



HAL
open science

Enregistrement thermomagnétique sous pointe AFM: vers les ultrahautes densités d'enregistrement

Emmanuelle Algre

► **To cite this version:**

Emmanuelle Algre. Enregistrement thermomagnétique sous pointe AFM: vers les ultrahautes densités d'enregistrement. Matière Condensée [cond-mat]. Université Joseph-Fourier - Grenoble I, 2006. Français. NNT: . tel-00089261

HAL Id: tel-00089261

<https://theses.hal.science/tel-00089261>

Submitted on 16 Aug 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.

THÈSE

présentée par

Emmanuelle Algré

pour obtenir le titre de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE JOSEPH FOURIER – GRENOBLE 1

Spécialité : **PHYSIQUE**

ENREGISTREMENT THERMOMAGNETIQUE SOUS POINTE AFM : Vers les ultrahautes densités de stockage

Date de soutenance : 16 juin 2006

Composition du jury : SEBASTIAN VOLZ	Rapporteur
JEAN-FRANÇOIS BOBO	Rapporteur
RENE-LOUIS INGLEBERT	Président du jury
DOMINIQUE GIVORD	Examineur

Directeurs de thèse : JEAN-PIERRE NOZIERES
GILLES GAUDIN

Thèse préparée au sein du Laboratoire SPINTEC
(URA 21512 CEA/CNRS/INPJ/UJF - Grenoble)

A mes parents, à mes sœurs

Lorsque je suis arrivée au laboratoire SPINTEC, celui-ci venait d'être créé, le déroulement de ma thèse s'est alors confondu avec la mise en place d'une équipe de recherche. Ce fut donc une expérience parfois angoissante mais non moins passionnante. Je voudrais remercier tous les gens qui ont participé à l'avancée de cette thèse de près ou de loin ainsi qu'à cette aventure.

Merci à toi Jean Pierre de nous avoir embarqué, mes camarades pionniers et moi, dans l'aventure SPINTEC, qui même si elle a été parfois dure et périlleuse, m'a permis d'apprendre beaucoup de choses tant du point de vue scientifique et technique que du point de vue humain. Tu as su grâce à ton honnêteté et ton charisme redonner tout au long de ses trois années et quelques mois le moral et la motivation à l'ensemble de tes troupes. Même absorbé par la gestion et la mise en place de ce jeune laboratoire ainsi que par de nombreux autres projets, tu as toujours été là quand il le fallait pour donner à cette thèse l'impulsion nécessaire. Et comment ne pas te remercier pour m'avoir offert ce précieux microscope AFM sans lequel rien n'aurait été possible, sans oublier les non moins fameuses et inestimables pointes IBM.

Gilles, même si tu t'en défends, tu as été mon chef et manager durant presque quatre ans et je t'en remercie. Merci pour ta bonne humeur et ton humour, qui ont été bien souvent salvateurs. Merci pour toutes les choses que tu m'a apprises, pour ton honnêteté et ta modestie, qualités trop rares mais précieuses dans ce métier. Merci d'avoir eu confiance en moi et de m'avoir permis de m'affirmer. Merci de m'avoir introduit auprès de ta deuxième famille qu'est pour toi le CRTBT, sans laquelle cette thèse n'aurait pu se réaliser.

Merci Sébastien d'avoir accepté d'être rapporteur de ma thèse, ainsi que pour ta collaboration et pour les discussions que nous avons pu avoir. Je voudrais aussi te remercier de m'avoir permis de participer au GDR Micro et Thermique, par l'intermédiaire duquel j'ai pu nouer de nouvelles collaborations. Je tiens ainsi à remercier Karl Joulain ainsi que tous les intervenants de l'Ecole d'Aussois dont les cours ont été pour moi de précieux outils de travail. Merci à Stéphane Lefèbvre avec qui j'ai eu l'occasion de faire quelques expériences sur son microscope thermique. J'aimerai aussi remercier Bruno Sério avec qui j'ai pu réaliser des images thermiques de mes pointes, ainsi que Valérie Reita qui m'a permis d'utiliser son montage de thermoréfectance et a fait pour moi quelques mesures.

Merci à Jean-François Bobo pour avoir accepté d'être rapporteur de ma thèse et pour l'intérêt qu'il a porté à mon travail.

Je tiens également à remercier René-Louis Inglebert d'avoir présidé le jury de ma thèse, ainsi que Dominique Givord d'avoir été examinateur, dont les questions que je craignais se sont révélés très intéressantes.

Je tiens à remercier tout spécialement toutes les personnes avec qui j'ai pu travailler au CNRS dans le cadre de la plateforme Nanofab et qui m'ont toujours réservé un accueil très chaleureux et sympathique. Merci à Thierry Fournier, Thierry Crozes, Bruno Fernandez, Christophe Lemonias, qui font de la salle blanche Nanofab un lieu de travail à la fois agréable et performant; à Pierre Brosse et Gregory Garde, dont les conseils et les pièces mécaniques se sont révélés indispensables et extrêmement ingénieux pour fabriquer nos pointes chauffantes; à Khaled Ayadi, David Barral, et Laurent Ranno, pour m'avoir permis d'utiliser leurs machines de dépôt.

Merci à Denis Buttard pour sa précieuse collaboration sur le silicium poreux et pour m'avoir permis d'utiliser sa cellule chimique pour fabriquer mes échantillons.

Merci à Matthieu Jamet pour m'avoir laissé l'usufruit de son banc d'effet Kerr.

Merci à Stéphane Auffrey et à Gérard Casali pour avoir monté l'expérience de mesures d'échanges thermiques. Gérard, merci pour le magnifique petit porte-pointe que tu as fabriqué. J'ai aussi apprécié nos discussions sur l'état du monde et de la société qui m'ont souvent redonné la rage.

Merci à tout le laboratoire Spintec où dynamisme et bonne humeur ont toujours régné jusqu'à présent. Un merci tout particulier à Kat notre super secrétaire qui grâce à sa disponibilité son dynamisme et son énergie fait tourner le laboratoire contre vents et marées. Merci à tous mes camarades étudiants et « précaires » pour votre sympathie et votre entraide, qui ont rendu le travail toujours agréable, à Vince, Mohamed, Virgile, Christophe pour nos fous rires et autres pauses-café qui redonnent la pêche; merci aussi à l'excellente relève Seb, Aurélien, Pierre-Jean, Nico et Mihai; à la « romanian connection » Ioana, Adriana, Dana, Liliana et Lucian pour votre sympathie et pour nous avoir fait partager un peu de votre culture. Sans oublier la petite Marta qui est décédée trop jeune et dont la gentillesse, la simplicité et la joie de vivre m'ont beaucoup manqué ces derniers temps, merci là où tu es pour ton amitié et ton soutien. Toi qui n'a pas eu le temps de soutenir ta thèse, ce mémoire t'es un peu dédié. Merci à mes autres camarades précaires Clarisse et Jérôme FV, pour leur sympathie, leur dynamisme, leur motivation et leur efficacité, sans oublier les anciens compagnons d'infortune Yann et Fab.

Je voudrais également remercier tous les permanents de Spintec qui m'ont apporté leur soutien Ursula, Claire, Philippe, Benoît, Bernard R., Eric Gauthier, Eric Billet et Ahmad.

Refuge précieux qu'est l'amitié, Mam, Dave, Mag et Flo, merci d'avoir été là pour moi et de l'être encore. Merci aussi à Jérôme, Vinçouille, Manu, Flo, Céline, Kien, Vince et tous les autres PG, mon aventure grenobloise a commencé avec vous et gardera à jamais votre empreinte. Bibi, Marion, et Adrien, merci pour toutes ces séances d'escalades vidage de tête et autres petites bouffes.

Papa, Maman, mes sœurs chéries, merci pour votre amour et vos encouragements. Vous m'avez toujours poussé à ne jamais renoncer malgré les tableaux apocalyptiques que je vous peignais. Grâce à vous, j'ai pu aller jusqu'au bout.

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION GENERALE	5
CHAPITRE I : VERS LES ULTRAHAUTES DENSITES D'ENREGISTREMENT	11
<i>I.1 L'enregistrement magnétique sur disque dur : état de l'art</i>	15
<i>I.2 L'enregistrement magnétique thermiquement assisté</i>	23
<i>I.3 L'enregistrement sous pointe</i>	27
CHAPITRE II : THEORIE DES TRANSFERTS THERMIQUES EN CHAMP PROCHE	39
<i>II.1 Rappels sur l'équilibre et les échanges thermiques</i>	43
<i>II.2 Les différents types de transferts thermiques en champ proche : théories et modélisations existantes</i>	45
<i>II.3 Transfert thermique dans les nanostructures</i>	65
CHAPITRE III : SIMULATIONS NUMERIQUES DE L'ECHAUFFEMENT D'UN MEDIA MAGNETIQUE PAR UNE POINTE AFM CHAUFFANTE	79
<i>III.1 Système modèle utilisé</i>	83
<i>III.2 Echauffement en mode non-contact</i>	85
<i>III.3 Echauffement en mode contact</i>	91

CHAPITRE IV : FABRICATION ET CARACTERISATION DES MEDIAS	103
A. Fabrication d'un média magnétique composé d'un substrat structuré de silicium poreux	107
IV.A.1 <i>Fabrication d'un substrat structuré en silicium</i>	108
IV.A.2 <i>Fabrication d'une couche de silicium poreux</i>	109
IV.A.3 <i>Dépôt des couches magnétiques</i>	111
B. Caractérisations magnétiques	112
IV.B.1 <i>Caractérisations magnétiques de multicouches Co/Pt</i>	112
IV.B.2 <i>Caractérisations magnétiques des couches de TbFeCo</i>	130
C. Caractérisations thermiques	139
IV.C.1 <i>Principe de la mesure par thermoréfectance</i>	139
IV.C.2 <i>Mesures des conductivités thermiques du silicium poreux et du Co/Pt</i>	141
IV.C.3 <i>Comparaison des diffusivités des différents substrats</i>	143

CHAPITRE V : FABRICATION ET CARACTERISATION DES POINTES AFM CHAUFFANTES	149
V.1 <i>Pointes thermiques existantes</i>	154
V.2 <i>Procédé de fabrication pour la réalisation de pointes chauffantes à partir de pointes commerciales</i>	158
V.3 <i>Caractérisations des pointes utilisées</i>	163
V.4 <i>Mesures des échanges thermiques entre une pointe et une surface</i>	166

CHAPITRE VI : TESTS D'ECRIURE THERMOMAGNETIQUE	175
<i>VI.1 Fonctionnement d'un microscope AFM</i>	179
<i>VI.2 Montage expérimental</i>	182
<i>VI.3 Mesure des champs de retournement : MFM sous champ</i>	184
<i>VI.4 Premiers tests</i>	188
CONCLUSION	191

INTRODUCTION GENERALE

Les besoins en stockage d'informations augmentent de plus en plus et les applications se diversifient. Outre les besoins classiques issus de l'informatique, apparaissent de nouveaux produits et fonctionnalités, comme notamment les dispositifs portables que sont les appareils photos numériques, la téléphonie mobile ou encore les baladeurs numériques mp3. S'ajoutent ainsi aux critères de densités et de vitesses de transfert élevées, des exigences en terme de compacité et d'autonomie. Pour répondre à ces demandes, plusieurs familles de mémoires non volatiles, fondées sur différents principes physiques, sont actuellement utilisées. Les CD-R et les DVD, par exemple, sont composés de médias à changement de phase, où une zone cristallisée par action thermique dans une matrice amorphe constitue le point mémoire. L'information peut aussi être stockée sous forme de charges électriques dans la barrière isolante d'un MOSFET (mémoires FLASH que l'on retrouve dans les appareils numériques).

L'enregistrement magnétique demeure néanmoins le meilleur moyen pour écrire et lire, de manière réversible, des quantités massives d'informations, car il combine robustesse (écriture et lecture de façon réversible un nombre quasi infini de fois), forte capacité (très supérieure aux disques optiques de type CD-R et DVD) et faible coût (par rapport aux mémoires semi-conductrices). Les densités d'information les plus importantes sont réalisées dans les disques durs d'ordinateurs, pour lesquels l'information est écrite dans une fine couche magnétique. Le taux de croissance des densités de stockage se maintient à 100 % par an et des densités supérieures à 300Gbit/pouce² sont déjà atteintes en laboratoire, sur des médias où les tailles de grains sont nanométriques. A ces échelles, l'aimantation d'un grain magnétique commence à devenir instable vis-à-vis des fluctuations thermiques. Cette limite à la miniaturisation, la limite superparamagnétique est estimée aux alentours de 500 Gbit/pouce² pour les médias à aimantation perpendiculaire, plus favorables a priori aux très hautes densités. Si le taux de croissance des densités de stockage est maintenu à ce rythme, les technologies actuelles auront bientôt atteint cette limite. Afin d'accroître au-delà les densités et atteindre les ultra-hautes densités, le Tbit/pouce² (soit une taille de point mémoire inférieure à 25nm), de nouveaux types de média, comme les matériaux à forte anisotropie ou les médias discrets, doivent être envisagés. Dans les deux cas le champ magnétique nécessaire à l'écriture devient plus important voire supérieur aux champs maximaux que peuvent délivrer les têtes d'écriture (limités par l'aimantation à saturation des pièces polaires). La limitation n'est alors plus seulement physique mais aussi technique, de nouveaux dispositifs doivent donc être imaginés pour induire une rupture technologique.

Afin d'atteindre les ultra-hautes densités d'enregistrement, les principaux acteurs mondiaux du stockage de données ont développé ces dernières années une grande activité en employant différentes techniques. Une solution pour l'enregistrement magnétique peut être d'utiliser l'écriture dite « hybride » ou encore « écriture assistée thermiquement » (HAMR) qui associe champ magnétique et échauffement local. Seagate, le Data Storage Center de l'université de Carnegie Mellon ainsi que l'université de Twente aux Pays Bas se concentrent sur cette approche. L'idée est de

chauffer le média de façon à diminuer localement son champ coercitif à une valeur inférieure au champ magnétique appliqué. La taille des points mémoires est alors déterminée par l'extension spatiale du chauffage. Or, ces vingt dernières années ont vu naître de nombreuses techniques de microscopie en champ proche (STM, AFM, SNOM) afin d'étudier les propriétés de la matière aux échelles nanométriques et atomiques. Les méthodes alternatives de stockage tendent naturellement à utiliser le champ proche (optique, électrique, thermique etc...) pour former des points mémoires à ces dimensions. Twente et Carnegie Mellon se sont concentrés sur une approche de type STM pour laquelle le substrat est chauffé au moyen d'un courant tunnel issu d'une pointe placée à son voisinage. Les résultats sont encore loin des densités recherchées puisque les tailles de bit reportées sont de 170nm (*Zhang et al. IEEE Trans. Mag. (2004)*). Une autre solution pour chauffer le point mémoire peut consister à utiliser une technique de champ proche optique. L'avantage est que la puissance transmise dans le substrat peut être très élevée et qu'ainsi, l'élévation de température nécessaire à la décroissance du champ de retournement est facilement atteinte. (*Ju et al. Seagate, GA-04 Joined Intermag/MMM Conference (2004)*). Cette solution se heurte à deux problèmes importants : la consommation énergétique et l'intégration de la tête d'écriture dans un système fonctionnel. D'autres techniques d'enregistrement en champ proche ont été développées sur des médias non magnétiques. IBM est très avancé dans le domaine et a mis au point dans son centre de Zurich une technique utilisant le champ proche AFM et un média composé d'un polymère (projet Millipede) (*Pozidis et al. IEEE Trans. Mag. (2004) et Eleftheriou et al. IEEE Trans. Mag. (2003)*). L'information est codée sous la forme de trous réalisés dans un polymère au moyen d'une pointe chaude de type AFM. Afin d'augmenter la vitesse de transfert, ils ont réalisé des matrices de 64*64 de ces pointes et testent actuellement la résistance de leur prototype après de nombreux cycles écriture/lecture. En effet, si l'on sait que ce point ne pose aucun problème pour des médias magnétiques, on ne connaît pour l'instant que peu de choses sur le comportement des polymères quand ils sont chauffés et refroidis au moins 10^{13} - 10^{14} fois (valeur typique des cycles réalisés sur des mémoires). Ce projet pourrait être commercialisé pour des applications portables..

Le sujet de cette thèse s'inscrit dans ces recherches visant à atteindre d'ici 2010 des densités d'information stockées supérieures au Tbit/pouce², et plus particulièrement dans les recherches axées sur l'enregistrement sous pointe ou « probe recording ». L'idée est d'utiliser les techniques de champ proche (AFM, STM, SNOM), seules capables d'atteindre les résolutions recherchées. Mon objectif était de démontrer la faisabilité d'une technique alternative à l'enregistrement magnétique classique : l'enregistrement thermomagnétique sous pointe. Cette méthode associe un échauffement local en champ proche par une pointe AFM chaude et l'application d'un champ magnétique macroscopique pour retourner localement l'aimantation d'un média magnétique. Nous n'avons pas cherché au cours de ces trois années à atteindre les plus fortes densités possibles. Notre but a été de valider notre approche pour des tailles de motifs raisonnables (typiquement des plots de 100nm de côté).

Le premier chapitre, introductif présente un état de l'art du stockage de données à hautes densités. La première partie est consacrée à l'enregistrement magnétique sur disque dur afin de comprendre quelles sont les limitations aux techniques magnétiques conventionnelles. Une solution pour le média d'enregistrement, permettant de dépasser la limite superparamagnétique, est présentée : l'utilisation de médias pré-gravés. Les deux parties suivantes sont consacrées aux techniques alternatives : l'enregistrement magnétique assisté thermiquement par un moyen optique, l'enregistrement magnéto-optique, et l'enregistrement sous pointe non magnétique. Pour chacune de ces techniques, les avantages et les limitations sont discutés, pour conclure sur notre solution qui permet d'allier les avantages de l'enregistrement magnétique et ceux des techniques de champ proche.

La réussite de cette technique dépend de l'échauffement que l'on peut produire grâce aux transferts thermiques entre une pointe chaude et un média. Ces transferts de chaleur interviennent à des échelles nanométriques. A ces dimensions, la description classique des échanges thermiques n'est plus valide. Dans le deuxième chapitre, nous décrivons les différents types de transferts thermiques pouvant exister et leur particularité en champ proche. Lorsque la pointe n'est pas en contact du média, deux types de transfert thermique peuvent être mis en jeu : la conduction par l'air en régime balistique et le transfert radiatif en champ proche. Au contact le transfert thermique s'effectue par conduction solide/solide ou liquide/solide. D'autre part, le média utilisé est composé de couches minces et de nanostructures, dont les dimensions peuvent être inférieures au libre parcours moyen des porteurs de chaleur (électrons ou phonons), dans ce cas des conductivités thermiques effectives plus faibles que la conductivité du matériau massif sont considérées.

Nous présentons dans le troisième chapitre les résultats des simulations numériques de l'échauffement d'un média magnétique à l'équilibre, produit par une pointe chaude placée hors contact, puis en contact. Les valeurs des différents transferts et conductivités thermiques effectives présentés dans le chapitre précédent, ont été utilisées pour ces simulations. Les conditions (contact ou hors contact), la nature et la géométrie du média nécessaires pour atteindre un échauffement local de 400-450K ont pu être déterminées.

Au regard de ces simulations, des substrats isolants et structurés ont été fabriqués. Dans une première partie du quatrième chapitre, est décrit le procédé de fabrication de ces nouveaux médias. Une couche de silicium poreux est formée dans un substrat structuré de silicium puis recouverte d'une couche magnétique. Une deuxième partie du chapitre est consacrée aux caractérisations magnétiques des couches déposées sur une couche de silicium poreux : les multicouches Co/Pt dont les propriétés magnétiques sont connues pour être très dépendantes de l'état de surface du substrat et un alliage amorphe en TbFeCoCr, utilisé dans l'enregistrement magnéto-optique, qui présente une très forte décroissance de son champ de retournement avec la température. Des mesures de conductivité thermique par thermoréfectance sont présentées dans une troisième partie. Celles-ci ont été réalisées dans le but de confirmer les valeurs utilisées dans les simulations et étudier d'éventuels effets de taille sur la conduction thermique dans le silicium et dans le silicium poreux.

Dans le cinquième chapitre, nous présentons notre procédé de fabrication de pointes AFM chauffantes réalisées à partir de pointes commerciales, ainsi que leurs caractéristiques électriques et thermiques. Nous décrivons aussi le montage expérimental que nous avons mis en place pour mesurer les échanges thermiques entre une pointe chaude et une surface, et reportons les premiers résultats. Nous avons utilisé pour ces mesures des pointes chauffantes fabriquées par IBM.

Enfin le sixième chapitre est consacré aux premiers tests d'écriture thermomagnétique que nous avons réalisé à l'aide de nos pointes AFM chauffante, sur un substrat structuré en silicium poreux recouvert d'une multicouche Co/Pt. Nous décrivons comment un microscope AFM commercial a été spécialement adapté pour réaliser ces tests. Nous montrons finalement la manipulation de l'aimantation d'un plot unique grâce à une assistance thermique en champ proche.

CHAPITRE I :

VERS LES ULTRAHAUTES DENSITES D'ENREGISTREMENT

I.	VERS LES ULTRAHAUTES DENSITES D'ENREGISTREMENT	15
I.1	<i>L'enregistrement magnétique sur disque dur : état de l'art</i>	15
I.1.i.	Le dispositif d'écriture/lecture classique	16
	(a) L'écriture	16
	(b) La lecture	17
I.1.ii.	Le média d'enregistrement	18
	(a) Rapport signal sur bruit de transition	19
	(b) Réduction de la taille des grains	19
	(c) Réduction du couplage intergrains	20
	(d) Limite superparamagnétique	21
	(e) Solution : médias discrets	22
I.2	<i>L'enregistrement magnétique thermiquement assisté</i>	23
I.2.i.	L'enregistrement magnéto-optique	23
I.2.ii.	Nouvelles techniques magnéto-optiques et limitations	24
I.3	<i>L'enregistrement sous pointe</i>	27
I.3.i.	Les techniques d'enregistrement sous pointes sur des médias non magnétiques	27
	(a) Le champ proche optique	27
	(b) La microscopie à force atomique	29
	(c) Conclusion et limitations des techniques micropointes existantes sur média non magnétiques	32
I.3.ii.	Solution proposée	33

I. VERS LES ULTRAHAUTES DENSITES D'ENREGISTREMENT

Pour répondre aux besoins croissants en densité de stockage sur disques durs, de nouvelles technologies sont envisagées. La limite superparamagnétique interdit aux techniques actuelles d'aller au delà de quelques 100Gbit/pouce², sous peine de perdre la stabilité de l'information. Et l'apport des techniques de champ proche devient indispensable pour former des points mémoires de taille nanométrique.

I.1 L'enregistrement magnétique sur disque dur : état de l'art

L'enregistrement magnétique sur disques durs demeure actuellement le moyen le plus utilisé pour le stockage de masse. Outre qu'il combine forte capacité et faible prix, il permet d'écrire et de lire des informations un nombre quasi-infini de fois. De plus, pour les capacités de stockage couramment utilisées, une longue durée de vie de l'information est garantie (supérieure à 10 ans). Depuis l'invention du premier disque dur, RAMAC par IBM en 1956, les densités de stockage et les vitesses d'accès aux données n'ont cessé d'augmenter de 2.10³Mbit/pouce² à quelques 100Gbit/pouce² et de 10⁻²Mbit.s⁻¹ à quelques 1 Gbit.s⁻¹ respectivement [1]. Si l'accroissement des densités de stockage est maintenu à ce rythme, les technologies actuelles devraient bientôt leurs limites techniques et physiques.

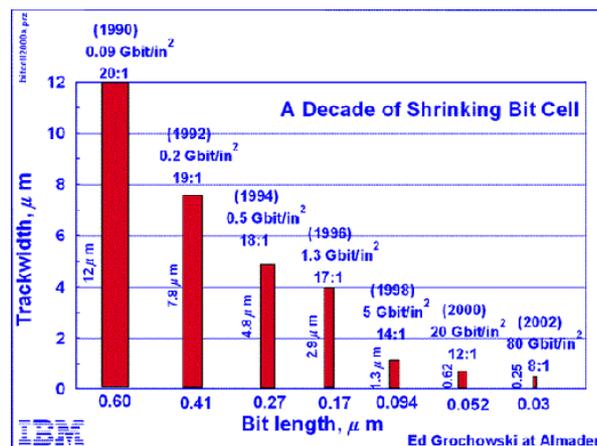


Figure I-1 : Evolution de la taille des points mémoires et des densités de stockage

I.1.i. Le dispositif d'écriture/lecture classique

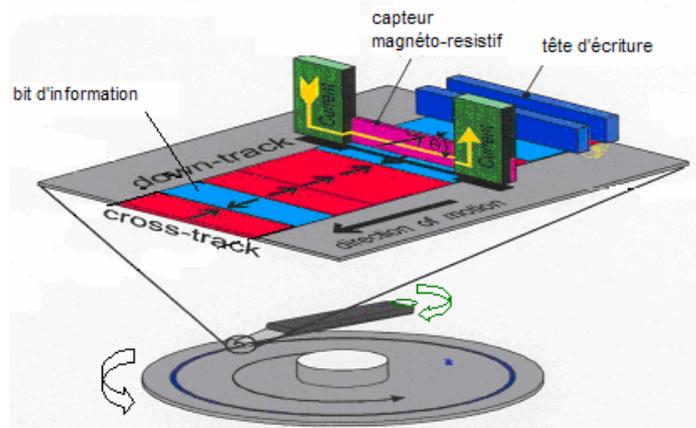


Figure I-2 : Dispositif d'enregistrement magnétique classique

Un dispositif d'enregistrement magnétique comprend une tête de lecture/écriture et un milieu d'enregistrement (média) (Figure I-2), qui est composé d'une couche magnétique dont l'aimantation est orientée parallèle ou perpendiculaire au plan de la couche. L'information est stockée sous la forme de domaines magnétiques adjacents d'aimantations opposées. Les processus d'écriture et de lecture sont réalisés au moyen d'un petit électroaimant (pour l'écriture) et d'un capteur magnéto-résistif (pour la lecture). L'ensemble écriture/lecture vole à quelques dizaines de nanomètres (la hauteur de vol était d'environ 25nm en 1997 [2], elle est aujourd'hui de 10nm [3]) au dessus du disque magnétique en rotation à des vitesses relativement importantes de l'ordre de 10000-15000 tours/min. Les données sont inscrites suivant des pistes concentriques.

(a) L'écriture

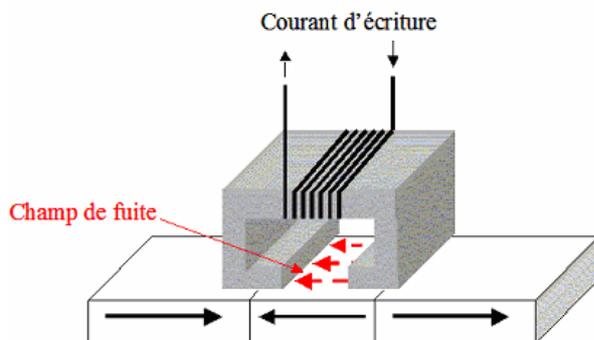


Figure I-3 : Schéma simplifié du processus d'écriture sur un média longitudinal

Le champ émis par une tête d'écriture longitudinale [2].

La tête d'écriture comprend un circuit magnétique présentant un enroulement d'excitation autour d'un entrefer. La composante longitudinale du champ de fuite générée au niveau de l'entrefer permet d'orienter l'aimantation le long de la piste magnétique, afin d'écrire l'information dans le média (Figure I-3). Le modèle établi par Karlqvist en 1954 permet de modéliser le

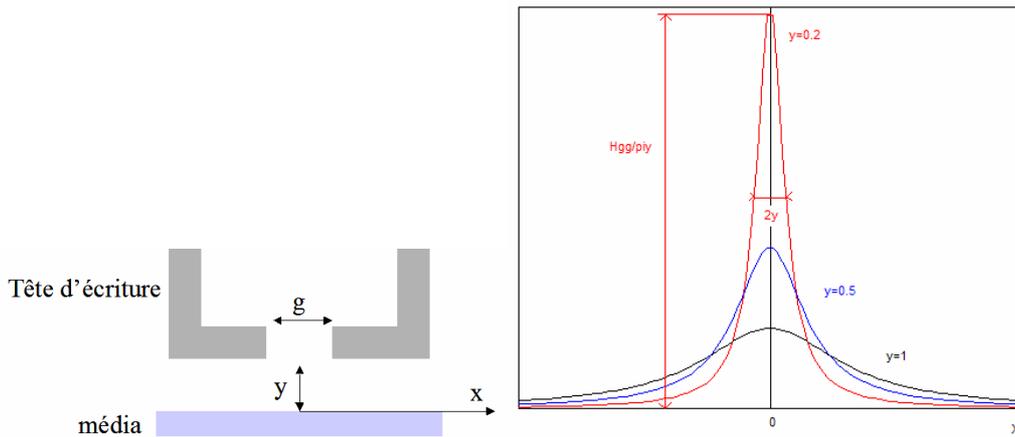


Figure I-4 : Profil du champ magnétique longitudinal créée au niveau du média par une tête d'écriture longitudinale

D'après ce modèle, le champ longitudinal sera d'autant plus fort et localisé que la séparation entre la tête et le média est faible (Figure I-4). Dans la course aux hautes densités de stockage, la hauteur de vol est réduite de manière à obtenir des bits d'informations les plus petits possibles. Ainsi R. Wood estime que pour atteindre le Tbit/pouce², les têtes d'écriture doivent voler à environ 6nm de la surface [4]. Dans le cas d'un média à aimantation perpendiculaire, un champ magnétique perpendiculaire au plan de la couche est généré à l'aide d'une tête monopolaire (voir Figure I-5), et une couche douce à aimantation longitudinale est intégrée sous la couche de stockage afin de canaliser les lignes de champs [5],[6].

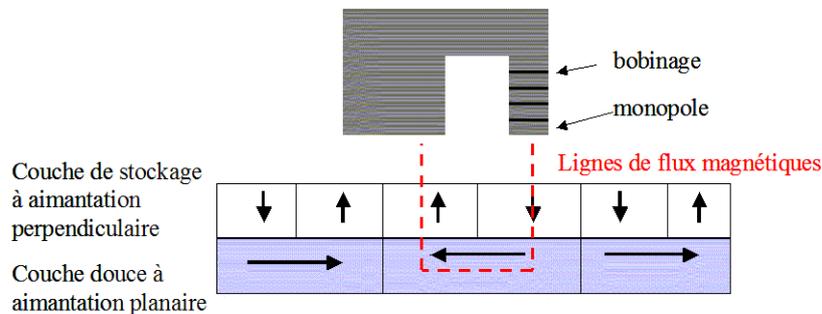


Figure I-5 : Principe d'écriture sur un média à aimantation perpendiculaire

(b) La lecture

Le capteur magnéto-résistif est constitué de deux couches ferromagnétiques, l'une piégée, l'autre libre, séparées par une couche non magnétique. Lorsque les aimantations des couches ferromagnétiques sont orientées en sens opposé (dans le même sens), la résistance du capteur prend une valeur haute (basse). Le champ de fuite créé au niveau d'une transition entre deux domaines d'aimantation du média induit une rotation de l'aimantation de la couche libre du capteur magnéto-

résistif et un changement de résistance. En configuration longitudinale, le signal de lecture ne prend alors des valeurs significatives que lorsque le capteur est situé au-dessus d'une transition entre deux domaines d'aimantations différentes (Figure I-6). Alors qu'en configuration perpendiculaire, l'aimantation du point mémoire est lue directement. Mais dans les deux cas, la transition entre deux domaines d'aimantations de même sens est codé par un 0, alors que celle entre deux domaines d'aimantations opposées est codé par un 1.

