de gravure.

Pour cette expérience, on a conservé une énergie des ions primaires égale à 300 eV. Par contre, la densité de courant est moins élevée car on a réduit la pression d'argon dans la source pour ne pas dépasser la valeur limite d'utilisation du SIMS (2.10^{-4} mbar). La densité de courant d'ions est donc égale à $I = 0,12$ mA/cm². La figure 4.11 montre les profils SIMS ainsi que la courbe de réflectivité optique obtenus en fonction du temps.

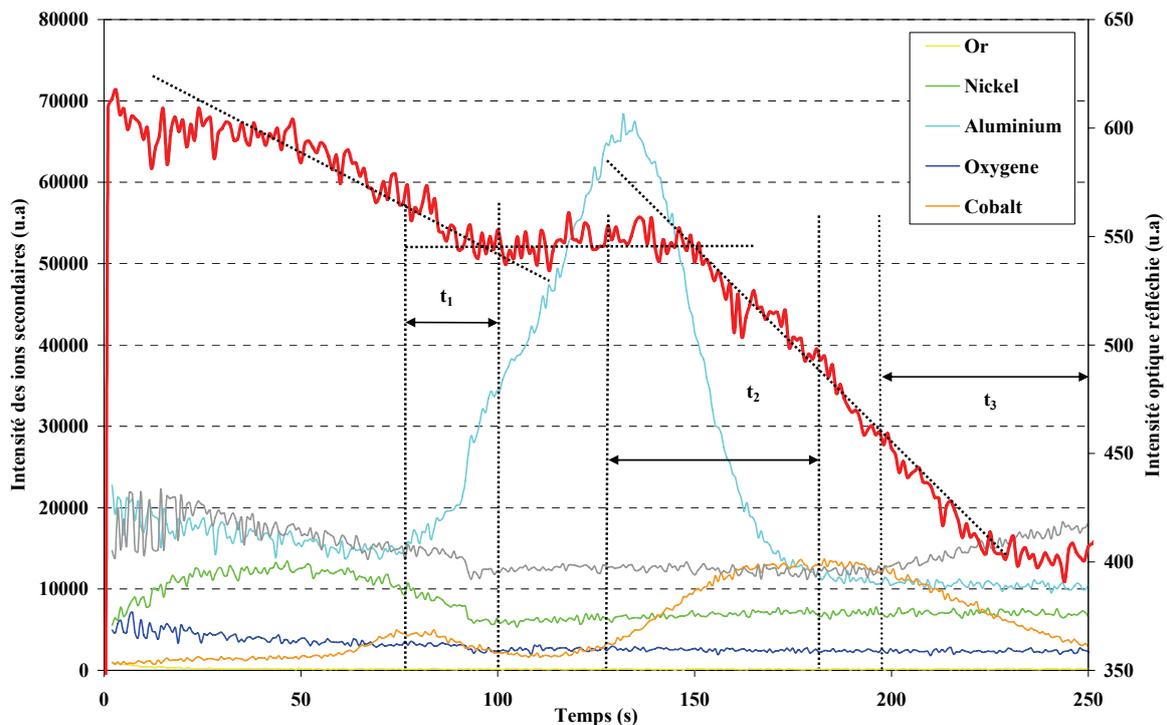


Figure 4.11 : Profil SIMS et profil optique obtenus lors de la gravure d'un empilement complet

Le profil SIMS obtenu permet d'observer les matériaux successivement pulvérisés en fonction du temps: Ni, Co, Al, Co, Si. On note une durée de gravure plus longue par rapport à la figure 4.7 du fait de la densité de courant plus faible. Les ions fer n'ont pas été considérés, car l'acquisition aurait été perturbée par ceux émis par le porte-échantillon en acier inoxydable. En effet, le faisceau pulvérise également le porte-échantillon car sa surface ($>2\text{cm}^2$) est supérieure à celle de la fenêtre de gravure ($1,2\text{ cm}^2$).

Suivant les matériaux pulvérisés, on observe des variations importantes de l'intensité des ions secondaires, mettant en évidence les mécanismes différents d'émission. On peut distinguer deux catégories : les métaux et l'oxyde d'aluminium. Ce dernier présente un rendement d'ionisation très élevé, à cause du mécanisme d'émission chimique (chap. II). Quant aux métaux, les ions secondaires proviennent d'une émission cinétique externe (chap. II). On constate expérimentalement que le rendement d'ionisation est alors beaucoup plus faible pour le nickel et le cobalt. Quant à l'or, il est quasiment indétectable.

Conformément aux simulations, les changements de pentes de la courbe de réflectivité concordent avec les matériaux pulvérisés (fig. 4.11). Ainsi, la première décroissance correspond à la gravure de l'électrode supérieure de $\text{Ni}_{180}\text{Fe}_{20}/\text{Co}$. Lorsque le plateau optique est atteint, on détecte une émission d'ions aluminium. Enfin, on détecte à nouveau une émission d'ions cobalt provenant de la gravure de l'électrode inférieure lors de la seconde décroissance du signal optique.

Mais on constate que le passage d'un film à l'autre ne coïncide pas rigoureusement avec les changements de pentes. Si on considère par exemple le passage de la barrière isolante à l'électrode inférieure, on voit que l'émission d'ions cobalt débute, alors que l'émission des ions aluminium est encore très importante. On observe le même phénomène à l'interface Co/Si. Ces observations ont été rapportées par une autre équipe [Rod04].

Dans l'absolu, le passage d'un matériau à l'autre n'est jamais immédiat du fait de la rugosité des films aux interfaces. Par ailleurs, cette même rugosité est modifiée par le faisceau d'ions et augmente avec le temps de gravure. On définit alors un temps de transition d'un matériau à l'autre par le temps écoulé entre le début de l'émission des ions du film2 et la fin d'émission des ions du film1 (fig. 4.12). Dans notre cas, t_1 est égal à 24 s à l'interface Co/ Al_2O_3 ; t_2 est égal à 50 s à l'interface $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Co}$ et t_3 est égal à 55 s à l'interface Co/Si (fig. 4.11). La transition entre le permalloy et le cobalt n'a pas été considérée à cause de l'extrême proximité des masses du cobalt et du nickel.

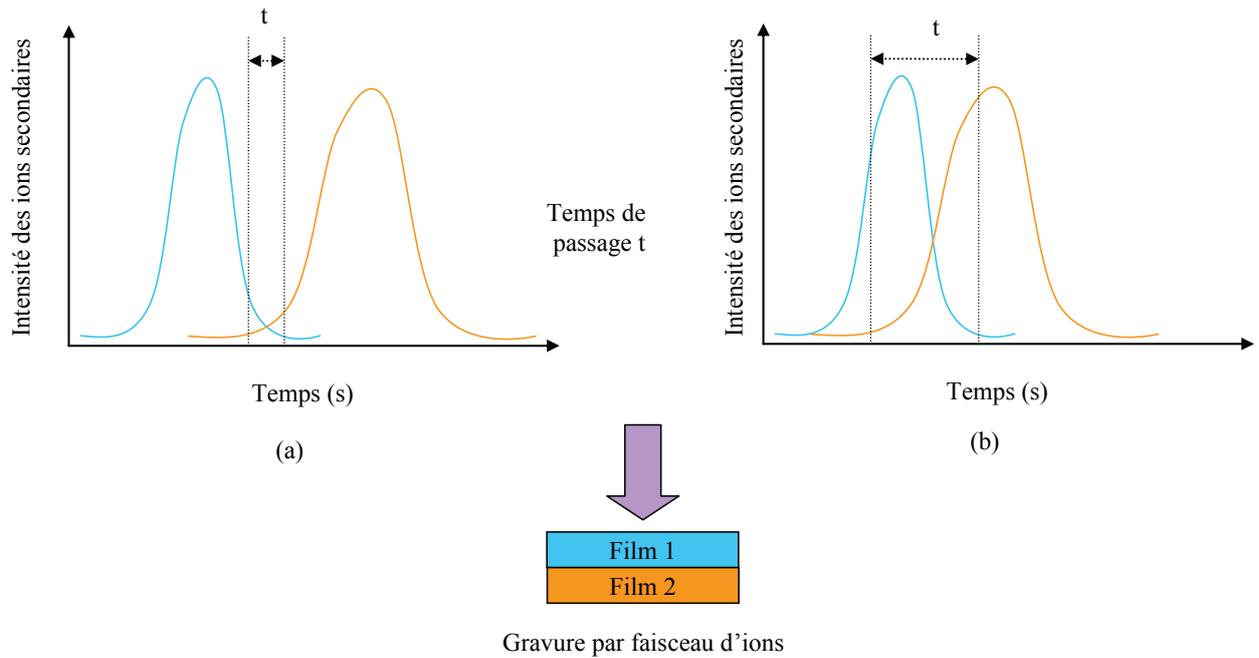


Figure 4.12 : Illustration du temps de passage d'un film à l'autre; (a) cas « idéal » ; (b) cas non idéal

On constate une augmentation du temps de transition à chaque interface, ce qui traduit une augmentation de la rugosité et donc une inhomogénéité de la gravure [Rod04]. Pour confirmer ce point, les surfaces érodées ont été analysées par AFM. Les images obtenues sont présentées dans la figure 4.13.

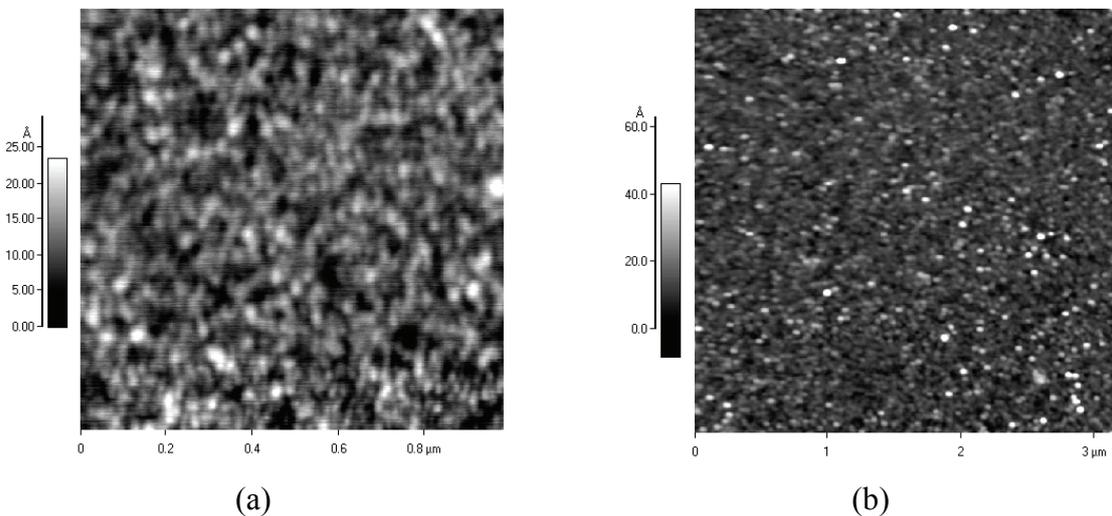


Figure 4.13 : Images AFM de la surface après érosion ionique; (a) barrière isolante d'alumine ; (b) électrode inférieure de cobalt

L'augmentation de la rugosité est une conséquence prévisible de la gravure par faisceau d'ions (Tab. 4.4). La rugosité RMS mesurée sur la barrière isolante d'alumine (fig.

4.13a) est de 0,3 nm après érosion. Celle mesurée sur l'électrode cobalt (fig. 4.13b) est de 0,5 nm. La hausse est relativement faible pour l'alumine, mais elle est beaucoup plus marquée pour le cobalt. Nous allons donner une explication de cette observation par la suite.

	Rugosité RMS Initiale (nm)	R _{max} initiale (nm)	Rugosité RMS après érosion (nm)	R _{max} après érosion (nm)
Al ₂ O ₃	0,2	0,6	0,3	2,3
Co	0,1	0,6	0,5	4

Tableau 4.4 : Evolution de la rugosité RMS après érosion ionique

Bien que la rugosité RMS reste inférieure à 1nm, l'amplitude maximale de la rugosité est égale à 2,3 nm dans la barrière d'alumine et augmente à 4 nm dans l'électrode inférieure de cobalt. L'évolution plus importante de la rugosité du film de cobalt provient de l'amplification de l'inhomogénéité de la gravure par la barrière isolante qui est un matériau beaucoup plus réfractaire. Cette inhomogénéité de la gravure pourrait être le résultat d'une hétérogénéité du film d'alumine. La figure 4.14 permet de visualiser les pics aux environs de 4nm sur la couche inférieure de cobalt après gravure.

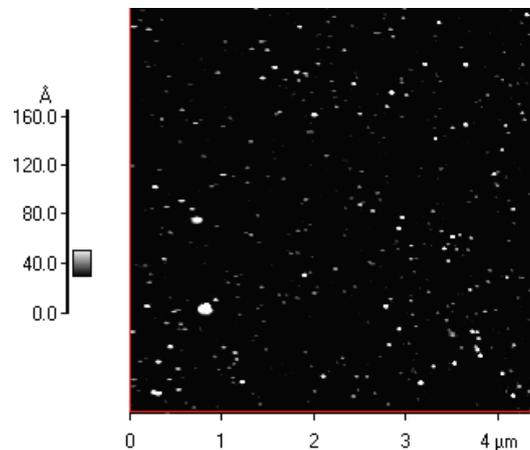


Figure 4.14 : Image AFM contrastée de la couche inférieure de cobalt

L'utilisation du SIMS a permis de mettre en évidence une gravure inhomogène de la surface, qui n'apparaît pas dans la détection par réflectivité optique spectroscopique. Les conditions actuelles de gravure permettent de s'arrêter dans le film inférieur de cobalt avec une précision de 4 nm d'après l'analyse par AFM. On retrouve un résultat comparable à celui de Khamsehpour [Kham97]. Compte tenu de l'épaisseur du film de cobalt (15 nm), cette

précision est suffisante. Mais pour des films de quelques nm, on peut craindre une sur-gravure.

L'utilisation exclusive du SIMS permettrait d'avoir un degré de liberté sur certains paramètres de la gravure. Une rotation de l'échantillon et une modification de l'angle d'incidence pourraient réduire les inhomogénéités de l'érosion ionique. Cela se traduirait alors par une réduction des temps de transition et une précision accrue de la détection de fin de gravure.

La réflectivité optique a montré de bons résultats, avec une précision d'arrêt de 4nm dans la couche inférieure de cobalt. Cette précision est inhérente à une gravure non homogène de la surface de l'échantillon mise en évidence par le SIMS.

On va maintenant aborder l'utilisation de la lithographie optique pour élaborer les masques de résine.

4°) La lithographie optique

La lithographie optique est un procédé assez répandu dans le domaine de la microélectronique. Il s'agit de définir des motifs en résine à la surface de l'échantillon. Une résine est un polymère très sensible au rayonnement UV. On peut diviser ce procédé en trois grande étape : l'enduction, l'insolation et le développement (fig. 4.15).

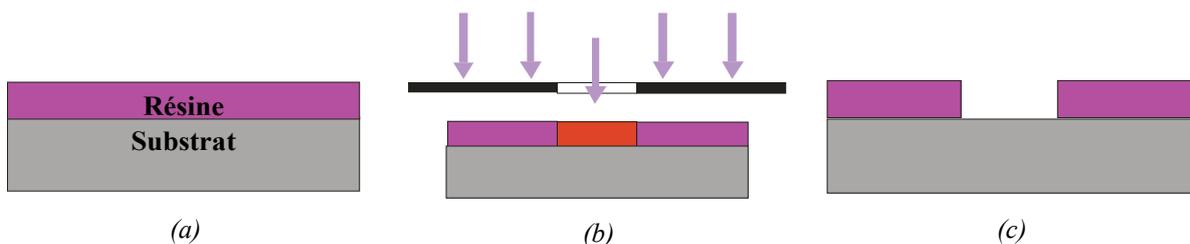


Figure 4.15 : les trois étapes de la lithographie optique ; (a) enduction ; (b) insolation ; (c) développement

Avant de procéder à l'enduction, la surface de l'échantillon est préalablement nettoyé à l'aide d'éthanol et séché avec de l'azote gazeux. On dépose l'échantillon sur une tournette et on enduit la surface de résine. La résine employée est la Shipley 1813 pour toutes les étapes de gravure. Les paramètres d'enduction (fig. 4.15a) permettent d'obtenir un masque de résine de 1,3 μm d'épaisseur (tab. 4.5). Celui-ci subit un premier recuit à 95°C pendant 90 s, afin

d'évaporer les solvants de la résine. Après refroidissement, le masque est prêt pour l'insolation.

L'insolation est effectuée à travers un masque en chrome sur un aligneur EVG avec une longueur d'onde de 365 nm (fig. 4.15b) (Tab. 4.5). La résine étant positive, seules les parties exposées au rayonnement UV sont sensibles au développeur.

Le développement s'effectue dans un mélange de Microposit 351 et d'eau désionisée (Tab. 4.5). Les motifs du masque sont normalement reproduits sur la surface de l'échantillon (fig. 4.15c). Après un recuit de durcissement, le masque de résine est prêt à subir la gravure. Par la suite, le masque est dissous dans de l'acétone. Les conditions d'élaboration du masque de résine S1813 sont résumées dans le tableau 4.5.

Enduction	Insolation à 365nm	Développement
Accélération : 5000rpm Rotation : 4000rpm (30 s) Recuit : 95°C (90 s)	Alignement Insolation : 43 mJ	Développement : 351/H ₂ O (1:4) (25 s) Rinçage: H ₂ O (60 s) Recuit final : 125°C (180 s)

Tableau 4.5 : Paramètres d'élaboration du masque de résine S1813

5°) Définition des jonctions circulaires

La première étape du procédé consiste donc à graver les jonctions circulaires à partir de l'empilement complet jusqu'à la couche inférieure de cobalt (fig. 4.16).

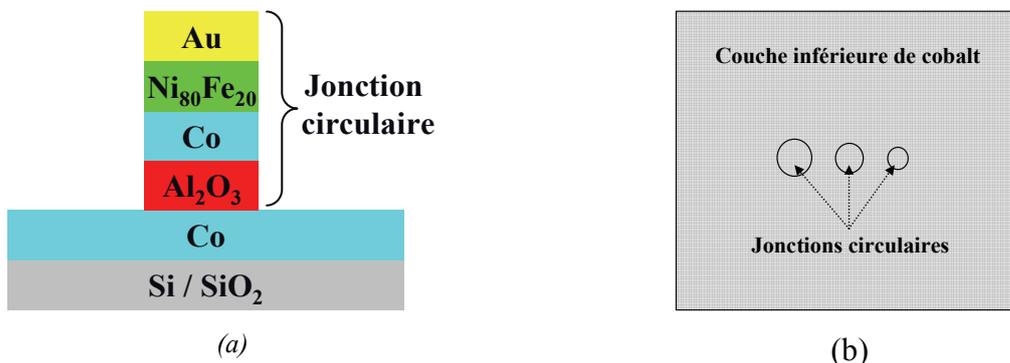


Figure 4.16 : Schéma de la première étape du procédé ; (a) vue latérale ; (b) vue supérieure

La figure 4.17 présente le masque de résine utilisé ainsi que les jonctions obtenues après gravure. On rappelle que la gravure utilise un faisceau d'ions argon neutralisé de 300 eV avec une incidence normale et une densité de courant de 0,2 mA/cm².

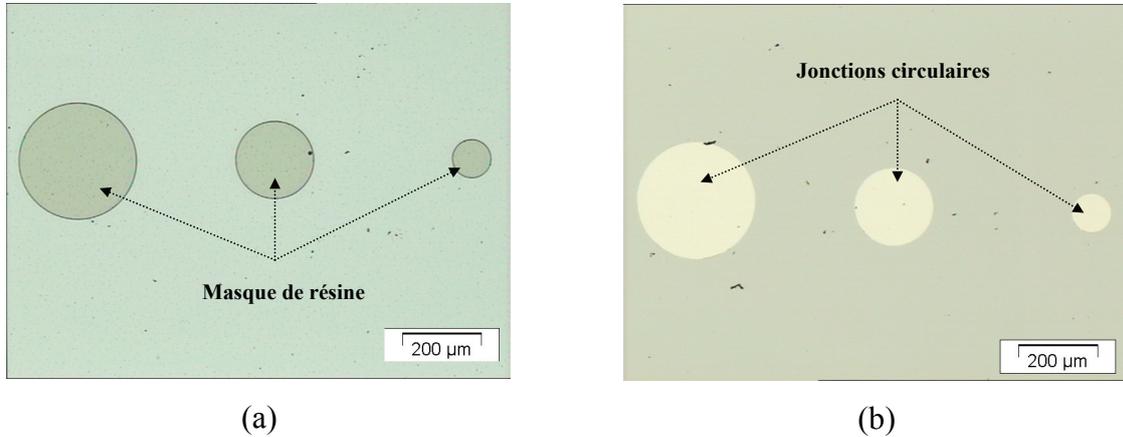


Figure 4.17: 1^{er} étape du procédé, définition des jonctions circulaires ($100 \leq \phi \leq 300 \mu\text{m}$) ; (a) masque de résine ; (b) jonctions obtenues après gravure et dissolution de la résine

Une difficulté apparaît s'il y a un redépôt latéral des atomes pulvérisés sur les flancs des jonctions [Lee79]. Ce redépôt est fréquent avec des masques de résine et se caractérise par la présence de collerettes sur les bords des motifs [Per05]. En effet, un masque de résine a généralement une épaisseur de l'ordre du micron. Cela produit un phénomène d'ombrage qui augmente avec l'épaisseur de gravure. Ainsi, dans un premier temps, les atomes pulvérisés se redéposent d'abord sur les flancs du masque. Puis ce redépôt se poursuit avec l'augmentation de l'épaisseur gravée, jusqu'à atteindre les flancs de la jonction (fig. 4.18). Un tel redépôt peut avoir de graves conséquences sur une jonction tunnel, car un dépôt métallique latéral provoque tout simplement un court-circuit [Kub99].

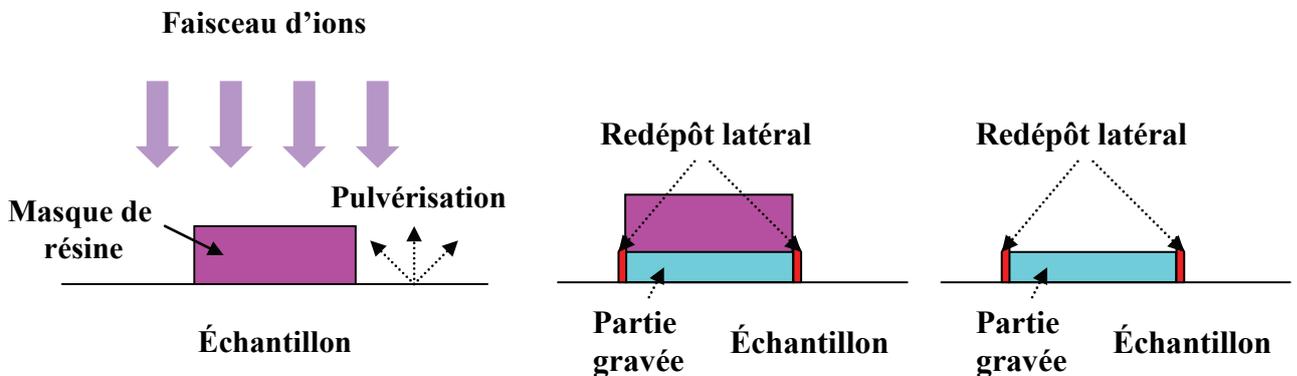


Figure 4.18 : Schéma du redépôt latéral pendant la gravure par faisceau d'ions

On a observé les flancs de gravure à l'aide du Microscope Electronique à Balayage. Les images sont présentées dans la figure 4.19.

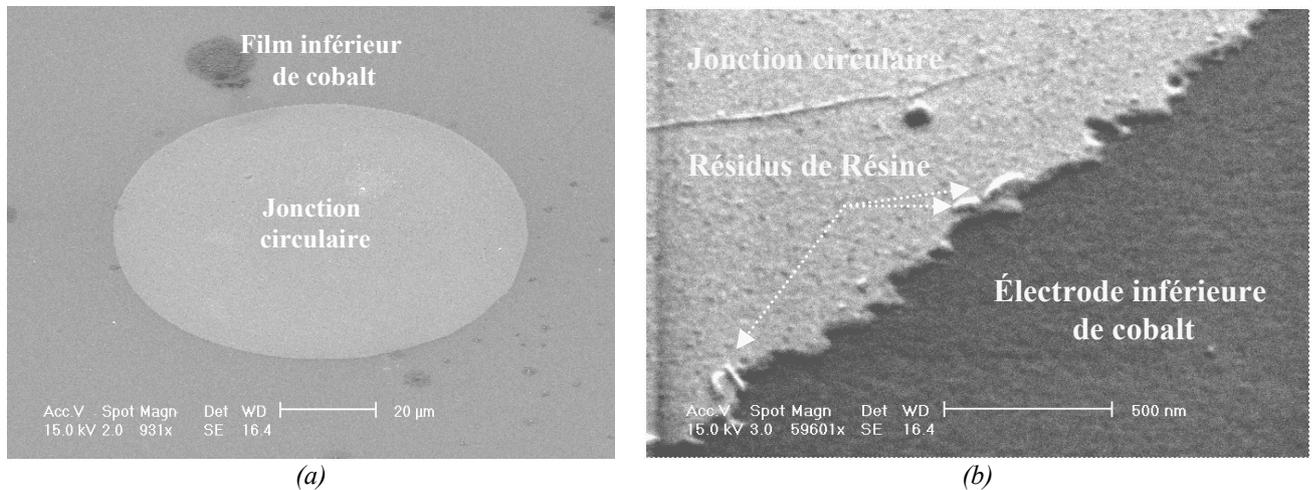


Figure 4.19 : Images MEB des flancs de gravure des jonctions circulaires ;
(a) image à grande échelle ; (b) zoom sur le flanc de gravure

Les contours des jonctions circulaires ont un aspect peu régulier à petite échelle, qui peut toujours être expliqué par l'absence de rotation de l'échantillon pendant la gravure. En ce qui concerne les flancs de gravure, les images MEB (fig. 4.19b) ne révèlent pas la présence d'un quelconque redépôt métallique comparées aux images de la figure 4.20. Celles-ci montrent la présence d'un redépôt métallique sur une jonction Fe/MgO/Fe, structurée à l'aide d'un masque de résine S1813 et gravée par un faisceau d'ions argon non neutralisé [Faure04]. L'épaisseur gravée dans ce cas (27 nm) est comparable à la notre (22 nm). Ce redépôt est clairement visible à une échelle de 2 μm, ce qui n'est pas le cas dans notre étude, même à une échelle de 500nm.

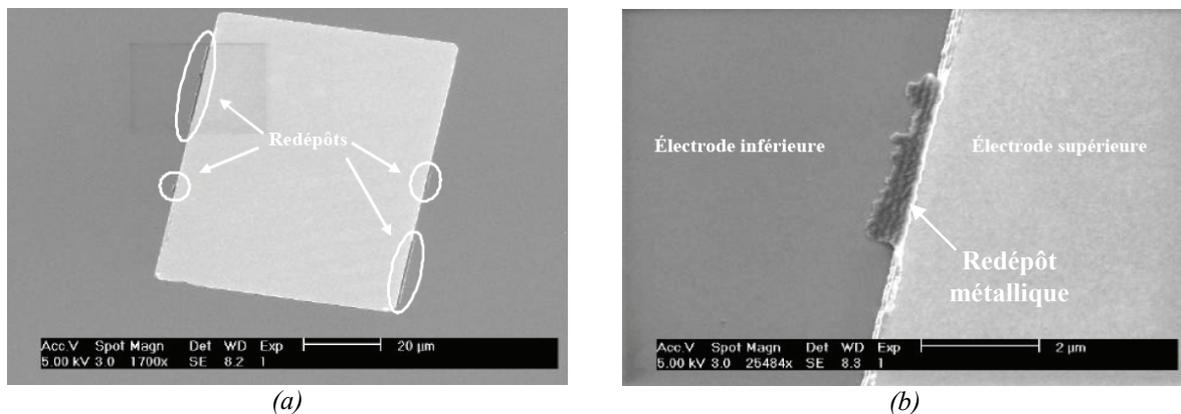


Figure 4.20: Image MEB d'une jonction Fe(20nm)/MgO(2nm)/Fe(5nm)/Co(10nm)/Pd(10nm) gravée jusqu'à l'électrode inférieure de fer ; (a) image à grande échelle ; (b) zoom sur le bord de la jonction [Faure04]

On note par contre la présence de résidus de résine S1813, carbonisés par le faisceau d'ions (fig. 4.19). La carbonisation de la résine est un problème connu avec ce procédé [Mont99] [Faure04] [Rod04]. On peut favoriser la dissolution de la résine par l'acétone grâce aux ultrasons, mais une utilisation trop longue endommagera la structure. C'est pour cette raison qu'on limite l'utilisation des ultrasons à une minute même si quelques jonctions ne sont pas totalement révélées. L'utilisation d'un faisceau d'ions à 200 eV pourrait réduire la réticulation de la résine lors de la gravure. Cette solution n'a pas encore été testée car le faisceau d'ions ne s'adapte pas correctement à cette énergie.

L'observation des flancs de gravure à l'aide du MEB n'a montré aucun signe de redépôt métallique à une échelle latérale de 500 nm. Néanmoins on note la présence de traces de résine carbonisées par le procédé de gravure sèche. Ce problème a été cité par d'autres équipes mais il n'empêche pas la mesure de la magnétorésistance tunnel.

6°) Structuration de l'électrode inférieure

La deuxième étape du procédé consiste à structurer l'électrode inférieure de cobalt à l'aide d'un masque de résine et d'une gravure sèche (fig. 4.21).

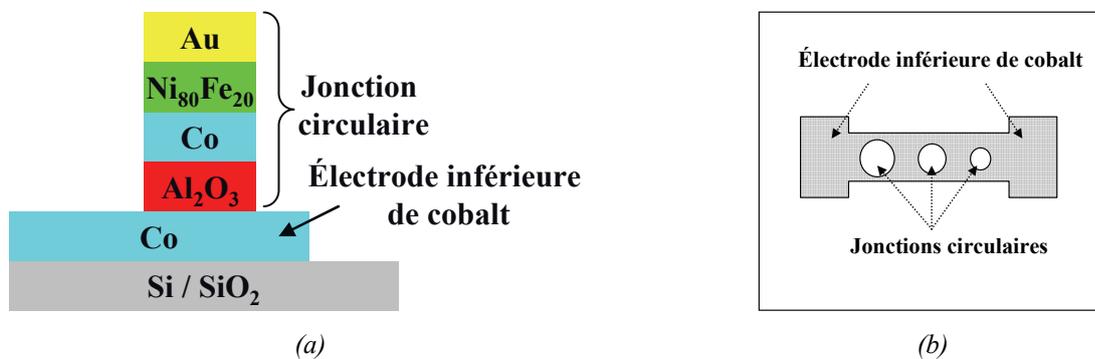
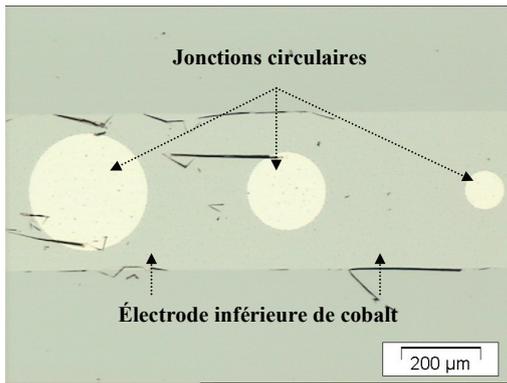
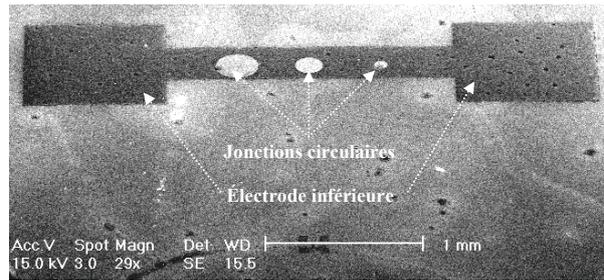


Figure 4.21 : Structuration de l'électrode inférieure de cobalt ; (a) vue latérale ; (b) vue aérienne

La structuration de l'électrode inférieure de cobalt s'effectue dans les mêmes conditions expérimentales de gravure (fig. 4.22). On note toujours la présence de résidus de résine, mais elle n'empêche pas la prise de contact électrique ultérieure.



(a)



(b)

Figure 4.22 : 2^e étape du procédé, structuration de l'électrode inférieure de cobalt
(a) image obtenue par microscope optique ; (b) image obtenue par MEB

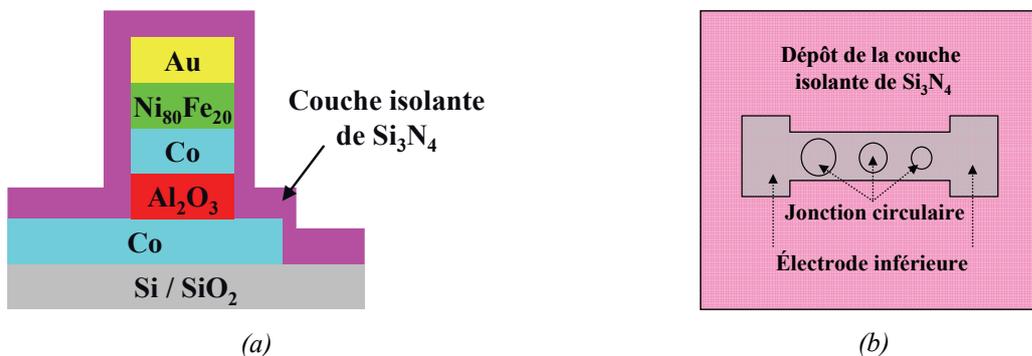
Les deux premières étapes du procédé de structuration reposent sur la gravure sèche avec un faisceau d'ions argon neutralisé. On n'a relevé aucun redépôt métallique sur les flancs des jonctions circulaires à l'échelle de l'observation.

7°) Isolation électrique des jonctions par le dépôt de Si_3N_4

La troisième étape du procédé technologique consiste à déposer une couche isolante de nitrure de silicium sur toute la surface de l'échantillon, puis de graver celle-ci pour permettre la prise de contact électrique.

a°) Le dépôt de Si_3N_4 par PECVD

Le dépôt de la couche isolante s'effectue par PECVD (Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition) (fig. 4.23) (annexe 6). On a préféré le nitrure de silicium à la silice afin de ne pas oxyder les électrodes métalliques.