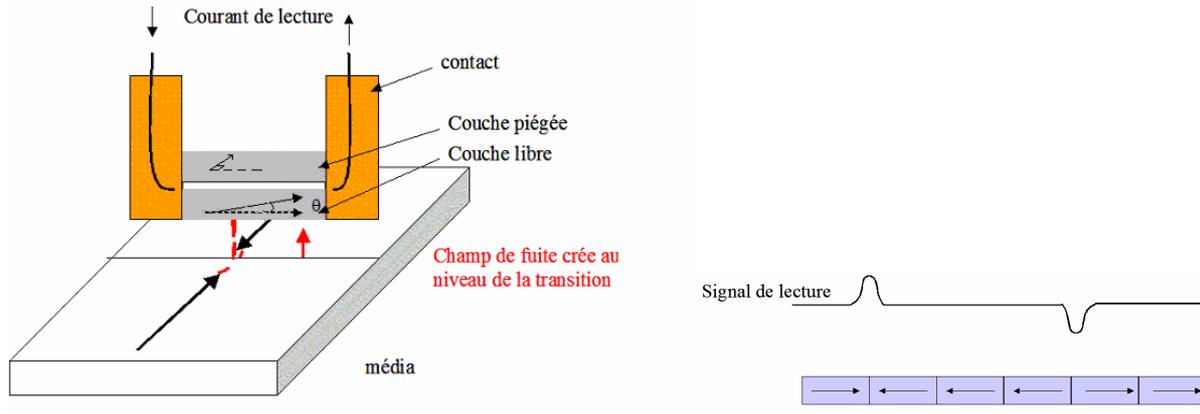


Figure I-6 : schéma simplifié du processus de lecture

La plus grande part du bruit à la lecture vient du bruit induit par le média lui-même, appelé aussi bruit de transition, lié à la nature polycristalline de la couche.

I.1.ii. Le média d'enregistrement

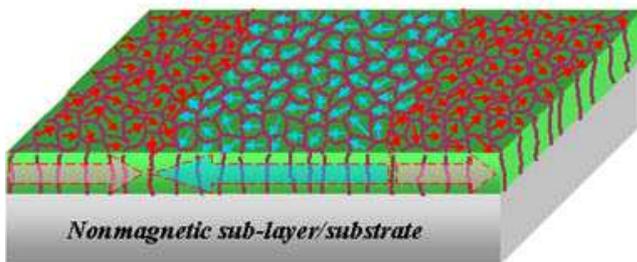


Figure I-7 : Média longitudinal

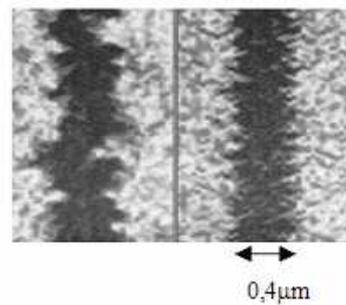


Figure I-8 : Images MFM d'une transition entre deux domaines d'aimantations différentes d'un média longitudinal. A gauche, les grains magnétiques sont plus gros et la transition est plus rugueuse

Le support d'enregistrement en lui même est constitué d'un ensemble de couches, dans lequel la fonction de stockage est assurée par un alliage magnétique polycristallin à base de Cobalt déposé en film mince. Un point mémoire (bit) est défini par un domaine d'aimantation (Figure I-7). Celui-ci se compose d'un ensemble de grains magnétiques couplés par interaction d'échange et par interaction

dipolaire et aimantés en moyenne dans la même direction. Pour réduire la taille des points mémoires et ainsi augmenter les capacités de stockage, un certain nombre de paramètres doivent être considérés afin de ne pas dégrader le rapport signal sur bruit de lecture.

(a) *Rapport signal sur bruit de transition*

Le rapport signal sur bruit de transition peut-être écrit de la manière suivante :

$$\text{SNR} = \frac{96PW_{50}B}{\pi^5 a^2 l_C} \quad (1) [7],$$

où B est la largeur du bit, a est le paramètre de transition et PW_{50} est la largeur du signal de lecture d'une transition. Entre deux domaines d'aimantation de sens opposé il existe une zone de transition où l'aimantation est orientée selon des directions intermédiaires. Le paramètre de transition représente la largeur de cette zone. D'autre part, le signal généré par une transition idéale est modélisé par une lorentzienne dont la largeur à mi-hauteur est PW_{50} . La longueur de corrélation, l_C , représente, comme nous le verrons par la suite, la largeur sur laquelle la transition est dégradée, en raison des interactions d'échange. L'expression du rapport signal sur bruit peut-être expliquée simplement en remarquant que le bruit du média est dû à des fluctuations d'aimantation, présentes au niveau de la transition. En absence de couplages d'échange entre les grains, l'expression du rapport signal sur bruit du média peut-être simplifié et est donné en fonction du nombre N de grains par bits , par:

$$\text{SNR} = 10 \log N \quad (2)$$

On estime généralement que pour garder un bon rapport signal sur bruit, le nombre de grains par bits doit être maintenu à environ 100.

(b) *Réduction de la taille des grains*

La présence du rapport B/a dans la formule du rapport signal sur bruit montre qu'il est nécessaire d'avoir un paramètre de transition petit devant la taille des bits.

La transition entre deux domaines d'aimantations opposées peut-être décrite par le modèle de William-Comstock, qui suppose que l'aimantation longitudinale suit une loi en arc tangente en fonction de la distance au centre de la transition [2]:

$$M(x) = \frac{2M_r}{\pi} \arctan\left(\frac{x}{a}\right) \quad (3)$$

, où M_r est l'aimantation en champ nul et a la largeur de la transition ou paramètre de transition. Ce profil d'aimantation est formé par l'application d'un champ d'écriture. En identifiant le gradient d'aimantation créé par un champ d'écriture de Karlqvist avec celui donné par la formulation de William et Comstock, le paramètre de transition peut s'écrire :

$$a = \sqrt{\frac{Mr \delta r}{\pi H_c Q}} \quad (4)$$

, où Mr est l'aimantation rémanente du média, δ l'épaisseur de la couche, h la hauteur de vol de la tête d'écriture, H_c est le champ coercitif du média, et Q est le gradient d'aimantation. Dans ce modèle le média est considéré comme non granulaire, or les matériaux utilisés sont généralement polycristallin. La transition suit généralement les joints de grains, le paramètre de transition peut alors être donné par :

$$a = \sqrt{0.35a_{WC}^2 + \frac{D^2}{4}} \quad (5)$$

, où a_{WC} est le paramètre de transition calculé dans le modèle de William-Comstock et D le diamètre moyen des grains. Pour diminuer la largeur de transition, le champ coercitif du matériau doit donc être important, alors que l'épaisseur du film et la taille des grains doivent être réduites (Figure I-8).

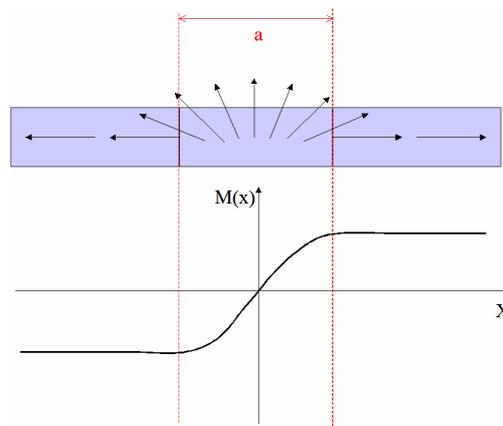


Figure I-9 : Modélisation de la transition entre domaines par William et Comstock

(c) Réduction du couplage intergrains

La présence de la longueur de corrélation dans la formulation du bruit s'explique par le fait que le couplage des grains par échange peut dégrader la forme idéale de la transition entre deux domaines d'aimantations inverses et causer des percolations entre les domaines d'aimantations. Des observations par microscopie de Lorentz ont montré que contrairement au modèle de William-Comstock, la transition entre deux domaines d'aimantation opposée adopte une structure en zigzag [9], afin de minimiser la densité de charges et ainsi le champ de fuite. La Figure I-10 illustre qu'en présence d'un couplage entre les grains, la forme de transition est déformée par rapport à la structure idéale [10] en l'absence de couplage. La longueur de corrélation peut alors s'interpréter comme la largeur moyenne sur laquelle la transition est dégradée [11] en raison des interactions d'échange.

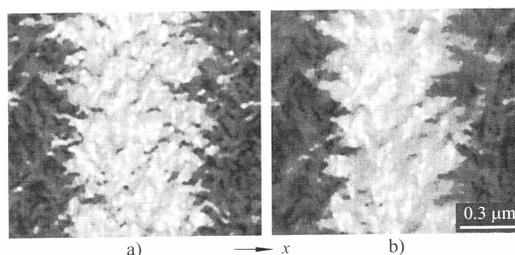


Figure I-10 : Transitions simulées dans le cas (a) d'un absence de couplage d'échange et (b) dans le cas d'un couplage d'échange inter-grains [9]

Donc, afin de conserver un bon rapport signal sur bruit à la lecture, la réduction de la taille des points mémoires exige la diminution de la taille des grains et du couplage inter-grain

(d) Limite superparamagnétique

En présence de couplages entre grains faibles, lorsque la taille des grains magnétiques diminue, l'aimantation de ceux-ci peut devenir instable sous l'effet de l'agitation thermique à température ambiante. Ce phénomène est connu sous le nom de limite superparamagnétique. En effet, si on considère un grain ferromagnétique possédant un axe d'anisotropie, il existe deux états d'aimantation stables, correspondant aux deux orientations possibles de l'aimantation suivant cet axe [12],[13],[14]. La barrière d'énergie séparant ces deux états d'aimantation est proportionnelle au produit KV , où K est la constante d'anisotropie et V est le volume du grain. Lorsque le volume du grain diminue, la barrière d'énergie est réduite et le grain peut passer d'un état d'aimantation à l'autre sous l'effet de l'agitation thermique ambiante. La probabilité de transition étant proportionnelle à $\exp(-\frac{KV}{k_B T})$, la durée de vie d'un état d'aimantation est donnée par $\tau = \tau_0 \exp(\frac{KV}{k_B T})$, où τ_0 est de

l'ordre de 0,1 à 1ns. Pour garantir la stabilité de l'information sur une dizaine d'année, le rapport $\frac{KV}{k_B T}$ doit être alors pris supérieur à 40. Afin de satisfaire cette condition, tout en réduisant la taille

des grains, la constante d'anisotropie du matériau doit être accrue. Il est possible de trouver des alliages possédant une forte anisotropie et dont la taille des grains peut être réduite jusqu'à 2-3 nanomètres, c'est le cas par exemple des alliages intermétalliques tétragonaux L10 comme le FePt [15], ou des alliages terres-rares métaux de transition comme le Co_5Sm [15]. Néanmoins, l'augmentation de l'anisotropie a pour conséquence l'augmentation du champ coercitif du matériau, proportionnel au rapport K/M_s , où M_s est l'aimantation à saturation et K la constante d'anisotropie. Ce champ coercitif peut alors devenir supérieur au champ maximum généré par la tête d'écriture, lui-même limité par l'aimantation à saturation des matériaux constitutifs de la tête d'écriture.

Contrairement aux matériaux à aimantation planaire, où l'effet du champ démagnétisant augmente lorsque la taille des points mémoires diminue, celui-ci a un effet stabilisant sur les matériaux à aimantation perpendiculaire. Les matériaux à aimantation perpendiculaire sont donc à

priori plus adaptés aux stockage de données à ultra-haute densité. Les densités limites sont en effet 4 à 5 fois plus élevées sur média perpendiculaire que sur média longitudinal [8].

(e) Solution : médias discrets

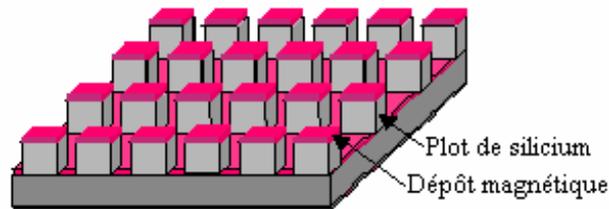


Figure I-11 : Exemple de média discret perpendiculaire, où la couche magnétique (ici multicouches Co/Pt) est déposée sur des plots submicroniques de Silicium

Une autre alternative pour repousser la limite superparamagnétique est d'utiliser des médias discrets (réseaux de nanostructures). Dans un média discret, chaque motif est séparé physiquement de ses voisins (par exemple au moyen d'une gravure). Si ce motif magnétique peut être rendu monodomaine en champ nul, il définit un point mémoire [16],[17],[18],[19]. Les limites de la structure forment alors des transitions nettes entre les bits. Le bruit de transition est donc considérablement réduit [20],[21], car il n'est plus dégradé par la taille des grains, laquelle peut être aussi grande que la dimension de la structure. Mais le champ de retournement d'un média discret est plus important (jusqu'à 10 fois plus élevé [19]) que le champ coercitif de la couche continue correspondante et peut également devenir supérieur au champ maximum généré par la tête d'écriture.

D'autre part, pour manipuler un seul point mémoire, l'action du champ d'écriture doit être localisée au niveau d'une structure. La difficulté est alors de positionner correctement la tête d'écriture, lorsque les structures deviennent de taille nanométrique.

Il semble que les médias offrant la meilleure capacité de stockage sont les médias discrets à aimantation perpendiculaire [22],[23], car la limite superparamagnétique est repoussée grâce à la structuration et la configuration perpendiculaire minimise l'effet du champ démagnétisant et stabilise les domaines.

De nouvelles technologies doivent être envisagées pour inscrire l'information dans ce genre de média.

I.2 L'enregistrement magnétique thermiquement assisté

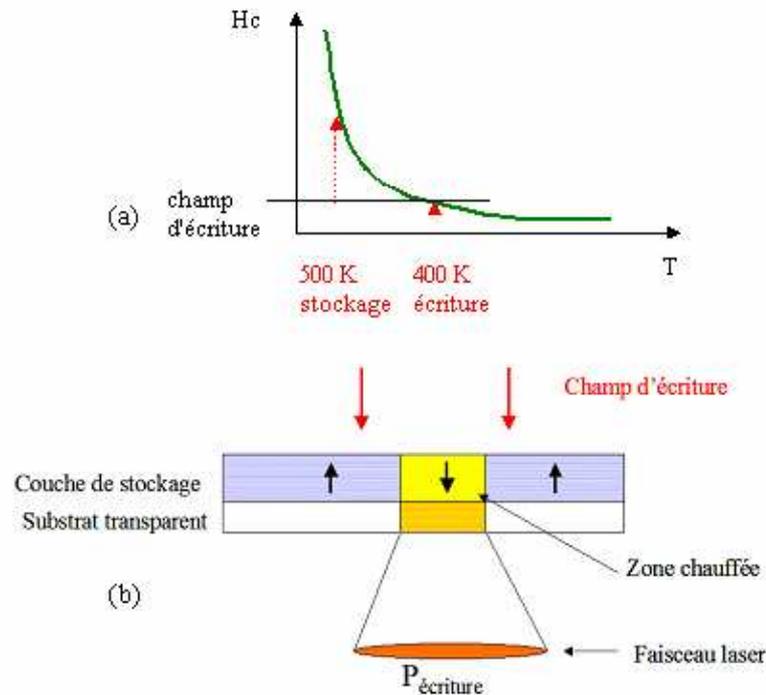


Figure I-12 : (a) Principe de l'écriture thermomagnétique : le matériau est échauffé localement à une température telle que le champ d'écriture est égal au champ coercitif. Le champ coercitif à l'ambiante est beaucoup plus élevé, les zones non chauffées ne sont pas retournées. (b) Principe de l'enregistrement magnéto-optique : un faisceau laser placé en face arrière échauffe localement une couche magnétique, un champ magnétique macroscopique est appliqué simultanément pour retourner l'aimantation de la zone chauffée.

En remarquant que le champ coercitif d'un matériau décroît lorsque la température augmente, l'écriture devient possible, sur des matériaux à forte anisotropie ou sur des médias discrets, en portant la zone inscriptible à une température telle que le champ appliqué soit supérieur au champ coercitif à cette température (Figure I-12(a)). Cette technique est appelée enregistrement thermiquement assisté, enregistrement thermomagnétique ou enregistrement hybride.

I.2.i. L'enregistrement magnéto-optique

Les premières techniques d'enregistrement magnétique utilisant une assistance thermique ont été les techniques magnéto-optiques. L'échauffement local est réalisé grâce à une source laser d'un côté du disque en rotation pendant que de l'autre côté un champ magnétique macroscopique est appliqué grâce à une tête magnétique (Figure I-12(b)). La lecture s'effectue à température ambiante, en mesurant la rotation Kerr polaire (l'aimantation produit une rotation du plan de polarisation de la lumière, dont le signe est directement relié au sens de l'aimantation du domaine [24]). D'autres techniques proposent une écriture magnéto-optique et une lecture magnéto-résistive.

Les matériaux couramment utilisés sont les alliages amorphes terre rare-métaux de transitions comme les alliages de TbFeCo [25]. Ils possèdent une forte anisotropie uniaxiale et leur champ

coercitif décroît rapidement avec la température et s'annule pour des températures peu élevées, de l'ordre de 400-500K [26].

Les disques magnéto-optiques sont très utilisés au Japon, dans les lecteurs de type « Minidisc ». En dehors du Japon, les applications pour les lecteurs MO sont confinées dans des niches comme la CAO et l'archivage de haute capacité

Les configurations actuelles d'enregistrement magnéto-optique (Figure I-12(b)) ne permettent pas d'atteindre de hautes densités de stockage. En effet, la taille minimum des domaines inscrits est limitée par la tache de diffraction du faisceau laser, qui est donnée par :

$$\phi_{\text{spot}} = 1.22 \frac{\lambda}{ON},$$

où λ est la longueur d'onde du faisceau et ON est l'ouverture numérique de la lentille de focalisation. Pour réduire la taille des domaines, on peut par exemple :

- *réduire la longueur d'onde* [27].

Des DVD à stockage optique sur lesquels les données peuvent être enregistrées avec un laser bleu sont déjà commercialisés par Sony, sous le format Blu-Ray. Ils offrent une capacité de stockage de 23.3 Go, et pourraient remplacer les disques magnéto-optiques, qui dans la version la plus récente peuvent stocker 9.1 Go. La combinaison de l'utilisation d'un laser bleu et d'un stockage magnétique permettrait de mettre à profit les points forts de ces deux technologies. En effet, le stockage magnétique offre en plus d'une moindre usure à long terme, un temps d'accès plus rapide, 19 ms contre 100ms pour les technologies CD et DVD

- *ou augmenter l'ouverture numérique de la lentille de focalisation:*

en utilisant par exemple des lentilles à immersion solide [28]. Celles-ci sont utilisées dans le dispositif développée par Terascorp et Seagate pour réduire l'extension du spot laser en dessous de limite de diffraction.

I.2.ii. Nouvelles techniques magnéto-optiques et limitations

Pour écrire des domaines plus petits que le spot laser, l'intensité du champ magnétique est modulée (technique MFM : Magnetic Field Modulation) [24],[28],[29]. Des domaines de $0.2\mu\text{m}$ peuvent être obtenus avec une longueur d'onde de 680nm. Il est aussi possible de combiner la modulation de l'intensité du laser avec la modulation du champ magnétique (LP-MFM : laser pumped magnetic field modulation), afin d'augmenter la résolution. Des domaines aussi petits que $0.1\mu\text{m}$ ont pu être écrits.

D'autre part, de nouveaux médias ont été proposés sur lesquels des points mémoire plus petits que le spot laser peuvent être écrits et lus. Il s'agit par exemple de médias à super résolution magnétique (MSR) (Figure I-13), où la couche de lecture est alliage GdFeCo, qui a la propriété de posséder une température de transition au dessus de laquelle le matériau passe d'une anisotropie

planaire à perpendiculaire. La couche mémoire est un alliage de TbFeCo à aimantation perpendiculaire. Lors de la phase de lecture un point mémoire est copié dans la couche de lecture depuis la couche mémoire par couplage magnétique.

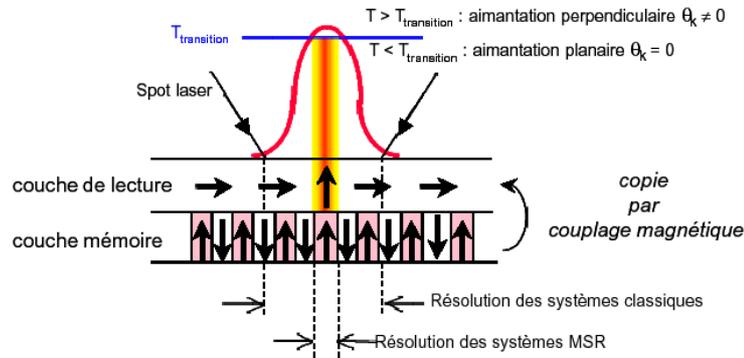


Figure I-13 : Procédé de lecture dans un système MSR

La technique MAMMOS [26],[30] reprend le principe de la MSR, en rajoutant une couche supplémentaire qui permet de étendre le domaine préalablement inscrit dans une couche intermédiaire, afin d'augmenter la sensibilité à la lecture (Figure I-14).

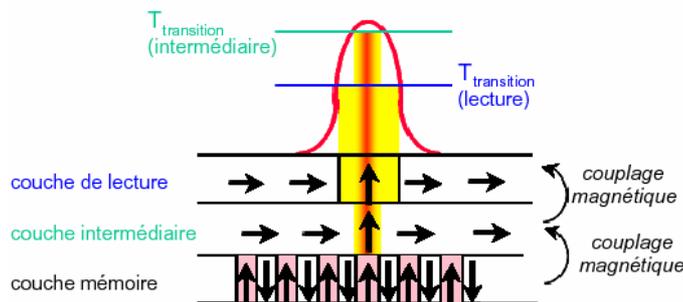


Figure I-14 : Procédé de lecture dans un système MAMMOS

Cependant, le gain en capacité de stockage de l'enregistrement magnéto-optique n'est pas suffisant (20 à 40 Gbit/pouce²) et son coût est encore trop élevé pour espérer remplacer les actuels dispositifs de disque durs, dont les capacités de stockage peuvent encore être augmentée jusqu'à 100Gbit/pouce² pour les médias longitudinaux (et 500Gbit/pouce² pour les médias perpendiculaires) avant d'atteindre la limite superparamagnétique. Pour augmenter au delà les capacités de stockage, les techniques de haute résolution magnéto-optique ne suffisent pas, l'extension spatiale des zones chauffées doivent être réduites. Seules les techniques de champ proche permettent d'atteindre des dimensions de l'ordre de 20nm. Des techniques d'enregistrement magnéto-optique en champ proche, utilisant une lentille à immersion solide, ont été développée à IBM Almaden, ainsi qu'à l'université Carnegie Mellon et à Seagate.

L'idée est ici de réduire la taille du spot laser sur le disque en utilisant une lentille à forte ouverture numérique. Une lentille hémisphérique à fort indice de réfraction (la lentille est en général en diamant synthétique dont l'indice est de l'ordre de 2) est placée entre le spot laser et la face supérieure du disque (Figure I-15). L'échauffement local du disque s'effectue via les ondes évanescentes sortant de la face plane de la lentille, l'extension spatiale du chauffage par laser peut être réduite par 2.

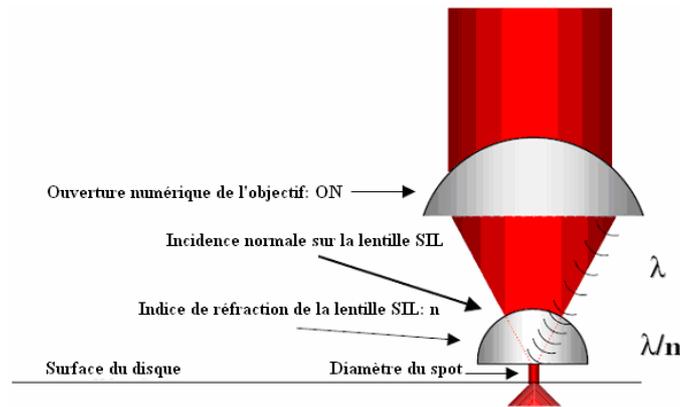


Figure I-15 : Principe de génération d'un champ proche optique en utilisant une lentille à immersion solide

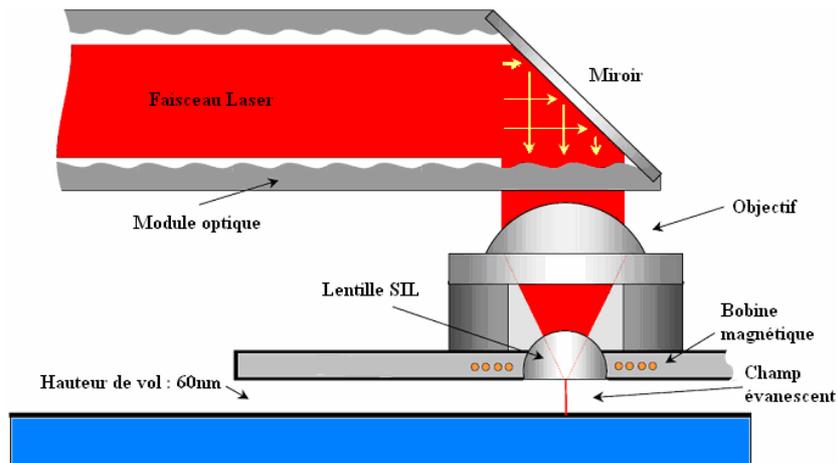


Figure I-16 : Principe du dispositif d'écriture assistée thermiquement en champ proche proposé par TeraStor

Tableau I-1 : Comparaison des performances de l'enregistrement magnéto-optique dans une configuration classique et en champ proche et lorsqu'un laser bleu est utilisé

	Magnéto-optique conventionnelle		Magnéto-optique en champ proche	
	685 nm	410 nm (laser bleu)	685 nm	410 nm(laser bleu)
Longueur d'onde	685 nm	410 nm (laser bleu)	685 nm	410 nm(laser bleu)
Ouverture numérique	0.65	0.7	0.65	0.33
Indice de réfraction de la SIL	-	-	2	3
Taille du spot laser	0.53µm	0.29µm	0.26µm	0.07µm
Densité de stockage maximum	4Gb/pouce ²	13Gb/pouce ²	16Gb/pouce ²	238Gb/pouce ²

Plusieurs groupes ont monté des dispositifs d'écriture assisté thermiquement utilisant une lentille à immersion solide insérée dans une tête d'écriture magnétique, comme celui présenté Figure I-16. Pour l'instant le coût de tels système reste encore élevé et leur fiabilité reste à prouver. La taille minimum du spot laser obtenue avec cette technique (voir tableau ci-dessous) est de l'ordre de 70nm. D'autres techniques de champ proche ou l'utilisation d'autres médias pourraient permettre d'atteindre des densités de stockage plus importantes.

I.3 L'enregistrement sous pointe

Les disques magnéto-optiques promettent des densités de stockage très importantes. Mais ces systèmes consomment énormément énergie, des solutions de stockage performantes totalement différentes doivent être envisagées pour des systèmes miniatures, comme les montres ou les téléphones.

Ainsi certains industriels étudient de nouveaux systèmes de stockage, utilisant d'autres techniques de champ proche sur des media qui ne sont plus nécessairement magnétiques. IBM a été le premier avec son projet MILLEPEDE à développer un système d'écriture utilisant un réseau de pointes AFM et un média de stockage constitué d'une couche de polymère.

Certaines de ces recherches sont restées à l'échelle du laboratoire, d'autres comme le projet Millipede d'IBM sont prêtes à être industrialisées.

I.3.i. Les techniques d'enregistrement sous pointes sur des médias non magnétiques

Des médias non magnétiques sont déjà utilisés pour le stockage amovible de données, sur CD ou DVD par exemple. L'information est stockée sous forme de creux et de bosses dans un polymère (CD et DVD-ROM) ou sous forme de zone cristallisée ou amorphe dans un matériau à changement de phase (CD-RW, DVD-RAM). Dans les deux cas, un traitement thermique est nécessaire pour inscrire les données.

(a) Le champ proche optique

Lorsqu'une ouverture est très petite devant la longueur d'onde de la lumière utilisée, comme une fibre optique étirée éclairée par une diode laser, une onde électromagnétique évanescente est émise. Celle-ci a une extension spatiale radiale et verticale de quelques dizaines de nanomètres. En plaçant un échantillon dans la zone où l'onde évanescente est présente (à quelques dizaines de nanomètres de la surface), une très faible résolution latérale est obtenue.

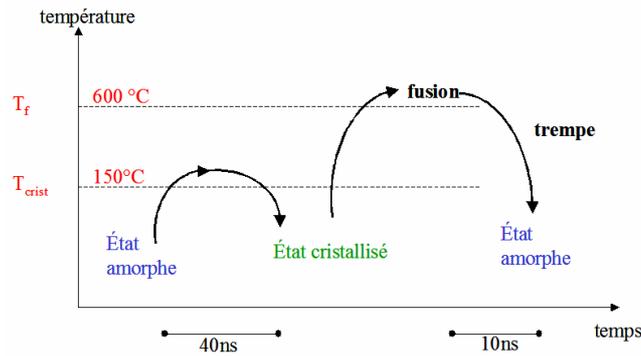


Figure I-17 : Principe de formation de phase amorphes et cristallines dans un matériau à changement de phase (températures et temps caractéristiques de $\text{Ge}_2\text{Sb}_2\text{Te}_5$)

Le champ proche optique peut ainsi être mis à profit pour échauffer localement un matériau à changement de phase et former une zone cristallisée dans une matrice amorphe. L'enregistrement sur matériau à changement de phase à l'aide d'un microscope optique en champ proche (SNOM : Scanning Near Field Optical Microscopy en anglais) a notamment été réalisé dans le Laboratoire de Recherches Avancées d'Hitachi [32].