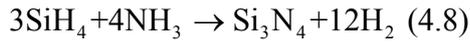


(a)

(b)

Figure 4.23 : Dépôt de la couche isolante de Si_3N_4 sur toute la surface de l'échantillon ;
(a) vue latérale ; (b) vue aérienne

La formation de nitrure de silicium s'effectue en introduisant du silane SiH_4 et de l'ammoniaque NH_3 dans le bâti de PECVD. Il se produit alors la réaction suivante :



Les conditions expérimentales de dépôt de la couche de Si_3N_4 dans le bâti de PECVD sont :

- Débit de SiH_4 (2% dilué dans N_2) : 1380 sccm
- Débit de NH_3 : 8,5 sccm
- Pression : $6,7 \cdot 10^{-1}$ mbar
- Puissance : 60 W
- Température : 150°C
- Temps de dépôt : 8 minutes

En utilisant ces conditions opératoires, l'épaisseur de Si_3N_4 déposée est de 200 nm, soit une vitesse de dépôt de $V_{\text{dépôt}} = 25$ nm/min. On fixe la température du substrat à 150°C afin de ne pas dégrader les propriétés de la barrière isolante d'alumine [Lin02]. Une fois la couche isolante déposée, on grave celle-ci par Gravure Ionique Réactive (GIR).

b° La Gravure Ionique Réactive (GIR)

L'ouverture de la couche isolante s'effectue par GIR à travers un masque de résine. Ainsi, les zones gravées donnent accès aux électrodes inférieures et supérieures, ce qui permet d'amorcer l'étape de dépôt des électrodes de contacts (fig. 4.24).

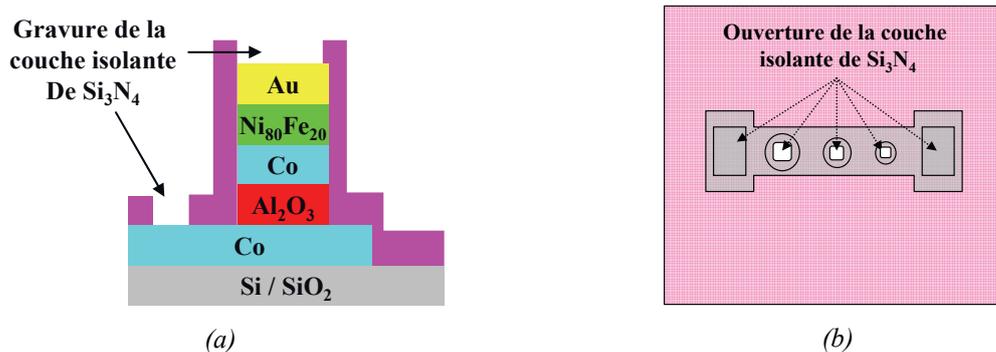
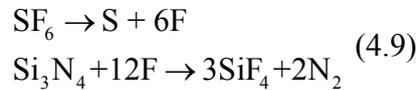


Figure 4.24 : Gravure de la couche isolante de Si_3N_4 par GIR ; (a) vue latérale ; (b) vue aérienne

Rappelons que le principe de la GIR est identique sur le fond à la PECVD : on génère un plasma qui va décomposer les molécules en ions et radicaux actifs qui vont réagir avec la surface de l'échantillon. Mais cette fois, l'effet de gravure est privilégié par rapport au dépôt.

Le plasma est produit par un mélange SF₆/O₂ dans lequel des radicaux fluor sont créés. Par la suite, ces radicaux vont réagir avec la surface de l'isolant pour former deux composés volatils selon les réactions suivantes: le tétrafluorosilane (SiF₄), et de l'azote (N₂).



L'adjonction d'oxygène permet une élimination du soufre par la formation de dioxyde de soufre (SO₂).

L'appareil utilisé est un bâti Plassys MG200. Les conditions opératoires ont été optimisées afin d'obtenir une vitesse de gravure du Si₃N₄ de 100nm/min avec les paramètres suivants:

- Débit de SF₆ : 30 sccm
- Débit d'O₂ : 10 sccm
- Pression : 8.10⁻³ mbar
- Puissance : 40 W
- Tension d'auto polarisation : 240 V
- Température : 20°C
- Temps de gravure : 2 minutes

La figure 4.25 présente la couche de Si₃N₄ après gravure par GIR. On voit ainsi les ouvertures qui donnent un accès aux jonctions circulaires.

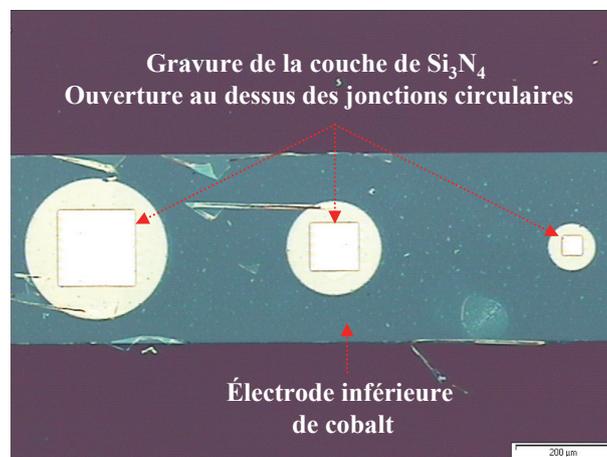


Figure 4.25: visualisation des ouvertures de la couche de Si₃N₄ par GIR après dissolution du masque de résine

On note que l'alignement de cette étape est critique car les ouvertures ne doivent pas déborder de la jonction. En effet, l'étape suivante peut conduire à un court-circuit par un dépôt latéral lors de la métallisation dans le cas d'un mauvais alignement des ouvertures.

8°) L'élaboration des électrodes de contact

La dernière étape consiste à assurer des contacts électriques par la métallisation des ouvertures présentes dans la couche de Si_3N_4 (fig. 4.26).

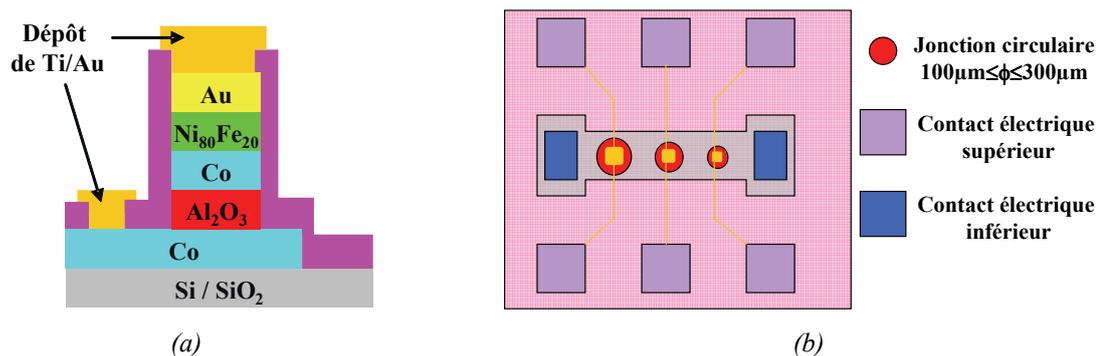


Figure 4.26: Métallisation des contacts électriques inférieurs et supérieurs ; (a) vue latérale ; (b) vue aérienne

Les couches métalliques déposées doivent avoir une épaisseur suffisante (>100 nm) pour supporter l'application des micro-pointes de mesure. On dépose une première couche de 20nm de titane, suivie d'une couche de 180nm d'or par évaporation. Ce choix permet une meilleure adhésion de l'or par la formation d'un alliage Ti/Au .

La métallisation des ouvertures s'effectue par lift-off à travers un masque de résine (fig. 4.27a et 4.27b). Après dissolution de celui-ci, il ne subsiste que les électrodes de contact (fig. 4.27c). La réussite de cette étape dépend du profil du masque de résine. On peut utiliser une seule résine pour élaborer ce masque comme la Clariant AZ5214 qui est disponible dans la Centrale de Technologie. Celle-ci adopte alors un profil en « casquette » (fig. 4.27a). Dans ce cas précis, l'utilisation de la AZ5214 est impossible car le masque en chrome, qui est utilisé au cours de l'insolation, n'est pas adapté à cette résine. On a donc développé un nouveau masque qui se compose de deux résines : la LOR5B et la S1813 (fig. 4.27b).

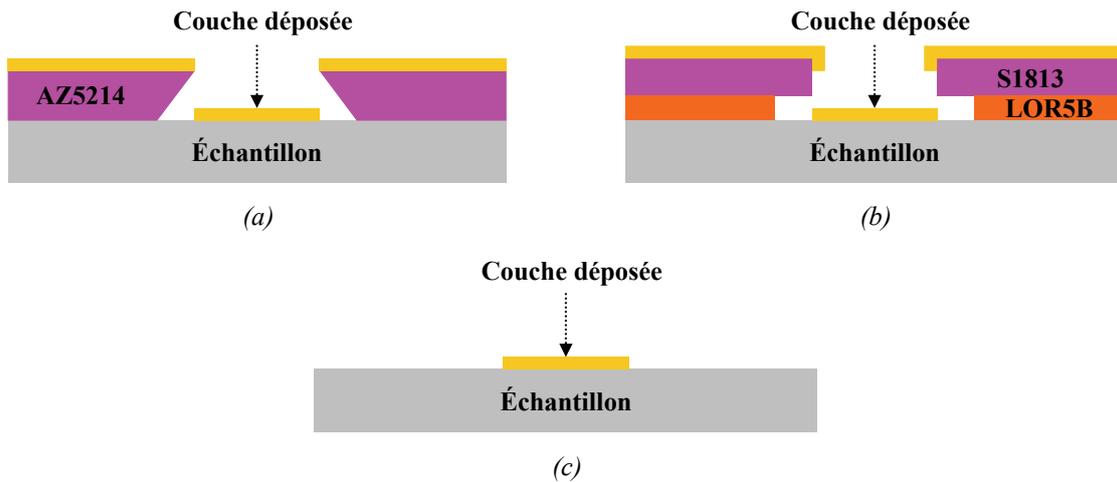
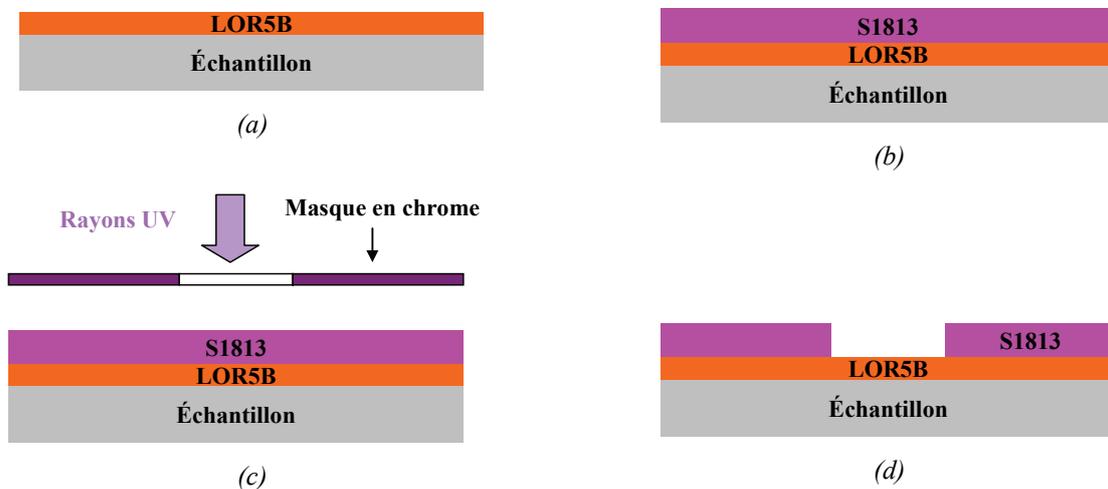


Figure 4.27 : Schéma du Lift off; (a) masque classique ; (b) masque composé de deux résines ; (c) résultat après dissolution du masque de résine

Elaboration du masque de lift-off

La figure 4.28 présente toutes les étapes qui permettent d'élaborer le masque utilisé dans la métallisation des contacts électriques :

- Une première couche de 0,5 μm de LOR5B est déposée puis recuite 170°C (fig. 4.28a). La température de recuit est importante car elle fixe la vitesse de développement (annexe 7).
- La seconde résine de S1813 est déposée par-dessus la LOR5B (fig. 4.28b). Après l'insolation (fig. 4.28c) puis le développement et le recuit de la résine S1813 selon des paramètres légèrement modifiés (tab. 4.6), il subsiste la résine inférieure de LOR5B (fig. 4.28d).
- La résine LOR5B est développée dans un mélange AZ400K/H₂O créant ainsi une discontinuité de 0,5 μm entre la S1813 et la LOR5B (fig. 4.28e et 4.29b).





(e)

Figure 4.28 : Elaboration du masque de lift-off ; (a) dépôt de la résine LOR5B ; (b) dépôt de la résine S1813 ; (c) insolation de la résine S1813 ; (d) développement de la résine S1813 ; (e) développement de la résine LOR5B ;

La figure 4.29a présente une photo du masque de résine obtenu. La figure 4.29b est un agrandissement de la discontinuité.

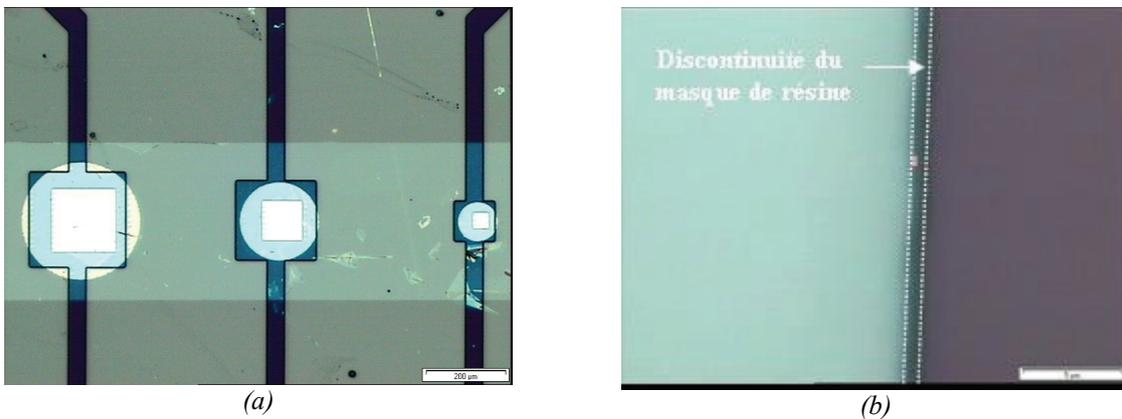


Figure 4.29 : Photo du masque de résine pour le lift-off ; (a) vue générale ; (b) zoom sur la discontinuité

Le masque se compose de 1,3 µm de S1813 et de 0,5 µm de LOR5B, soit une épaisseur totale de résine de 1,8 µm. Après le dépôt par évaporation de Ti(20nm)/Au(180nm), le masque de résine est dissous à l'aide d'un solvant spécifique : le « Remover PG ». En effet la résine LOR5B n'est pas compatible avec l'acétone. On obtient la structure présentée dans la figure 4.30.

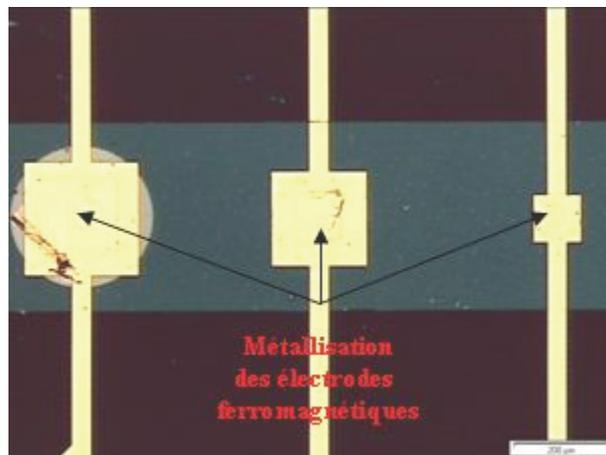


Figure 4.30 : Electrodes de contact en or

Les conditions d'élaboration du masque de lift-off sont résumées dans le tableau suivant.

LOR5B : 1^{er} étape		
Enduction		
Accélération : 2000rpm Rotation : 4000rpm (35 s) Recuit : 170°C (5 min)		
S1813 : 2^e étape		
Enduction	Insolation	Développement
Accélération : 5000 rpm Rotation : 4000 rpm (30s) Recuit : 115°C (120 s)	Alignement Insolation : 50 mJ	Développement : 351/H ₂ O (1:4) (25 s) Rinçage: H ₂ O (60 s) Recuit final : 125°C (180 s)
LOR5B : 3^e étape		
Développement		
AK400K/H ₂ O (1:4) (25 s) Rinçage final : H ₂ O (60 s)		
Lift-off		
Remover PG 70°C		

Tableau 4.6 : Conditions d'élaboration du masque de lift-off

On va maintenant aborder les résultats des caractérisations électriques réalisées sur les micro-dispositifs obtenus.

III°) La caractérisation électrique des empilements $Co/Al_2O_3/Co/Ni_{80}Fe_{20}$

1°) La caractérisation électrique des micro-dispositifs

Comme on l'a déjà indiqué, les échantillons de base ont une surface de 15x15 mm². La surface de la fenêtre de gravure est de 11x11 mm². Ainsi, on peut élaborer deux à trois micro-dispositifs, soit six à neuf jonctions tunnel par échantillon. Les premières caractérisations électriques effectuées ont été des mesures tension/courant afin de s'assurer du transport de courant par un effet tunnel. On a utilisé un banc de mesure 4 pointes afin de s'affranchir de la résistance de contact. Voici en figure 4.31 les courbes obtenues sur les jonctions réalisées.