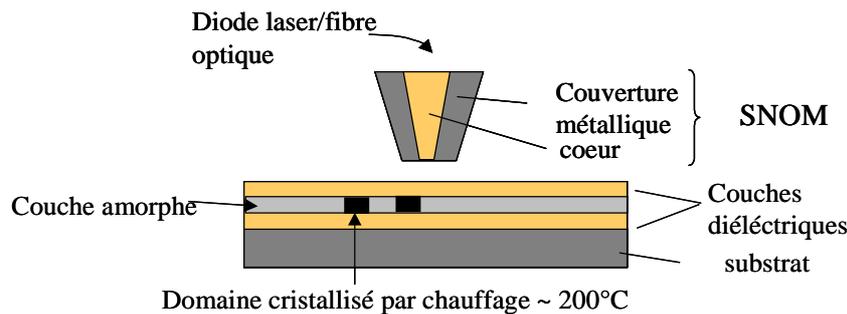


Figure I-18 : principe d'écriture sur un matériau à changement de phase avec un SNOM

Le principe de fonctionnement du stockage par changement de phase repose sur la propriété qu'ont certains matériaux, appartenant au groupe des chalogénure, de passer de manière réversible d'un état amorphe vers un état cristallisé par action thermique (Figure I-17)[31]. Une couche de GeSbTe amorphe est échauffée en champ proche optique (Figure I-18), lorsque la température est localement supérieure à la température de transition vitreuse, une zone cristallisée est formée. La phase cristallisée n'ayant pas le même coefficient de réflexion que la phase amorphe, la lecture des points mémoires peut alors aussi être réalisée à l'aide du SNOM. La taille minimum des points mémoires inscrits est de 60nm avec une impulsion de 7.3mW de puissance pendant 5ms [32]. Des densités de l'ordre de 170Gbit/pouce² peuvent être obtenues avec cette technique sur un média à changement de phase. La limitation essentielle de cette technique est qu'elle ne permet pas de travailler à fortes puissances. Même si l'écriture est possible, car la cristallisation intervient à des températures comprises entre 140 et 200°C, l'amorphisation, nécessite un passage par l'état liquide à des températures supérieures à 600°C, suivi d'une trempe rapide (voir Figure I-17). Or avec une puissance

maximum de l'ordre de 7mW, la température atteinte au niveau de la couche de GeSbTe a été estimée à 180°C environ. L'effacement d'un point mémoire par amorphisation demeure donc impossible avec cette technique. D'autre part, la vitesse de lecture reste faible de l'ordre de 10kbit.s⁻¹[32], en raison de la faible transmittance de la fibre optique. La fabrication et l'intégration de nouvelles pointes dans un patin sur coussin d'air volant au dessus d'un disque en rotation [34], ont permis d'atteindre des vitesses de lecture, de 1.5Mbit.s⁻¹, comparables à celles des systèmes magnéto-optiques haute résolution (3.3 Mbit.s⁻¹, 8Mbit.s⁻¹). En revanche, la résolution en lecture a été estimée à seulement 130nm.

Pour toutes ces raisons le groupe de S. Hosaka a préféré s'intéresser à l'enregistrement sous pointe AFM par indentation d'une couche de polycarbonate [35],[36],[37]. Des creux de 10nm de diamètre ont été formé par déformation plastique à froid avec une force d'appui sur la pointe de l'ordre de 40nN. Des densités de 1.2 Tbit/pouce² avec une vitesse de lecture de 1.25Mbit.s⁻¹ ont été démontrées.

(b) La microscopie à force atomique

En microscopie à force atomique en mode contact, une pointe micronique, située au bout d'un levier en suspension, est maintenue au contact de l'échantillon à sonder en régulant la force exercée sur le levier. La zone de contact entre la pointe et l'échantillon est alors de quelques dizaines nm². Cette propriété peut être utilisée pour échauffer localement un échantillon, soit par effet Joule local en utilisant une pointe conductrice, soit par conduction en utilisant une pointe chauffante.

❖ Ecriture thermoélectrique par effet Joule local

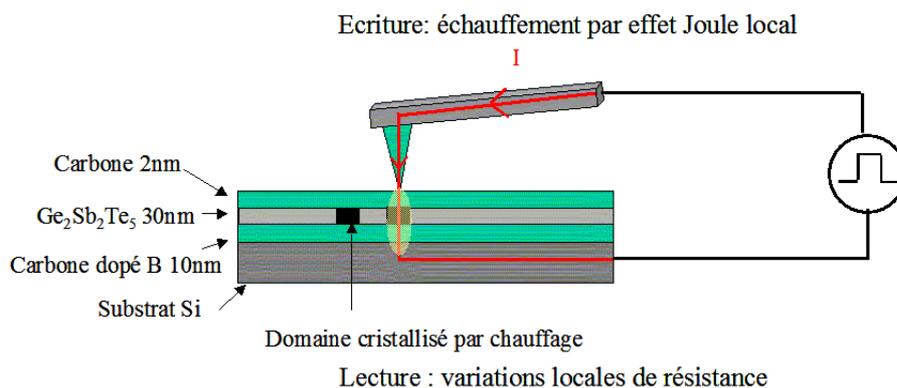


Figure I-19 : Principe de l'écriture et de la lecture électriques sous pointe d'un média à changement de phase

Cette technique a montré des résultats très prometteurs pour l'enregistrement sur des médias à changement de phase [38],[39]. Lors de la phase d'écriture (Figure I-19), une différence de potentiel est appliquée entre la pointe conductrice et l'échantillon, provoquant le passage d'un courant au sein du matériau. Celui-ci est alors échauffé par effet Joule local. Si la température atteinte est

suffisamment élevée (150°C) avec une durée d'échauffement suffisamment longue (50ns), la cristallisation locale du matériau peut avoir lieu. Les phases amorphes et cristallisées possédant des résistivités très différentes [40],[41], la mesure des variations locales de résistance permet de lire les points mémoires inscrits. « L'auto-localisation » de l'énergie déposée a permis d'obtenir des points mémoires aussi petits que 15nm [39] (lorsque le courant traverse l'échantillon, la couche de GeSbTe est échauffée progressivement et sa résistivité diminue au fur et à mesure qu'une phase cristallisée est formée. Comme le courant reste concentré dans des zones de faibles résistivités, l'échauffement par effet Joule reste localisé sous la pointe [42]). Une des grosses difficultés de cette méthode est l'obtention d'un contact électrique pointe/échantillon reproductible. Ainsi une couche de protection et une contre-électrode ont dû être ajoutées pour éviter d'endommager la couche de stockage et limiter le courant injecté. Ces efforts ont permis d'atteindre une densité de 1Tbit/pouce². Le taux de transfert est cependant encore très lent, un point mémoire est en effet écrit en 1µs. Mais l'utilisation d'un réseau de pointes, comme pour le système Millipede décrit ci-dessous permettrait d'écrire plusieurs points mémoires simultanément et donc d'augmenter fortement le taux de transfert. Enfin, comme pour le SNOM l'effacement est impossible, car l'élévation de température nécessaire à l'amorphisation ne peut être atteinte.

❖ Ecriture thermomécanique par conduction

Cette technique a été développée par IBM pour écrire et lire des zones indentées sur un polymère [43] en plaçant une pointe chaude au contact.

Cette pointe est située à l'extrémité d'un levier constitué de deux bras. Les bras du levier en silicium sont fortement dopés, alors que l'extrémité du levier où se trouve la pointe est peu dopée, formant ainsi une zone plus résistive. La chaleur produite par effet Joule est donc concentrée dans cette zone, la pointe est ensuite échauffée par conduction.

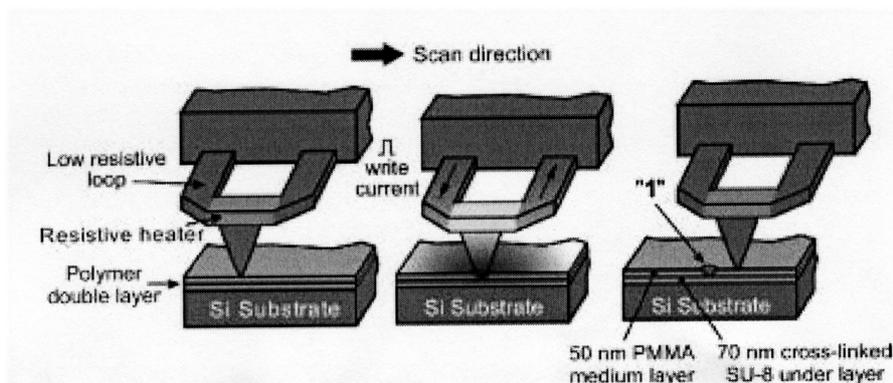


Figure I-20 : Principe de l'écriture thermomécanique - Température d'écriture : 400°C

Pendant la phase d'écriture (Figure I-20), des pulses de tension 2µs avec une période de 50µs sont appliqués entre les bras du levier, la température de la pointe est de l'ordre de 400°C.

L'échauffement local produit par conduction avec la pointe, provoque un ramollissement du polymère et par action conjuguée de la force d'appui un creux est indenté dans le polymère.

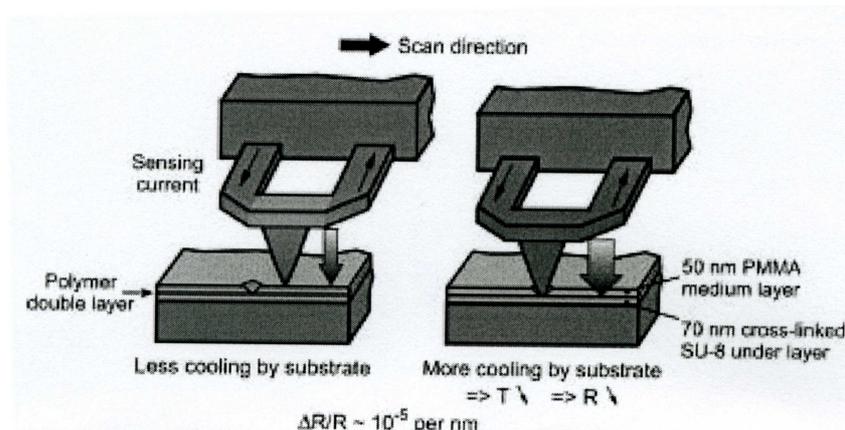


Figure I-21 : Principe de la lecture thermique - Température de lecture : 350°C

A la lecture (Figure I-21), la variation de la résistance du levier en fonction de la température est utilisée pour mesurer les transferts thermiques entre la pointe et l'extérieur et ainsi détecter les points mémoires. La pointe est échauffée à une température inférieure à la température d'écriture (environ 350°C), et est maintenue en contact de la surface. Lorsqu'elle passe dans un creux, la puissance dissipée est plus importante car la surface de contact entre la pointe et l'échantillon est plus grande, sa température diminue, donc la résistance aussi.

L'observation de la topographie des points mémoires inscrits met en évidence la formation d'un bourrelet autour de l'indentation. Pour effacer le point mémoire, il suffit d'échauffer le bourrelet pour le ramollir et ainsi recouvrir l'indentation voisine. De ce fait, les phases d'écriture et d'effacement ne se distinguent que par une variation du pas des indentations.

Comme dans le cas de l'écriture par effet joule local, le temps d'écriture est lent car limité par le temps de diffusion thermique et par la fréquence de résonance du levier. Pour augmenter le taux de transfert, la solution proposée par IBM, dans son projet Millipede [44], est d'utiliser une matrice de pointes. La déflexion et la température de chaque levier peuvent être contrôlées indépendamment par application d'un courant. Plusieurs points mémoires sont donc être écrits en parallèle. Le média d'enregistrement est ensuite déplacé à l'aide de micro-actionneurs (voir Figure I-22). Il a ainsi été démontré que si la vitesse de transfert des données par levier est de 1 kbits.s^{-1} , celle d'une matrice de 32 par 32 pointes est de 32 kbit.s^{-1} [44]. Cependant le taux de transfert global n'est pas limité par le procédé d'écriture/lecture mais par le taux auquel les données peuvent être transférées par l'électronique de commande. D'importants efforts ont été effectués pour améliorer le mécanisme de commande du réseau de pointes et de déplacement du média [46]. Dernièrement sur un site internet de

veille technologique paraissait l'annonce d'un taux de transfert de 800Gbit.s^{-1} , obtenu à l'aide d'un réseau de 64 par 64 pointes [3].

Des points mémoires de 40 nanomètres espacés de 120nm ont été réalisés à l'aide d'un réseau de 32 par 32 pointes, formant une mémoire de 500Gbits/pouce^2 [44]. Cette résolution a été obtenue principalement en optimisant le média pour limiter la pénétration de la pointe dans le polymère :

- en réduisant la couche de polymère
- par l'utilisation un substrat de silicium qui joue à la fois le rôle de puit thermique, car bon conducteur thermique, et de couche d'arrêt, car beaucoup plus dur que le polymère
- en ajoutant une fine couche de résine pour limiter l'usure de la pointe

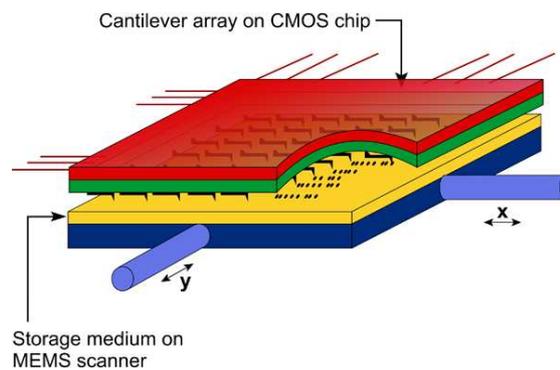


Figure I-22 : Principe du dispositif Millipede, le média d'enregistrement est déplacé sous un réseau de pointes chauffantes à l'aide de microactionneurs

Des tests d'erreur à l'écriture ont été réalisés à 406Gbit/pouce^2 , 641Gbit/pouce^2 et 1.02Tbit/pouce^2 , pour des tailles de points mémoires de respectivement 23,18 et 14nm. Le taux d'erreur est de l'ordre de 10^{-4} mais la qualité des indentations formées se détériore lorsque la densité augmente [45].

(c) Conclusion et limitations des techniques micropointes existantes sur média non magnétiques

- En ce qui concerne les médias à changement de phase, aucune technique ne permet encore d'effectuer une procédure d'effacement. Pour les polymères, l'écriture s'effectuant par contact mécanique, le média peut être endommagé au bout d'un certain nombre de cycles.
- concernant les techniques d'écriture, toutes obtiennent de bons résultats en terme de densité, grâce à un travail combiné sur le média et sur le système micropointe. Seule la technique SNOM, semble un peu moins performante, car limitée en terme de densité.

D'autre part, pour être une bonne alternative aux systèmes actuels d'enregistrement, les mémoires doivent avoir des temps d'accès et de transfert comparables à ceux des disques durs conventionnels (1Gbit.s^{-1}). Or la vitesse de déplacement d'une pointe AFM est limitée par sa fréquence de résonance à

quelques Mbit/s. L'écriture en parallèle de plusieurs centaines de points mémoires à l'aide d'un réseau de pointes comme le propose IBM dans son projet Millipede, constitue donc une bonne solution pour augmenter les vitesses d'accès.

Tableau I-2 : Comparaison des performances des techniques de micro-pointes existantes et de l'enregistrement magnétique classique

Technique d'enregistrement	Enregistrement magnétique classique	Optique en champ proche (SNOM)	Effet Joule local (AFM)	Thermomécanique (AFM)
Média	magnétique	Changement de phase	Changement de phase	Changement de phase
Densité d'enregistrement	100 Gbit/pouce ²	170Gbit/ichn ²	1Tbit/pouce ²	1Tbit/pouce ²
Vitesse d'accès	1Gbit.s ⁻¹	1.5Mbit.s ⁻¹ (par pointe)	1Mbit.s ⁻¹ (par pointe)	1kbit.s ⁻¹ (par pointe) 800Gbit/s ⁻¹ (Millipede)
		Ecriture unique	Ecriture unique	Usure à long terme

I.3.ii. Solution proposée

L'objectif de cette thèse a donc été de démontrer la possibilité d'utiliser une technique d'assistance thermique sous pointe AFM chauffante (type Millipede) pour l'enregistrement sur des médias magnétiques discrets.

La solution que nous proposons permet de combiner les performances de l'assistance thermique sous pointe (dont le taux de transfert peut être amélioré en parallélisant), aux qualités intrinsèques aux supports magnétiques qui permettent d'effectuer un nombre de cycles écriture/lecture infini et sur lesquels la limite superparamagnétique est repoussée par discrétisation du média.

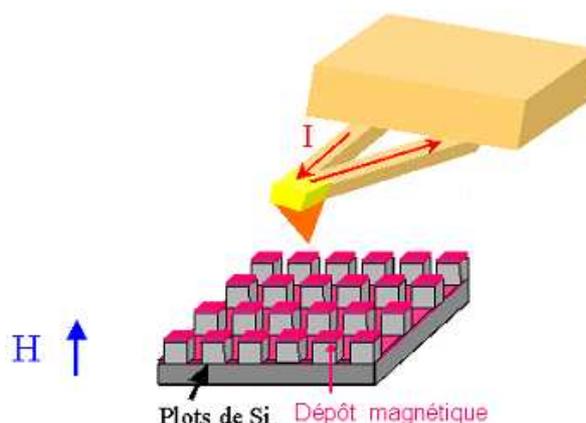


Figure I-23 : Solution proposée : Ecriture thermomagnétique sous pointe chauffante sur un média magnétique discret

Conclusion :

Comme nous avons pu le constater dans ce paragraphe, le critère déterminant pour réaliser une technique d'enregistrement assisté thermiquement est l'efficacité et la localisation du chauffage. Il est donc important de connaître le mécanisme des transferts thermiques en champ proche, afin de comprendre dans quelles conditions ils produisent un échauffement local suffisant. Nous allons décrire dans le prochain chapitre quelques éléments de la théorie des transferts thermiques et mettrons en évidence les mécanismes particuliers qui peuvent apparaître dans notre dispositif.

-
- [1] D.A THOMPSON, J.S BEST, « *The Future of Magnetic Data Storage* », IBM J.Res.Develop., **44**, p311 (2000)
- [2] SHAN. X. WANG, ALEXANDER M. TARATORIN, « *Magnetic Information Storage technology* », Academic press
- [3] www.dataligence.com
- [4] R.WOOD, « The Feasibility of Magnetic Recording at 1Tbit/pouce² », IEEE.Trans.Magn., **36** (1), p36 (2000)
- [5] S. KHIZROEV ET D. LITVINOV, « *Perpendicular magnetic recording: writing process* », J. App. Phys., **95** (9), p4521 (2004)
- [6] D. LITVINOV ET S. KHIZROEV, « *Perpendicular magnetic recording: playback* », J. App. Phys., **97** (1), p071101 (2005)
- [7] H. NEAL BERTRAM, HONG ZHOU AND ROY GUTAFSON, « *Signal to Noise Ratio Scaling and Density Limit Estimates in Longitudinal Magnetic Recording* », IEEE Trans. Magn., **34**(4), p1845 (1998)
- [8] H. N. BERTRAM ET M. WILLIAMS, « *SNR and Density Limits Estimates: A Comparison of Longitudinal and Perpendicular Recording* », IEEE Trans. Magn., **36** (1), p4 (2000)
- [9] ALEX HUBERT, RUDOLF SCHÄFER, « *Magnetic domains, The analysis of magnetic microstructures* », Springer
- [10] J. J. MILES, M.WDOWIN, J. OAKLEY ET B. K. MIDDLETON, « *The effect of cluster size on thin film media noise* », IEEE Trans. Magn., **31**(6), p1013 (1995)
- [11] ALEKSANDAR KAVČIĆ AND JOSÉ M. F. MOURA, « *Statistical Study of Zig-Zag Transition Boundaries in Longitudinal Digital Magnetic Recording* », IEEE Trans. Magn., **33**(6), p1845 (1997)
- [12] L.NÉEL, CR. Séan. Hebd. Acad. Sci, **228**, p664 (1949)
- [13] L.NÉEL, Ann. Geoph., **5**, p99 (1949)
- [14] C.P. BEAN, J.App. Phys., **26**, p1381 (1955)
- [15] D.WELLER ET AL., « *High Ku Materials Approach to 100Gbit/pouce²* », IEEE.Trans.Magn., **36** (1), p10 (2000)
- [16] S. Y. CHOU, M. WEI, P. R. KRAUSS ET P. B. FISCHER, « *Study of nanoscale magnetic structures fabricated using electron-beam lithography and quantum magnetic disk* », J. Vac. Sci. Techn. B., **12** (1), p3695(1994)
- [17] N. BARDOU, B. BARTENLIAN, C. CHAPPERT, R. MEGY, P. VEILLET ET J. P. RENARD, « *Magnetization reversal in patterned Co(0001) ultrathin films with perpendicular magnetic anisotropy* », J. App. Phys., **79** (8), p5848(1996)
- [18] M. A. M. HAAST, J. R. SCHUURHUIS, L. ABELMANN, J. C. LODDER ET TH. J. POPMA, « *Reversal mechanism of submicron patterned CoNi/Pt multilayers* », IEEE Trans. Magn., **34** (4), p1006(1998)
- [19] S. LANDIS, B. RODMACQ ET B. DIENY, « *Magnetic properties of Co/Pt multilayers deposited on silicon dot arrays* », Phys. Rev. B., **62** (18), p12271(2000)
- [20] M. ALBRECHT, C. T. RETTNER, A. MOSER, M. E. BEST ET B. D. TERRIS, « *Recording performance of high density patterned perpendicular magnetic media* », App. Phys. Lett., **81** (15), p2875(2002)
- [21] J.MORITZ, B.RODMACQ, B. DIENY, J-P NOZIERES, S. LANDIS, A. LEBIB ET Y CHEN., « *Domain structure in magnetic dots prepared by nanoimprint and e-beam lithography* », J. Appl. Phys., **91**, 7315 (2002)
- [22] M.ALBRECHT, C.T. RETTNER, A. MOSER, M. E. BEST, ET B. D. TERRIS, « *Recording performance of high-density patterned perpendicular magnetic media* », Appl. Phys. Lett., **81**(15),p2875 (2002)
- [23] M. ALBRECHT, S. GANESAN, C. T. RETTNER, A. MOSER, M. E. BEST, R. L. WHITE ET B. D TERRIS, « *Patterned Perpendicular and Longitudinal Media: A Magnetic Recording Study* », IEEE Trans. Magn., **39**(5),p2323 (2003)
- [24] R. CAREY, D. M. NEWMAN ET B. W. J. THOMAS, « *magneto-optic recording* », J. Phys. D: Appl. Phys., **28**, p2207 (1995)

- [25] C. BORDEL, « *Etude de la modification par nitruration des propriétés magnétiques des alliages amorphes TbFe et TbFeCo* », Thèse de l'université Joseph Fourier (1997)
- [26] M. ARMAND, « *Etude de couches magnétiques couplées pour disques optiques* », Thèse de l'université Joseph Fourier, 2001
- [27] A. LAGRANGE, « *Vers de plus densités : l'enregistrement magnéto-optique dans le vert à 532nm* », Thèse de l'université Paris XI(1998)
- [28] R. SBIAA, E. STAVROU, A. CHEKANOV, MBIRUKAWA, Y. ITOH ET T. SUZUKI, « *High Density Magneto-Optical Recording Using Solid Immersion Lens with Magnetic Field Modulation* », IEEE Trans. Magn., **36** (5), p2276 (2000)
- [29] E. SUGAWARA, N. WAKO, M. SATOH, H. SUZUKI, K. SHIRAKAWA, T. MASUMOTO, « *Field Modulation Microcoils for Magneto-Optical Recording* », IEEE. Trans. Magn. ., **38**(5), p2093 (2002)
- [30] H. AWANO, S. OHNUKI, H. SHIRAI, N OHTA, A. YAMAGUCHI, S. SUMI ET K. TORAZAWA, « *Magnetic domain expansion readout for amplification of an ultra high density magneto-optical recording signal* », Appl. Phys. Lett., **69**(27), p4257 (1996)
- [31] J. FEINLEIB, J. DENEUFVILE, S.C. MOSS ET S. R. OVSHINSKY, « *Rapid reversible light-induced crystallization of amorphous semiconductors* », Appl. Phys. Lett., **18**(6), p254(1971)
- [32] S. HOSAKA, T. SHINTANI, M. MIYAMOTO, A. KIKUKAWA, A. HIRSTUNE, M. TERAQ, M. YOSHIDA. K FUJITA ET S. KÄMMER, « *Phase change recording using a scanning near-field optical microscope* », J. Appl. Phys., **79**(10), p8082 (1996)
- [33] N. YAMADA, E. OHNO, K. NISHIUCHI ET N. AKAHIRA, « *Rapid-phase transitions of GeTe-Sb₂Te₃ pseudobinary amorphous thin films for an optical disk memory* », J. Appl. Phys. **69**(5), p2849(1991)
- [34] F. ISSIKI, K. ITO, K. ETOH, ET S. HOSAKA, « *1.5-Mbit/s direct readout of line-and-space patterns using a scanning near-field optical microscopy probe slider with air-bearing control* », Appl. Phys. Lett., **76**(7), p804 (2000)
- [35] S. HOSAKA, H. KOYANAGI, A. KIKUKAWA, M. MIYAMOTO, K. NAKAMURA ET K. ETOH, « *Force Modulation atomic force microscopy recording for ultrahigh recording* », J. Vac. Sci. Technol. B., **15**, p788 (1996)
- [36] S. HOSAKA, A. KIKUKAWA, H. KOYANAGI, T. SHINTANI, M. MIYAMOTO, K. NAKAMURA ET K. ETOH, « *SPM-based data storage for ultrahigh density recording* », Nanotech., **8**, pA58 (1997)
- [37] S. HOSAKA, « *SPM Based Recording Toward Ultrahigh Density Recording with Trillion Bits/Inch²* », IEEE Trans. Magn., **37**, p855 (2001)
- [38] O. BICHET, « *Enregistrement par micropointe sur un média à changement de phase : vers les ultra-hautes densités de stockage de l'information* », Thèse de l'université Joseph Fourier(2003)
- [39] S. GIDON, O. LEMONNIER, B. ROLLAND, O. BICHET ET C. DRESSLER, « *Electrical probe storage using Joule Heating in phase change media* », Appl. Phys. Lett., **85**(26), p6392 (2004)
- [40] S. R. OVSHINSKY, « *Reversible electrical switching phenomena in disordered structures* », Phys. Rev. Lett., **21**(20), p1450(1968)
- [41] I. FRIEDRICH, V. WEIDENHOF, W. NJOROGI, P. FRANZ ET M. WUTTIG, « *Structural transformations of Ge₂Sb₂Te₅ studied by electrical resistance measurement* », J. App. Phys., **87**(9), p4130(2000)
- [42] M. ARMAND, C.D. WRIGHT, M.M AZIZ ET S. SENKADER, « *Understanding the electrothermal processes involved in probe storage on phase-change media* », Proc. SPIE, **5069**, p150 (2003)
- [43] H. J. MAMIN , « *Thermal writing using a heated atomic force microscope tip* », Appl. Phys. Lett., **69** (3), p433 (1996)
- [44] P. VETTIGER *et al.*, « *The Millipede-Nanotechnology entering data storage* », IEEE Trans. Nano., **1** , p39 (2002)

- [45] H. POZIDIS, W. HÄBERLE, D. WIESMANN, U. DRESCHLER, M. DESPONT, T. R. ALBRECHT ET E. ELEFThERIOU, « *Demonstration of thermomechanical recording at 641 Gbit/inch²* », IEEE Trans. Magn., **40**(4), p2531(2004)
- [46] A. PANTAZANI, M. A. LANTZ, G. CHERUBINI, H. POZIDIS ET ELEFThERIOU, « *A Servomechanism for a micro-electro-mechanical-system-based scanning-probe data storage system* », Nanotech., **15**, S612(2004)

CHAPITRE II :

THEORIE DES TRANSFERTS THERMIQUES EN CHAMP PROCHE

II.	THEORIE DES TRANSFERTS THERMIQUES EN CHAMP PROCHE	43
II.1	<i>Rappels sur l'équilibre et les échanges thermiques</i>	43
	(a) Qu'est ce qu'un système thermodynamique isolé ?	43
	(b) Comment définit-on l'état d'équilibre d'un système ?	43
	(c) Quelle est la définition exacte de la température ?	44
	(d) Comment décrire les situations hors équilibre ?	44
II.2	<i>Les différents types de transfert thermiques en champ proche : théories et modélisations existantes</i>	45
II.2.i.	Différents types de transferts thermiques pouvant intervenir dans notre système	45
II.2.ii.	Transfert conducto-convectif par un fluide	47
	(a) Lois macroscopiques régissant le transfert thermique par un fluide-loi de Fourier	47
	(b) Equation de Boltzmann - régime classique	48
	(c) Equation de Boltzmann-régime balistique	50
	(d) Régime semi-balistique - application au cas d'une tête en vol – simulations Monte Carlo	53
II.2.iii.	Transfert thermique radiatif	56
	(a) Lois macroscopiques régissant le transfert thermique radiatif	56
	(b) Transfert radiatif en champ proche	58
	(c) Flux radiatif échangé en champ proche entre deux surfaces diélectriques	60
	(d) Flux radiatif échangé en champ proche entre deux surfaces métalliques	61
II.2.iv.	Conduction solide-solide et conduction liquide-solide	63
	(a) Origine de la résistance thermique de contact	63
	(b) Résistance de contact d'une interface pointe AFM/média ?	64
II.3	<i>Transfert thermique dans les nanostructures :</i>	65
II.3.i.	Dimensions caractéristiques de notre système	65
II.3.ii.	Modèles classiques de conduction thermique dans un solide	66
	(a) Conduction thermique dans un solide non métallique : modèle de Debye	67
	(b) Conduction thermique dans un métal : modèle du gaz d'électrons libre de Fermi	69
II.3.iii.	Limitations aux modèles classiques - applications à notre système	70
	(a) Limitations du modèle de Debye dans le cas du transport de chaleur dans les matériaux massifs	70
	(b) Limitations du modèle de Debye et de la résolution classique de l'équation de Boltzmann dans le cas du transport de chaleur dans les nanostructures	71
	(c) Libre parcours moyen et conductivité thermique dans le silicium	71
	(d) Conductivité thermique du silicium poreux	73
	(e) Films minces métalliques et multicouches	74

II. THEORIE DES TRANSFERTS THERMIQUES EN CHAMP PROCHE

Introduction :

Dans un dispositif d'écriture thermomagnétique sous pointe, les transferts thermiques mis en jeu interviennent à des échelles nanométriques. Or à ces dimensions, la description classique des transferts de chaleur n'est plus valide.

Après un bref rappel des notions d'équilibre et de température, nous décrirons les différents types de transferts thermiques intervenant dans notre dispositif ainsi que leurs valeurs en champ proche. Nous verrons aussi qu'aux petites dimensions, les conductivités thermiques sont parfois plus faibles de plusieurs ordres de grandeur par rapport à celle d'un matériau massif.

II.1 Rappels sur l'équilibre et les échanges thermiques

Dans la description des différents phénomènes d'échange thermique qui va suivre, nous allons utiliser certains termes dont il est utile de rappeler la définition précise.

Ainsi la température d'un corps n'est pas toujours aisée à définir, en particulier lorsque l'on s'intéresse à des systèmes hors équilibre ou dont les dimensions sont petites devant certaines longueurs caractéristiques. Une des conditions de l'« équilibre thermique » entre deux corps est par exemple « l'égalité de leurs températures ». Comme les autres grandeurs d'état macroscopiques utilisées en thermodynamique, la température n'est définie et par conséquent n'existe qu'à l'équilibre thermodynamique (état macroscopique particulier d'un système thermodynamique isolé). Afin d'établir les conditions d'existence de certaines grandeurs, comme la température et donner d'éventuelles extensions des définitions à des cas particuliers, nous allons donc essayer de préciser les différents termes.