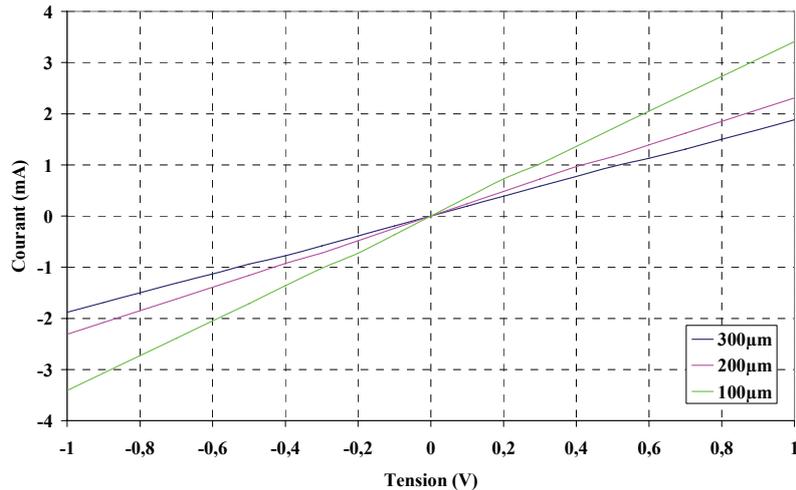


Figure 4.31: Courbes courant/tension pour les jonctions de 300, 200 et 100µm de diamètre

Les courbes obtenues montrent une évolution parfaitement linéaire de la relation courant/tension. On observe un courant ohmique avec des valeurs de résistances de 532, 431 et 293 Ω respectivement pour les jonctions de 300, 200 et 100 µm de diamètre. On observe des résultats similaires sur la quinzaine de jonctions réalisées.

Typiquement dans un système Co/Al₂O₃/Co/Ni₈₀Fe₂₀, l'évolution de la densité de courant en fonction de la tension appliquée peut se modéliser par l'expression de Simmons [Sim63], pour une barrière d'épaisseur d et de hauteur de barrière moyenne ϕ_0 à tension nulle:

$$j = \frac{e}{2\pi \cdot h \cdot d^2} \cdot \left[\left(\phi_0 - \frac{eV}{2} \right) e^{-A \left(\phi_0 - \frac{eV}{2} \right)^{1/2}} - \left(\phi_0 + \frac{eV}{2} \right) e^{-A \left(\phi_0 + \frac{eV}{2} \right)^{1/2}} \right] \text{ avec } A = \frac{4\pi d}{h} (2m)^{1/2} \quad (4.10)$$

Un transport par effet tunnel se caractérise par une évolution non linéaire du courant en fonction de la tension. Une relation ohmique indique donc un court-circuit des jonctions réalisées à priori à travers la barrière isolante. Les résultats du chapitre III favorisent cette conclusion. En effet, les observations par MET et les caractérisations magnétiques indiquent un défaut d'homogénéité dans certaines zones de la barrière isolante. Ainsi, la densité de défauts serait trop importante pour détecter un quelconque effet tunnel sur des jonctions de 100 µm à 300 µm de diamètres.

Cependant, le procédé de structuration pourrait également être la cause du court-circuit. En effet celui-ci est encore au stade expérimental et n'a été testé qu'avec nos empilements. Pour lever cette incertitude, des mesures ont été effectuées sur des empilements complets en utilisant la méthode CIPT.

2°) La mesure de la magnétorésistance tunnel par la méthode CIPT

a°) Le principe de la méthode

La méthode CIPT (Current-In-Plane Tunneling) repose sur la mesure de la résistance électrique à la surface de l'échantillon grâce à plusieurs micro-pointes. L'explication suivante est une approche très simplifiée de la méthode CIPT reprise de l'article de Worledge [Worl03].

On considère deux pointes de contact à la surface de l'échantillon, de longueur L , de largeur W et espacée d'une distance x . On note que $L \gg x \gg W$. Quant à l'échantillon, on l'assimile à quatre résistances : deux résistances horizontales qui sont respectivement l'électrode supérieure et inférieure et deux résistances verticales représentant la barrière isolante (fig. 4.32).

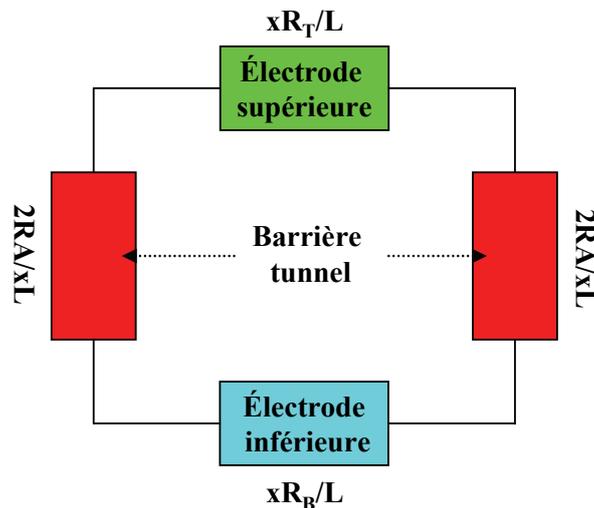


Figure 4.32 : Modélisation théorique de la jonction tunnel

La distance entre les deux pointes de contact est cruciale dans la méthode CIPT. En effet, si les pointes sont trop proches, le courant passe essentiellement par l'électrode supérieure car la résistance de la barrière tunnel est trop importante. La résistance mesurée est alors celle de l'électrode supérieure. De même si les pointes sont trop éloignées, la résistance de la barrière est négligeable et la résistance mesurée est une combinaison des résistances de l'électrode supérieure et inférieure.

Lorsque la distance entre les pointes est adéquate, une partie du courant passe à travers la barrière tunnel et sa résistance représente alors une fraction non négligeable de la résistance totale. On calcule alors la résistance en utilisant la relation suivante :

$$R = \frac{x}{L} \frac{R_T R_B}{R_T + R_B} \left(1 + 4 \frac{R_T}{R_B} \frac{1}{4 + x^2/\lambda^2} \right) \text{ avec } \lambda = \sqrt{RA/(R_T + R_B)} \quad (4.11)$$

- R_T : résistance carrée de l'électrode supérieure
- R_B : résistance carrée de l'électrode inférieure
- RA : produit $R \cdot A$ de la barrière isolante
- x : espacement entre les deux pointes de contact
- L : Longueur des deux pointes de contact

On calcule alors la magnétorésistance en utilisant la formule suivante :

$$MR_{cip} = 100 \cdot (R_{high} - R_{low}) / R_{low} \quad (4.11)$$

- R_{high} et R_{low} sont les valeurs extrêmes mesurées de la résistance électrique

La figure ci-dessous montre une comparaison entre les valeurs de magnétorésistance déterminées par la méthode CIPT et celles mesurées sur les mêmes couches structurées (fig. 4.33). Les valeurs obtenues par les deux méthodes sont comparables, ce qui rend cette mesure très fiable. Cependant, elle impose certaines limites sur le produit $R \cdot A$ de la jonction qui doit être compris entre $200 \Omega \cdot \mu m^2$ et $100 \text{ k}\Omega \cdot \mu m^2$.

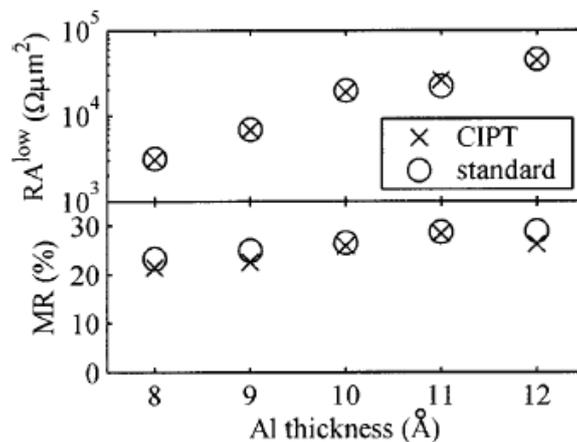


Figure 4.33 : Comparaison entre la magnétorésistance déterminée par la méthode CIPT et la magnétorésistance déterminée après structuration des couches, pour différentes épaisseurs de la barrière d'alumine [Worl03]

L'utilisation de la méthode CIPT est donc un moyen judicieux de caractériser l'empilement car elle ne requiert aucune structure particulière. Elle éprouve donc les propriétés des films minces.

b°) Caractérisation de l'empilement complet par la méthode CIPT

La mesure de la magnétorésistance par la méthode CIPT a été réalisée par la société Altis Semiconductor sur un banc de mesure industriel CAPRES. Pour ne pas dépasser le produit $R \cdot A$ limite, l'épaisseur de la barrière d'alumine a été fixée à 1 nm. L'espacement entre les pointes est compris entre 1,5 μm et 18,2 μm et l'intensité du courant utilisée pour cette mesure est égale à 0,2 mA. La figure 4.34 présente la variation de la résistance en fonction de l'espacement des pointes.

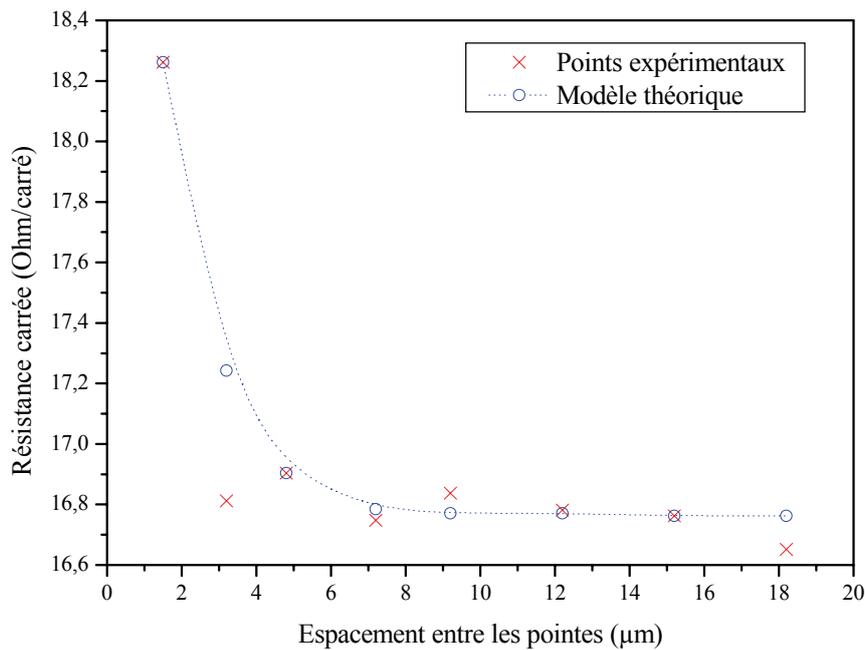


Figure 4.34 : Mesure de la résistance en fonction de l'espacement des pointes pour un empilement $\text{Si}/\text{SiO}_2/\text{Co}(15\text{nm})/\text{Al}_2\text{O}_3(1\text{nm})/\text{Co}(2\text{nm})/\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}(15\text{nm})/\text{Au}(5\text{nm})$

Les croix rouges sont les points expérimentaux et les points bleus correspondent à la modélisation théorique de la jonction. Le but est donc d'ajuster les valeurs de la magnétorésistance, de la résistance de la barrière et des résistances des électrodes pour s'approcher au plus près des points expérimentaux. Dans ce cas précis les valeurs retenues sont :

- R_T : 19,95 Ω /carré
- R_B : 104,96 Ω /carré
- $R \cdot A$: 316 $\Omega \cdot \mu\text{m}^2$
- MR : 7,5%

La mesure CIPT indique que la magnétorésistance de l'empilement a une valeur de 7,5% et un produit $R \cdot A$ de $316 \Omega \cdot \mu\text{m}^2$ pour une barrière de 1 nm d'alumine. Ce résultat est très encourageant car il démontre la présence de la magnétorésistance sur les empilements actuels.

Cependant les résultats peuvent être améliorés dans la mesure où une structure comparable a montré une MRT proche de 15% [Mood97]. Comme nous l'avons vu dans le chapitre I, un problème d'oxydation peut diminuer la magnétorésistance. Cependant, l'étude précédente a montré que cette éventualité pouvait être écartée [Mau03].

Cette différence pourrait donc s'expliquer par la présence de défauts dans la zone analysée soit $500 \mu\text{m}^2$. Ainsi ils ne seraient pas assez nombreux pour court-circuiter totalement la jonction, mais ils diminueraient tout de même la valeur de la MRT. A plus grande échelle, la magnétorésistance tunnel serait alors compromise ; ce qui pourrait expliquer l'absence d'un effet tunnel sur les jonctions lithographiées, dont la plus petite a une surface inférieure à $8000 \mu\text{m}^2$.

L'origine de ces défauts pourrait être un phénomène de diffusion du permalloy à travers le film d'alumine, provoqué par des atomes pulvérisés très énergétiques ($>100 \text{ eV}$). Actuellement le dépôt des films mince est réalisé avec un faisceau d'ions de 1 keV. Ainsi, en diminuant l'énergie des ions primaires, on peut s'attendre à une réduction de l'énergie des atomes pulvérisés.

3°) La distribution énergétique des atomes pulvérisés

Des simulations de pulvérisation par faisceau d'ions ont été effectuées pour estimer l'énergie des atomes pulvérisés et des ions réfléchis par la cible, en fonction de l'énergie des ions primaires. Les résultats des simulations permettront ainsi une optimisation de l'énergie des ions primaires afin de minimiser l'émission des particules très énergétiques.

a°) SRIM 2003

Pour estimer la distribution énergétique des atomes pulvérisés et des ions réfléchis, on a utilisé un logiciel de simulation : SRIM2003 : « Stopping and Range of Ions in the Matter » [Zieg04]. On a choisit ce programme car il est facilement accessible sur le web, ce qui n'est pas le cas de TRIM.SP par exemple [Bier84]. Ce logiciel se compose de plusieurs modules qui peuvent calculer le parcours des ions dans la matière. Parmi ces modules, celui qui a été

utilisé est le module TRIM : « Transport of Ions in the Matter ». Il permet de considérer des cibles complexes : des alliages ou des cibles composées de 8 films différents. Il considère tous les phénomènes cinétiques liés à la perte d'énergie des ions : pulvérisation, ionisation, production de phonons. Il peut également déterminer les cascades de collisions qui ont lieu dans la cible, et indiquer ainsi les atomes qui atteignent la surface avec leur énergie respective. La méthode de calcul employée est basée sur un code de type Monté Carlo [Zieg85] et s'inspire des travaux de Biersack [Bier84].

Pour cette étude, on a configuré le module TRIM pour traiter de manière précise la pulvérisation d'une cible. Ce mode s'intitule « Surface Sputtering / Monolayer Collision steps » dans le logiciel. Par ailleurs, SRIM2003 permet également de paramétrer l'énergie de surface U_s , l'énergie de déplacement U_d , ainsi que l'énergie de liaison interne U_{int} des atomes de la cible. Ce dernier paramètre correspond à la perte d'énergie de l'atome quand celui-ci quitte sa position dans le matériau.

Concernant la précision de SRIM2003, une étude bibliographique a montré que celui-ci souffrait de quelques inexactitudes quant au calcul du rendement de pulvérisation (annexe8). Pour notre étude, on a estimé cet écart à 20% environ (annexe 8). Sachant la difficulté à simuler les phénomènes de pulvérisation surtout à basse énergie (<1keV), on accepte l'erreur de SRIM2003 dans cette gamme d'énergie.

b°) Estimation de la distribution énergétique des atomes pulvérisés de cobalt

La pulvérisation d'une cible de cobalt par un faisceau composé de 10000 ions argon a donc été simulée. L'énergie des ions primaires est comprise entre 300 eV et 1 keV et l'angle d'incidence est de 45°. Les paramètres énergétiques donnés par défaut pour le cobalt correspondent à $U_s = 4,43$ eV, $U_d = 25$ eV et $U_{int} = 3$ eV. Cette dernière valeur aurait une influence inférieure à 5% sur le rendement de pulvérisation [Witt03].

Une limitation de SRIM2003 est qu'il n'indique pas directement l'énergie des atomes pulvérisés, mais l'énergie des atomes de la cascade de collisions qui atteignent la surface. Ainsi tous ceux qui ont une énergie supérieure à U_s sont pulvérisés. On a donc soustrait la valeur d' U_s à l'énergie de tous les atomes de la cascade de collisions qui atteignent la surface. On effectue alors une première approximation car théoriquement l'énergie de surface est modifiée par l'impact ionique.

On a ainsi suivi la cascade de collisions dans la cible et on a visualisé tous les atomes qui atteignent la surface.