(a) Qu'est ce qu'un système thermodynamique isolé ?

Un système thermodynamique isolé est un volume fermé de l'espace contenant un nombre fini de particules. Une particule est la plus petite unité de matière dont la structure n'est pas modifiée au cours de l'évolution du système. L'énergie interne du système est alors définie comme la somme des énergies cinétiques des particules et de leurs énergies d'interactions.

(b) Comment définit-on l'état d'équilibre d'un système ?

« On définit ici l'état d'équilibre comme l'état macroscopique d'un système isolé qui est automatiquement atteint après un temps suffisamment long, de telle sorte que les grandeurs d'état

macroscopiques ne varient plus en fonction du temps »[47]. L'état macroscopique du système est alors caractérisé par l'entropie. Si W désigne le nombre d'états microscopiques du système, c'est à dire le nombre d'états d'énergétiques que peuvent occuper les particules élémentaires du système, l'entropie S du système est donnée par :

$$S = k_B \ln(W) \quad (1),$$

avec k_B la constante de Boltzmann.

L'état d'équilibre du système est alors l'état pour lequel l'entropie est maximum.

(c) Quelle est la définition exacte de la température ?

La température d'un système à l'équilibre thermodynamique est donnée explicitement par :

$$\frac{1}{T} = \left(\frac{\partial S}{\partial U} \right)_{V,N} \quad (2)$$

où U , V , N sont respectivement l'énergie interne, le volume et le nombre de particules du système.

D'après ces premières définitions, les notions d'équilibre et de température n'existent que lorsqu'une moyenne statistique ou d'ensemble peut être calculée, c'est à dire lorsqu'un grand nombre de particules ou d'échantillons peuvent être considérés.

(d) Comment décrire les situations hors équilibre ?

Pour l'instant, nous n'avons fait que donner une définition purement statistique de la température pour un système isolé à l'équilibre thermodynamique. Nous aimerions désormais décrire l'évolution de deux systèmes chacun initialement à l'équilibre thermique à des températures différentes et mis en contact à un instant t . Ces deux systèmes forment deux sous-systèmes d'un système isolé global. Ils vont échanger de l'énergie jusqu'à ce que le système total atteigne un état d'équilibre thermodynamique, que l'on nomme **équilibre global**. La température et la pression sont alors les mêmes partout.

Si l'on peut diviser le système global en petits sous-systèmes contenant un grand nombre de particules, chacun dans un état proche de l'équilibre, on parle alors d'**équilibre thermodynamique local**. Des grandeurs d'états thermodynamique locales (comme la température) peuvent être définies pour chacun de ces sous-systèmes. Les différences de température, pression et potentiel chimique entraînent des flux thermiques et de particules, qui tendent à homogénéiser ces grandeurs et entraînent le système total, si il est isolé, vers un état d'équilibre global.

Nous comprenons donc que dans le cadre d'échanges thermiques aux courtes échelles, non seulement les lois macroscopiques décrivant ces phénomènes peuvent être modifiées, mais également que la définition même de la température peut aussi être remise en cause. Cahill [54] propose de nouvelles définitions de la température, dans le cas d'une couche mince de semiconducteur par exemple. Une

température effective est établie à partir de résultats de simulations de dynamique moléculaire, pour lesquelles la vitesse et la position des atomes sont calculées à chaque instant. Si l'évolution de chaque atome est observée sur une période de temps suffisamment longue, l'ensemble formé par l'atome vu à des instants différents peut être considéré comme un sous-système virtuel possédant un grand nombre d'atomes en équilibre local avec l'ensemble des autres atomes de la couche. Une nouvelle définition de la température peut être établie, où cette fois la moyenne n'est pas effectuée sur le nombre de particules mais sur le temps. Ainsi, si l'on définit T_i la température de l'atome i , en effectuant une moyenne temporelle des énergies cinétiques de chaque atome, on peut écrire:

$$\left\langle \frac{1}{2} m v_i^2 \right\rangle_t = \frac{3}{2} k_B T_i \quad (3)$$

Dans le cas de phonons, c'est à dire d'une vibration collective d'atomes, on peut écrire à l'aide de la mécanique quantique :

$$\left\langle \frac{1}{2} m v_i^2 \right\rangle_t = \frac{1}{4N} \sum_{\lambda, \vec{q}} 3\hbar\omega_\lambda(\vec{q}) \times \left(\frac{2}{e^{\hbar\omega_\lambda(\vec{q})/k_B T_i} - 1} + 1 \right) \quad (4)$$

où $\omega_\lambda(\vec{q})$ est la fréquence du phonon de vecteur d'onde \vec{q} et de polarisation λ .

Il est donc possible pour certains cas particuliers de définir des états d'équilibre locaux entre sous systèmes et parfois de donner de nouvelles définitions de la température, par exemple pour des systèmes avec peu de particules, mais avec un temps d'observation suffisamment long.

II.2 Les différents types de transfert thermiques en champ proche : théories et modélisations existantes

II.2.i. Différents types de transferts thermiques pouvant intervenir dans notre système

Notre système est composé d'une pointe AFM chauffante et d'un échantillon qui doit être échauffé localement à 400K-450K (nous verrons dans la suite que cette élévation de température est nécessaire pour retourner l'aimantation de la couche magnétique à l'aide d'un champ magnétique relativement faible). Pour transférer la chaleur de la pointe vers l'échantillon, plusieurs modes d'échanges thermiques peuvent intervenir :

❖ En l'absence de contact (Figure II-1) :

Un transfert convectif et conductif par l'intermédiaire des molécules de gaz environnantes.

Un transfert radiatif : le rayonnement électromagnétique émis par la pointe chaude peut être absorbée par la couche magnétique

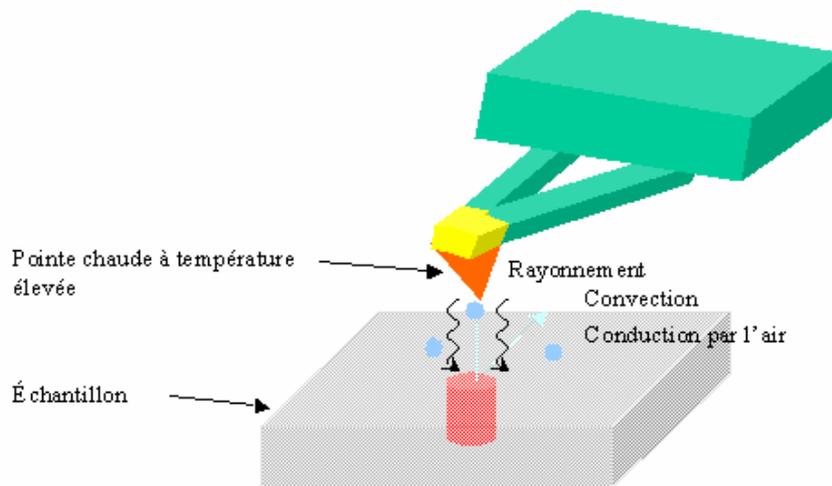


Figure II-1: Différents modes de transfert thermique en l'absence de contact

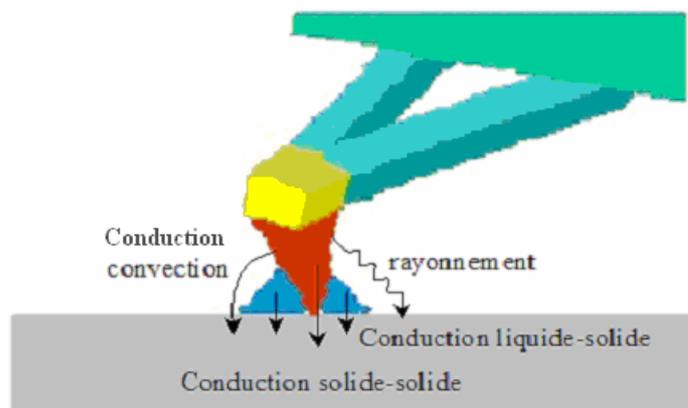


Figure II-2 : Différents modes de transfert thermique lorsque la pointe chaude est en contact avec l'échantillon

❖ Au contact (Figure II-2):

Un transfert par conduction solide-solide entre la pointe et l'échantillon et par conduction liquide-solide à travers le ménisque d'eau qui peut se former sous la pointe.

Les lois habituellement utilisées pour décrire ces différents types de transfert thermiques ne sont pas toujours bien adaptées à notre système. Ainsi, lorsque les dimensions ou les temps caractéristiques du système deviennent comparables au temps et aux longueurs caractéristiques du transfert thermique

considéré (le temps de collision et le libre parcours moyen des molécules dans le cas de la conduction par un fluide, le temps de relaxation et le libre parcours moyen des phonons dans le cas de la conduction thermique par un solide, la longueur d'onde dans le cas du transfert radiatif), les lois macroscopiques régissant les transferts de chaleur ne sont plus valides. Les phénomènes intervenant à l'échelle microscopique ou nanométrique doivent être étudiés afin d'établir de nouvelles équations et de nouvelles constantes d'échange thermique.

II.2.ii. Transfert conducto-convectif par un fluide

(a) Lois macroscopiques régissant le transfert thermique par un fluide-loi de Fourier

Classiquement, on parle généralement de flux conducto-convectif pour décrire les échanges thermiques entre une paroi solide et un fluide. On peut distinguer deux régimes suivant que l'on se place près ou loin de la paroi (Figure II-3).

- Près de la paroi :

Dans une certaine couche limite, il n'y a pas transport de masse, le transfert y est purement conductif. L'énergie est transférée d'une molécule du fluide à l'autre par collisions successives. D'après la loi de Fourier, le flux thermique conductif est proportionnel au gradient de température dans la couche limite [47][48]:

$$\Phi_C = k_f \frac{dT}{dx} \quad (5)$$

où k_f est la conductivité thermique du fluide.

- Loin de la paroi :

Des transports de masse interviennent, et l'on doit en toute rigueur prendre en compte à la fois les phénomènes conductifs et convectifs. Mais le transfert par conduction est négligeable devant le transfert par convection et le flux conducto-convectif s'écrit alors pour des différences de températures entre la paroi et le fluide faibles [47],[48]:

$$\Phi_{CC} = h(T_p - T_f) \quad (6)$$

où T_p est la température de la paroi, T_f la température du fluide loin de la paroi et h le coefficient d'échange convectif. Ce coefficient dépend de la nature du fluide, de la température de la paroi, du type de mouvement dans le fluide (laminaire ou turbulent) et de la vitesse des molécules.

Lorsque l'on se place dans la couche limite, près de la paroi, à une distance petite devant le libre parcours moyen des molécules du fluide, celles-ci subissent peu ou pas de collisions entre elles. La loi de Fourier n'est alors plus applicable à cette échelle (Figure II-4). Le régime devient balistique et le transfert d'énergie ne s'effectue que par collisions des molécules avec les deux parois.

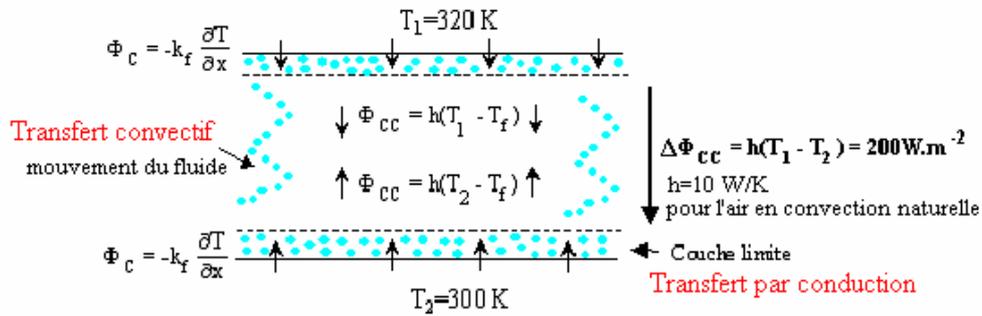


Figure II-3 : Echange thermique entre deux surfaces par transfert conducto-convectif. Le coefficient de transfert par convection naturel est pris égal à 10 W.K^{-1} , il s'agit d'un ordre de grandeur valable lorsque la température de la surface est proche de la température ambiante.

(b) Equation de Boltzmann - régime classique

Pour comprendre les limites de la Loi de Fourier et définir le régime balistique, il faut tout d'abord revenir à l'équation de Boltzmann qui permet de décrire les phénomènes de transport hors équilibre thermodynamique. Ici le gaz est supposé monoatomique, constitué de N molécules de masse m , dilué (la distance moyenne entre particules est grande devant la portée du potentiel d'interaction) et classique. Chaque atome peut donc être considéré comme une particule classique, de position et de vitesse bien définie. Les propriétés du gaz peuvent donc être décrites à l'aide de la fonction de distribution à une particule $f(\vec{r}, \vec{v}, t)$ définie par :

$$dn(\vec{r}, \vec{v}, t) = f(\vec{r}, \vec{v}, t) d^3r d^3v \quad (7)$$

où dn est le nombre moyen de particule ayant, à l'instant t , une position \vec{r} dans d^3r et une vitesse \vec{v} dans d^3v . Le flux conductif, qui correspond au transport d'énergie cinétique à travers un élément de surface dS de normale \vec{n} peut alors s'écrire [47] :

$$\Phi_c(\vec{r}, t) = \int \frac{1}{2} m (\vec{v} - \vec{\bar{v}})^2 f(\vec{r}, \vec{v}, t) (\vec{v} - \vec{\bar{v}}) \cdot \vec{n} d^3v \quad (8),$$

où $\vec{\bar{v}}$ est la vitesse moyenne des particules :

$$\vec{\bar{v}} = \frac{1}{n(\vec{r}, t)} \int f(\vec{r}, \vec{v}, t) \vec{v} d^3v \quad (9)$$

et n le nombre moyen de particules par unité de volume, au point \vec{r} et à l'instant t .

$$n(\vec{r}, t) = \int f(\vec{r}, \vec{v}, t) d^3v \quad (10).$$

Lorsque le gaz est à l'équilibre thermodynamique, la fonction de distribution peut être obtenue simplement à l'aide de la physique statistique. En écrivant que le gaz est en équilibre avec un thermostat à température T , on obtient alors que [47],[49]:

$$f^0 = n \left(\frac{m}{2k_B T \pi} \right)^{\frac{3}{2}} \exp\left(-\frac{mv^2}{2k_B T}\right) \quad (11),$$

où n est le nombre de molécules par unité de volume.

Cette fonction est aussi connue sous le nom de distribution de Maxwell-Boltzmann. Si l'on introduit cette distribution dans les expressions (8) et (9), le flux et la vitesse moyenne s'annulent (ce qui semble logique puisque ces deux grandeurs décrivent des situations de transport, donc hors équilibre).

Lorsque les particules sont sans interactions et en l'absence de champ de force extérieur, la fonction de distribution suit l'équation d'évolution suivante, appelée équation de Boltzmann[47], [49].

$$\frac{\partial f}{\partial t} + \vec{v} \cdot \text{grad}(\bar{f})_{\vec{r}} = 0 \quad (12).$$

En réalité, les particules subissent des collisions entre elles, qui ont pour effet de changer brutalement leur état. Un terme de collision, appelé aussi intégrale de collision, est ajoutée à l'équation (8) [47], [49]:

$$\frac{\partial f}{\partial t} + \vec{v} \cdot \text{grad}(\bar{f})_{\vec{r}} = \left(\frac{\partial f}{\partial t} \right)_{\text{coll}} \quad (13)$$

Or les collisions permettant l'échange d'énergie entre les particules à l'intérieur des sous-systèmes, elles tendent à réduire les écarts locaux de température. Elles sont donc responsables du retour à un équilibre local du système, au bout d'un certain temps τ , appelé temps de relaxation et qui représente aussi le temps moyen entre deux collisions. En utilisant l'approximation du temps de relaxation, le terme de collision s'écrit sous la forme [47], [49] :

$$\left(\frac{\partial f}{\partial t} \right)_{\text{coll}} = -\frac{f - f^{(0)}}{\tau} \quad (14),$$

où $f^{(0)}$ représente une fonction de distribution dans un état d'équilibre thermodynamique local. Par analogie avec la distribution à l'équilibre global, si $n(\vec{r}, t)$, $T(\vec{r}, t)$, $\vec{v}(\vec{r}, t)$ et $\bar{\vec{v}}$ représentent respectivement la densité locale, la température locale, la vitesse locale et la vitesse moyenne, nous pouvons en donner une expression explicite.

$$f^{(0)}(\vec{r}, \vec{v}, t) = n(\vec{r}, t) \left(\frac{m}{2k_B T(\vec{r}, t) \pi} \right)^{\frac{3}{2}} \exp\left(-\frac{m(\vec{v} - \bar{\vec{v}})^2}{2k_B T(\vec{r}, t)}\right) \quad (15)$$

Introduisons les grandeurs caractéristiques du système dans l'équation (13) : la taille L du système, le temps d'observation du système θ , v la vitesse moyenne des particules, et des variables adimensionnées

$t^* = \frac{t}{\theta}$, $\vec{r}^* = \frac{\vec{r}}{L}$, $\vec{v}^* = \frac{\vec{v}}{v}$, on obtient alors:

$$\frac{\tau}{\theta} \frac{\partial f}{\partial t^*} + \frac{v\tau}{L} \vec{v}^* \cdot \frac{\partial f}{\partial \vec{r}^*} = -(f - f^{(0)}) \quad (16)$$

En régime stationnaire, il apparaît un nombre caractéristique, appelé nombre de Knudsen $K_n = \frac{v\tau}{L} = \frac{\ell}{L}$, où ℓ est le libre parcours moyen des molécules. De même, pour un système homogène, on peut poser $K_n = \frac{\tau}{\theta}$. Ce nombre gouverne la nature du transport.

Pour $K_n \ll 1$, le régime est dit collisionnel. En régime stationnaire, cela signifie que le libre parcours moyen est petit devant la taille du système. Les particules subissent un grand nombre de collisions. Dans ce régime, l'état du système est proche d'un état d'équilibre thermodynamique local, la loi de Fourier et les autres lois macroscopiques gouvernant les transferts de chaleur sont applicables. En effet, pour résoudre l'équation de Boltzmann, la fonction de distribution est écrite comme une perturbation de la fonction de distribution d'équilibre local au premier ordre en K_n . La résolution de l'équation de Boltzmann conduit à la démonstration de la loi de Fourier et à l'expression du flux conductif sous la forme :

$$\Phi_c = -\frac{5}{2} \frac{nk_B T \tau}{m} \frac{\partial T}{\partial r} \quad (17).$$

La conductivité thermique s'écrit donc $k = \frac{5}{2} \frac{nk_B T \tau}{m}$ ou $k = \frac{1}{3} C v \ell$, avec C la chaleur spécifique, v la vitesse moyenne des particules et ℓ le libre parcours moyen.

(c) Equation de Boltzmann-régime balistique

Pour $K_n \gg 1$, le régime est dit raréfié ou balistique. Il correspond à des systèmes dont la taille est petite devant le libre parcours moyen des molécules, ou dont la durée d'observation est petite devant le temps de relaxation. Pour l'azote, dans les conditions normales de pression et de température, le libre parcours moyen est de l'ordre de 40nm, tandis que le temps de collision est de 1ns [47]. Dans ce régime, il n'y a quasiment aucune collision entre particules, le terme de collision a donc très peu d'influence dans l'équation de Boltzmann, et la méthode perturbative n'est plus justifiée pour la résoudre. D'après le paragraphe introductif, il est de plus impossible de définir une température et donc un gradient de température entre les deux parois, car étant donné le peu de particules et l'absence de collisions, aucun état d'équilibre local ne peut exister.

❖ **Flux balistique échangé entre deux surfaces planes**

Considérons, deux parois solides aux températures T_1 et T_2 , séparées d'une distance inférieure au libre parcours moyen du gaz (Figure II-4). Celles-ci forment deux réservoirs de températures qui vont tout de même échanger de l'énergie via les molécules de gaz. Car celles-ci ne subissent aucune collision entre

elles mais avec chacune des parois. Les molécules venant de la paroi 2 et arrivant sur la paroi 1, ont nécessairement subi une collision avec la paroi 2 [56]. Si le temps d'observation est suffisamment long, chaque molécule aura fait un grand nombre d'allers et retours entre les deux parois. Il est alors possible d'effectuer une moyenne sur un grand nombre d'échantillons. Il suffit pour cela d'observer le flux de molécules sur un temps long devant le temps séparant deux collisions successives sur une même paroi :

$$\tau = \frac{2d}{v} \quad (18)$$

où d est la distance entre les deux surfaces et v ($= \sqrt{\frac{3k_B T}{m}}$) la vitesse moyenne des molécules. Si la distance entre les deux parois est de 10nm, le temps entre deux collisions à température ambiante est donc de l'ordre de 20ps. Pour des temps long devant 20ps, une température peut être définie pour le flux de molécules provenant de la paroi 1. D'autre part les dernières collisions subies par ces molécules s'opèrent avec la paroi 1. Le flux de molécules peut être considéré comme en équilibre thermique avec la paroi 1. Il peut être décrit par la fonction de distribution à l'équilibre thermodynamique à la température T_1 (voir expression (11)) :

$$f^+ = A \exp\left(-\frac{mv^2}{2k_B T_1}\right) \quad (19)$$

De même, pour les particules, allant de la paroi 2 vers la paroi 1 :

$$f^- = B \exp\left(-\frac{mv^2}{2k_B T_2}\right) \quad (20)$$

Si n est la densité totale de particules et si le flux de masse est nul, alors les constantes A et B peuvent s'écrire[47]:

$$A = 2n \frac{\sqrt{T_2}}{\sqrt{T_1} + \sqrt{T_2}} \left(\frac{m}{2\pi k_B T_1}\right)^{\frac{3}{2}} \text{ et } B = 2n \frac{\sqrt{T_1}}{\sqrt{T_1} + \sqrt{T_2}} \left(\frac{m}{2\pi k_B T_2}\right)^{\frac{3}{2}} \quad (21)$$

En écrivant que : $\Phi_{\text{cbal}} = \int_{1 \rightarrow 2} \frac{1}{2} m v^2 f^+ v d^3 v + \int_{2 \rightarrow 1} \frac{1}{2} m v^2 f^- v d^3 v$ (22), une expression simple du flux conductif balistique peut être obtenue.

Dans le cas de **deux plans semi-infinis**, on a :

$$\Phi_{\text{cbal}} = n \frac{\sqrt{T_1 T_2}}{\sqrt{\pi m} \sqrt{T_1} + \sqrt{T_2}} (2k_B)^{\frac{3}{2}} (T_1 - T_2) \quad (23) [47]$$

Pour $T_1=320\text{K}$ et $T_2=300\text{K}$, une densité $n=2,5 \cdot 10^{25} \text{m}^{-3}$ (qui correspond à des conditions normales de température et de pression pour l'azote), et $m=2,3 \cdot 10^{-26} \text{kg}$, le flux conductif en régime balistique est de l'ordre de $\Phi_{\text{cbal}} = 2.10^6 \text{W.m}^{-2}$ (Figure II-4), alors que le flux conducto-convectif est de $\Phi_{\text{cbal}} = 200 \text{W.m}^{-2}$

(Figure II-3). Du fait de l'absence de collisions entre molécules, donc sans pertes d'énergie entre les deux surfaces, le flux thermique échangé en régime balistique est donc de 4 ordres de grandeur plus important que celui échangé en régime convectif.

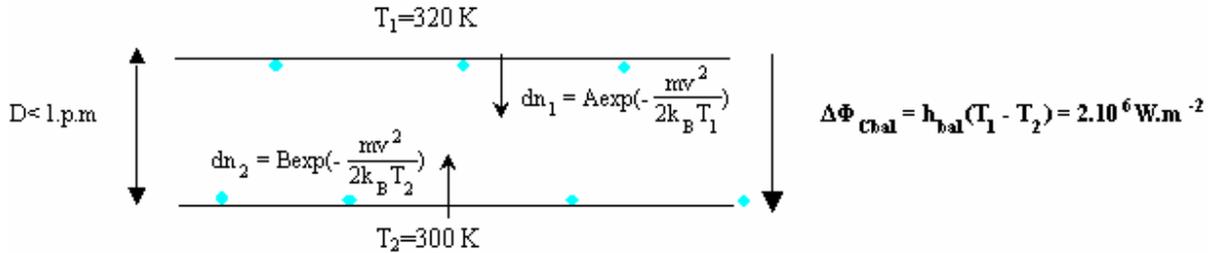


Figure II-4 : Echange thermique entre deux surfaces par transfert balistique

❖ Flux balistique échangé entre un élément cylindrique et une surface plane

Calculons le flux balistique pour un système modèle proche de notre problème. Un élément

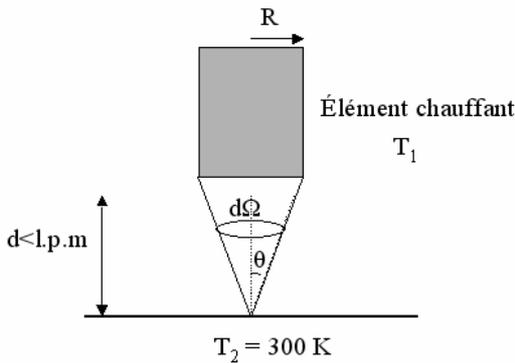


Figure II-5 :Schéma d'une tête chauffante cylindrique au dessus d'une surface plane à une distance inférieure au libre parcours moyen du gaz

chauffant cylindrique à 1000 K est placé à 10nm d'une surface plane, initialement à 300 K. Le gaz environnant est l'azote. La Formule (23) a été obtenue pour deux surfaces planes, par intégration sur toutes les directions de vitesse. Or, ici toutes les molécules provenant de l'élément chauffant n'arriveront pas sur la surface plane, celles pour lesquelles la vitesse a une direction faisant un angle important par rapport à la normale, vont sortir du volume de gaz sous la tête et subir des collisions avec les molécules extérieures. Le flux balistique échangé dépend donc nécessairement de

l'angle solide sous le quel est vu l'élément chauffant depuis la surface plane. D'autre part, le champ de pression du gaz entre la tête chauffante et la surface plane peut s'écrire : $P = nk_B \sqrt{T_1 T_2}$ [53]. Par identification avec la formule (23), on remarque que le flux balistique est directement proportionnel à la pression. Finalement, on a :

$$\Phi_{cbal} = \frac{P}{\sqrt{\pi m}} 2^{3/2} \sqrt{k_B} \left(\sqrt{T_1} - \sqrt{T_2} \right) \int_{r'=0}^R \int_{\theta'=0}^{2\pi} \frac{r' d^2 dr' d\theta'}{(r'^2 - 2 \cos(\theta - \theta') r r' + r^2 + d^2)^2} \quad (24)$$

où R est le rayon de la tête chauffante, d la distance à la surface plane et θ l'angle sous lequel est vu la tête (Figure II-5)

Les Figure II-6 et II-7 représentent le flux balistique émis en un point r d'une surface par une tête placée à 10 nm de cette surface, en considérant que la pression sous la tête est de 1 bar et pour différents rayons de tête chauffante (ici est représenté le flux émis et non échangé, ce qui revient à négliger T_2 devant T_1 dans l'équation (24)). Le flux est localisé sous la tête et est de l'ordre de **37 à 42 MW.m⁻²**, pour un élément chauffant à 1000K (Figure II-6) et de **32-37 MW.m⁻²** pour un élément chauffant à 800K (Figure II-7).

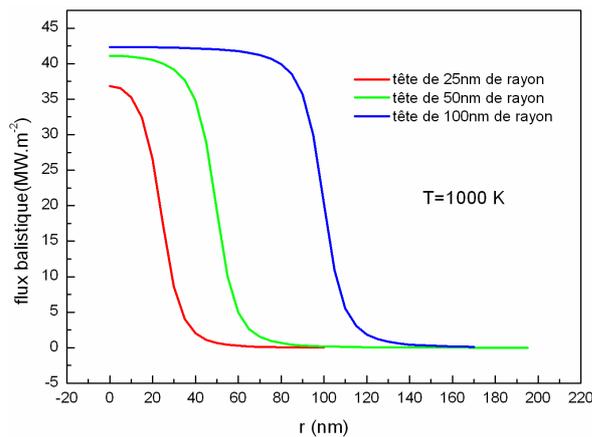


Figure II-6 : Profil radial du flux balistique émis par une tête cylindrique à T=1000K, placée à une distance de 10nm

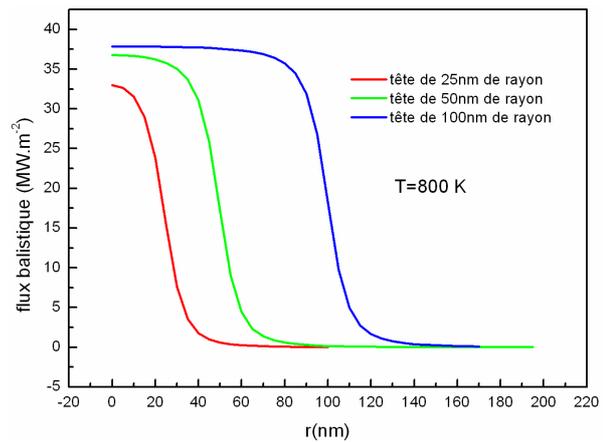


Figure II-7 : Profil radial du flux balistique émis par une tête cylindrique à T=800K, placée à une distance de 10nm

Il faut noter que dans tous les calculs précédents, on suppose que la molécule se thermalise parfaitement sur chacune des surfaces et qu'ainsi les transferts d'énergie, de la surface chaude à la molécule et de la molécule à la surface froide, sont optimum. En réalité, la thermalisation n'est pas parfaite [55]. L'efficacité de ce transfert dépend entre autres de la nature du gaz, de la température et de l'état de surface de la paroi. L'erreur faite n'est cependant pas très importante car le facteur d'accommodation, qui représente le rapport entre l'énergie réellement transférée et l'énergie idéalement transférée, est dans le cas de l'air ou de l'azote à température ambiante proche de 1 [48].

Le transfert en régime balistique semble donc intéressant car il est beaucoup plus important que le transfert par convection et il est localisé. Il vient donc tout de suite à l'esprit d'utiliser cette propriété pour échauffer localement un disque dur à l'aide d'un élément chauffant inséré dans une tête d'écriture magnétique (les hauteurs de vol des têtes d'écriture sont de l'ordre de 10nm donc à priori inférieures au libre parcours moyen du gaz)

(d) Régime semi-balistique - application au cas d'une tête en vol – simulations Monte Carlo

II. THEORIE DES TRANSFERTS THERMIQUES EN CHAMP PROCHE

Jusqu'à maintenant, nous avons considéré un transfert thermique balistique entre une tête immobile, au dessus d'une surface, et cette surface. Que se passe-t-il si on considère une tête mobile, volant au dessus de la surface comme dans un dispositif d'écriture de disque dur ?

La pression dynamique sous la tête est alors plus importante que la pression normale, elle est estimée par les fabricants de tête d'écriture magnétique à environ 30 bars [52]. Or, le libre parcours moyen dans l'air est de l'ordre de 2nm pour cette pression et la hauteur de vol des têtes d'écriture est d'environ 10nm. Le régime de transfert thermique est dans ce cas semi-balistique, c'est à dire que les molécules subissent quelques chocs entre elles.

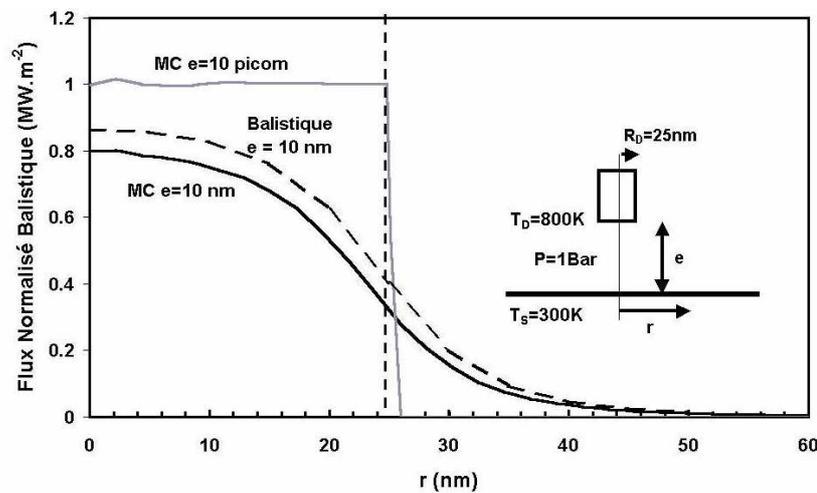


Figure II-8: Comparaison entre le flux balistique normalisé calculé analytiquement (pointillés) et le flux balistique normalisé calculé à l'aide d'une simulation Monte Carlo (trait plein noir) dans le cas d'une tête de rayon 25 nm à $T=800K$ et distante de 10nm de la surface. Le flux de normalisation (trait plein gris) est celui donné par une simulation Monte Carlo, lorsque le flux est totalement balistique et la tête quasiment en contact de la surface [51]

Des simulations Monte Carlo ont donc été effectués pour évaluer le flux thermique dans cette configuration [51]. Le flux massique de molécules provenant d'une paroi à la température T , peut s'écrire :

$$\Phi_m = n \int_0^{+\infty} v^3 e^{-mv^2/k_B T} dv \int_0^{\pi/2} \sin\theta \cos\theta d\theta \int_0^{2\pi} d\varphi \quad (25)$$

La méthode Monte Carlo est utilisée ici pour calculer les trois intégrales par une approche probabiliste. Les valeurs des modules des vitesses et des angles sont tirées de manière aléatoire. Deux molécules entrent en collision, si elles sont incluses dans un cylindre de section égale à la surface efficace totale de collision et de hauteur égale au produit de la vitesse relative par le temps moyen entre deux chocs. La direction et le module de la vitesse après le choc sont ensuite calculés par le modèle des sphères dures. Le flux thermique échangé entre un élément chauffant cylindrique et un échantillon plan (Figure

II-8) est calculé en enregistrant les énergies cinétiques reçues sur des couronnes de largeur dr . Le flux thermique surfacique par particule est alors [51],[53]:

$$\langle \varphi_{th}(r,t) \rangle = \frac{\delta^2 E(r,t)}{dt 2\pi r dr N} \quad (26)$$

où $\delta^2 E(r,t)$ est l'énergie radiale, fonction du temps t , déposée entre les instants t et $t+dt$, N le nombre total de particules envoyées. Le flux thermique total entre les deux surfaces est alors donné par :

$$\Phi_{th}(r,t) = \langle \varphi_{th}(r,t) \rangle \otimes \Phi_m(r,t) \quad (27)$$

Il faut d'abord noter que le flux balistique à 1bar calculé par la méthode Monte Carlo est plus faible - il n'est que de **24 MW.m⁻²** - que celui calculé de manière analytique, qui était lui de **33 MW.m⁻²** pour la même configuration (voir Figure II-7), car quelques chocs entre molécules sont autorisés

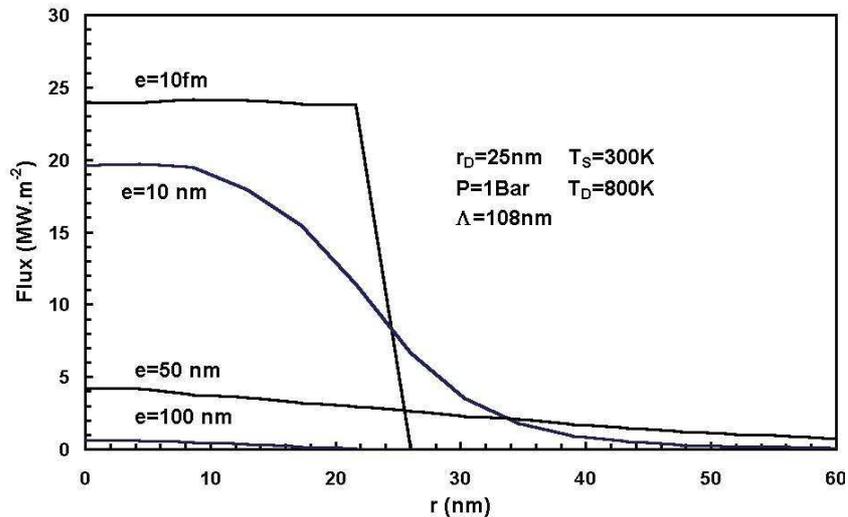


Figure II-9 : Flux thermique en régime quasi-balistique calculé par Sébastien Volz à l'aide d'une simulation Monte Carlo pour une pression de 1 Bar (r_D : rayon de la tête, T_s température de la surface, T_D température de la tête, P : pression, Λ : libre parcours moyen)

Le flux semi-balistique à 30 bars, calculé par la méthode Monte Carlo est de l'ordre de **180 MW.m⁻²** (Figure II-10) pour des conditions idéales de fonctionnement d'une tête de lecture (distance tête-disque de l'ordre de 6nm), à comparer à **20 MW.m⁻²** pour une hauteur de vol de 10nm et une pression de 1 bar (Figure II-9) .

Le flux thermique échangé entre un élément chauffant et une surface par l'intermédiaire d'un fluide est relativement important et localisé que ce soit dans un régime balistique ou semi-balistique. Des simulations numériques (Chapitre III) permettrons de déterminer l'efficacité de ce transfert thermique pour échauffer localement un média magnétique aux températures désirées.

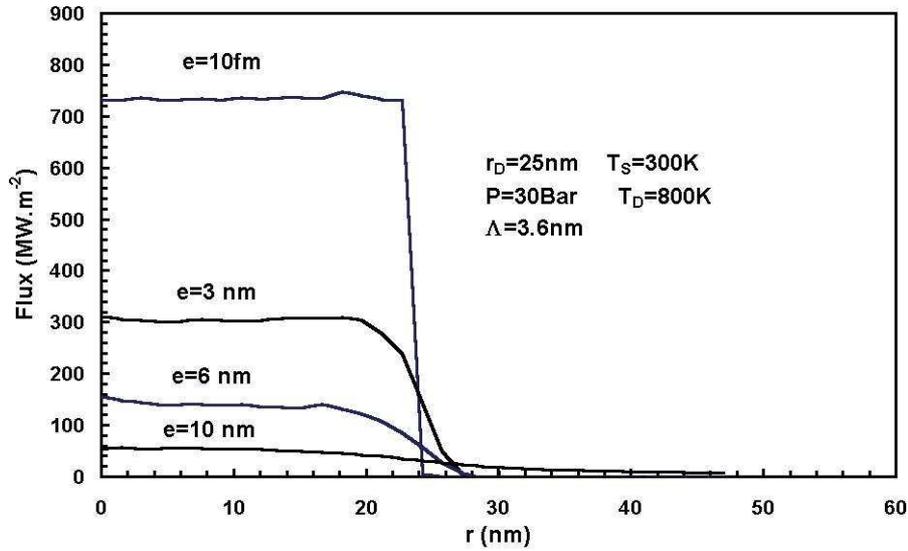


Figure II-10 : Flux thermique en régime quasi-balistique calculé par Sébastien Volz à l'aide d'une simulation Monte Carlo pour une pression de 30Bars

II.2.iii. Transfert thermique radiatif

(a) Lois macroscopiques régissant le transfert thermique radiatif

Un corps à l'équilibre thermodynamique, émet un rayonnement électromagnétique par production de photons. Ces photons peuvent être émis par désexcitation radiative d'électrons, ou par des mouvements de charges, dus par exemple à l'agitation thermique. Inversement, un corps pourra s'échauffer par absorption de photons. Deux corps à deux températures différentes peuvent donc échanger de la chaleur par rayonnement électromagnétique. La description classique de ce type de transfert d'énergie repose sur l'utilisation de la notion de luminance et sur l'application des lois de l'optique géométrique.

Soit $L_\nu(\vec{r}, \vec{u}, t)$, la luminance à la fréquence ν , au point \vec{r} , dans la direction \vec{u} et à l'instant t . Par définition, le flux d'énergie radiative monochromatique $d\phi_\nu$ traversant un élément de surface $d\vec{S}$ centré en \vec{r} dans un angle solide $d\Omega$ centré sur la direction \vec{u} dans un intervalle de fréquence $[\nu, \nu+d\nu]$ est donnée par [47]:

$$d\Phi_\nu(\vec{r}, \vec{u}, t) = L_\nu(\vec{r}, \vec{u}, t) \vec{u} \cdot d\vec{S} d\Omega d\nu \quad (28)$$

où la luminance peut être écrite sous la forme :

$$L_\nu(\vec{r}, \vec{u}, t) = n_\nu(\vec{r}, \vec{u}) h\nu c N_{d\Omega} \quad (29)$$

II. THEORIE DES TRANSFERTS THERMIQUES EN CHAMP PROCHE

où $n_{\nu}(\vec{r}, \vec{u})$ est le nombre de photons par unité de volume à la fréquence ν , se propagent dans la direction \vec{u} , $h\nu$ l'énergie d'un photon et c sa vitesse de propagation et $N_{d\Omega}$ la densité spectrale de modes électromagnétiques propagatifs.

A l'équilibre thermodynamique à la température T , le nombre de photons est donné par la statistique de Bose Einstein

$$n_{\nu}(\vec{r}, \vec{u}) = \frac{1}{\exp\left(\frac{h\nu}{kT}\right) - 1} \quad (30)$$

De plus, si tous les modes électromagnétiques sont propagatifs, c'est à dire qu'ils correspondent tous à des ondes planes, solutions de l'équation de Maxwell, leur densité spectrale est alors de $\frac{2\nu^2}{c^3}$ [47] La

luminance à l'équilibre s'écrit alors :

$$L^0_{\nu}(T) = \frac{2h\nu^3}{c^2} \frac{1}{\exp\left(\frac{h\nu}{kT}\right) - 1} \quad (31)$$

En reportant cette expression dans la formule (28) et intégrant celle-ci sur toutes les fréquences et sur tout l'espace, on obtient la loi de Stefan-Boltzmann qui donne le flux d'énergie rayonnée dans tout l'espace par un corps à la température T est donnée par :

$$\Phi_{\text{ray}} = \varepsilon\sigma T^4 \quad (32)$$

où ε est l'émissivité du matériau, et $\sigma=5,67.10^{-8}\text{W.cm}^{-2}$ la constante de Stefan.

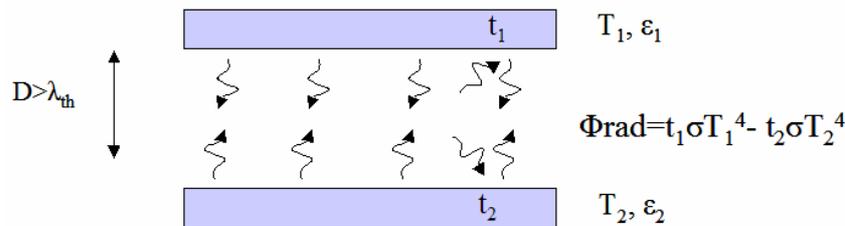


Figure II-11 Flux radiatif échangé entre deux surfaces planes

Si la distance entre les deux surfaces planes est grande devant la longueur d'onde du maximum de radiation thermique (Figure II-11) (qui d'après la loi de Wien est égale à $\lambda_{th} = \frac{0,29}{T}$ cm) la loi de Stefan-Boltzmann est applicable. Le flux échangé entre les deux surfaces peut s'écrire :

$$\Phi_{\text{rad_ech}} = t_1\sigma T_1^4 - t_2\sigma T_2^4 \quad (33)$$

II. THEORIE DES TRANSFERTS THERMIQUES EN CHAMP PROCHE

où t_1 et t_2 sont des facteurs tenant compte des réflexions et de l'absorption, T_1 et T_2 sont les températures des surfaces 1 et 2.

Si les deux surfaces ont le même coefficient d'émission totale : $\varepsilon_1 = \varepsilon_2 = \varepsilon \sim 0.1$, il vient que $t_1 = t_2 = \frac{\varepsilon}{2 - \varepsilon} \sim 0.05$ [60]. En prenant $T_1 = 320\text{K}$ et $T_2 = 300\text{K}$, le flux échangé est alors $\Phi_{\text{rad_ech}} = 0,6 \text{ W.m}^{-2}$, ce flux est donc faible devant le flux échangé par convection dans les mêmes conditions : $\Phi_{\text{CC}} = 200 \text{ W.m}^{-2}$ (cf II.2.ii(b))

(b) Transfert radiatif en champ proche

En revanche lorsque la distance devient petite devant la longueur d'onde thermique (Figure II-12), la description précédente n'est plus valable, car certains modes électromagnétiques (ceux dont la longueur d'onde est supérieure à la distance entre les plaques) ne sont plus propagatifs [60]. De plus, si en champ lointain, la contribution des ondes évanescentes au transport d'énergie est en général négligeable (car leur amplitude décroît exponentiellement dans la direction de propagation), en champ proche, l'échange d'énergie entre deux surfaces via les ondes évanescentes est possible.

Sous l'effet de l'agitation thermique à la température T_2 , des mouvements de charges, donc de courants, sont générés à la surface du solide 2. Cette fluctuation de courant crée un champ électromagnétique. Les charges de surface (les électrons libres pour les métaux ou les phonons optiques pour les diélectrique) du solide 1 qui pénètrent dans le champ évanescent produit par le solide 2 vont à leur tour fluctuer [57] et induire à leur tour un champ électromagnétique. Les champs électromagnétiques évanescents émis par les deux surfaces sont donc couplés. Un échange de flux rayonné entre les deux surfaces est ainsi permis grâce à ce couplage. Un équilibre thermodynamique local peut s'établir entre les deux surfaces, l'une à la température T_1 l'autre à la température T_2 .

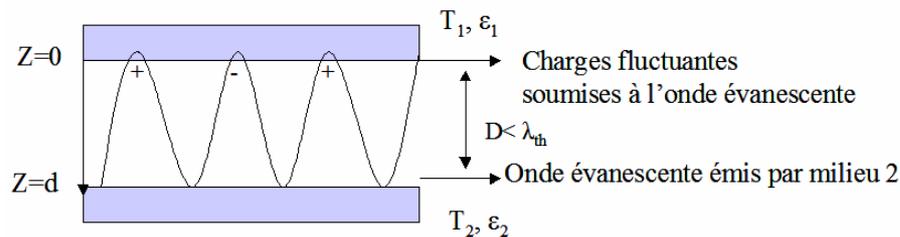


Figure II-12 : Origine de l'échange radiatif en champ proche entre deux surfaces planes : les charges fluctuantes à la surface du solide 1 pénètrent dans le champ électromagnétique évanescent produit par le solide 2.

Le calcul du flux échangé peut se décomposer en plusieurs étapes :

❖ Expression du flux rayonné par une surface en fonction des courants fluctuants

Le flux rayonné par la surface 1, égale à la moyenne d'ensemble du vecteur de Poynting, peut s'exprimer en fonction des champs électriques et magnétiques produits par les mouvements de charges de la surface.

La résolution des équations de Maxwell, en écrivant les conditions aux limites au niveau de l'interface milieu/vide, permet ensuite d'écrire les champs électriques et magnétiques en fonction des courants fluctuants [59], [58].

On en déduit alors l'expression du flux radiatif échangé en fonction des ces courants fluctuants.

❖ Expression des courants fluctuants en fonction de la température et de la constante diélectrique.

Le théorème de fluctuation-dissipation permet d'écrire les fluctuations de courants de la surface 1 à l'équilibre thermodynamique, en fonction de la partie imaginaire de sa permittivité ϵ_1'' à la température T_1 :

$$\left\langle j_m(\vec{r}', \omega) j_1^*(\vec{r}'', \omega') \right\rangle_1 = 4\pi \epsilon_0 \epsilon_1'' \frac{\hbar \omega}{e^{\frac{\hbar \omega}{k T_1}} - 1} \delta_{ml} \delta(\vec{r}' - \vec{r}'') \delta(\omega - \omega') \quad (34) [47], [63]$$

On y reconnaît l'expression de la luminance à l'équilibre :

$$\left\langle j_m(\vec{r}', \omega) j_1^*(\vec{r}'', \omega') \right\rangle_1 = 8\pi \frac{c^2}{\omega^2} \epsilon_0 \epsilon_1'' L_\omega^0(T_1) \delta_{ml} \delta(\vec{r}' - \vec{r}'') \delta(\omega - \omega') \quad (35)$$

La puissance rayonnée en champ proche peut alors s'écrire, par l'intermédiaire de cette dernière expression, en fonction de la température. Nous pouvons par ailleurs définir un coefficient de transfert radiatif monochromatique par

$$h_\omega^R(d, T_1) = \lim_{T_2 \rightarrow T_1} \frac{\Phi_{\text{rad}_nf}(d, \omega, T_1, T_2)}{T_1 - T_2} \quad (36)$$

et par suite, un coefficient de transfert radiatif peut-être défini en intégrant sur la totalité du spectre,

$$h^R(d, T) = \int_0^\infty h_\omega^R d\omega \quad (37)$$

Ce coefficient d'échange est alors donné par:

$$h_\omega^R(d, T) \approx \frac{1}{d^2} \frac{\text{Im}(\epsilon_1) \text{Im}(\epsilon_2)}{|1 + \epsilon_1|^2 |1 + \epsilon_2|^2} \frac{\hbar c^2}{\omega k_B T^2} \frac{e^{\frac{\hbar \omega}{k_B T}}}{(e^{\frac{\hbar \omega}{k_B T}} - 1)} L_\omega^0(T) \quad (38) [47],[63]$$

où d est la distance entre les plans, ϵ_1 , ϵ_2 les constantes diélectriques des surfaces 1 et 2 et T leur température moyenne. Nous constatons donc, que l'échange sera d'autant plus important que les deux

surfaces sont proches et qu'il existe des pulsations, telles $\text{Re}(\epsilon_1(\omega))=-1$ ou $\text{Re}(\epsilon_2(\omega))=-1$, pour lesquelles la puissance échangée est exaltée.

Le transfert radiatif en champ proche met en jeu l'interaction d'un champ électromagnétique évanescent avec des ondes de charges présentes à la surface des matériaux. Or la nature de ces ondes de surfaces est différente selon le type de matériau. Dans le cas d'un métal, les ondes de surfaces, appelées plasmon, sont associées à une oscillation collective du gaz d'électrons. Alors que dans le cas de diélectriques, il s'agit d'une oscillation collective de phonon. La différence de nature de ces ondes de surface se traduit par des relations de dispersion et des constantes diélectriques différentes. Par conséquent, le transfert radiatif entre deux plans métalliques ou entre deux plans diélectriques ne fait pas intervenir les mêmes amplitudes ni les mêmes fréquence caractéristiques.

Dans la suite nous n'écrirons pas la formule explicite du flux radiatif, nous ne ferons que reprendre les résultats de calculs faits dans la littérature pour certains matériaux métalliques et diélectriques. Le but est ici de donner des ordres de grandeur et de les comparer avec les valeurs obtenues pour le flux conductif en régime balistique. Avant d'aller plus loin, il faut remarquer que les formulations utilisées ne sont valables que dans le cas de matériaux non magnétiques. Or, nos échantillons sont soit des multicouches de Co/Pt, terminées par une couche de Platine, soit des couches de TbFeCo recouvertes d'une couche de Si_3N_4 . Nous supposons à priori que le transfert radiatif n'impliquera que les couches de surface non magnétiques et que les résultats de la littérature peuvent être utilisés pour appréhender le comportement de nos échantillons.

(c) Flux radiatif échangé en champ proche entre deux surfaces diélectriques

Dans le cas d'un diélectrique, la constante diélectrique peut s'écrire à l'aide d'un modèle d'oscillateur de la manière suivante :

$$\epsilon(\omega) = \epsilon_{\infty} \frac{\omega_L^2 - \omega^2}{\omega_T^2 - \omega^2} \quad (39) [73]$$

où ϵ_{∞} est la constante diélectrique optique, égale au carré de l'indice du milieu, ω_T et ω_L définissent les limites basses et hautes d'une bande de fréquences interdites pour lesquels les ondes électromagnétiques ne se propagent pas dans le milieu diélectrique mais sont réfléchies à sa surface.

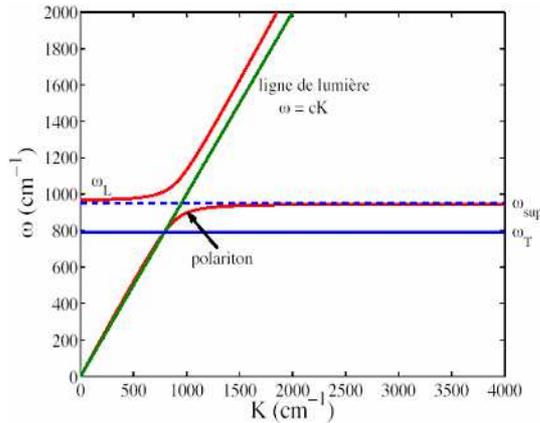


Figure II-13 : Relation de dispersion du phonon/polariton de surface à l'interface vide/SiC [64]

Comme nous l'avons déjà mentionné, il peut exister une fréquence critique telle que $\text{Re}(\epsilon)=-1$. Cette fréquence correspond à l'excitation résonante de l'onde de surface et entraîne une émission thermique plus importante [61]. Dans le cas d'un diélectrique, ces fréquences de résonance se situent dans l'infrarouge (Figure II-14). Le flux échangé entre deux matériaux diélectriques semi-infinis identiques est alors quasi-monochromatique [63]. Le coefficient d'échange radiatif est pour deux plans semi-infinis de SiC espacé de 10nm est de l'ordre de $10^4 \text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$. Le flux échangé entre une surface à 300K et l'autre à 320K est donc de 2.10^6W.m^{-2} . Ce flux est aussi important que le flux échangé en régime balistique.

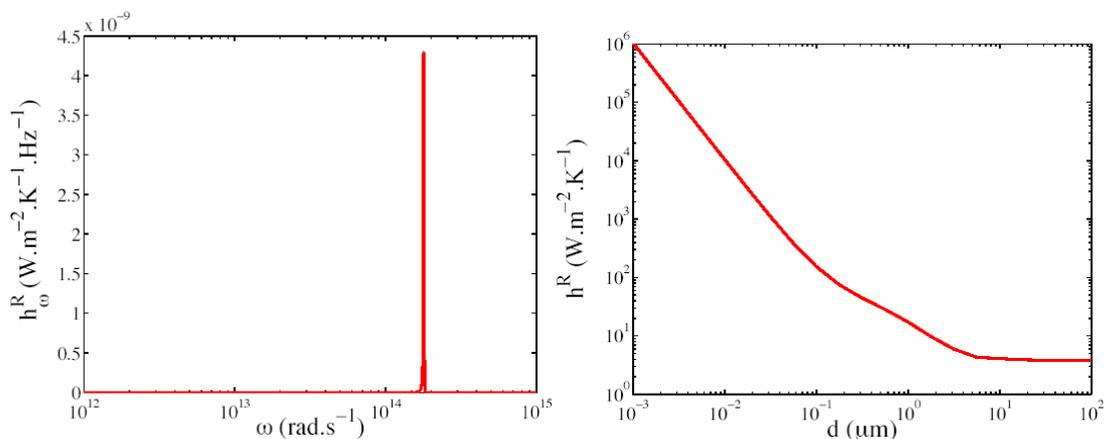


Figure II-14 : A gauche : le coefficient de transfert monochromatique à 300K entre deux milieux semi-infinis de SiC séparé par une distance $d=10\text{nm}$, en fonction de la pulsation de la radiation. A droite : le coefficient de transfert radiatif entre deux plans semi-infinis de SiC en fonction de la distance d de séparation. (échelle log-log) [64]

(d) Flux radiatif échangé en champ proche entre deux surfaces métalliques

Dans le cas d'un métal, la constante diélectrique est donnée par le modèle de Drude :

$$\varepsilon(\omega) = 1 - \frac{\omega_p^2}{\omega^2} \quad (40)$$

où ω_p est la fréquence de plasma, donnée par : $\omega_p^2 = \frac{ne^2}{\varepsilon_0 m}$.

Jean-Philippe Mulet dans sa thèse [64] a calculé à partir de cette relation le coefficient de transfert radiatif entre deux plans d'or, en fonction de la distance entre les plans et le coefficient de transfert radiatif spectral en fonction de la pulsation.

Dans le cas d'un métal comme l'or par exemple, les fréquences pour lesquelles $\text{Re}(\varepsilon)=-1$ appartiennent au domaine proche de l'ultraviolet. Or à température ambiante, la luminance à l'équilibre y est très faible. Donc d'après l'expression (38), l'exaltation en champ proche sera peut importante. Le flux échangé est alors homogène sur une plage de fréquence allant de l'ultraviolet au visible (Figure II-15).

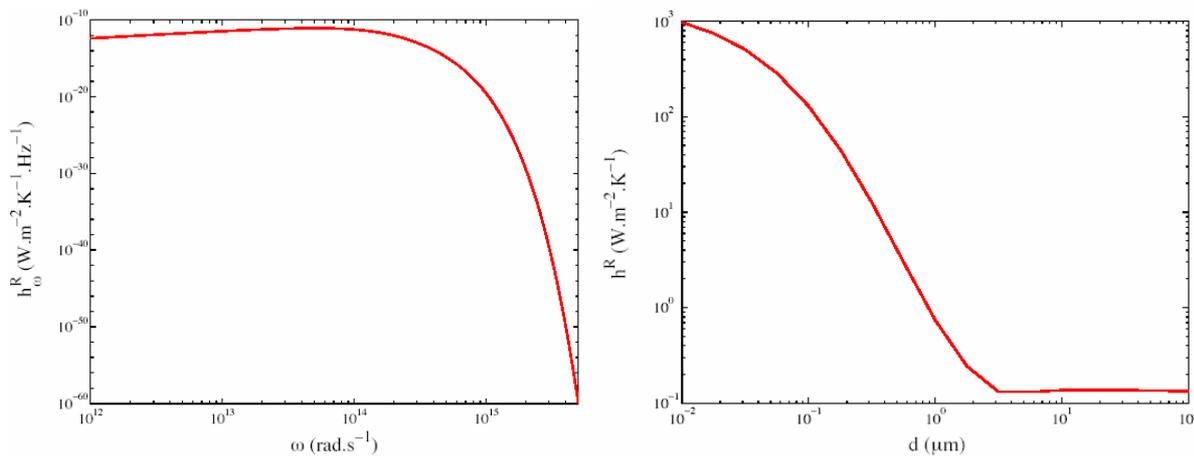


Figure II-15 : A gauche: coefficient de transfert radiatif entre deux plans semi-infinis d'or en fonction de la distance d de séparation. A droite : coefficient de transfert monochromatique à 300K entre deux milieux semi-infinis d'or séparé par une distance $d=10\text{nm}$ (échelle log-log)

Nous constatons que le coefficient d'échange radiatif échangé augmente quand la distance entre les plans diminue. Il est de l'ordre de $10^3 \text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ pour une distance de 10nm. Avant lui, D. Polder et Van Hove [59] avaient déjà calculé ce coefficient de transfert radiatif pour deux plans semi-infinis de chrome, et trouvaient une bonne concordance avec les résultats expérimentaux, sauf lorsque les plans sont séparés par une distance supérieure au micron. Ils obtenaient pour des plans séparés de 10nm un coefficient de l'ordre $10^3 \text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$. Dans le cas où l'on a une surface à 320K et l'autre à 300K, le flux échangé est donc de 2.10^4W.m^{-2} . Il est donc a priori 100 fois plus faible que le flux conductif en régime balistique pour une même distance entre les plans.

En conclusion de ce paragraphe, nous constatons, que si l'on considère deux surfaces métalliques le transfert de chaleur s'effectue principalement par échange balistique, alors que dans le cas de deux surfaces diélectriques les contributions radiative et balistique sont du même ordre de grandeur. De plus, le transfert radiatif présente une exaltation monochromatique pour une fréquence dans l'infrarouge.

II.2.iv. Conduction solide-solide et conduction liquide-solide

(a) Origine de la résistance thermique de contact

Au contact, l'échange thermique s'effectue principalement par conduction. La nature et la qualité de l'interface entre ces deux solides va alors jouer un rôle prépondérant sur le flux de chaleur échangé. Cette interface oppose en effet une certaine résistance thermique. Ceci peut être compris de manière intuitive en remarquant qu'au niveau de l'interface, la maille cristalline, sur laquelle les phonons se propagent, est interrompue [70]. Il est d'usage de définir la conductance thermique de contact comme suit :

$$k_s = \frac{\Phi}{\Delta T} \text{ (W.m}^{-2}\text{.K}^{-1}\text{)} \quad (41)$$

où Φ est le flux thermique qui traverse l'interface et ΔT la différence entre les températures des deux matériaux. La résistance thermique de contact est égale à l'inverse de cette conductance. L'existence d'une résistance thermique de contact a été pour la première fois mise en évidence dans le cas du transfert thermique entre l'hélium superfluide et un solide [68]. Cette propriété a d'abord été attribué à des propriétés spéciales de l'hélium superfluide, puis il a été montré qu'elle pouvait apparaître pour n'importe quelle interface entre deux matériaux différents. Pour comprendre cette résistance d'interface, deux modèles peuvent être utilisés :

- Le premier dit de désaccord acoustique, donne par analogie acoustique des lois de Fresnels, le facteur de transmission des phonons à travers une interface entre deux matériaux d'impédances acoustique différentes ($Z = \rho v$, où v la vitesse du son dans le matériau et ρ sa densité) [69]. La conductance thermique de contact est ensuite calculée à partir du nombre de phonons incidents, de l'énergie portée par chaque phonon et de leur probabilité de transmission. Même si ce modèle permet d'appréhender le phénomène de résistance thermique d'interface, il ne permet pas d'en prédire une valeur exacte pour des températures proche de la température ambiante. Car il ne tient pas compte des éventuelles diffusions de phonons à l'interface
- Dans le cadre du modèle diffusif, les phonons sont au contraire tous diffusés à l'interface. Après collision sur l'interface, le phonon perd alors instantanément la mémoire de son état antérieur. Sa

probabilité de transmission d'un côté à l'autre de l'interface ne dépend que de la densité d'états disponibles.