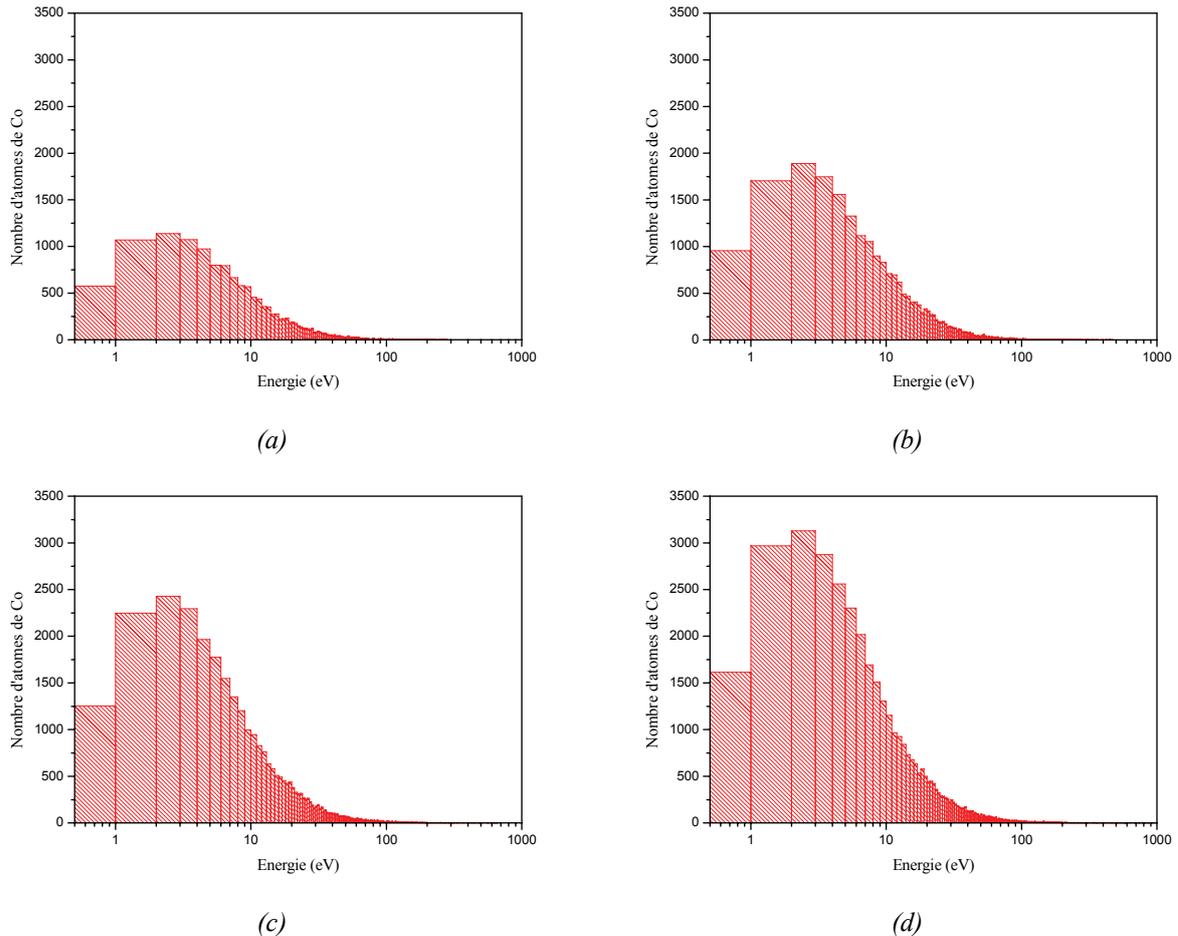


Figure 4.35: Simulation de l'énergie des atomes pulvérisés de cobalt pour différentes énergies primaires ; (a) 300 eV; (b) 500 eV; (c) 700 eV; (d) 1 keV

La figure 4.35 représente le nombre d'atomes de cobalt pulvérisés en fonction de leur énergie. Conformément au résultat de Sigmund, le maximum de la distribution énergétique des atomes pulvérisés est compris dans l'intervalle $U_s/2$ et U_s .

Un peu plus de 95% des atomes pulvérisés se concentrent entre 0 et 100 eV pour toutes les énergies d'ions incidents considérées. Le seul élément changeant est bien sûr le taux de pulvérisation qui augmente avec l'énergie des ions primaires argon (tab. 4.7). On a divisé les atomes pulvérisés en deux groupes : les atomes ayant une basse énergie (0 – 100 eV) et les atomes de haute énergie (100 eV – max) qui représentent un peu moins de 5% des pulvérisés d'après les simulations. On a choisi cette valeur de 100 eV car elle est suffisamment élevée pour observer une pulvérisation de la surface.

E_{incident} (eV)	Nombre d'ions incidents	Y (atome/ion)	Energie moyenne (eV)	Energie moyenne (≤ 100 eV)	Energie moyenne (>100 eV)	E_{max} des pulvérisés (eV)
300	10000	1,49	19,3	14,3	165	280
500	10000	2,36	21,3	14	208	470
700	10000	3,09	23,2	14,3	225	660
1000	10000	3,95	25,3	14,3	270	950

Tableau 4.7: Energie moyenne des atomes pulvérisés

L'énergie moyenne des atomes pulvérisés entre 0 et 100 eV est égale à 14 eV pour toutes les énergies primaires, soit quasiment $4U_s$. L'énergie moyenne a été calculée avec la relation suivante :

$$E_{\text{moyenne}} = \frac{\sum n_i \cdot E_i}{n_{\text{total}}}$$

- n_i est le nombre d'atomes pulvérisés à une énergie E_i (eV)
- n_{total} est le nombre total d'atomes pulvérisés dans l'intervalle considéré

On s'intéresse maintenant aux atomes pulvérisés situés dans la queue de distribution (100 eV-max). L'énergie moyenne dans cet intervalle chute de près de 100 eV lorsque l'énergie des ions primaires décroît de 1 keV à 300 eV (tab. 4.7). En effet, cette diminution est directement corrélée à l'énergie maximale atteinte par les atomes pulvérisés qui baisse également (tab. 4.7).

Aucune simulation n'a été faite avec le permalloy, car il est délicat d'estimer les énergies de liaisons au sein d'un alliage. Mais on peut extrapoler les résultats des simulations de pulvérisation du cobalt au permalloy, car son taux de pulvérisation est très proche de celui du cobalt. On a vérifié expérimentalement cette hypothèse en comparant les épaisseurs de Co et de $\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ mesurées à la balance à quartz en fonction de l'énergie (fig. 4.36). On a travaillé avec un courant constant de 150 μA et une dose de 200 mC d'ions argon.

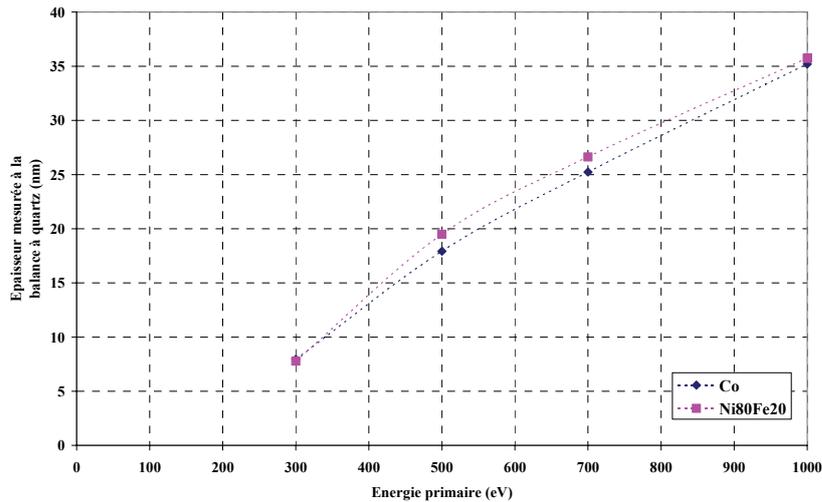


Figure 4.36: épaisseur mesurée des matériaux ferromagnétiques en fonction de l'énergie primaire

La figure 4.36 confirme bien cette hypothèse car les épaisseurs mesurées sont comparables pour les deux matériaux (Co, Ni₈₀Fe₂₀), quelque soit l'énergie des ions primaires.

Les simulations montrent que l'essentiel des atomes pulvérisés ont une énergie de 14 eV en moyenne quelque soit l'énergie des ions primaires. Elles montrent également que la réduction de l'énergie des ions primaires permet une diminution notable de l'énergie moyenne des atomes pulvérisés de la queue de distribution, allant jusqu'à 100 eV. Ainsi en travaillant à une énergie inférieure à 1 keV, on devrait réduire le risque de diffusion à travers la barrière isolante.

Il serait donc intéressant de diminuer l'énergie primaire actuelle d'un facteur deux dans un premier temps en travaillant avec un faisceau d'ions à 500 eV. On conserverait ainsi des vitesses de dépôt raisonnables.

c°) Les ions argon réfléchis

Jusqu'à maintenant, on a considéré l'effet éventuel des atomes pulvérisés. Mais une fraction des ions réfléchis par la cible peut atteindre la surface de l'échantillon et la pulvériser si l'énergie des ions est suffisante. On a introduit dans le chapitre II, la réflexion des ions argon par la cible. Puis on a défini les deux coefficients de réflexion R_N et R_E qui caractérisent respectivement la réflexion quantitative et énergétique.

Le logiciel SRIM 2003 permet de quantifier les ions qui sont réfléchis par la surface ainsi que leur énergie. On a donc considéré les ions argon réfléchis par la cible de cobalt dans les mêmes conditions que précédemment, pour deux énergies incidentes : 500 eV et 1 keV.

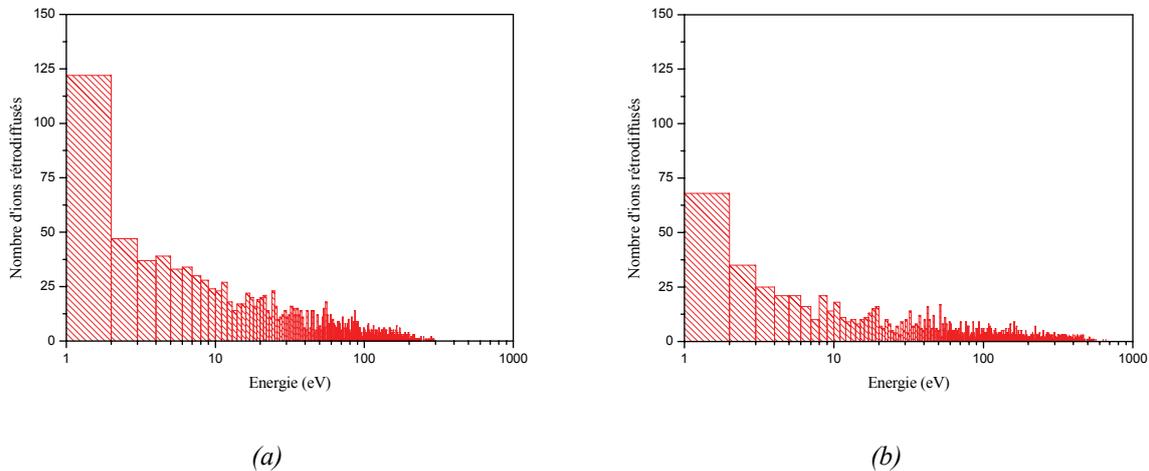


Figure 4.37 : Simulation des profils énergétique des ions Ar^+ réfléchis en fonction de l'énergie incidente;
 • 500eV; (b) 1keV

La figure 4.37 présente la distribution énergétique des ions réfléchis par la cible de cobalt pour les deux énergies incidentes considérées 500 et 1 keV. Pour ces deux énergies, les énergies maximales atteintes par les ions réfléchis sont respectivement 300 eV et 660 eV. Le tableau 4.8 indique les deux coefficients de réflexion R_N et R_E présentés dans le chapitre II. Ces deux coefficients dépendent de l'énergie réduite (équation 2.4). Donc en baissant l'énergie primaire, les deux coefficients de réflexion doivent théoriquement augmenter car la pénétration de l'ion dans la cible diminue. Cette hypothèse se vérifie pour le coefficient R_N mais pas pour le coefficient R_E . Nous allons donner une explication par la suite.

$E_{prim.}$ (eV)	Nombre d'ions incidents	R_N	R_E	% ions réfléchis $E > 100$ eV
500	10000	0,17	0,12	20
1000	10000	0,15	0,13	45

Tableau 4.8 : coefficients de réflexion des ions incidents calculés à partir des données de SRIM2003 pour les deux énergies primaires

Si on sépare la gamme d'énergie des ions réfléchis en deux intervalles identiques à ceux considérés pour les atomes pulvérisés, on note que la partie à basse énergie (0 – 100 eV) constitue 80% des ions réfléchis pour 500 eV. Cette fraction descend à 55% lorsque l'énergie

primaire est égale à 1 keV. La fraction à haute énergie étant plus importante à 1 keV, le coefficient R_E est donc légèrement plus élevé.

Ainsi avec l'énergie primaire actuelle, 45% des ions réfléchis ont une énergie supérieure à 100 eV. Ces ions très énergétiques peuvent pulvériser les films déposés s'ils atteignent la cible, ce qui est préjudiciable à la barrière isolante.

La position actuelle de l'échantillon dans la chambre de dépôt préserve celui-ci dans le cas d'une réflexion purement spéculaire (fig. 4.38a). Mais la pulvérisation continue de la cible modifie sa rugosité rendant la réflexion plus diffuse (fig. 4.38b).

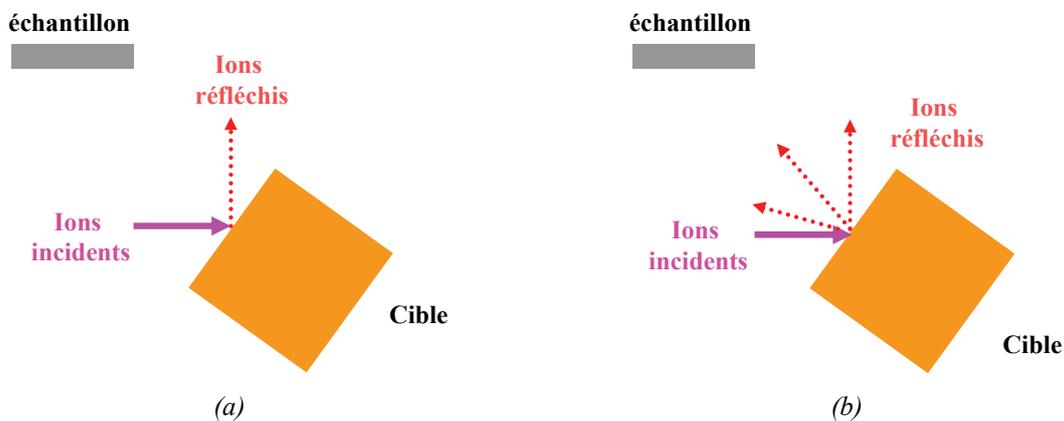


Figure 4.38 : Réflexion des ions incidents ; (a) réflexion spéculaire ; (b) réflexion diffuse

Une partie des ions réfléchis peut donc atteindre l'échantillon. Il n'est pas aisé de déterminer l'intensité du flux d'ions réfléchis à laquelle l'échantillon est exposé. Mais d'un point de vue purement quantitatif, il est intéressant de réduire l'énergie des ions primaires à 500 eV car seul 20% des ions réfléchis ont alors une énergie suffisante pour pulvériser les films déposés.

d°) Bilan des simulations de pulvérisation

Le tableau suivant résume les données des simulations effectuées à 1keV et à 500eV.

E_{prim} (eV)	Nombre d'ions incidents	Y	E_{moyenne} <100 eV (eV)	% atomes pulvérisés $E > 100$ eV	E_{moyenne} >100eV (eV)	R_N	R_E	% ions réfléchis $E > 100$ eV
500	10000	2,36	14	5	208	0,17	0,12	20
1000	10000	3,95	14,3	5	270	0,15	0,13	45

Tableau 4.9 : Résumé des résultats des simulations de pulvérisation pour 500eV et 1keV

Les résultats de simulations montrent que 95% des atomes pulvérisés ont une énergie inférieure ou égale à 100 eV. L'énergie moyenne des pulvérisés dans cette gamme est égale à 14 eV pour les énergies primaires considérées.

Les simulations indiquent également qu'un abaissement de l'énergie incidente de 1000 eV à 500 eV permet une réduction de l'énergie moyenne des atomes pulvérisés de près de 60 eV dans la queue de distribution. Le nombre d'ions réfléchis très énergétiques décroît également en travaillant à 500 eV. Il serait donc avantageux de tester cette énergie afin de réduire le risque de détériorer les couches déposées.

IV°) Conclusion

Ce chapitre a présenté le procédé technologique réalisé dans la CTU IEF-MINERVE, nécessaire à la structuration des empilements afin d'obtenir des micro-dispositifs de mesure. Les deux premières étapes de gravure sèche reposent sur un bâti de pulvérisation ionique expérimental. Le contrôle de la gravure a été assuré avec succès grâce à la réflectivité optique spectroscopique. L'utilisation du SIMS a permis de mettre en évidence une inhomogénéité de la gravure avec les conditions imposées par la réflectivité optique. Par la suite, l'étape de métallisation des contacts électriques a nécessité le développement d'un nouveau masque de résine.

Malheureusement, aucune des jonctions des micro-dispositifs n'a présentée de magnétorésistance tunnel. Cependant une incertitude demeure car le procédé de structuration a été uniquement testé sur nos échantillons.

Ainsi pour déterminer la magnétorésistance tunnel des empilements, des mesures CIPT ont été effectuées. Elles ont révélées une magnétorésistance de 7,5%. Ce résultat est très encourageant mais reste inférieure à ceux de la littérature. La réduction du nombre de défauts dans la barrière pourrait améliorer nos résultats actuels.