Pour des interfaces solide/solide, les résistances thermiques calculées dans le cadre des deux modèles ne donnent des résultats différents que lorsque les matériaux sont identiques [70]. Aucun des deux modèles ne permet de prédire correctement la valeur de la résistance thermique. Car ils ne permettent pas de calculer correctement les effets de la qualité et de la nature de l'interface de contact. Ainsi, dans le cas d'un contact solide/liquide la rugosité de surface, qui n'est prise en compte dans aucun des deux modèles, peut-être responsable d'une résistance plus faible. Dans le cas d'un contact solide/solide, pour des couches déposées, les détails de l'interface ne change pas énormément la valeur de la résistance [71]. En revanche, un contact physique parfait entre deux solides est difficile à obtenir. La surface effective de contact entre les deux matériaux serait donc en réalité plus faible et la résistance thermique plus élevée. En effet selon la surface efficace de contact entre les deux matériaux la valeur de la résistance thermique de contact peut changer de plusieurs ordres de grandeur [72].

(b) Résistance de contact d'une interface pointe AFM/média ?

Dans notre dispositif, l'interface pointe/média peut avoir une nature et une extension spatiale différentes selon les cas. La résistance thermique de contact à prendre en compte n'est donc pas toujours la même. En atmosphère sèche, la chaleur est transférée de l'extrémité de la pointe vers le média par contact direct. Alors qu'en atmosphère humide, ce transfert peut aussi s'effectuer de la pointe vers une pellicule liquide puis de cette pellicule vers le média. L'importance de ces différents mécanismes a été étudié à l'aide d'une pointe AFM à l'extrémité de laquelle a été structuré un thermocouple en Pt-Cr [66]. Cette pointe est approchée puis éloignée lentement d'une ligne en aluminium échauffée par effet Joule. La force de contact et l'élévation de température du thermocouple sont mesurées simultanément lors d'une phase d'approche/retrait. Lorsque la pointe est loin de l'échantillon, l'élévation de température au niveau du thermocouple est faible et augmente très peu lorsque la pointe s'approche. Un brusque accroissement de la chaleur apparaît lorsque la pointe touche le ménisque d'eau. Puis, lorsque la force de contact et que l'élévation de température deviennent plus importantes, le contact se fait directement avec la surface puis son extension spatiale devient plus large alors qu'une partie de la pellicule d'eau est évaporée. Le transfert thermique se fait alors principalement par conduction solide-solide (Figure II-17). Ces expériences ont montré que les contributions de la conduction solide/solide et solide/liquide/solide étaient prédominantes devant la conduction par l'air. Un modèle 1D a permis de calculer à partir de ces mesures la conductance thermique de l'interface solide/liquide/solide : $6.7 \pm 1.5 \text{ nW.K}^{-1}$ et celle par unité de force de l'interface

solide/solide : $0.76 \pm 0.38 \text{ W} \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$. Cette dernière devient constante pour des forces supérieures à 38nN environ.

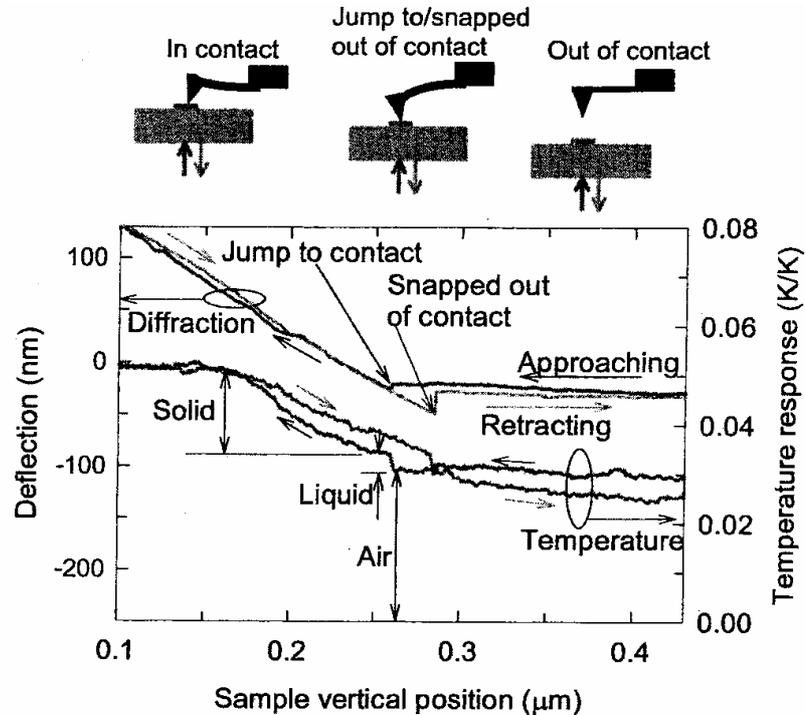


Figure II-16 : Déflexion du levier et réponse en température de la sonde en fonction de la position verticale, lorsque la ligne de 350nm de large en Aluminium est approchée puis éloignée de la pointe. [66]

Si l'on suppose une surface effective de contact de l'ordre de 10 par 10 nm (taille des aspérités en bout de pointe), la conductance thermique de contact pour une force de 38nN est de l'ordre de $300 \text{ MW} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$. D'autre part, si l'on compare cette valeur aux conductances thermiques de contact à température ambiante mesurées pour différents types d'interface solide/solide, celles-ci sont comprises entre 60 et $200 \text{ MW} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$ [70], l'ordre de grandeur reste toujours le même. Les simulations exposées dans le chapitre suivant ont été réalisées en prenant une conductance thermique de contact de $100 \text{ MW} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$.

II.3 Transfert thermique dans les nanostructures :

II.3.i. Dimensions caractéristiques de notre système

Nous verrons dans le prochain chapitre, traitant des simulations thermiques, que nous devons utiliser un média adapté à l'échauffement local par une pointe. En effet, étant donnés les ordres de grandeur des échanges thermiques précédemment mentionnés, il est nécessaire de limiter les pertes par

conduction dans le média afin d'atteindre des températures de l'ordre de 400-450K (températures suffisantes pour retourner l'aimantation sous faible champ)¹. Le substrat doit être à la fois structuré pour éviter les pertes latérales et suffisamment isolant pour limiter les pertes verticales. Le média est donc composé d'un substrat en silicium, d'une couche de 5 μ m de silicium poreux très bon isolant thermique, dans laquelle sont structurés des plots de 100nm de côté et haut de 300nm, recouverts d'une couche magnétique (Figure II-17). La couche magnétique est soit une multicouche Pt(10nm)/(Co_{0.6nm}/Pt_{1.8nm})₄, soit une couche de TbFeCo de 25 ou 50nm. La couche poreuse est formée de trous et de cristallites dont les dimensions sont de l'ordre de 2 à 4nm d'épaisseur environ. Etant données les dimensions caractéristiques de ce système, la conduction thermique dans le média ne peut pas toujours être décrite simplement à l'aide de la loi de Fourier et des conductivités thermiques effectives doivent être définies.

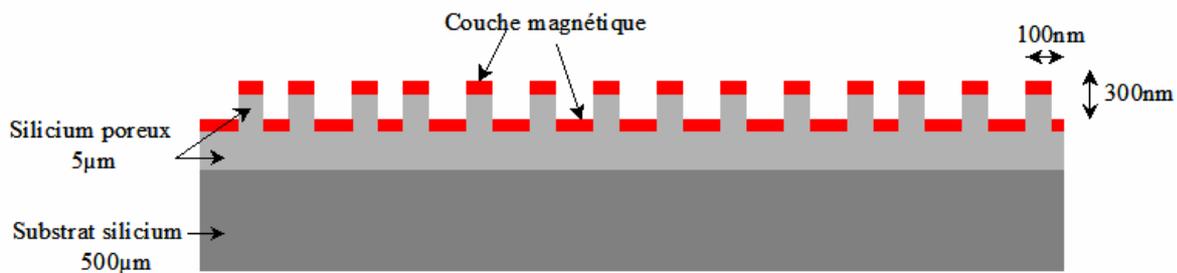


Figure II-17 : Structure du média magnétique utilisé

II.3.ii. Modèles classiques de conduction thermique dans un solide

Au contraire d'un fluide pour lequel le transfert thermique est à la fois convectif et conductif, les transferts thermiques à l'intérieur d'un solide ne sont que conductifs (aucun déplacement de matière n'est possible). Le mécanisme de conduction est assuré par des collisions entre les porteurs de chaleurs qui peuvent être ici soit les électrons dans le cas d'un métal, soit les phonons dans le cas d'un matériau non métallique. Tant que les électrons et les phonons peuvent être considérés comme des particules isolées, sans interaction entre elles en dehors des événements de collision, les phénomènes de transport par ces porteurs sont décrits par l'équation de Boltzmann (voir paragraphe II.2.ii).

Lorsque l'épaisseur du film déposé, la taille latérale des structures gravées ou la distance entre cristallites sont grands devant le libre parcours moyen des phonons ou des électrons, une température locale peut être définie. La résolution de l'équation de Boltzmann par une méthode perturbative conduit à la démonstration de la loi de Fourier (voir II.2.ii(b)) et à l'expression de la conductivité thermique du

¹ Voir au chapitre IV les champs de retournement en fonction de la température

matériau, comme dans le cadre de la théorie cinétique des gaz [74]. Le flux de chaleur circulant dans l'échantillon est dans ces conditions proportionnel au gradient de température locale :

$$\Phi = k \nabla \bar{T} \quad (42)$$

où k est la conductivité thermique du matériau massif considéré, avec :

$$k = \frac{1}{3} C v \ell \quad \text{et} \quad \ell = v \tau \quad (43)$$

où C est la chaleur spécifique, v et ℓ , la vitesse et le libre parcours moyen des particules considérées.

Au contraire, si les dimensions caractéristiques sont comparables ou petites devant le libre parcours moyen, il est impossible de définir une température locale et donc un gradient de température. Si il existe une différence de température entre les interfaces limitant l'élément considéré, il est néanmoins possible de mesurer une conductivité thermique effective. Si ϕ est le flux de chaleur échangé entre les surfaces :

$$k_{\text{eff}} = \frac{\Phi}{\Delta T} \quad (44)$$

où ΔT est la différence de température des deux interfaces.

Nous allons décrire brièvement les modèles utilisés pour décrire la conduction thermique dans un matériau massif :

- le modèle de Debye pour les matériaux non métalliques
- le modèle du gaz d'électrons libres de Fermi pour les métaux.

Puis nous verrons les limitations de ces modèles aux basses dimensions et les conséquences de ces limites sur le transport de chaleur dans notre système.

(a) Conduction thermique dans un solide non métallique : modèle de Debye

Dans le cas d'un matériau non métallique, le transport de chaleur est assuré par collisions de phonons. Un phonon représente une vibration du réseau cristallin [73]. Les atomes peuvent se déplacer parallèlement au vecteur d'onde (mode longitudinal) ou perpendiculairement à celui-ci (mode transverse). Si le cristal comporte plusieurs atomes par maille, on distingue deux types de modes : le mode acoustique qui correspond à un mouvement du centre de masse de la maille et le mode optique associé à un mouvement relatif des atomes de la maille entre eux (Figure II-19). Pour chaque type de mode on distingue des mouvements longitudinaux et des mouvements transverses (deux pour le mode optique). La Figure II-18 fait apparaître plusieurs branches correspondantes aux relations de dispersion (dépendance de la fréquence en fonction du vecteur d'onde) de chacun des modes de phonons.

II. THEORIE DES TRANSFERTS THERMIQUES EN CHAMP PROCHE

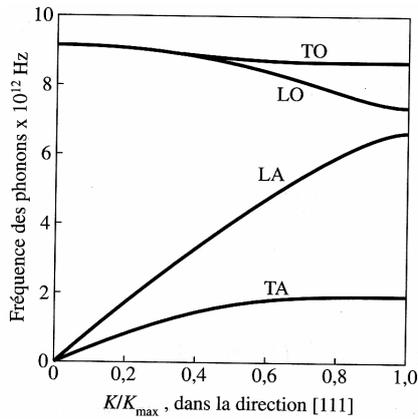


Figure II-18 : Relations de dispersion des phonons dans la direction [111] pour le germanium à 80K [73], TO et LO représentant respectivement les branches transverse optique et longitudinale optique et TA et LA les branches transverse acoustique et longitudinale acoustique

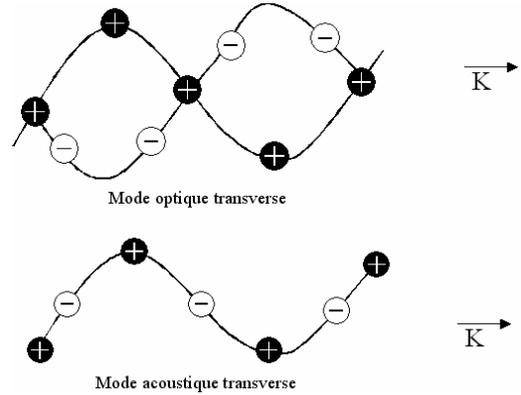


Figure II-19 : Ondes transverse optique et acoustique dans un réseau linéaire diatomique

La vitesse moyenne des phonons qui intervient dans l'équation de Boltzmann est la vitesse de groupe. Elle est définie pour chaque mode au moyen de relation de dispersion par :

$$v_g = \frac{d\omega}{dK} \quad (45)$$

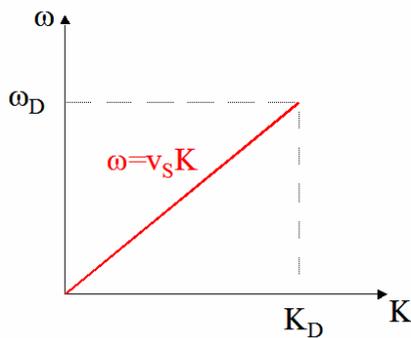


Figure II-20 : Relation de dispersion des phonons dans le modèle de Debye

Le modèle de Debye est souvent utilisé pour décrire le phénomène de conduction thermique pour des matériaux massifs. Il consiste à simplifier le problème en donnant une valeur approchée de la vitesse de groupe. Seuls les phonons acoustiques sont supposés participer au transport de chaleur car la vitesse de groupe des phonons optiques est quasiment nulle dans toute la première zone de Brillouin. La dispersion des phonons est négligée et la vitesse de groupe des phonons acoustiques est supposée constante et égale à la vitesse du son dans le matériau. Au delà d'une certaine pulsation de coupure, appelée pulsation de Debye, tout mode de phonons est interdit. Pour conserver le nombre de modes possibles dans le matériau, le vecteur d'onde K_D et la pulsation ω_D de Debye s'écrivent [73]:

$$K_D = \left(\frac{6\pi^2 N}{V}\right)^{1/3} \text{ et } \omega_D = v_s \left(\frac{6\pi^2 N}{V}\right)^{1/3} \quad (46)$$

où v_s est la vitesse du son dans le matériau, N le nombre d'atomes et V le volume total.

Il est aussi possible de définir une température caractéristique, appelée température de Debye :

$$\theta_D = \frac{\hbar v_s}{k_B} \left(\frac{6\pi^2 N}{V} \right)^{1/3} \quad (47)$$

Ces hypothèses permettent de calculer plus facilement la capacité calorifique définie par :

$$C_{\text{lat}} = \left(\frac{\partial U}{\partial T} \right)_V \quad (48)$$

où U est l'énergie totale des phonons.

Ce modèle permet de calculer facilement la capacité calorifique, la conductivité thermique peut ensuite se déduire de la relation (43) et (48), en prenant la vitesse des phonons égale à la vitesse du son dans le matériau massif.

(b) Conduction thermique dans un métal : modèle du gaz d'électrons libre de Fermi

Dans le cas d'un métal, les électrons vont à la fois participer au transport de charge et au transport de chaleur. Les électrons de conduction d'un métal sont considérés comme un gaz d'électrons libres non liés au réseau. La conductivité thermique des électrons est comme pour les phonons déduite de la théorie cinétique (relation (43)). La vitesse moyenne des électrons est prise égale à la vitesse de Fermi car seuls les électrons dont l'énergie est proche de l'énergie de Fermi vont pouvoir être excités thermiquement (Figure II-21). Ils sont aussi les seuls à participer à la chaleur spécifique et au transport de chaleur [73].

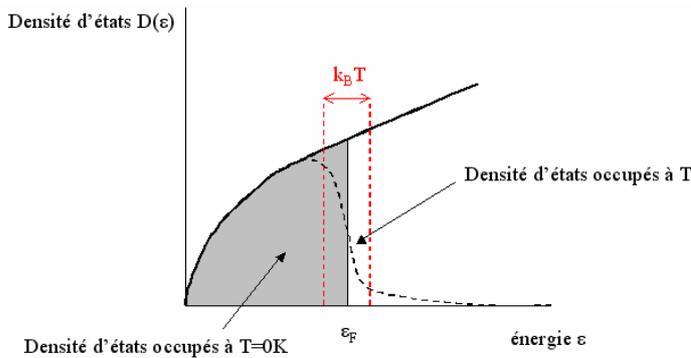


Figure II-21 : Densité d'états d'une particule unique en fonction de l'énergie, pour un gaz d'électrons libres à trois dimensions [73]

Les électrons subissent des collisions entre eux, sur les défauts ou interfaces et avec le réseau. A cause du principe d'exclusion de Pauli et de l'écrantage de l'interaction de Coulomb entre deux électrons, un électron peut parcourir de longues distances sans subir une collision avec un autre électron. Les collisions entre électrons jouent donc un rôle mineur dans la conduction thermique. A

basse température, le mécanisme de conduction est assuré principalement par des collisions d'électrons sur les défauts et interfaces. A température ambiante, les interactions électrons/phonons sont prédominantes.

Les collisions sont à la fois responsables de la résistance au passage du courant et de la résistance au transport de chaleur. Dans le cadre du modèle du gaz d'électrons libres de fermi et de la théorie cinétique, les conductivités électrique et thermique sont liées par la loi de Wiedemann-Franz [73]:

$$\frac{k}{\sigma T} = L \quad (49)$$

où σ est la conductivité électrique et $L = 2.45 \text{ W} \cdot \Omega \cdot \text{C}^{-2}$ une constante indépendante du matériau, appelé nombre de Lorentz.

II.3.iii. Limitations aux modèles classiques - applications à notre système

(a) Limitations du modèle de Debye dans le cas du transport de chaleur dans les matériaux massifs

Le modèle de Debye permet en général de bien décrire la conduction thermique à basse température pour des matériaux massifs. En revanche, il n'explique pas toujours les comportements à hautes températures et en particulier autour de la température de Debye. En effet:

- la dispersion des phonons est négligée, les phonons acoustiques longitudinaux et transverses ne sont pas différenciés
- la contribution des phonons optiques à la chaleur spécifique est occultée.

A basse température (pour des températures inférieures à la température de Debye), ces approximations ne sont pas rédhibitoires, car seuls les phonons de basses fréquences sont à priori excités [75]. Il est alors légitime de négliger la contribution des phonons optiques dont les fréquences sont plus hautes que les autres modes. De plus les branches acoustiques longitudinales et transverses peuvent être confondues et modélisées par une droite au voisinage de l'origine (voir Figure II-18).

Au contraire à haute température (lorsque $\frac{k_B T}{\hbar}$ devient grand devant toutes les fréquences de phonons), tous les modes de phonons peuvent être excités, l'approximation linéaire et isotrope n'est donc plus valide, en particulier pour les phonons de hautes fréquences.

Pour donner une valeur exacte de la conductivité thermique sur une large plage de température, il faut effectuer un calcul plus complet en différenciant les collisions avec les différents modes de phonons, comme l'ont fait Holland [76] ou Sood et Roy [77].

(b) Limitations du modèle de Debye et de la résolution classique de l'équation de Boltzmann dans le cas du transport de chaleur dans les nanostructures

Lorsque les dimensions deviennent comparables au libre parcours moyen des phonons, des effets de confinements peuvent apparaître et modifier la structure de bande des phonons. La prise en compte de la dispersion devient alors primordiale pour effectuer un calcul complet du flux thermique. Aux échelles nanométriques, la nature ondulatoire des phonons peut aussi engendrer des interférences et modifier le transport de chaleur [56]. Les simplifications apportées pour décrire les phonons dans le modèle de Debye sont alors trop contraignantes.

De plus, la conductivité thermique ne peut plus être décrite par la théorie cinétique (formule (43)). En effet, par comparaison avec la conduction thermique dans un fluide, nous savons que lorsque les dimensions deviennent comparables ou petites devant le libre parcours moyen, l'équation de Boltzmann ne peut plus être résolue de manière classique. Le transport de chaleur n'est plus diffusif mais balistique [65],[70],[79]. Dans le cas d'un film mince par exemple, le transport de chaleur verticalement au plan de la couche devient balistique, alors que la résistance à la conduction thermique augmente dans le plan de la couche, en raison de collisions plus nombreuses sur les interfaces [82]. Ainsi, les mesures de conductivité thermique effectives effectuées dans la littérature sur de tels systèmes montrent que celle-ci peut être plus faible de deux ordres de grandeur par rapport au matériau massif [78].

Examinons maintenant, l'effet de faible dimension sur la conductivité thermique du silicium et par extension sur celle du silicium poreux.

(c) Libre parcours moyen et conductivité thermique dans le silicium

❖ A partir de quelle dimension le transport de chaleur dans le silicium est il modifié ?

Comme nous l'avons vu précédemment, le changement de régime du transfert thermique a lieu lorsque les dimensions du système deviennent de l'ordre de grandeur du libre parcours moyen (l.p.m). Or ce libre parcours moyen pour les phonons dans un échantillon massif est principalement dû aux collisions phonons-phonons. Leur nombre est très dépendant de la température et diminue à basse température. Ainsi, le libre parcours moyen peut devenir à basse température de l'ordre de $1\mu\text{m}$, dans le silicium. Ceci explique les fortes différences de conductivité thermique mesurées pour les films minces : ce n'est plus le libre parcours moyen du massif qui régit le transport mais l'épaisseur du film à travers les collisions des phonons aux interfaces [78].

A température ambiante, le phénomène physique est le même mais le l.p.m. est plus faible si bien que l'effet des collisions aux interfaces ne se fait sentir que pour des couches très fines. La question importante concerne justement la détermination de ce l.p.m qui fait l'objet, notamment dans le silicium de nombreuses études.

D'après Ju et Goodson [78], le libre parcours moyen déduit de la théorie cinétique, estimé à 43nm pour le silicium, n'est pas celui qui limite réellement le transport des phonons. En effet, à faible dimension tous les modes de phonons ne participent pas de manière équivalente au transport de chaleur. Ils ont montré que la contribution des phonons longitudinaux était prédominante. A l'aide de mesures de conductivités thermiques sur des couches de différentes épaisseurs et de la résolution de l'équation de Boltzmann en ne tenant compte que des phonons longitudinaux, ils en déduisent un libre parcours moyen effectif. Celui-ci est de 300nm, et est du même ordre de grandeur que celui estimé par Chen [83] à partir de mesures de conductivité thermique de multicouches Si/Ge. De plus, des mesures effectuées sur des films minces de silicium monocristallin ont montré qu'à température ambiante, la conductivité thermique différait de celle du silicium massif pour des épaisseurs inférieures à 420nm [80].

La conductivité thermique du silicium prend donc des valeurs plus faibles que celle du massif pour des dimensions critiques inférieures à quelques centaines de nanomètres. Le transport de chaleur dans le silicium poreux dont la taille des cristallites est de l'ordre de 2nm ne peut alors évidemment pas être décrit classiquement. Nous étudierons dans le chapitre IV, à l'aide de mesures de thermoréfectance, le transport de chaleur dans des plots de 100nm de côté.

❖ **Pouvons-nous estimer la conductivité thermique du silicium aux faibles dimensions ?**

Majumdar [82] propose un modèle simple pour estimer la conductivité thermique aux faibles dimensions. Par comparaison des résultats donnés par la résolution classique de l'équation de Boltzmann et de l'équation de transfert radiatif pour les phonons, il donne l'expression d'un libre parcours moyen effectif des phonons. Ce l.p.m ne correspond en rien à la définition de Ju et Goodson et ne représente même rien de physique. Il s'agit juste d'un paramètre d'ajustement permettant d'estimer la conductivité thermique en corrigeant l'expression donnée par la théorie cinétique. Si l'on écrit la conductivité thermique sous la forme :

$$k = \frac{1}{3} C v \ell_{\text{eff}} \quad (50),$$

où ℓ_{eff} est le libre parcours moyen effectif

$$\ell_{\text{eff}} = \frac{\ell}{1 + \frac{4\ell}{3L}} \quad (51)$$

où ℓ est libre parcours moyen donné par la théorie cinétique et L la dimension caractéristique de la structure. Le flux conductif calculé avec la conductivité thermique donnée par les formules (50) et (51) est alors sensiblement égal à celui déduit de l'équation de transfert radiatif pour les phonons. De plus, la formule (50) donne par exemple, pour une épaisseur de 100nm de silicium, une conductivité thermique de $90\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ environ, qui correspond bien aux mesures de conductivités thermiques faites sur des épaisseurs proches [78],[81]. Cette formule peut donc être utilisée pour estimer la conductivité thermique du silicium.

(d) *Conductivité thermique du silicium poreux*

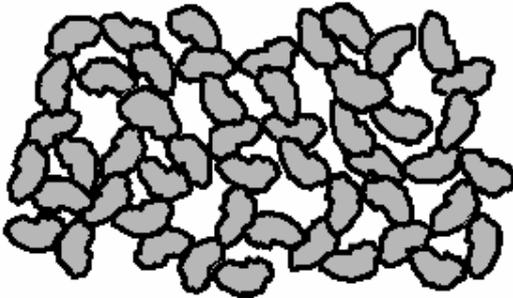


Figure II-22 : Représentation de la structure du silicium nanoporeux : arrangement aléatoire de cristallites et de pores ayant chacun une taille de 2 à 4nm

Revenons au silicium poreux. Les conductivités thermique mesurées à l'aide de différentes techniques expérimentales utilisées sont parfois plus faibles de plusieurs ordres de grandeur par rapport à la conductivité du silicium massif [85],[86],[87],[88]. Le fait que le silicium soit poreux va nécessairement réduire la conductivité thermique puisque du silicium est remplacé par de l'air. Mais la plus forte

contribution à la réduction de la conductivité thermique vient de la taille nanométrique des cristallites et de l'arrangement désordonné des interconnexions entre cristallites.

Pour un matériau poreux, la conductivité thermique est souvent donnée à partir de celle de la phase solide, comme suit :

$$k_{\text{poreux}} = k_{\text{sf}} g(1 - P) \quad (52),$$

où P est la porosité, g un facteur de percolation souvent pris égal à $g = (1 - P)^2$ (53), k_{sf} la conductivité thermique de la phase solide, donnée par la théorie cinétique (formule (43)).

Dans le cas du silicium nanoporeux, la taille des cristallites étant de l'ordre de 2nm, les collisions aux interfaces des pores dominant la conduction thermique. En considérant que le libre parcours moyen est égal à la taille caractéristique des cristallites, Gesele et al. [85] trouvent un bon accord entre la conductivité thermique calculée avec la théorie cinétique et leurs mesures. Lysenko et al.[86],[87] raffinent le calcul en prenant le libre parcours moyen dans les cristallites de silicium égal au libre parcours moyen effectif défini par Majumdar [80] (voir paragraphe précédent).

Donc, malgré la complexité de la structure poreuse, la conductivité thermique peut-être estimée de manière satisfaisante grâce à un modèle assez simple. Certains modèles un peu plus raffinés, comme celui de Chantrenne et Lysenko [88], permettent même de déduire à partir de mesures de conductivité thermique certains paramètres structuraux de la couche poreuse (comme la taille des cristallites, la surface d'interconnexion entre cristallites et la porosité).

Des conductivités thermiques aussi faibles que $0.14 \text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ont été mesurées sur des couches de silicium nanoporeux à 71 % de porosité [85]. Nous avons par ailleurs confirmé ce résultat à l'aide de mesures de thermoréfectance (Chapitre IV).

(e) Films minces métalliques et multicouches

Le libre parcours moyen des électrons dans les métaux est estimé d'après la théorie cinétique à quelques dizaines de nanomètres [75]. Or l'épaisseur de certaines de nos couches magnétiques est très inférieure à cette valeur ou du même ordre :

- sur certains échantillons des couches d'alliages amorphes terres rares/métaux de transition en TbFeCo de 25 et 50nm ont été déposées,

- sur d'autres ont été déposées des multicouches Co/Pt, dont les épaisseurs des couches polycristallines de Cobalt et de Platine sont comprises entre 0.6nm et 10nm. Il est, de plus, légitime de se demander dans ce cas quelle est l'influence des résistances thermiques d'interface dans la conductivité thermique totale.

Comme nous l'avons vu au paragraphe II.3.ii(b), la résistance à la conduction thermique dans les métaux est dominée par les collisions électrons-phonons et électrons-défauts. Aux petites épaisseurs, la conductivité thermique peut être réduite sous l'effet de la modification de la dispersion des phonons ou de la structure de bande, du fait des collisions des électrons aux interfaces qui dominant la conduction. La modélisation et l'estimation de la conductivité thermique aux faibles dimensions sont assez compliquées et peu traitées dans la littérature. Nous allons donc présenter des résultats expérimentaux qui nous donnent des ordres de grandeur des conductivités thermiques de nos couches. Nous avons par ailleurs estimé la conductivité thermique de certaines de ces couches par thermoréfectance (voir chapitre IV).

Les films minces d'alliages terres rares/métaux de transition étant souvent utilisés dans l'enregistrement magnéto-optique, plusieurs groupes ont mesuré leur conductivité thermique [89],[90]. Elle est estimée à partir de mesures de conductivité électrique et de la loi de Wiedemann-Franz (formule (49)) [89]. Les conductivités électrique et thermique étant proportionnelles pour un métal massif, la conductivité thermique électronique est supposée être réduite du même facteur que la conductivité électrique lorsque l'épaisseur du film mince diminue. Or la loi de Wiedemann-Franz est donnée dans le cadre du modèle du gaz d'électrons libres et de la théorie cinétique. Kumar et Vradis [91] ont démontré

qu'elle restait valide pour les films minces [89]. Néanmoins la loi de Wiedemann-Franz seule ne suffit pas pour calculer la conductivité thermique, car elle ne tient compte que de la contribution électronique (par collision électrons-phonons et électrons-défauts). Or dans le cas d'alliages terre rare/métal de transition, la contribution phononique (par collision phonons-phonons et phonons-défauts) à la conductivité thermique peut-être non négligeable. Pour les films minces, les collisions aux interfaces sont aussi plus nombreuses pour les phonons. Les libres parcours moyens des phonons et des électrons sont alors du même ordre. Anderson [89] pose donc que les conductivités thermiques phononiques et électroniques sont proportionnelles avec un facteur un tiers. Les conductivités thermiques reportées sont alors un ordre de grandeur plus faible que celles des matériaux massifs purs composant l'alliage, avec par exemple : $4,9 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour une couche de 50nm de $\text{Tb}_{24}\text{Fe}_{68}\text{Co}_4$.

L'exemple précédent montre que la loi de Wiedemann-Franz permet de connaître simplement la conductivité thermique d'un métal, car la mesure préalable de la conductivité électrique est aisée à l'aide d'une méthode quatre pointes par exemple. Elle ne rend néanmoins compte que de la conductivité thermique dans le plan. Or Klein *et al* [90] ont mesuré la conductivité thermique perpendiculaire au plan par une méthode dite de comparateur thermique, alors la conductivité thermique dans le plan étant estimé par la méthode d'Anderson. Ils montrent que la conductivité thermique d'alliages terre rare/métal de transition est anisotrope. En effet, du fait de la structure colonnaire de la couche, la conductivité dans le plan pouvait être d'un ordre de grandeur plus faible que celle perpendiculaire au plan.

D'autres méthodes expérimentales permettent de mesurer directement la conductivité thermique. Il s'agit par exemple de la méthode par thermoréfectance sur laquelle nous reviendrons plus longuement au chapitre IV. A l'aide de cette méthode, Langer *et al* [92] ont montré que la conductivité thermique d'une couche mince d'or (épaisseurs de 700nm à $2\mu\text{m}$ environ) diminuait lorsque l'épaisseur diminuait alors que celle du Nickel (épaisseurs allant de 100nm à $7\mu\text{m}$) ne variait pas et restait sensiblement égale à celle du matériau massif. Ils ont mesuré par exemple une conductivité de $190 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, pour une épaisseur de 700nm alors que la conductivité de l'or massif est de $318 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$. Cette diminution de la conductivité thermique a été attribué à la structure fortement granulaire de l'or en couche mince.

L'influence de la taille finie sur la conductivité thermique est donc très dépendante de la structure de la couche. Les valeurs de conductivité thermique des couches de cobalt et de platine seront donc certainement plus faibles que celles des matériaux massifs, car elles sont polycristallines avec des tailles de grain de l'ordre de 20nm (voir chapitre IV). De plus elles constituent un feuilletage, et même si peu d'études existent, on s'attend tout de même à ce que les résistances d'interface aient un rôle prédominant dans le transport de chaleur à travers la totalité de la multicouche. Les résistances thermiques d'interfaces typiques pour des couches minces métalliques sont de l'ordre de 10^{-5} à $10^{-11} \text{ K.m}^2.\text{W}^{-1}$. [72], [92], [94]

Conclusion :

Au cours de ce chapitre, nous avons résumé les différents régime de transferts thermiques qui pouvaient apparaître :

- une exaltation du transfert thermique en champ proche par l'air et radiatif (dans le cas de deux surfaces diélectriques)
- la présence d'une résistance thermique d'interface entre la pointe et le média dont la valeur dépend de la nature (solide/solide en atmosphère sèche et solide/liquide en atmosphère humide) et de la qualité du contact
- les conductivités thermiques de couche minces sont parfois plus faibles que celle du matériau massif correspondant.
- la conductivité thermique du silicium poreux dépend de sa porosité et peut être de plusieurs ordres de grandeur plus faible que celle du silicium.

Des simulations numériques présentées au chapitre suivant nous ont permis de déterminer l'effet de ces différents transferts thermiques sur l'échauffement local d'un média magnétique.

- [47] S.VOLZ, P. CHANTRENNE, R. CARMINATI, S. DILHAIRE, S. GOMES, N. TRANNOY, G. TESSIER, F. VALLEE, D. LEMONNIER, K. JOULAIN, B. PERRIN, D. FOURNIER, B. CRETIN, P. VAIRAC, *Première école d'hiver MICRO et NANOTHERMIQUE, recueil de cours*, Mars 2004
- [48] W.M ROHSENOW ET H. Y. CHOI , « *Heat, mass and momentum transfer* », Ed. Prentice Hall, 1961
- [49] N. POTTIER, « *Physique statistique hors équilibre : équation de Boltzmann, réponse linéaire* », cours DEA physique des solides, 2000
- [50] GREINER, NEISE ET STÖCKER, « *thermodynamique et mécanique statistique* », Ed Springer, p7, 1995
- [51] S. VOLZ, communication privée
- [52] SEAGATE, communication privée
- [53] G.A. BIRD, J.M. BRADY, C.E. BRENNEN, W.R. EATOCK TAYLOR, « *Molecular gas dynamics and the direct simulations of gas flows* », Oxford university press, 1994
- [54] D. G. CAHILL, W. K. FORD, K. E. GOODSON, G. D. MAHAN, A. MAJUMDAR, H. J. MARIS, R. MERLIN, S. R. PHILLPOT, « *Nanoscale thermal transport* », J. Appl. Phys., **93** (2), p793, (2003)
- [55] R.J. CORRUCINI, « *Gaseous heat conduction at low pressures and temperatures* », Vacuum, **VII&VIII**, p19 (1957)
- [56] G. CHEN, « *Particularities of heat conduction in nanostructures* », J. Nano. Res., **2**, p199, (2000)
- [57] J-B. XU, K. LÄUGER, R. MÖLLER, K. DRANSFELD ET I. H. WILSON, « *Heat transfer between two metallic surfaces at small distances* », J.Appl.Phys.,**76**, p7209 (1994)
- [58] J.E. SIPE, J. Opt. Soc. Am. **B4**, p481(1987)
- [59] D. POLDER ET M. VAN HOVE, « *Theory of Radiative Heat Transfer between Closely Spaced Bodies* », Phys. Rev. B, **4** (10), p3303(1971)
- [60] J-B. XU, K. LÄUGER, R. MÖLLER, K. DRANSFELD, I. H. WILSON, « *Heat transfer between two metallic surfaces at small distances* », J. Appl. Phys., **76** (11), p7209(1994)
- [61] K.JOULAIN, J-P. MULET, R. CARMINATI, J-J. GREFFET ET A. V. SHCHEGROV, « *Modification of the thermal emission spectrum at short distances* », Heat transfer and transport phenomene in Microsystemes Conférence, Begell House, New-York (2000)
- [62] J-P MULET, K. JOULAIN , R.CARMINATI ET J-J GREFFET, « *Enhanced radiative heat transfer at nanometric distances* », Microscale Thermophys. Eng, **6**, p209-222 (2002)
- [63] K. JOULAIN, J-P MULET, F. MARQUIER, R.CARMINATI ET J-J GREFFET, « *Surface electromagnetic waves thermally excited : Radiative heat transfer, coherence properties and casimir forces revisited in the near field* », Surface Science Reports, **57**, p59(2005)
- [64] J-P MULET, « *Modélisation du rayonnement thermique par une approche électromagnétique. Rôle des ondes de surface dans le transfert d'énergie aux courtes échelles et dans les forces de Casimir* »,Thèse université Paris XI, UFR Scientifique d'Orsay, (2003)
- [65] G. CHEN, « *Particularities of heat conduction in nanostructures* », J. Nano. Res., **2**, p199 (2000)
- [66] L. SHI ET A. MAJUMDAR, « *Thermal Transport Mechanisms at Nanoscale Point Contacts* », J.Heat Transfer, **124**, p329(2002)
- [67] A. MAJUMDAR, « *Scanning Thermal Microscopy* », Annu. Rev Mater. Sci., **29**, p505(1999)
- [68] P.L. KAPITZA, J.Phys(Moscow), **4**, 181(1941)
- [69] L.M. KHALATNIKOV, Sov. Phys. JETP, **22**, 687 (1952)
- [70] D.G. CAHILL, W.K. FORD, K.E. GOODSON, G.D. MAHAN, A. MAJUMDAR, H.J. MARIS, R. MERLIN, S.R. PHILLPOT, « *Nanoscale Thermal Transport* », J. App. Phys., **93**(2), p793(2003)
- [71] E.T. SWARTZ, R.O. POHL, « *Thermal Boundary Resistance* », Rev. Mod. Phys., **61**(3), p605(1989)

- [72] E. GMELIN, M. ASEN-PALMER, M REUHER ET R. VILLAR, «*Thermal boundary resistance of mechanical contacts between solids at sub-ambient temperatures*», J. Phys. D: Appl. Phys., **32**, R19(1999)
- [73] C. KITTEL, «*Physique de l'état solide*», Ed. DUNOD (1998)
- [74] P. MOREL, «*Physique quantique et thermique* », Ed Hermann (1969)
- [75] N.W. ASHCROFT, N.D. MERMIN, «*Physique des solides* », EDP Sciences, 2002
- [76] M.G. HOLLAND, «*Analysis of Lattice Thermal Conductivity*», Phys. Rev., **132**(6), p2461(1963)
- [77] K. C. SOOD ET M.K. ROY, «*Longitudinal phonons and high temperature heat conduction*», J. Phys. : Condens. Mater., **5**, p301(1993)
- [78] Y.S. JU ET K.E. GOODSON, «*Phonon scattering in silicon films with thickness of order 100nm*», Appl. Phys. Lett., **74**(20), p3005(1999)
- [79] C. L. TIEN ET G. CHEN, «*Challenges in Microscale Conductive and Radiative Heat Transfer*», J. Heat Transfer, **116**, p799(1994)
- [80] M. ASHEGI, Y. K. LEUNG, S. S. WONG, ET K. E. GOODSON, «*Phonon-boundary scattering in thin silicon layers*», Appl. Phys. Lett., **71**, p1798(1997)
- [81] W. LIU ET M. ASHEGHI, «*Phonon-boundary scattering in ultrathin single-crystal silicon layers* », Appl. Phys.Lett., **84**(19), p3819(2004)
- [82] A. MAJUMDAR, «*Microscale Heat Conduction in Dielectric Thin Films*», J. Heat Transfer, **115**, p7(1993)
- [83] G. CHEN, «*Thermal conductivity and ballistic-phonon transport in the cross-plane direction of superlattice* », Phys. Rev. B, **57**(23), p14958(1998)
- [84] G.CHEN, «*Ballistic-Diffusive Heat-Conduction Equations*», Phys. Rev. Lett., **86**(11), p2297(2001)
- [85] G. GESELE, J. LINSMEIER, V. DRACH, J. FRICKE ET R. ARENS-FISCHER, «*Temperature dependent thermal conductivity of porous silicon*», J. Phys. D: Appl. Phys., **30**, p2911 (1997)
- [86] V.LYSENKO, S. PERICHON, B. REMAKI ET D. BARBIER, «*Thermal conductivity of thick meso-porous silicon layers by micro-Raman scattering*», J. Appl. Phys., **86**(12), p6841
- [87] V. LYSENKO, PH. ROUSSEL, B. REMAKI, G. DELHOMME, V. STRIKHA, C. MARTELET, D. BARBIER, A. DITTMAR, «*Study of nano-porous silicon with low thermal conductivity as thermal insulating material*», J. Porous Mater., **7**, p177(2000)
- [88] P. CHANTRENNE ET V. LYSENKO «*Thermal conductivity of interconnected silicon nanoparticles: Application to porous silicon nanostructures*», Phys. Rev. B, **72**, p035318(2005)
- [89] R.J. ANDERSON, «*The thermal conductivity of rare-earth-transition-metal films as determined by the Wiedemann-Franz law*», J. Appl. Phys., **67**, p6914(1990)
- [90] L.J. SAW –KLEIN, T.K. HATWAR, S.J. BURNS, S.D. JACOBS, J.C. LAMBROPOULOS, «*Anisotropic thermal conductivity of rare earth-transition metal thin films* », J. Mater. Res., **7**(2), 329(1992)
- [91] S. KUMAR ET G. C. VRADIS, «*Thermal Conductivity of Thin Metallic Films* », J. Heat. Transf., **116**, p29(1994)
- [92] G. LANGER, J. HARTMANN ET M. REICHLING, «*Thermal conductivity of thin metallic films measured by photothermal profile analysis* », Rev. Sci. Instrum., **68**(3), p1510(1997)
- [93] N. SEMMAR ET C. BOULMER-LEBORGNE, «*Mettallic thin films heated by pulsed laser. Numerical simulation of the thermal field and the melting kinetics* », J. Phys. IV France, **120**, p413(2004)
- [94] Y. SCUDELLER, S. ORAIN, T. BROUSSE, «*Investigations of structural effects on thin thermal conductivity* », 7th Therminic workshop proceedings, Paris 2001, p 256

CHAPITRE III :

SIMULATIONS NUMERIQUES DE L'ECHAUFFEMENT D'UN MEDIA
MAGNETIQUE PAR UNE POINTE AFM CHAUFFANTE

III. SIMULATIONS NUMERIQUES DE L'ECHAUFFEMENT D'UN MEDIA MAGNETIQUE PAR UNE POINTE AFM CHAUFFANTE	83
<i>III.1 Système modèle utilisé</i>	83
<i>III.2 Echauffement en non-contact</i>	85
III.1.i. Echauffement par flux balistique	86
(a) sur média continu	87
(b) sur média discret	87
III.1.ii. Echauffement par flux radiatif	89
III.1.iii. Echauffement par flux semi-balistique à P=30 bars	90
<i>III.3 Echauffement en mode contact</i>	91
III.1.i. Echauffement de la pointe seule - Puissance de fonctionnement	91
III.1.ii. Echauffement du média	96
(a) Sur média continu	97
(b) Sur média discret	98
(c) Dynamiques de chauffage et refroidissement	99

III. SIMULATIONS NUMERIQUES DE L'ECHAUFFEMENT D'UN MEDIA MAGNETIQUE PAR UNE POINTE AFM CHAUFFANTE

Le but de cette partie est de déterminer les conditions optimales pour la réalisation d'une expérience d'écriture magnétique avec assistance thermique en champ proche sous pointe AFM. Aux vues des variations du champ coercitif en fonction de la température de nos matériaux magnétiques, nous avons estimé qu'il était nécessaire de chauffer localement le média autour de 400-450K pour retourner l'aimantation sous faibles champs appliqués (voir chapitre IV). Nous présentons dans ce chapitre les résultats de simulations numériques donnant des ordres de grandeur d'élévation locale de température pour différents médias, sous l'effet des différents types de transferts thermiques en champ proche reportés dans la partie précédente. Ces simulations nous ont permis de choisir et de concevoir une géométrie et une nature de média pour lesquelles l'échauffement local était optimal [95], [96].

Ces simulations ont été réalisées à l'aide du logiciel Femlab. Ce logiciel permet de résoudre des équations classiques, comme l'équation de la chaleur, grâce à la méthode des éléments finis. Etant données les dimensions caractéristiques de notre système, les lois classiques ne permettront pas toujours de décrire les transferts thermiques à ces échelles et des précautions devront être prises quant à la définition d'un système modèle et à l'interprétation des résultats.

III.1 *Système modèle utilisé*

La méthode de résolution par éléments finis permet de donner une solution approchée à une équation différentielle définie sur un domaine géométrique borné, pour des conditions aux limites et initiales données. Le système est divisé en petits éléments de maillage (de forme uniquement tétraédrique dans le cas du logiciel Femlab). Le problème est résolu sur chacun des nœuds du maillage puis interpolé. L'équation à résoudre est ici celle de la chaleur :

$$\text{div}(k \vec{\text{grad}}(T)) = \rho C \frac{\partial T}{\partial t} \quad (1)$$

où k , ρ , et C sont la conductivité thermique, la densité et la capacité calorifique massique.

La loi de Fourier et l'équation de la chaleur qui en découle ne sont pas toujours vérifiées aux petites dimensions. Nous utiliserons donc chaque fois qu'il est possible (pour les couches minces et le silicium poreux) des valeurs de conductivités thermiques effectives correspondantes à des mesures reportées dans la littérature ou effectuées par nos soins (voir chapitre IV et [95], [85]). Nous introduirons aussi des conductances thermiques de contact [70], [71]. Lorsque les dimensions ne permettent pas de définir un gradient de température (quand elles sont inférieures au libre parcours moyen des porteurs de chaleur), les profils de température ne peuvent être interprétés, nous nous intéresserons donc seulement aux températures de surface.

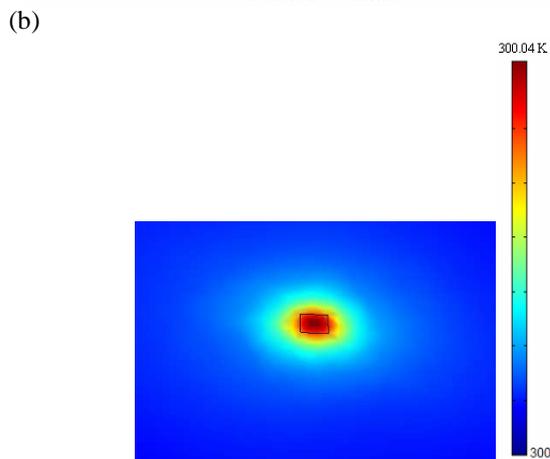
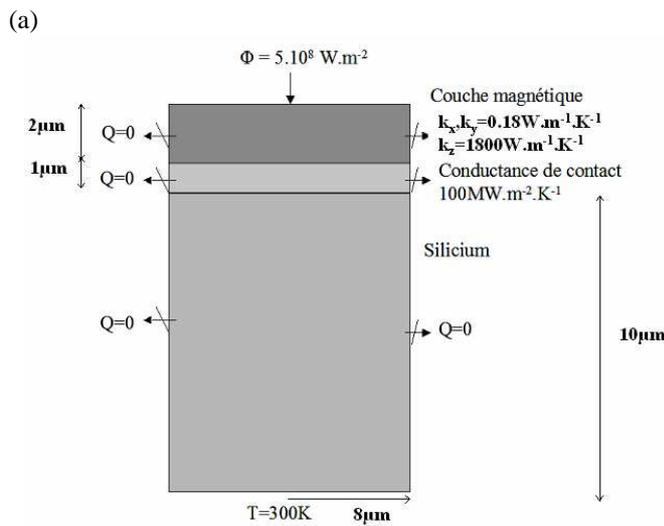


Figure III-1 : Echauffement local produit par un flux localisé de 5.10^8 W.m^{-2} sur 25nm sur un système modèle avec couche mince magnétique (a) Représentation schématique du système (b) Résultat de la simulation numérique : élévation de température à la surface du plot

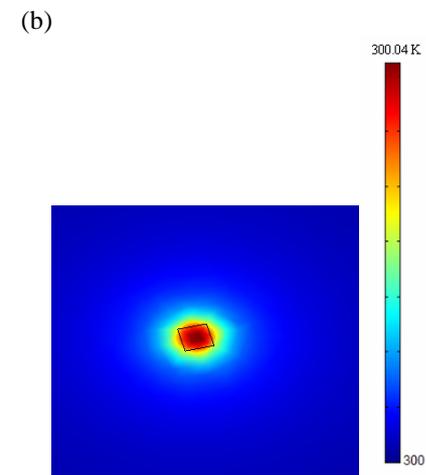
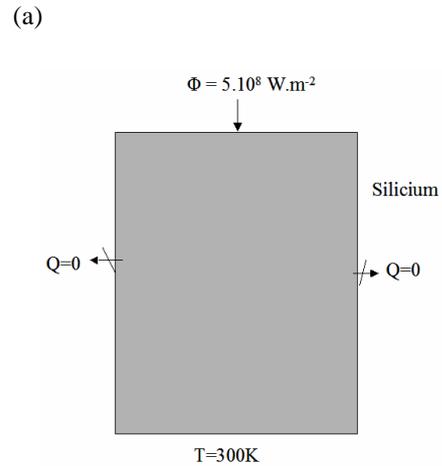


Figure III-2 : Echauffement local produit par un flux localisé de 5.10^8 W.m^{-2} sur 25nm sur un système modèle sans couche mince magnétique (a) Représentation schématique du système (b) Résultat de la simulation numérique : élévation de température à la surface du plot

Pour effectuer nos simulations, nous devons dans un premier temps simplifier notre système. Afin d'obtenir des éléments de maillage suffisamment fins pour décrire une température locale, l'extension spatiale du substrat est fixée à $8\mu\text{m}$ de rayon sur $10\mu\text{m}$ d'épaisseur. Le nombre de nœuds correspondant est d'environ 11000, la largeur moyenne des éléments est alors de 560nm . D'autre part, le logiciel Femlab ne permet pas de traiter correctement des géométries très anisotropes comme les couches minces par exemple. Les éléments de maillage sont en effet toujours des tétraèdres réguliers. La discrétisation d'une couche mince exige donc un grand nombre d'éléments et une importante taille mémoire. Une couche mince peut être modélisée, en dilatant son épaisseur d'un facteur 100 et introduisant une conductivité thermique anisotrope. Afin de conserver la valeur de la puissance perdue par conduction (proportionnelle à $\frac{kS}{l}$ pour un élément de section S et de longueur l), les composantes

longitudinales et verticales sont respectivement divisées et multipliée par 100 par rapport à la conductivité thermique initiale de la couche magnétique.

La conductivité thermique de multicouche Co/Pt est a priori inconnue. En appliquant la loi de Wiedemann Franz, pour des valeurs typiques de résistivités électrique d'alliages CoPt en couches minces [100], on obtient une conductivité thermique de l'ordre de $18 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$. Même s'il s'agit d'une conductivité thermique planaire, cette valeur fut utilisée comme conductivité thermique isotrope pour modéliser la couche mince magnétique. Pour mailler le système la couche mince est dilatée suivant l'axe vertical, et est modélisée par une couche de $20 \times 100 = 2 \mu\text{m}$ d'épaisseur, dont les composantes de conductivités thermiques sont: $k_x, k_y = 0.18 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, et $k_z = 1800 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ (Figure III-1(a)). En toute rigueur, étant données la nature polycristalline et la finesse de la couche, la conductivité thermique de la multicouche ne peut être considérée comme isotrope. Néanmoins, des mesures de thermoréfectance effectuées à posteriori (chapitre IV) ont montrées que la conductivité thermique effective de la multicouche était de l'ordre de $30 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, donc du même ordre de grandeur que la conductivité thermique utilisée pour ces simulations

Cette multicouche est de plus déposée par pulvérisation cathodique sur un substrat en silicium, une conductance thermique d'interface entre ces deux couches doit être considérée, de l'ordre de $100 \text{ MW.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ pour une interface métal/semiconducteur (voir chapitre II). Cette conductance de contact est modélisée par une couche de $1 \mu\text{m}$ d'épaisseur et de conductivité $100 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$. Le substrat est en silicium de conductivité thermique $150 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ et d'épaisseur $10 \mu\text{m}$. Les pertes thermiques vers l'extérieur sont supposées nulles et la face arrière est maintenue à température constante égale à 300 K . L'échauffement produit par un flux thermique de 5.10^8 W.m^{-2} localisé sur 25 nm^2 , est de 40 mK environ que ce soit sur un substrat de silicium recouvert d'une couche magnétique (Figure III-1(b)) ou sur un substrat de silicium sans couche magnétique (Figure III-2(b)).

Dans la suite, la couche mince magnétique n'est pas modélisée, les résultats obtenus pour le substrat seul donneront alors une estimation de la température atteinte sur la couche.

III.2 Echauffement en non-contact

Pour toutes les simulations présentées dans ce chapitre (en contact ou en non-contact), le flux thermique incident est considéré localisé sur disque de 25 nm de diamètre. D'une part, le rayon de courbure typique de pointes AFM est de l'ordre de 10 à 50 nm , l'extension latérale du contact est alors du même ordre de grandeur. D'autre part, 25 nm représente la localisation de l'échauffement exigée pour obtenir des densités de l'ordre du Tbit/pouce².

² L'extension spatiale du flux thermique incident a été fixé dans toutes les simulations à 25 nm de diamètre

La pointe est ici assimilée à un élément chauffant cylindrique porté à haute température et distant du média d'une dizaine de nanomètres, plusieurs types de transfert thermique peuvent intervenir :

- **Le transfert par l'air en régime balistique**
- **Le transfert radiatif en champ proche**
- **Le transfert par l'air en régime semi-balistique**

Nous allons déterminer l'effet de ces transferts thermiques, (dont les ordres de grandeur ont été donnés dans le chapitre précédent) sur différentes géométries de média. Dans toutes les simulations les pertes vers l'extérieur sont considérées comme nulle, et la face arrière est maintenue à 300K (Figure III-3).

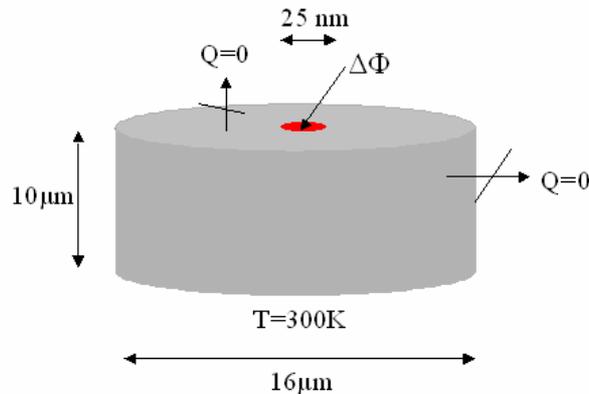


Figure III-3 : Géométrie utilisée pour les simulations thermiques

III.2.i. Echauffement par flux balistique

D'après le Chapitre II, le flux thermique échangé entre un élément chauffant à 1000K et une surface à une température T est donné par :

$$\Delta\Phi_{\text{bal}} = \Phi_0 \left(1 - \sqrt{\frac{T}{1000}}\right) \quad (1)$$

Où Φ_0 représente le flux thermique balistique émis par l'élément chauffant. Si l'élément chauffant est cylindrique de 25nm de diamètre à 1000K, le flux est alors localisé sous la tête et est de l'ordre de 4.10^7 W.m^{-2} (voir II.2.ii.(c)).

Les conditions aux limites imposées au système sont donc les suivantes:

- Une absence d'échange thermique avec l'extérieur, sauf sur un disque de 25nm de diamètre où le flux sortant est égal au flux thermique balistique échangé.
- La face arrière du substrat maintenue à température ambiante.

(a) sur média continu

A l'équilibre, sur un substrat continu de silicium ($k = 150 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) de $8\mu\text{m}$ de rayon, épais de $10\mu\text{m}$, l'échauffement local produit par échange balistique n'est que de 1mK (Figure III-4). Les pertes par conduction dans le substrat sont en effet trop importantes devant le flux balistique. Une partie de ces pertes, celles dans la profondeur du substrat peuvent être limitées en utilisant un matériau moins conducteur thermique. Néanmoins, cela ne semble pas suffisant car l'élévation locale de température à la surface d'un substrat de silicium poreux, 1000 fois moins conducteur thermique que le silicium, n'est que de 1.4 K environ. De plus, même si la faible conductivité du substrat permet de limiter les pertes dans la profondeur du substrat et une partie des pertes latérales, le flux thermique incident est trop faible pour permettre un échauffement significatif. La chaleur peut aussi être dissipée dans la couche magnétique qui n'est pas modélisée ici. Des barrières thermiques verticales sont alors ajoutées afin de limiter les pertes latérales.

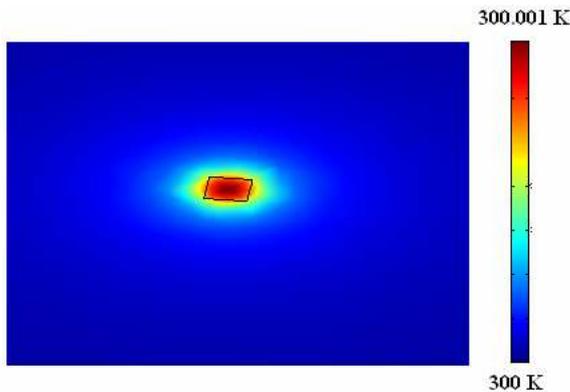


Figure III-4 : Echauffement par échange balistique avec une pointe à 1000K sur un substrat de Si, $k=150\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$

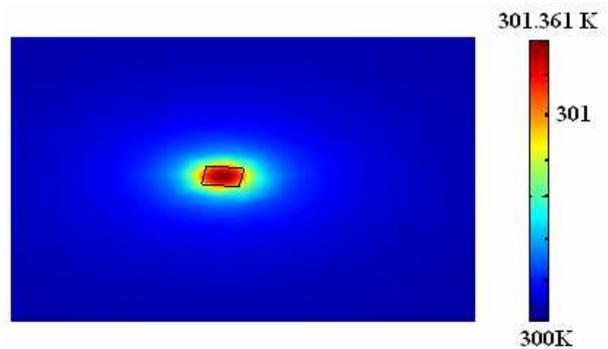


Figure III-5 : Echauffement par échange balistique avec une pointe à 1000K sur un substrat de Si poreux, $k=0.16\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$

(b) sur média discret

Le moyen le plus simple et le plus efficace pour réaliser des barrières thermiques latérales est d'utiliser un substrat structuré. Nous disposons de substrats de silicium poreux dans lesquels sont structurés des plots rectangulaires (que nous modéliserons sous forme de piliers cylindriques pour rendre le maillage plus facile) de 90nm de côté, hauts de 100 à 300nm (voir Chapitre IV). L'élévation de température est faible malgré cette structuration : un peu plus de 2K pour un plot de 100nm de haut et presque 4K pour un plot de 300nm de haut. Cette absence d'élévation significative de la température par rapport à un substrat de silicium poreux non structuré, peut s'expliquer par des valeurs de conductivités thermiques très proches entre l'air et le silicium poreux.

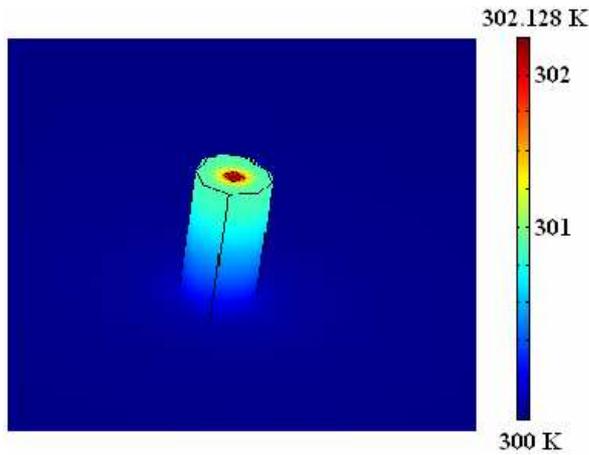


Figure III-6 : Echauffement par échange balistique avec une pointe à 1000K sur un plot cylindrique de Si poreux ($k=0.16 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) de 90nm de diamètre et de 100nm de haut

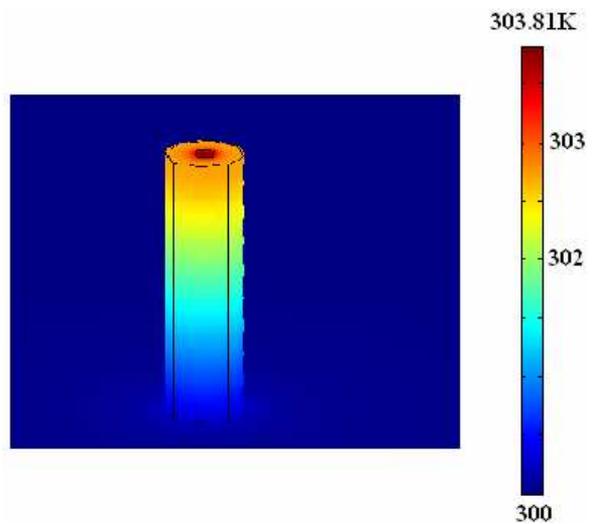


Figure III-7: Echauffement par échange balistique avec une pointe à 1000K sur un plot cylindrique de Si poreux ($k=0.16 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$) de 90nm de diamètre et de 300nm de haut

Ainsi, même en réduisant les pertes au maximum, au moyen d'un substrat très isolant et structuré, le flux thermique balistique seul, dans les conditions normales, n'est pas suffisant pour produire un échauffement significatif. Nous étudierons par la suite l'influence d'une augmentation de pression, sur l'échauffement par transfert conductif par l'air en régime semi-balistique. Avant cela nous allons déterminer l'effet d'un transfert radiatif. Le flux radiatif échangé n'est significatif qu'entre deux surfaces diélectriques (voir Chapitre II). Nous disposons par ailleurs d'échantillons de TbFeCo recouverts de Si_3N_4 (pour éviter l'oxydation). Pour déterminer l'effet du transfert radiatif sur l'échauffement de la couche de TbFeCo, les différentes couches minces doivent être modélisées. Cependant, cette modélisation est impossible pour une géométrie très anisotrope comme la notre. Les dimensions du substrat doivent donc être réduite afin de rendre la géométrie plus isotrope.