Une solution à ce problème pourrait être une modification de l'énergie des ions incidents de 1000 eV à 500 eV. En effet, les simulations indiquent une diminution significative de l'énergie des atomes pulvérisés dans la queue de distribution et du nombre d'ions réfléchis de haute énergie (>100 eV) en travaillant avec cette nouvelle énergie incidente. On devrait ainsi réduire le risque de dégradation de la barrière isolante d'alumine.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES DU CHAPITRE IV

- [Bier84] J.P. Biersack, W. Eckstein, *Appl. Phys. A*, 34, p.73, 1984.
- [Faure04] J. Faure-Vincent, thèse de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, 2004.
- [Gal97] W.J. Gallagher, S.S. Parkin, Y. Lu et al., *J. Appl. Phys.*, 81(8), p.3741, 1997.
- [Jell93] G.E. Jellison, *Characterization of Optical Materials* (G.J. Exarhos, ed.), Chap.II, p.27, Butterworth-Heinemann, Boston, 1993.
- [Kham97] B. Khamsehpour, C.D.W. Wilkinson, J.N. Chapman, *J. Vac. Sci. Technol. A*, 15(4), p.2069, 1997.
- [Kub99] H. Kubota, S. Otsuka, M. Kamijo, N. Tezuka, T. Myazaki, MRS 1999, spring meeting, symposium J.
- [Lee79] R.E. Lee, *J. Vac. Sci. Technol.*, 16(2), p.164, 1979.
- [Lin02] M.T. Lin, C.H. Ho, Y.D. Yao et al., *J. Appl. Phys.*, 91(10), p.7475, 2002.
- [Mau03] C. Maunoury, thèse de l'université Paris Sud, 2003.
- [Mont98] F. Montaigne, J. Nassar, A. Vaurès, F. Nguyen Vau Dau, F. Petroff, A. Schuhl, A. Fert, *Appl. Phys. Lett.*, 73(19), p.2829, 1998.
- [Mont99] F. Montaigne, thèse de l'université Paris VII, 1999.
- [Mood97] J.S. Moodera, E.F. Gallagher, K. Robinson, J. Nowak, *Appl. Phys. Lett.*, 70(22), p.3050, 1997.
- [Oep98] W. Oepts, H.J. Verhagen, W.J.M de Jonge, R. Coehoorn, *Appl. Phys. Lett.*, 73(16), p.2363, 1998.
- [Per05] A. Perentos, A. Mitchell, A. Holland, *Appl. Surf. Sci.*, 252, p.1006, 2005.
- [Rod04] G. Rodary, thèse de l'université Paris VII, 2004.
- [Sim63] J.G. Simmons, *J. Appl. Phys.*, 34, p.1793, 1963.
- [Witt03] K. Wittmaack, *Phys. Rev. B*, 68, n°235211, 2003.
- [Worl03] D.C. Worledge, L. Trouilloud, *Appl. Phys. Lett.*, 83(1), p.84, 2003.
- [Zieg04] J. F. Ziegler, *Nuc. Inst. Meth. Phys. Res. B*, 219-220, p.1027, 2004.

Conclusion Générale

Cette étude a apporté un bon nombre de réponses quant à la qualité des empilements élaborés actuellement par pulvérisation ionique sous ultravide. Ainsi, les films de cobalt et de permalloy possèdent une aimantation planaire pour les épaisseurs considérées. Les propriétés magnétiques obtenues sont comparables aux résultats de la littérature.

Concernant la barrière isolante, deux techniques ont été comparées : la pulvérisation réactive et l'oxydation post-dépôt par de l'oxygène moléculaire. La première technique permet d'obtenir des films stoechiométriques et peu rugueux. Quant à l'oxydation post-dépôt, elle ne répond à aucun de ces deux critères pour l'instant.

Pour compléter les analyses chimiques, la coupe transverse de la barrière d'alumine élaborée par pulvérisation réactive a été observée par Microscopie Electronique en Transmission. Les images ont confirmé son épaisseur de 2 nm et ont montré sa structure amorphe. Cependant, elles ont également révélé la présence de défauts (« pinholes ») dans certaines zones de la barrière.

Les mesures magnétiques effectuées sur quelques empilements ont d'abord indiqué le retournement distinct des deux électrodes ferromagnétiques. L'état antiparallèle des aimantations a donc pu être observé. Pourtant la majorité des cycles d'hystérésis obtenus indique un couplage ferromagnétique direct du fait d'une densité importante de défauts dans la barrière à grande échelle (6 mm²).

L'étape suivante a été la structuration de l'échantillon à des dimensions micrométriques afin de réduire la probabilité de présence des défauts et ainsi mesurer la magnétorésistance tunnel. Un procédé a donc été développé en salle blanche. Celui-ci repose sur 4 étapes de lithographie optique. Les deux premières étapes utilisent une gravure sèche par faisceau d'ions. Pour contrôler l'érosion, une détection de fin de gravure par réflectivité optique spectroscopique a été utilisée avec succès. De plus, un nouveau masque de lift-off a été développé lors de la dernière étape de métallisation des contacts.

Les mesures électriques réalisées sur les micro-dispositifs obtenus, indiquent un comportement purement ohmique sur des jonctions de 100 à 300 µm de diamètre. La barrière d'alumine réalisée par pulvérisation réactive présenterait donc une densité de défauts très

importante à l'échelle des jonctions réalisées. Par ailleurs, il est difficile d'écartier une éventuelle responsabilité du procédé de structuration dans ce résultat.

Ainsi pour tester uniquement les conditions actuelles d'élaboration des empilements, la magnétorésistance tunnel a été déterminée grâce à une mesure CIPT (Current In-Plane Tunneling) sur 20 μm . Elle a indiqué une magnétorésistance de 7,5% et un produit $R \cdot A$ de 316 $\Omega \cdot \mu\text{m}^2$, ce qui est très prometteur. Quelles sont maintenant les améliorations du procédé à mettre en œuvre ?

L'utilisation d'un faisceau d'ions argon incident moins énergétique devrait se traduire par un accroissement de cette première valeur de magnétorésistance tunnel. En effet, on suppose que les défauts sont engendrés par des atomes et des ions très énergétiques.

Pour quantifier ces particules, des simulations de pulvérisation ont été effectuées pour différentes énergies primaires (300 eV – 1 keV). Les simulations indiquent une diminution de l'énergie moyenne des atomes pulvérisés appartenant à la queue de distribution et un fléchissement du nombre d'ions réfléchis très énergétiques en diminuant l'énergie des ions incidents.

La modification de l'énergie des ions primaire nécessitera une nouvelle calibration des vitesses de dépôt. Mais cette solution peut facilement être mise en œuvre car elle ne demande aucune modification du dispositif expérimental.

Par la suite, l'oxydation post-dépôt d'un film d'aluminium pourrait être reprise pour élaborer la barrière isolante. En effet, ce procédé est la solution la plus performante d'après la littérature. Les premiers essais avec de l'oxygène moléculaire se sont révélés être décevants du fait d'une oxydation partielle de l'aluminium.

L'utilisation d'un plasma oxygène serait plus efficace grâce aux espèces très réactives produites comme les radicaux. Une solution pourrait donc être l'utilisation d'un jet de plasma issu d'une source d'ions pour oxyder le film d'aluminium. Cette technique a été présentée dans ce manuscrit et est utilisée actuellement à l'Institut de Micro et Nanotechnologies de Lisbonne (INESC). Cette source est disponible mais son installation et son utilisation optimale nécessitera un temps important, ce qui place cette option à plus long terme.

Cette étude pourrait également se tourner vers un autre isolant, en l'occurrence la magnésie (MgO). En effet, si l'alumine a été la barrière de référence dans les jonctions tunnel

magnétiques, les excellents résultats publiés récemment sur ce matériau laissent à penser qu'il sera de plus en plus utilisé au profit de l'alumine.

Enfin, parallèlement à l'élaboration de l'empilement, le procédé de structuration doit être amélioré. Dans l'étape de gravure, l'utilisation du SIMS permet de s'affranchir des conditions imposées par la réflectivité optique et autorise ainsi l'optimisation des conditions d'érosion. On envisage également de diminuer l'énergie des ions primaires, ce qui permettra de réduire la réticulation de la résine et d'améliorer encore l'état de surface après la gravure. Cela demandera un éventuel ajustement des conditions d'extraction du faisceau d'ions.

Perspective : la magnésie (MgO)

La barrière de MgO n'est pas un matériau inconnu et a déjà fait l'objet d'études comme barrière potentielle [Wulf01]. Par ailleurs, des études théoriques ont prédit qu'un système cristallin Fe(001)/MgO(001)/Fe(001) doit présenter des valeurs très importantes de magnétorésistance tunnel [Math01]. Cette forte magnétorésistance s'expliquerait par un effet tunnel cohérent qui va maintenant être présenté.

1°) L'effet tunnel cohérent

Les explications données ci-dessous permettent d'appréhender de manière simple l'effet tunnel cohérent. Elles sont reprises de la thèse de J. Faure-Vincent, qui a conduit une étude théorique et expérimentale du système épitaxié Fe/MgO/Fe [Faure04].

Dans un cristal parfait, les électrons sont soumis à un potentiel ayant la même symétrie que celui du cristal. Les électrons sont alors décrits par les ondes de Bloch, qui ont la même périodicité que le réseau cristallin. Par ailleurs, ce réseau cristallin ou réseau de Bravais se caractérise par toutes les opérations de symétrie qui le laissent invariant. Cet ensemble d'opérations constitue le groupe de symétrie ou groupe d'espace. L'état et l'énergie des électrons ayant la même « symétrie » que le cristal, sont déduits des représentations irréductibles du groupe d'espace.

Le fer possède des orbitales s, p et d dans sa structure de bande. On considère que le courant tunnel s'effectue dans la direction Δ , perpendiculaire au plan (001) du Fer. On note alors Δ_i la structure électronique le long de cet axe. En appliquant la théorie des groupes, on peut classer les états électroniques selon les propriétés de symétrie des orbitales occupées. Les représentations irréductibles notées Δ_i , caractérisent ces états électroniques. Les états de Bloch associés aux représentations irréductibles sont une combinaison linéaire d'électrons de caractère s, p et d. Si on considère les vecteurs d'onde des électrons selon la direction perpendiculaire, le groupe de symétrie associé est de type C_{4v} , dont on donne la table des caractères dans le tableau suivant (tab.1).

C_{4v}	E	$2C_4$	C_2	$2\sigma_v$	$2\sigma_d$	
$A_1(\Delta_1)$	1	1	1	1	1	$z ; z^2 ; x^2+y^2$
A_2	1	1	1	-1	-1	R_z
$B_1(\Delta_2)$	1	-1	1	1	-1	x^2-y^2
$B_2(\Delta_2')$	1	-1	1	-1	1	xy
$E(\Delta_5)$	2	0	-2	0	0	$(R_x, R_y) ; (xz, yz) ; (x, y)$

Tableau 1 : Table de caractère du groupe ponctuel de symétrie C_{4v}

Selon la première et la dernière colonne du tableau 2, on associe à chaque représentation irréductible Δ_i les orbitales atomiques correspondantes. Pour des raisons de simplicité, on assimile maintenant les électrons aux états de Bloch auxquels ils appartiennent.

Etat de Bloch	Orbitales correspondantes
Δ_1	$s ; p_z ; 3d_z^2$
Δ_2	$3d_x^2-y^2$
Δ_2'	$3d_{xy}$
Δ_5	$p_x ; p_y ; 3d_{xz} ; 3d_{yz}$

Tableau 2 : Association des états de Bloch aux orbitales atomiques

La structure de bande électronique a été déterminée par un code informatique Wien2k [Faure04]. Dans le cas du fer, si on regarde les états de Bloch au niveau de Fermi suivant la polarisation de spin, on note la présence des états Δ_1 , Δ_2' et Δ_5 pour le spin majoritaire (fig.1). Par contre pour le spin minoritaire, il n'y a que les états Δ_2 , Δ_2' et Δ_5 .

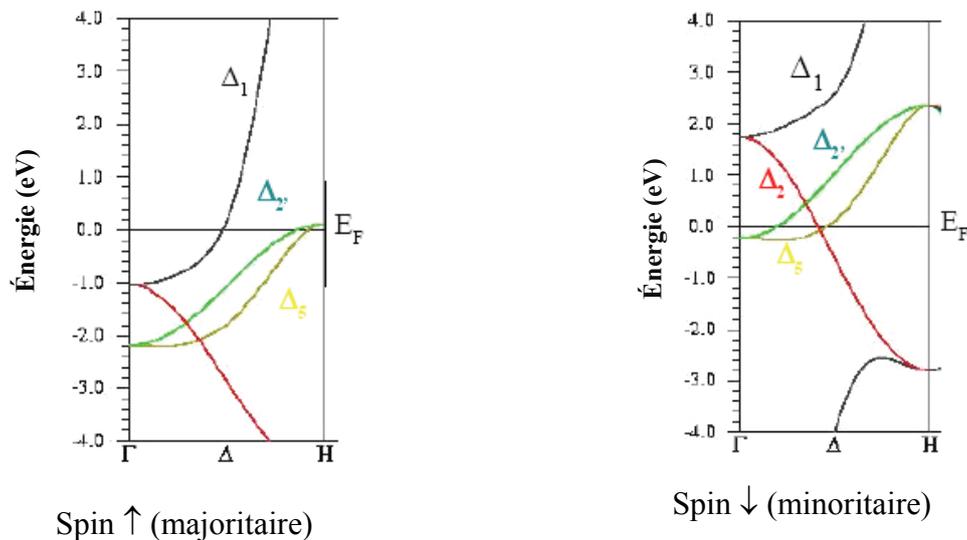


Figure 1 : Structure de bande suivant la direction Δ proche du niveau de fermi, calculé par le code Wien2k [Faure04]

La notion de symétrie est très importante pour expliquer l'effet tunnel cohérent. Suivant l'état de Bloch de l'électron envoyé par l'électrode émettrice, celui-ci ne pourra être accepté dans l'électrode réceptrice que si elle possède un état de Bloch identique. Par ailleurs, la conservation de la symétrie est possible si la barrière possède une structure cristallographique « compatible ». D'où l'importance de la structure (001) du MgO. Mais la structure cristallographique du MgO (cubique face centrée) étant différente de celle du Fer (cubique centré), on assiste à des phénomènes d'atténuation électronique selon leur symétrie. On est en présence d'un phénomène de filtrage de la barrière isolante. Le courant tunnel mesuré correspond alors aux canaux électroniques les moins atténués, selon la configuration relative des aimantations.

Configuration parallèle

- Spin majoritaire : l'état Δ_1 est le moins atténué, il va donc constituer l'essentiel du courant tunnel mesuré ; les autres états Δ_2' et Δ_5 sont fortement atténués par la barrière et ne participent pas au courant tunnel.
- Spin minoritaire : Les états Δ_2 , Δ_2' et Δ_5 participent relativement peu au courant tunnel car ils sont fortement atténués par la barrière.

Configuration antiparallèle

Dans cette configuration, le spin majoritaire dans l'électrode émettrice devient minoritaire dans l'électrode réceptrice. Si on considère l'état Δ_1 , celui n'existe pas pour le spin minoritaire (fig. 1). Les électrons sont donc réfléchis par la surface de la barrière. Il subsiste uniquement l'état Δ_5 , mais celui étant fortement atténué par la barrière, sa contribution au courant tunnel est relativement faible.

Il en résulte que la conductance électrique dans la configuration parallèle est beaucoup plus importante que dans la configuration antiparallèle. Voilà pourquoi on doit théoriquement observer une grande variation de la MRT quand on passe d'une configuration à l'autre. On va maintenant aborder les résultats expérimentaux.

2°) Les derniers résultats expérimentaux

Expérimentalement, les premières jonctions Fe/MgO/Fe ont montré des résultats encourageants. Les premières MRT atteignaient 88% à température ambiante [Yuasa04], ce qui dépassait déjà les performances atteintes par l'alumine. Lors d'une nouvelle étude, Yuasa a multiplié les performances par deux, avec une valeur de la MRT de 180% à température ambiante et un R^*A de quelques $k\Omega \cdot \mu m^2$ [Yuasa04b]. La figure 2 est une image en coupe de la jonction élaborée par épitaxie.

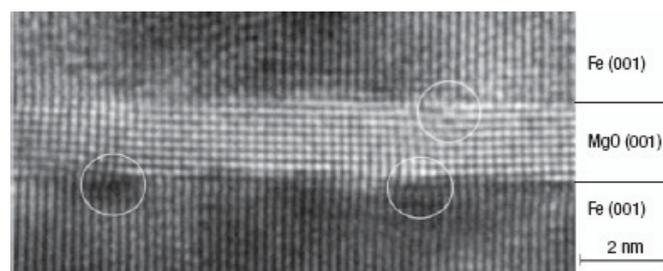


Figure 2 : Observation en coupe d'une jonction tunnel Fe(001)/MgO(001)/Fe(001) [Yuasa04b]

On note l'excellente qualité cristalline des couches déposées, malgré quelques dislocations locales. Cette continuité cristalline permet de conserver la cohérence du vecteur d'onde de l'électron, ce qui entraîne cette hausse de la valeur de la MRT précédemment citée. Cette même équipe vient encore de publier une valeur de MRT égale à 271%, obtenue sur une jonction épitaxiée Co(001)/MgO(001)/Fe(001) [Yuasa05].

La pulvérisation permet également d'élaborer des jonctions à base de MgO. Des empilements CoFe/MgO/CoFe ont été réalisés conjointement par pulvérisation ionique pour les électrodes métalliques et par pulvérisation magnétron pour la barrière de MgO [Park04]. La figure 3 représente une vue en coupe de la jonction élaborée.

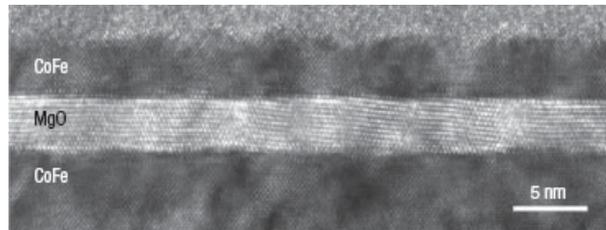


Figure 3 : Observation en coupe d'une jonction tunnel CoFe/MgO/CoFe [Park04]

On note le caractère polycristallin des électrodes métalliques contrairement au film de MgO qui conserve son caractère cristallin. Selon les analyses structurales, tout le système est fortement texturé (100). La valeur de la MRT atteint 220% sur ce système et un produit R^*A de quelques $k\Omega \cdot \mu m^2$, ce qui dépasse encore les performances atteintes par le trio Fe/MgO/Fe.

Une autre équipe a rapporté une MRT de 230% et un produit R^*A de $420 \Omega \cdot \mu m^2$ sur un système CoFeB/MgO/CoFeB élaboré par pulvérisation magnétron [Dja05]. La figure 4 présente une vue en coupe du système.

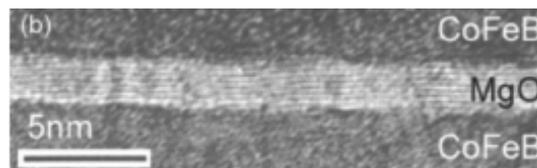


Figure 4 : Observation en coupe d'une jonction tunnel CoFeB/MgO/CoFeB [Dja05]

La figure 4 montre le caractère amorphe des métaux. Quant au film de MgO, celui possède toujours sa structure cristalline avec une forte texture (100). Ce résultat tendrait donc à montrer que seul la cristallinité de la barrière isolante est importante pour conserver la cohérence du vecteur d'onde. Mais l'auteur n'exclue pas une structure cristalline locale des électrodes de CoFeB au voisinage de l'interface avec le MgO.

En quelques mois, ces différentes équipes ont montré les qualités du MgO en tant que barrière tunnel. Les performances atteintes par ce matériau en terme de MRT sont sans

comparaison avec ceux atteints par l'alumine, même pour des épaisseurs de barrières très fines. Ces nouveaux résultats obtenus sur des couches déposées par pulvérisation, laissent à penser que le MgO va supplanter l'alumine en tant que barrière tunnel.

Profitant des récents développements du MgO, une équipe de recherche a montré la faisabilité d'un capteur à effet MRT ultra sensible, présentant une MRT~140% à température ambiante et un produit $R \cdot A < 3 \Omega \cdot \mu\text{m}^2$ [Tsu05]. Ce résultat laisse espérer l'utilisation des jonctions tunnel magnétiques à base de MgO dans les futurs disques durs à enregistrement perpendiculaire.

Référence bibliographique

- [Dja05] D.D. Djayaprawira et al., Appl. Phys. Lett., 86, n°092502, 2005.
- [Faure04] J. Faure-Vincent, thèse de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, 2004.
- [Math01] J. Mathon et al., Phys. Rev. B, 63, n°220403, 2001.
- [Park04] S.S. Parkin et al., Nat. Mat., 3, p.862, 2004.
- [Tsu05] K. Tsunekawa et al, Appl. Phys. Lett., 87, n°072503, 2005.
- [Wulf01] W. Wulfhekel et al., Appl. Phys. Lett., 78, p.509, 2001.
- [Yuasa04] S. Yuasa et al., Jpn. J. Appl. Phys., 43, p.L588, 2004.
- [Yuasa04b] S. Yuasa et al., Nat. Mat., 3, p.868, 2004.
- [Yuasa05] S. Yuasa et al., Appl. Phys. Lett., 87, n°222508, 2005.

ANNEXES

ANNEXE 1 : La spectroscopie d'Electrons Auger

Principe

Le processus Auger commence par l'ionisation d'un niveau de cœur J par un électron incident d'énergie E_p . La section efficace d'ionisation dépend de l'énergie E_p et elle est maximum pour une énergie égale à 2-3 E_J .

Les électrons incidents ayant une énergie de 2 à 10keV, sont suffisamment énergétiques pour ioniser tous les niveaux électroniques des éléments légers ainsi que les niveaux de cœur les plus hauts des éléments lourds.

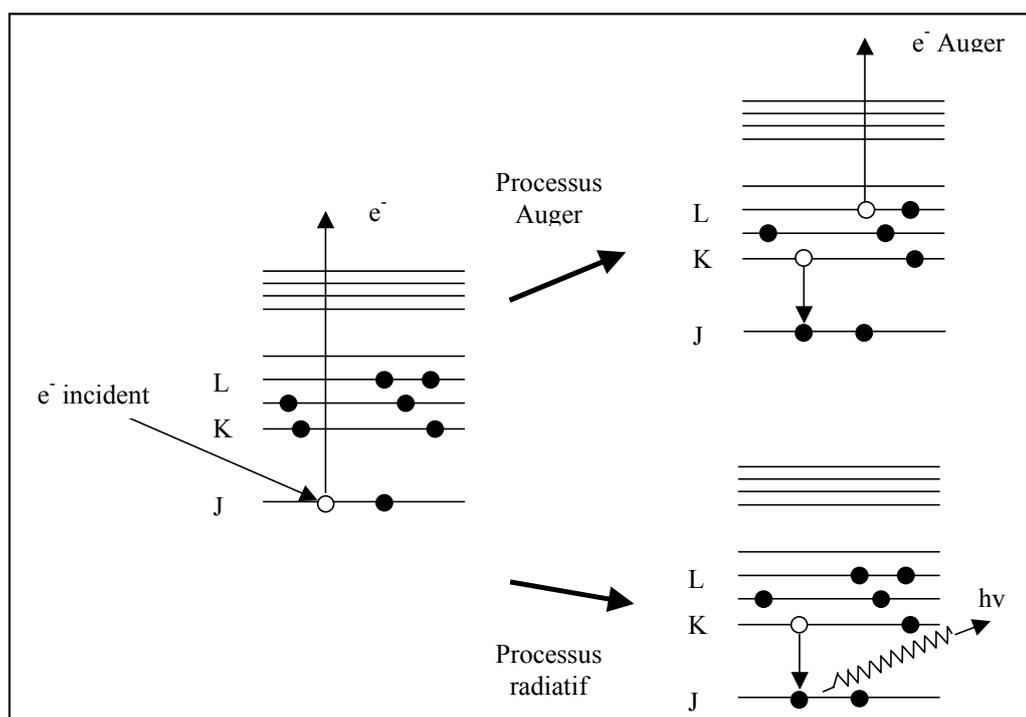


Figure 1 : Schéma du processus Auger et de la fluorescence.

Après la création d'un trou de cœur dans la couche J, l'atome se trouve dans un état excité et va rapidement se relaxer dans un état de plus basse énergie par l'un des deux phénomènes suivants :

- la fluorescence X (désexcitation par émission de photon).
- le processus Auger (non radiatif) qui conduit à l'émission d'un électron Auger.

Nous ne nous intéressons ici qu'au mécanisme de l'émission Auger. Ainsi, un électron provenant d'une couche externe K vient combler la lacune dans l'orbitale J. Ce processus libère une énergie ($E_J - E_K$) qui est transférée à un second électron. Une partie de cette énergie sert à vaincre l'énergie de liaison de cet électron qui acquiert une énergie cinétique E_C égale à la différence d'énergie. L'énergie cinétique de l'électron Auger est définie à partir des énergies de liaison des différents niveaux mis en jeu :

$$E_C = E_J - E_K - E_L \quad (1)$$

- E_L : Énergie de liaison de l'électron Auger émis.

On peut noter deux caractéristiques importantes dans cette relation : l'énergie cinétique E_C de l'électron Auger est indépendante de l'énergie d'excitation et elle dépend uniquement des énergies des trois niveaux électroniques considérés. Elle est donc caractéristique de l'atome émetteur. Pour l'énergie d'excitation que nous avons utilisée (3keV), le processus Auger est prépondérant. Nous négligeons donc le phénomène de fluorescence.

Libre Parcours Moyen Inélastique

L'électron Auger interagit avec les atomes du solide lors de son parcours vers la surface. Le Libre Parcours Moyen Inélastique (LPMI) est la distance moyenne parcourue par un électron sans subir de choc inélastique. L'intensité des électrons ayant conservé leur énergie cinétique initiale après avoir parcouru une distance d est donnée par l'équation suivante :

$$I(d) = I_0 e^{-d/\lambda} \quad (2)$$

- I_0 : Intensité initiale des électrons
- d : Distance parcourue
- λ : Libre Parcours moyen Inélastique

Le LPMI se déduit de la courbe universelle de Brundle. Cette représentation du LPMI en fonction de l'énergie cinétique de l'électron mène à la formule suivante :

$$\lambda(\text{\AA}) = \frac{14,3}{E_c(\text{eV})} + 0.54(E_c)^{1/2} \quad (3)$$

- E_c : Energie cinétique de l'électron incident

Pour des transitions Auger d'énergie cinétique de 3 keV, le LPMI est de 3nm. Toutes les informations de la spectroscopie d'électrons Auger proviennent donc de la région superficielle des échantillons étudiés.

Cette technique est sensible à la surface et de grande précision pour la caractérisation chimique. Elle est donc utilisée pour vérifier que les couches élaborées présentent un niveau d'impureté compatible avec les applications envisagées. Les spectres Auger sont enregistrés en mode dérivée première $dN(E)/dE$ pour réduire l'importance du fond continu et amplifier le signal Auger : dans ce mode, les énergies de transition sont prises au minimum du pic. L'identification des différents éléments peut être réalisée par comparaison des énergies Auger mesurées avec celles calculées suivant l'équation 1.

ANNEXE 2 : La Microscopie à Force Atomique (AFM)

Le microscope à force atomique a fait sa première apparition vers le milieu des années 1980. Ce microscope, dérivé du microscope à effet tunnel, permet de visualiser la topographie d'une surface et de déterminer la rugosité.

Le principe de fonctionnement de ce microscope est basé sur les interactions d'attraction et des répulsions entre les atomes d'une pointe sondeuse et les atomes de la surface analysée. Ce sont les forces de Van der Waals. On distingue trois modes de fonctionnement pour un microscope à force atomique :

- Le mode contact ;
- Le mode contact intermittent ;
- Le mode non contact.

Dans la pratique, on utilise les deux premiers modes : en mode non contact, les forces attractives sont relativement faibles et nécessitent des conditions de mesures draconiennes : table anti-vibration, enceinte sous vide. On place l'échantillon sur un support piézoélectrique mouvant. La pointe, quant à elle demeure fixe. Le déplacement de la pointe est suivi grâce à la réflexion laser. En effet, celle-ci est installée sur un micro levier réfléchissant un laser sur un photo-détecteur à 4 quadrants. Suivant les variations de la réflectivité, le microscope détermine les variations verticales. La résolution latérale est de l'ordre de la dizaine de nanomètre. Par contre la résolution verticale est de l'ordre de l'Angstrom.

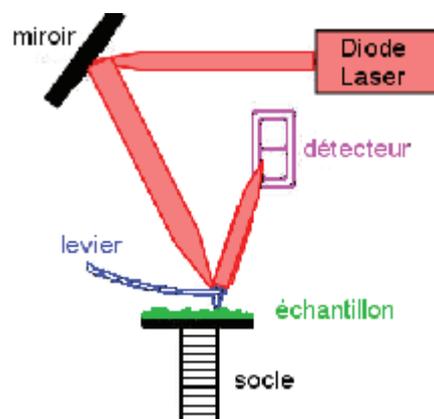


Figure 1 : Schéma de principe de la Microscopie à Force Atomique

ANNEXE 3 : La Microscopie Electronique en Transmission

Les observations par MET consistent à envoyer un faisceau d'électrons sur un échantillon aminci (<100 nm) (fig.1). Une partie du faisceau est transmise ; c'est le faisceau direct. Une autre partie peut être diffractée en fonction de la cristallinité du matériau. La diffraction observée est similaire à celle d'une onde plane décrite par la loi de Bragg. Grâce à un jeu de lentilles, les faisceaux diffractés dans la même direction convergent au même point du plan focal image de la lentille. Ensuite, deux diaphragmes sont utilisés pour rechercher les informations désirées. Le premier, appelé diaphragme de sélection d'aire, situé dans le plan image de la lentille, permet de ne retenir qu'une partie des faisceaux issus d'une région précise. Le second diaphragme est situé dans le plan focal de la lentille, et peut être centré sur le faisceau transmis par exemple : c'est le mode en champ clair. On observe alors une image agrandie de l'objet. Par ailleurs, on peut également obtenir la figure d'interférence entre les faisceaux transmis et diffractés : c'est le mode en haute résolution. En effet, cette figure résulte de l'arrangement atomique dans le matériau.

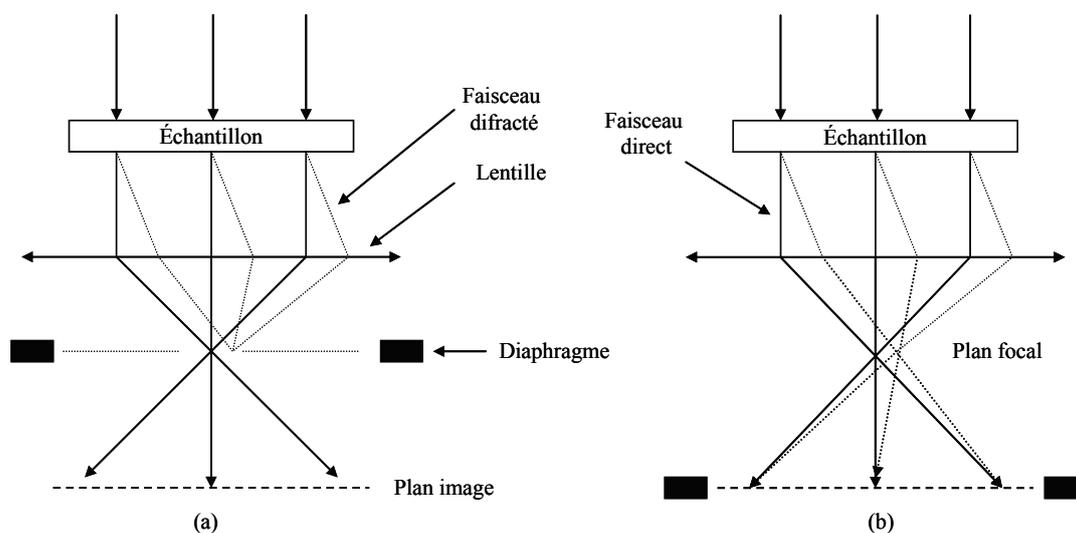


Figure 1 : Schéma de principe du MET (a) diaphragme en position pour un champ clair ;
(b) diaphragme de sélection d'aire

ANNEXE 4 : Le Magnétomètre à Gradient de Champ Alternatif

L'échantillon est suspendu par une tige dans un champ magnétique H considéré comme le point statique de fonctionnement (fig.1). L'échantillon est également soumis à une force F créée par un gradient spatial de champ alternatif h. Cette force est proportionnelle au moment magnétique M et fait vibrer l'échantillon :

$$F = M \times \frac{dh}{dx} \quad (1)$$

Le système est réglé à sa fréquence de résonance mécanique afin que l'amplitude du signal soit maximale. Le mouvement est transformé en signal électrique par un transducteur piézo-électrique. La tension délivrée en sortie est de la forme :

$$U = k_p = Q_{mec} \times M \times \frac{dh}{dx} \quad (2)$$

- k_p : coefficient de transduction mécanique/électrique
- Q_{mec} : facteur de qualité mécanique

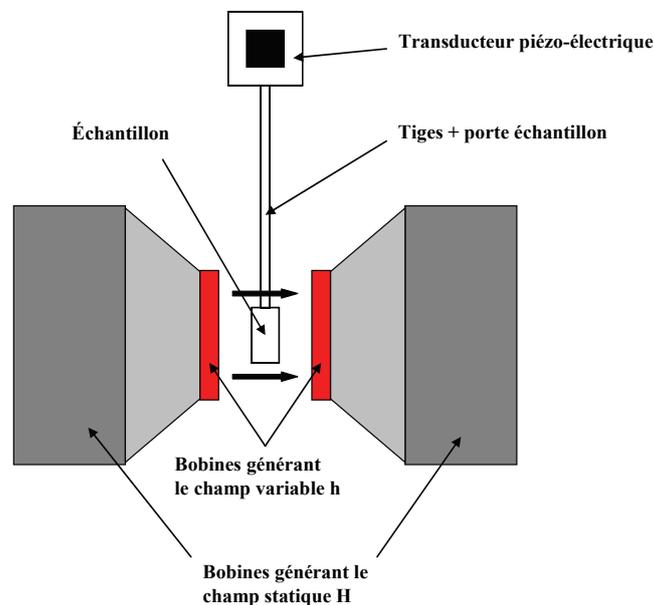


Figure 1 : Schéma de principe du Magnétomètre à Gradient de Champ Alternatif

ANNEXE 5 : Calcul matricielle du coefficient de réflexion d'un empilement

On considère l'amplitude du champ électrique (fig. 1), se propageant dans une multicouche type.

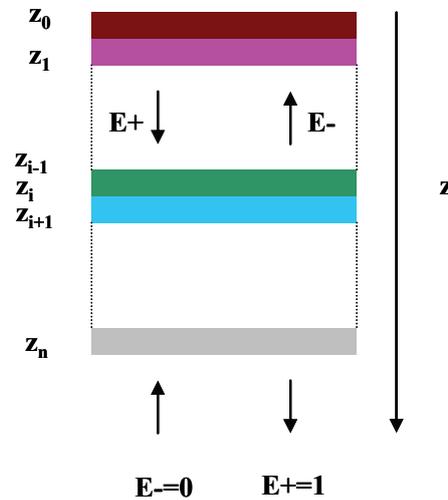


Figure 1 : Amplitude du champ électrique se propageant dans une multicouche

Le sens positif va dans le sens des z croissants, ce qui correspond à la profondeur de pénétration dans le matériau. La continuité du champ électrique à l'interface $i/i+1$ se représente par la matrice suivante :

$$\begin{pmatrix} E^+(z_i^-) \\ E^-(z_i^-) \end{pmatrix} = I_i \begin{pmatrix} E^+(z_i^+) \\ E^-(z_i^+) \end{pmatrix} = \frac{1}{t_{i,i+1}} \begin{pmatrix} 1 & r_{i,i+1} \\ r_{i,i+1} & 1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} E^+(z_i^+) \\ E^-(z_i^+) \end{pmatrix} \quad (1)$$

- $E(z_i^-)$: amplitude du champ électrique dans la couche i à l'interface avec la couche $i+1$
- $E(z_i^+)$: amplitude du champ électrique dans la couche $i+1$ à l'interface avec la couche i
- $r_{i,i+1}$: coefficient de réflexion à l'interface $i/i+1$
- $t_{i,i+1}$: coefficient de transmission à l'interface $i/i+1$

La propagation à travers une couche se caractérise par la matrice de transfert L_i :

$$\begin{pmatrix} E^+(z_{i-1}^+) \\ E^-(z_{i-1}^+) \end{pmatrix} = L_i \begin{pmatrix} E^+(z_i^+) \\ E^-(z_i^+) \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} e^{i\beta_i} & 0 \\ 0 & e^{-i\beta_i} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} E^+(z_i^+) \\ E^-(z_i^+) \end{pmatrix} \quad \text{avec } \beta_i = \frac{2\pi \cdot d_i \cdot \tilde{n}_i \cdot \cos\theta_i}{\lambda} \quad (2)$$

- $E(z_{i-1}^+)$: amplitude du champ électrique dans la couche $i-1$ à l'interface avec la couche i
- $E(z_i^+)$: amplitude du champ électrique dans la couche i à l'interface avec la couche $i-1$

On calcule les angles θ_i et θ_{i+1} en utilisant la loi de Snell-Descartes. Ainsi à la surface, l'expression du champ électrique est tel que :

$$\begin{pmatrix} E^+(z_0^+) \\ E^-(z_0^+) \end{pmatrix} = I_0 L_1 I_1 \dots I_{n-1} L_n \begin{pmatrix} E^+(z_n^+) \\ E^-(z_n^+) \end{pmatrix} \quad (3)$$

A l'interface entre le substrat et la couche n , on pose les conditions aux limites suivantes : $E^+=1$ et $E^-=0$. Ainsi suivant la polarisation de la lumière, on peut déduire les coefficients de réflexions suivants :

$$r_p = \frac{E_p^-(z_0^-)}{E_p^+(z_0^-)} \text{ pour une lumière polarisé p (4)}$$

$$r_s = \frac{E_s^-(z_0^-)}{E_s^+(z_0^-)} \text{ pour une lumière polarisé s (5)}$$

- $E(z_0^-)$: amplitude du champ électrique dans la couche 0 à l'interface avec la couche 1

ANNEXE 6 : la PECVD

Le Dépôt Chimique en phase Vapeur (CVD) consiste à la décomposition d'un gaz ou plusieurs gaz au contact d'une surface chaude. Il s'en suit alors une réaction chimique à la surface du substrat, entre les produits des réactions de décomposition, ce qui entraîne la formation d'un film solide. L'énergie nécessaire aux réactions de dissociation et de recombinaisons chimiques, est fournie sous la forme de chaleur. C'est pourquoi en CVD classique, la température du substrat est souvent de l'ordre de plusieurs centaines de degré. Or une très haute température peut être un frein d'utilisation. C'est pourquoi on aide la décomposition thermique avec la décomposition dans un plasma.

L'utilisation d'un plasma permet de générer les espèces réactives par des collisions électron/molécule ou molécule/molécule. Ainsi les dépôts par PECVD se font généralement à des températures plus basses qu'en CVD classique. Quant aux produits gazeux de la réaction, ils sont éliminés par le pompage de la chambre (fig.1).

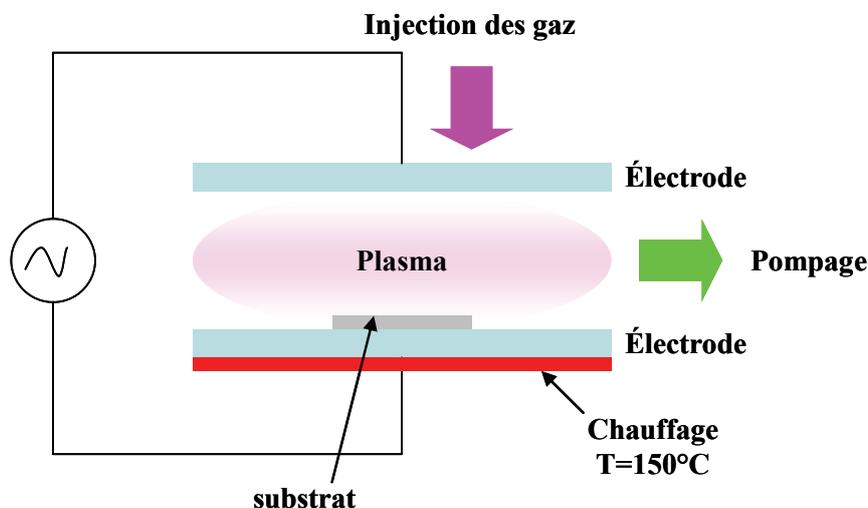


Figure 1: Principe du dépôt de films minces par PECVD

ANNEXE 7 : La résine LOR5B

L'épaisseur de résine est en fonction de l'épaisseur de métal à déposer. Le fabricant indique un ratio d'au moins 1,3x l'épaisseur de métal visée. Le choix de l'épaisseur de résine va fixer la vitesse de rotation de la tournette (fig.1).

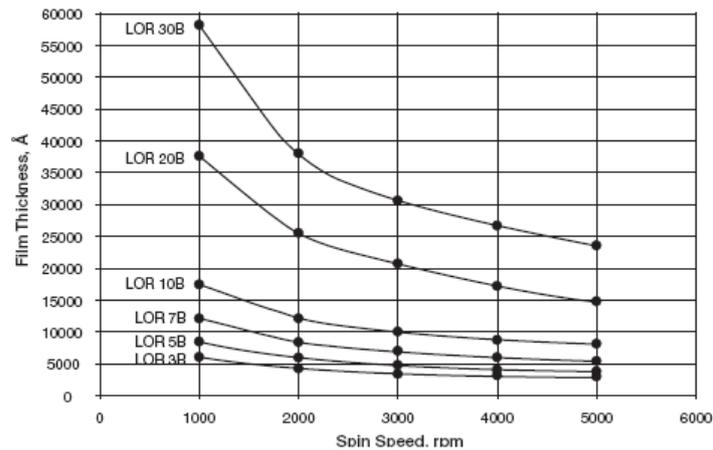


Figure 1 : épaisseur de résine en fonction de la vitesse de rotation pour la série LORB [Microposit]

Pour un dépôt de 200nm de métal, on a utilisé une vitesse de rotation de 4000rpm/s pendant 35s afin d'obtenir une épaisseur de LOR5B d'environ 500nm. Ensuite la résine subit un premier recuit. La température utilisée va fixer la vitesse de développement (fig.2).

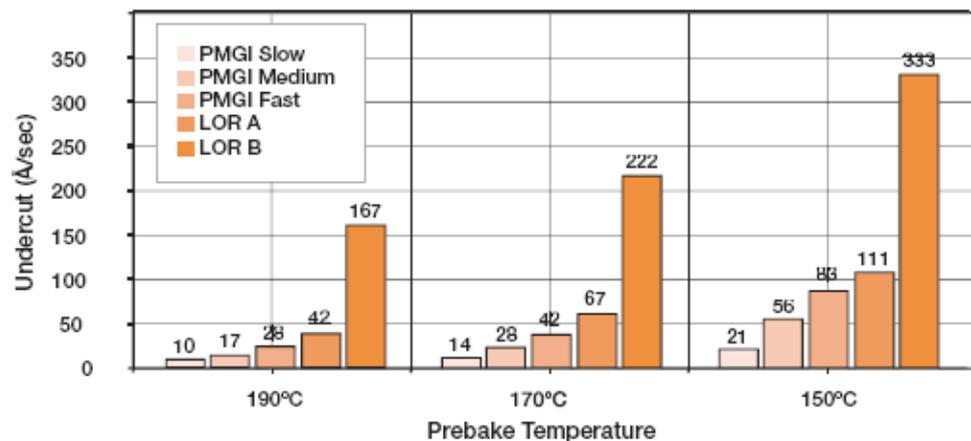


Figure 2 : Vitesse de développement de bicouches PMGI/S1811 et LOR/S1811 pour différentes températures dans le CD-26 [Microposit]

Les données présentées dans la figure 2 ont été déterminées à partir d'un masque composé d'une résine S1811 de $1,1\mu\text{m}$ d'épaisseur et d'une résine LORB de $1\mu\text{m}$ d'épaisseur, recuit pendant 5 minutes. L'objectif est de créer une discontinuité entre la résine positive et la résine LOR5B (fig. 3).

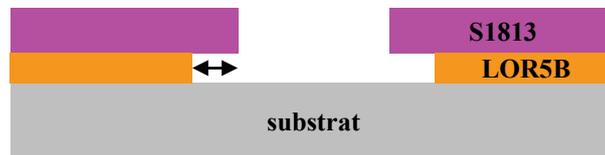


Figure 3 : Visualisation de la discontinuité entre les deux résines

Une bonne valeur est typiquement $0,5\mu\text{m}$. Pour calculer le temps de développement à une température de recuit donnée, on divise la longueur de la discontinuité voulue par la vitesse de développement. Pour cette étude, on a choisi une température de recuit de 170°C pendant 5 minutes. La vitesse de développement est donc de $22,2\text{nm}/\text{min}$, soit un temps théorique de 23s dans le CD-26. Mais les vitesses de développement indiquées dans la figure 2 ne sont pas applicables pour une couche de 500nm d'épaisseur. Les essais menés dans le CD-26 ont montré une discontinuité de $5\mu\text{m}$ (fig.4). On a donc utilisé l'AZ400K.

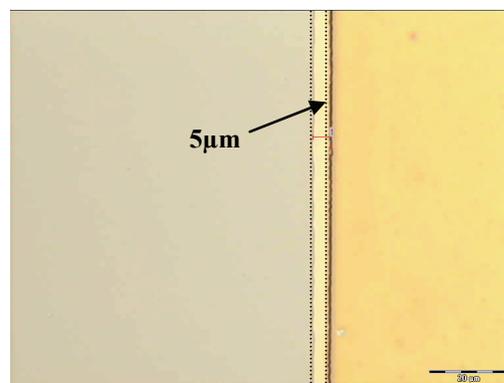


Figure 4 : Développement de la résine LOR 5B avec le CD-26

ANNEXE 8 : Validité de SRIM 2003

Afin d'estimer la qualité du code de SRIM2003, on a effectué une recherche bibliographique en considérant des études qui comparent les résultats de simulations obtenus avec SRIM2003 avec des résultats expérimentaux.

Le code de SRIM2000 et de SRIM2003 a utilisé afin de calculer des rendements de pulvérisation d'une cible de Silicium et de Titane avec une énergie de 1keV et une incidence normale [Witt04]. Suivant le rapport des numéros atomiques, le rendement de pulvérisation est très surestimé si $Z_1/Z_2 < 0,7$ et sous-estimé lorsque $Z_1/Z_2 > 2$ (Z_1 et Z_2 étant respectivement les numéros atomiques de l'ion incident et des atomes de la cible) (fig.1). Par ailleurs, des approximations dans les calculs des trajectoires sont à craindre afin de permettre d'utiliser SRIM sur des ordinateurs personnels avec un temps de calcul raisonnable [Witt04]. En effet, les autres codes de simulations telle que TRIM.SP nécessitent une puissance et un temps de calcul très importants.

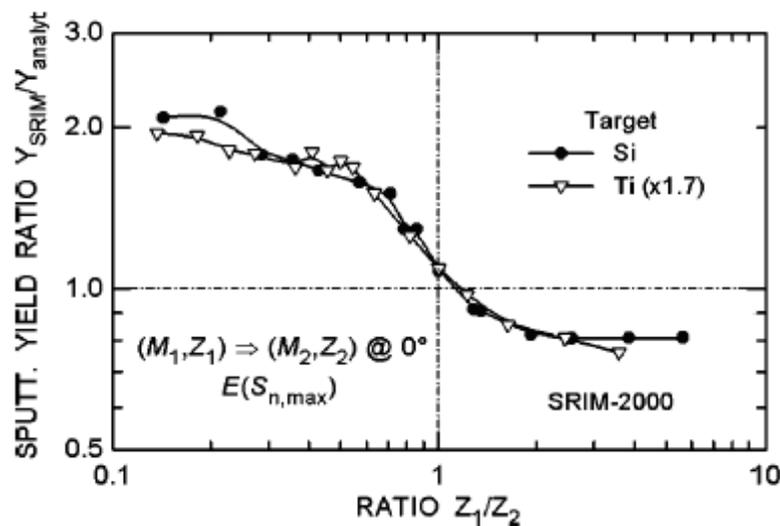


Figure 1 : Rapport des rendements de pulvérisation simulés sur SRIM 2000 par rapport aux rendements expérimentaux pour une cible de Si et de Ti, bombardée par un faisceau d'ions de 1keV en fonction du rapport Z_1/Z_2 [Witt04]

Suivant la gamme d'énergie ou les matériaux considérés, certains modèles sont plus adaptés. Néanmoins en extrapolant les résultats de la figure 1 et considérant les métaux utilisés (Co, Ni, Fe), la gamme des valeurs du rapport Z_2/Z_1 s'échelonne de 0,67 à 1,3 (tab.1).

On note qu'elle correspond à la zone minimale d'incertitude avec un écart sur le rendement de pulvérisation réel de $\pm 20\%$ environ.

Matériau	Numéro Atomique Z_2	Rapport Z_1/Z_2 pour un faisceau Ar^+ ($Z_1=18$)
Silicium (Si)	14	1,28
Titane (Ti)	22	0,82
Cobalt (Co)	27	0,67
Nickel (Ni)	26	0,69
Fer (Fe)	28	0,64

Tableau 1 : Rapport Z_2/Z_1 des matériaux utilisés

Référence Bibliographique

- [Witt04] K. Wittmaack, J. Appl. Phys., 96(5), p.2632, 2004.

Elaboration et structuration d'empilements $\text{Co}/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Co}/\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ par pulvérisation ionique

Une Jonction Tunnel Magnétique (JTM) est composée de deux couches minces métalliques ferromagnétiques (cobalt, fer, nickel) séparées par une barrière isolante ultramince (alumine) dans sa forme la plus simple. Cette structure a évolué depuis la première Magnéto Résistance Tunnel (MRT) à température ambiante en 1995. Actuellement, les jonctions tunnel magnétiques sont utilisées par la nouvelle génération de mémoires vives magnétiques (MRAM) et par les têtes de lecture des disques durs.

Cette étude présente l'élaboration de jonctions $\text{Co}/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Co}/\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ par pulvérisation ionique. On veut ainsi démontrer la potentialité de cette technique de dépôt, qui est peu utilisée dans ce domaine. La mesure de la Magnéto Résistance Tunnel a été effectuée selon deux méthodes. La première méthode a nécessité le développement d'un procédé de structuration réalisé en salle blanche, afin d'élaborer les contacts électriques nécessaires à la mesure. La deuxième méthode repose sur la technique appelée CIPT (Current In Plane Tunneling). Cette deuxième technique présente l'avantage de ne nécessiter aucune structure particulière. Les résultats obtenus ont conduit à des simulations de pulvérisation ionique, effectuées à l'aide du logiciel SRIM 2003. Elles permettront à terme d'optimiser les conditions d'élaboration des films minces.

Mots-clefs : pulvérisation ionique, couche mince, jonction tunnel magnétique, magnéto résistance tunnel, CIPT, simulation.

Elaboration and structuration of $\text{Co}/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Co}/\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ stackings by ion beam sputtering

A Magnetic Tunnel Junction (MTJ) is composed by two thin ferromagnetic layers (cobalt, iron, nickel) separated by a thin insulating barrier (alumina). This structure has evolved since the measurement of the first Tunnel Magneto Resistance (TMR) at room temperature in 1995. Currently, magnetic tunnel junctions are used in the new generation of magnetic memories (MRAM) and as read head in hard drives.

This study presents the elaboration of $\text{Co}/\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Co}/\text{Ni}_{80}\text{Fe}_{20}$ magnetic tunnel junctions by Ion Beam Sputtering (IBS). The aim is to prove the potentiality of this deposition technique, which is little used for this application. The Tunnel Magneto Resistance has been determined by two methods. The first method has required a patterning process of the full stacking in a clean room, in order to elaborate the electric contacts. The second method is based on the CIPT principle (Current In Plane Tunneling) which can be performed directly on the full stacking. The obtained results have led us to perform ion beam sputtering simulations with SRIM2003 software. These simulations will help us to optimize the experimental conditions of the thin films elaboration.

Keywords: ion beam sputtering, thin film, magnetic tunnel junction, tunnel magneto resistance, CIPT, simulation.