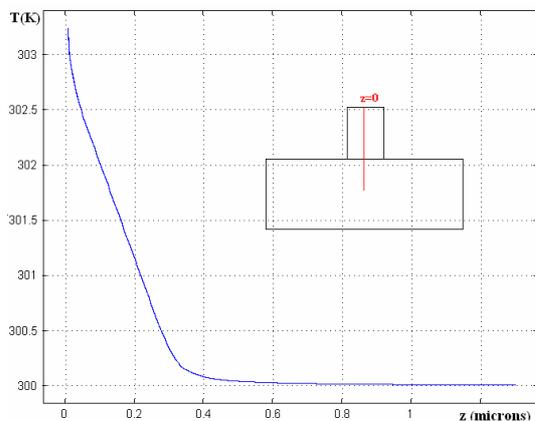


Figure III-8 : Profil vertical de température depuis le sommet du plot

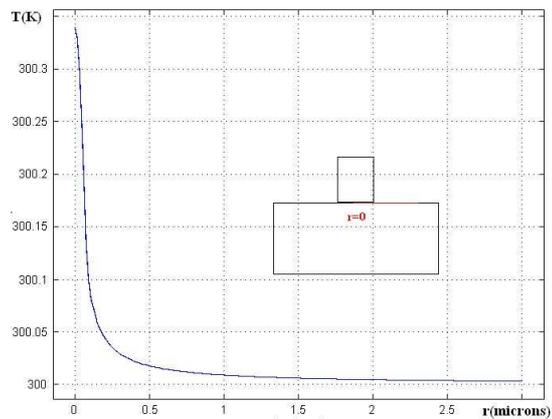


Figure III-9 : Profil radial de température au pied du plot

Examinons, les profils de température sur un plot poreux de 90nm de large et 300nm de haut , obtenus par transfert balistique avec une pointe à 1000K (la répartition de température à l'équilibre est présentée Figure III-7). La Figure III-8 représente le profil vertical de température du sommet du plot jusque dans le substrat. A partir de 1µm de profondeur, la température est constante et uniforme dans le silicium poreux, égale à la température ambiante. De même la Figure III-9 représente le profil radial de température au pied du plot dans le substrat, à 2.5µm du plot, la température devient aussi constante, égale à la température ambiante. Le système modèle utilisé par la suite peut donc être réduit à un plot cylindrique de 90nm de diamètre haut de 300nm posé sur un substrat cylindrique de 5µm de diamètre et haut de 1µm (Figure III-10(a)). Les conditions aux limites sont les mêmes qu'auparavant : la face arrière du substrat est maintenue à 300K et les pertes vers l'extérieur sont négligées. La Figure III-10(b) présente le résultat de l'échauffement de ce système modèle en régime balistique, les températures obtenues sont sensiblement les mêmes que celles d'un substrat élargi (Figure III-7).

Cette géométrie sera utilisée pour la simulation de l'échauffement par transfert radiatif.

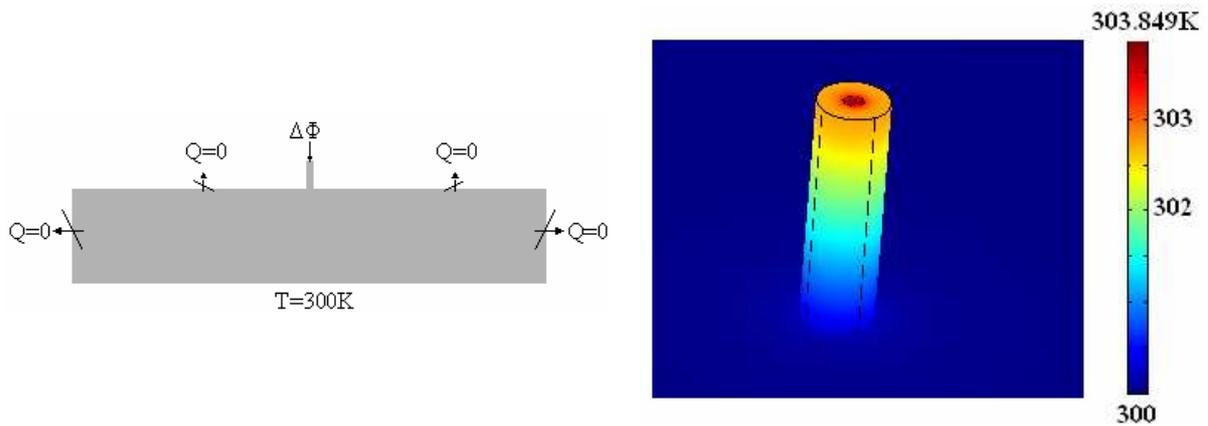


Figure III-10 : Echauffement d'un plot de silicium poreux sur un substrat de silicium poreux de 5µm de diamètre sur 1 microns de haut

III.2.ii. Echauffement par flux radiatif

Les coefficients de transfert radiatif ont été calculés pour une température proche de l'ambiante (voir chapitre II). Ici nous considérons le cas optimum où la pointe est à 1000K. Le flux thermique imposé est la somme des contributions des transferts balistique et radiatif:

$$\Delta\Phi = 4.10^7 \left(1 - \sqrt{\frac{T}{1000}}\right) + h_R (1000 - T) \quad (2),$$

où h_R est le coefficient de transfert radiatif, égal à 10^4 pour une pointe distante de 10nm (voir paragraphe II.2iii.d). La structure modèle est ici une couche de TbFeCo de 25nm recouverte d'une couche de Si_3N_4 de 20nm déposées sur un plot en silicium poreux de 90nm de côté et haut de 300nm. Le substrat est lui même en silicium poreux avec une épaisseur de 1µm et un diamètre de 5 µm. Les conductances thermiques de contact entre la couche de Si_3N_4 et de TbFeCo et entre cette dernière et le

silicium poreux doivent être considérées. Elles sont prises égales à $100\text{MW}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$ [70] et modélisées par des couches de 100nm d'épaisseur et une conductivité thermique anisotrope suivant l'axe du plot égale à $10\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$. Les conductivités thermiques utilisées pour modéliser les différentes couches minces sont de:

- $13\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$, pour la couche de nitrure (égale à la valeur du matériau massif)
- $5\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ pour la couche de TbFeCo (valeur reportée dans la littérature pour des couches de 20nm d'épaisseur environ de ce type d'alliage [95])

L'élévation de température de la couche à l'équilibre est de seulement 4K environ (Figure III-11). Il faut noter que pour définir la géométrie réduite, nous avons considéré le profil de température par un flux balistique. Le flux radiatif étant du même ordre de grandeur, cette géométrie est bien utilisable et l'élévation de température obtenue était attendue.

Pour espérer chauffer la couche magnétique suffisamment, le flux thermique imposé doit être augmentée d'un ou plusieurs ordres de grandeur : soit par contact avec une pointe chaude, soit avec une pression plus importante sous la pointe pour obtenir un flux balistique plus intense.

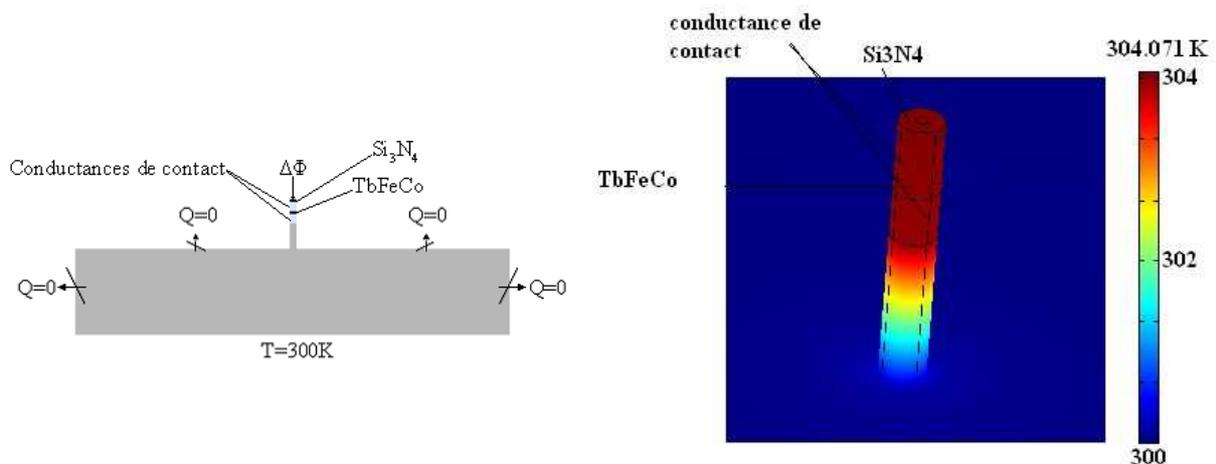


Figure III-11 : Echauffement par transfert balistique et radiatif d'une couche de TbFeCo déposée sur un plot poreux.

III.2.iii. Echauffement par flux semi-balistique à P=30 bars

Le flux balistique est proportionnel à la pression et dans une configuration de tête en vol, où la pression dynamique sous la tête est de 30bars , ce flux peut-être 45 fois plus grand que celui échangé à pression normale. Par exemple, le flux thermique en régime semi-balistique produit par une pointe à 800K à 6nm de la surface, pour une pression de 30 bars , est de l'ordre de $180\text{MW}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$ (voir paragraphe II.2ii.d.). Néanmoins, l'élévation de température obtenue au sommet du plot n'est que de 28 degrés au dessus de la température ambiante (Figure III-12).

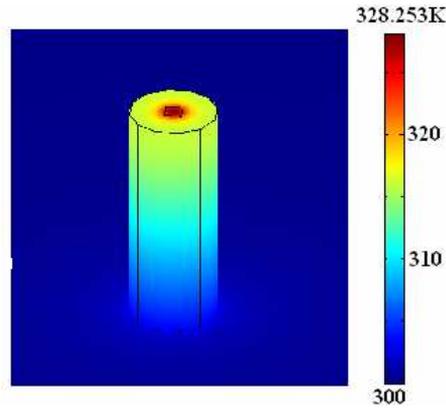


Figure III-12 : Echauffement par échange en régime semi-balistique avec un flux incident de $180\text{MW}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ d'un plot de Si poreux de 100nm de diamètre haut de 300nm

Ainsi, même dans des conditions optimales (substrat isolant, flux maximum), les transferts thermiques hors contact ne sont pas suffisamment efficaces pour échauffer le média à des températures de l'ordre de 400-450K.

III.3 Echauffement en mode contact

Pour modéliser l'échauffement dans le mode contact il est nécessaire de considérer tout le système composé de la pointe chauffante et du média. En effet, au cours de l'expérience, la puissance injectée dans la pointe est contrôlée, et l'élévation de température dans la couche magnétique dépend des échanges thermiques entre la pointe et le média, des pertes dans le média, ainsi que des pertes par conduction dans les bras du cantilever supportant la pointe. Nous allons dans un premier temps déterminer la puissance à injecter dans la pointe pour l'échauffer à une température de l'ordre de 400-450K.

III.3.i. Echauffement de la pointe seule - Puissance de fonctionnement

La pointe est située à l'extrémité de deux bras de levier en silicium faiblement dopé. Une couche mince d'or a été déposée sur ces bras sauf à leur extrémité (chapitre V). Une zone plus résistive est ainsi formée autour de la pointe. Lorsqu'un courant est injecté dans les bras du levier, la zone résistive est échauffée par effet Joule puis transmet la chaleur à la pointe par conduction.

Afin de simplifier la modélisation de l'échauffement de la pointe, l'hypothèse d'une puissance Joule concentrée dans la zone résistive doit auparavant être confirmée.

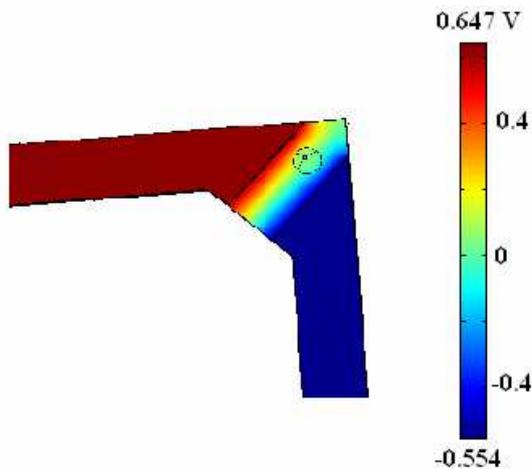


Figure III-13 : Distribution de potentiel électrique dans un levier en silicium de résistivité 0.05 Ω.cm, lorsqu'un courant de 10 mA est injecté dans les contacts métalliques

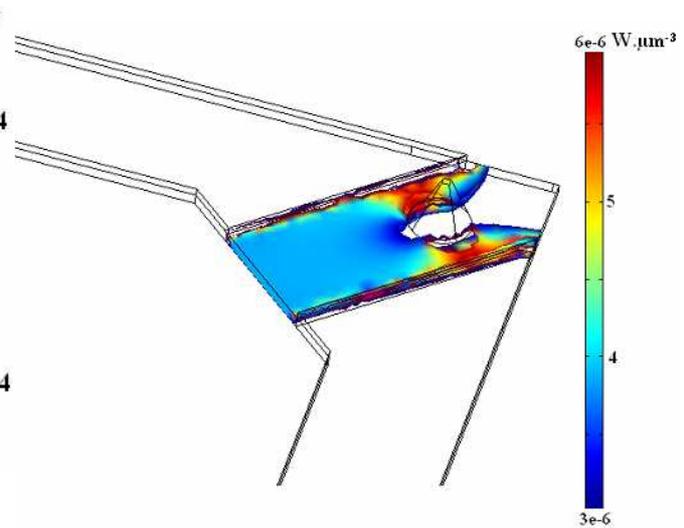


Figure III-14 : Distribution de puissance produite par effet Joule par injection de 10mA

Dans cette partie, sont détaillés les résultats obtenus pour une pointe chauffante fabriquée à partir d'une pointe AFM commerciale (type NSC21 [101]). Le silicium formant les bras du cantilever a une résistivité de 0.05 Ω.cm et est recouvert d'une couche d'or de 200nm d'épaisseur. L'extrémité du levier n'est pas recouvert de métal et forme ainsi une zone résistive d'environ 60 par 25 μm (pour une description plus détaillée voir chapitre V). Nous allons d'abord calculer la répartition de puissance Joule dans le levier lorsqu'un courant est injecté dans les contacts d'or. Pour cela il suffit de résoudre l'équation d'électrocinétique suivante :

$$\text{div}(\sigma \text{ grad } \bar{V}) = 0 \quad (3),$$

où σ est la conductivité électrique.

Les bras en silicium mesurent 420μm de long par 28μm de large et 2μm d'épaisseur. La couche d'or étant très fine, elle est dilatée verticalement d'un facteur 10 pour être maillée. Une conductivité électrique anisotrope est donc attribuée à cette couche, avec $\rho_x, \rho_y = 20\mu\Omega\text{cm}$, $\rho_z = 0.2\mu\Omega\text{cm}$ et $\sigma = \frac{1}{\rho}$.

Un courant de 10mA est injecté entre les extrémités des contacts d'or, et circule dans le levier. Le résultat de la simulation électrocinétique réalisée avec Femlab montre que les contacts d'or sont équipotentiels et que la tension aux bornes de la zone résistive est de l'ordre de 1.2V (Figure III-13). La puissance volumique par effet Joule est bien concentrée dans la zone résistive et est d'environ $4.10^{12} \text{ W.m}^{-3}$ (Figure III-14), et correspond à une puissance totale dans la zone résistive de 12mW.

Pour estimer la température obtenue grâce à cette distribution de puissance, l'équation de la chaleur est ensuite résolue

$$\text{div}(k \text{ grad}(T)) = q \quad (4)$$

et $q = \sigma_x \left(\frac{\partial V}{\partial x}\right)^2 + \sigma_y \left(\frac{\partial V}{\partial y}\right)^2 + \sigma_z \left(\frac{\partial V}{\partial z}\right)^2$ est la puissance Joule volumique en chaque point. Les deux extrémités du levier sont supposées être à température ambiante et les pertes vers l'extérieur sont négligées (les conductivités thermiques du silicium et de l'or étant élevées, les pertes thermiques par conduction dans les bras sont à priori beaucoup plus importantes que les pertes par l'air). La température de la pointe est alors à l'équilibre égale à 536K environ (Figure III-15).

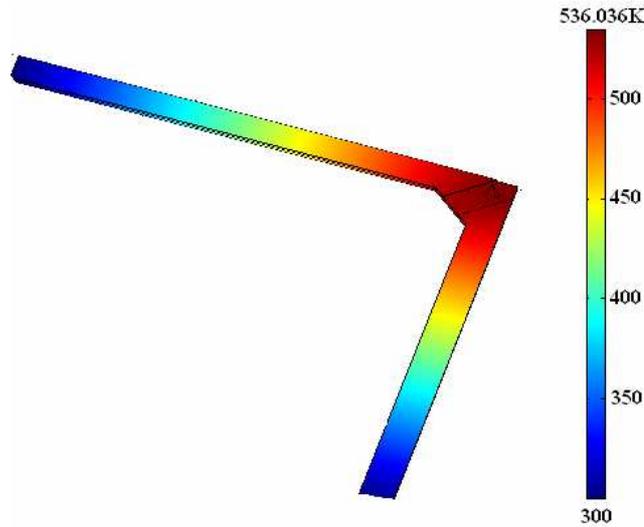


Figure III-15 : Distribution de température obtenue après injection de 10mA de courant

Pour simplifier les futures simulations en contact nous considérons désormais la puissance produite par effet Joule localisée dans la zone résistive, homogène et égale à 12mW.

La couche d'or n'est plus modélisée. Mais si l'on considère que seul le silicium participe à la fuite thermique, la température de la pointe est surestimée de 35K par rapport à la situation précédente (Figure III-16). Pour tenir compte de la contribution de l'or et atteindre une température proche de celle obtenue avec la modélisation complète, une conductivité thermique équivalente est attribuée aux bras du silicium. Les couches d'or et de silicium formant des résistances thermiques en parallèle, on peut écrire:

$$k_{eq} = k_{Si} \frac{e_{Si}}{e_{tot}} + k_{or} \frac{e_{or}}{e_{tot}} \quad (5),$$

où $e_{Si} = 2\mu m$, $e_{or} = 200nm$ et $e_{tot} = 2.2\mu m$, sont respectivement les épaisseurs des bras de silicium, des couches d'or et l'épaisseur totale. La température de la pointe est alors cette fois un peu moins surestimée (de 10K seulement voir Figure III-17) par rapport à la simulation complète (résolution des équations d'électrocinétique et de la chaleur).

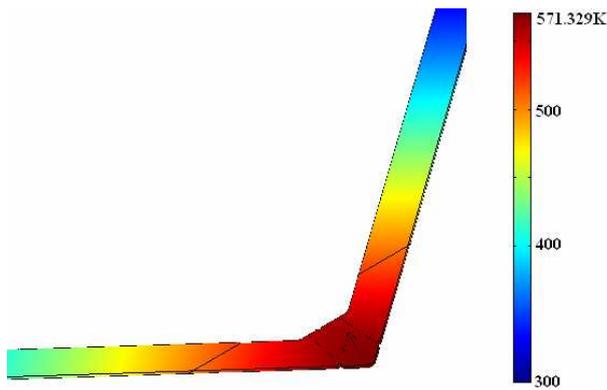


Figure III-16 : Distribution de température produite par une source de puissance de $4.10^{-6} \text{W} \cdot \mu\text{m}^{-3}$ localisée dans la zone résistive, en ne considérant que les pertes par le silicium

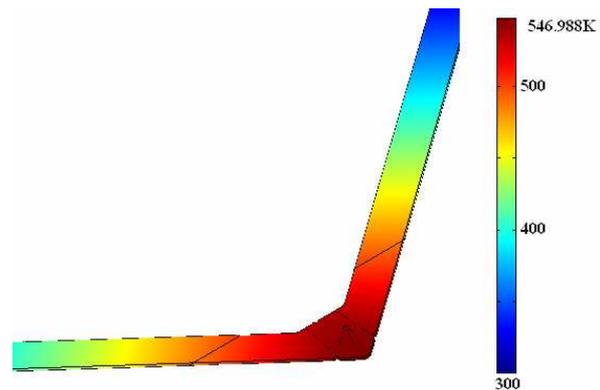


Figure III-17 : Distribution de température produite par une source de puissance de $4.10^{-6} \text{W} \cdot \mu\text{m}^{-3}$ localisée dans la zone résistive, en prenant une conductivité thermique efficace pour le silicium, tenant compte de la couche d'or

Des températures relativement élevées sont atteintes sur la pointe. Néanmoins, à l'équilibre une grande partie des bras est à haute température. Dans ces simulations, la diminution de la conductivité thermique des bras de silicium lorsque la température augmente n'a pas été prise en compte. Cette propriété pourrait-être à l'origine d'une plus grande concentration de la chaleur : lorsque la température est élevée, la conductivité thermique est plus faible et la chaleur s'évacue moins. En introduisant la dépendance en température de la conductivité thermique du silicium, c'est à dire : (dans la gamme de température 300-550K qui nous intéresse)

$$k = \frac{7,8 \cdot 10^5}{T^{3/2}} \quad (6) \quad [106],$$

la température obtenue pour la même puissance est plus élevée. Une puissance volumique de $3 \cdot 10^{12} \text{W} \cdot \text{m}^{-3}$ (9mW sur tout le volume de la zone résistive) suffit en effet pour atteindre une température de l'ordre de 578K (Figure III-18). Ainsi l'efficacité de l'échauffement par effet Joule est sous-estimée et moins localisée lorsqu'on ne tient pas compte de la dépendance en température de la conductivité thermique du silicium (Figure III-18).

La dynamique d'échauffement de la pointe a ensuite été étudiée, en résolvant l'équation de la chaleur dépendante du temps :

$$- \text{div}(k \text{grad}(\vec{T})) = \rho C \frac{\partial T}{\partial t} + q \quad (7)$$

avec $q = 3 \cdot 10^{-6} \text{W} \cdot \mu\text{m}^{-3}$ dans la zone résistive

$$- \text{div}(k \text{grad}(\vec{T})) = \rho C \frac{\partial T}{\partial t} \quad (87)$$

partout ailleurs

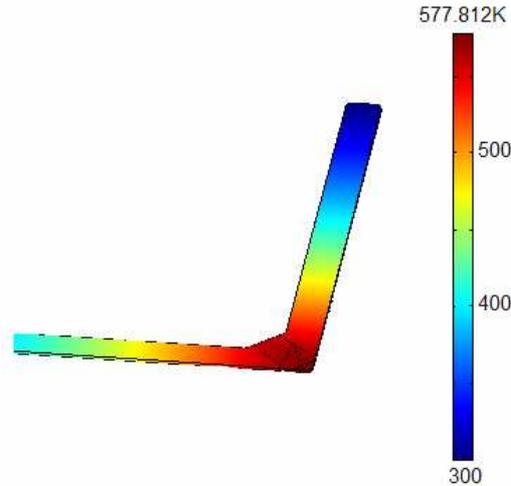


Figure III-18 : Distribution de température produite par une source de puissance de $3.10^{-6} \text{W} \cdot \mu\text{m}^{-3}$ localisée dans la zone résistive, en tenant compte de la dépendance en température de la conductivité thermique du silicium.

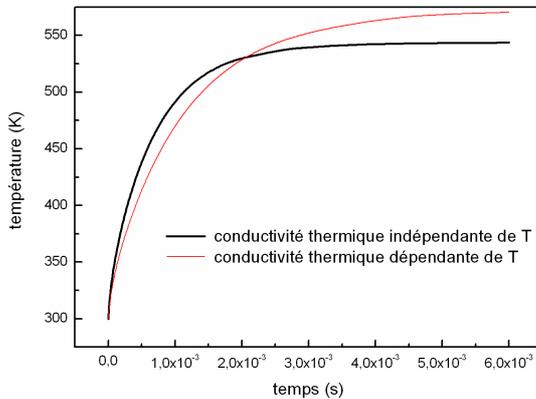


Figure III-19 : Dynamique d'échauffement du sommet de la pointe avec une source volumique de puissance de $4.10^{-6} \text{W} \cdot \mu\text{m}^{-3}$

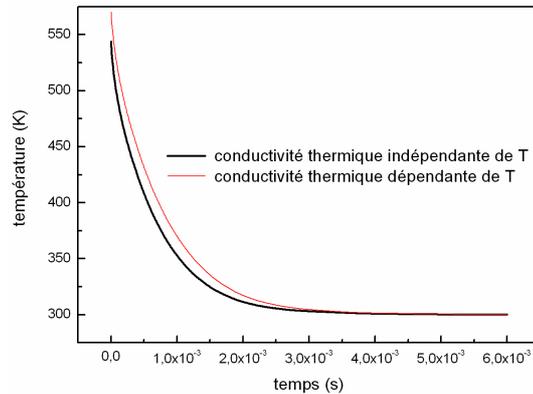


Figure III-20 : Dynamique de refroidissement du sommet de la pointe après extinction de la source de puissance

Le temps nécessaire pour atteindre la température d'équilibre est de 4ms environ (Figure III-19). Le temps de retour à la température ambiante après extinction de la source de puissance est lui de l'ordre de 2ms (Figure III-20). Si l'on ne tient pas compte de la dépendance en température de la conductivité thermique les temps de réponse sont un peu plus courts mais restent du même ordre de grandeur. Les dynamiques de chauffage et de refroidissement de ces pointes sont donc extrêmement lentes, en raison principalement de la longueur des bras. Si on considère par exemple le cas d'un barreau chauffé à son extrémité, le temps nécessaire pour atteindre l'équilibre est donné par le temps de diffusion, c'est à dire: $\tau = \frac{\rho C}{k} L^2$, où L est la longueur du barreau. En simplifiant notre problème au cas d'un barreau en silicium, et avec $\rho=2.34.10^3 \text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$, $C=703 \text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$, $k=165 \text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$, $L=420 \mu\text{m}$, le temps de diffusion est de 1.7ms, du même ordre de grandeur que le temps obtenu à l'aide des simulations. Ce temps de réponse pourrait être réduit avec des bras de leviers plus courts. Les pointes que nous utilisons sont fabriquées à partir de pointes commerciales, dont la longueur des bras n'a pas été choisi

pour obtenir un temps de réponse court. Néanmoins, il pourrait être réduit en utilisant d'autres techniques de fabrication pour dessiner d'autres géométries de levier. Ainsi, les premières pointes chauffantes fabriquées par IBM offraient déjà des temps de réponse de l'ordre de 0.35ms avec des bras de 50 μ m de long [101]. Un autre groupe a obtenu une constante de temps de l'ordre de 1 μ s [103] en affinant la largeur des bras en niveau de la zone résistive (Figure III-21). Dans cette configuration, comme celle d'IBM, le volume à chauffer est réduit.

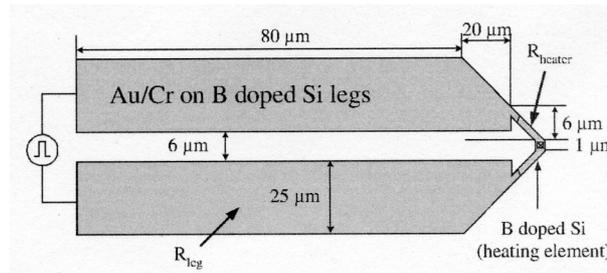


Figure III-21 :Exemple de structure de pointe chauffante avec une constante de temps de 1 μ s[103]

III.3.ii. Echauffement du média

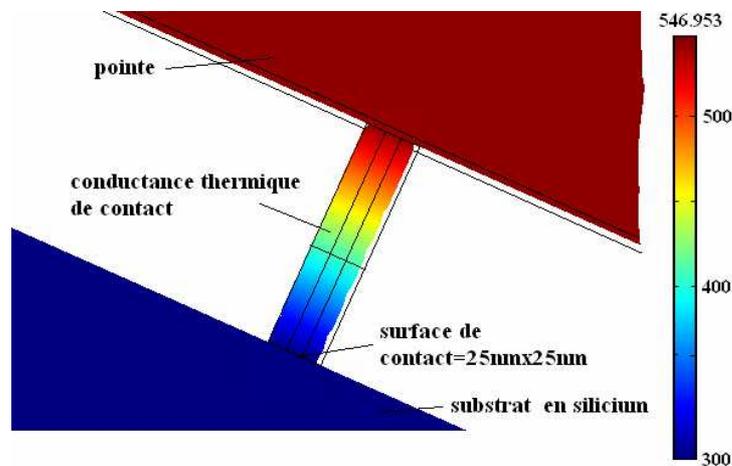


Figure III-22 : Echauffement d'un substrat continu de silicium par contact avec une pointe chauffante dans laquelle une puissance de 12mW de puissance a été injectée.

Nous allons considérer dans cette partie une zone de contact pointe-échantillon circulaire de 25nm de diamètre (afin de respecter les ordres de grandeur de l'extension du contact qui sont compris entre 10 et 50nm selon les rayons de courbure des pointes [105]). Pour évaluer la température atteinte sur le média, la conductance thermique de contact entre la pointe et le média est prise égale à 100MW.m⁻².K⁻¹ lorsqu'un contact solide existe (conduction solide/solide) et à 10W.m⁻¹.K⁻¹ lorsqu'une interface liquide est présente entre la pointe et le média (conduction solide/liquide/solide), en accord

avec les remarques faites au chapitre précédent [104]. Cette conductance thermique est modélisée par une couche de 100nm d'épaisseur, possédant une conductivité thermique anisotrope selon l'axe vertical.

(a) Sur média continu

Avec une puissance de 12mW injectée dans la pointe, l'élévation de température d'un substrat continu de silicium est quasi-nulle (Figure III-22). Ainsi, comme dans le cas de l'échauffement hors contact, il est nécessaire d'avoir un substrat suffisamment isolant pour limiter les pertes de chaleur par conduction. Une température de l'ordre de 530K (Figure III-23) environ peut alors être obtenue dans les mêmes conditions de chauffage sur une couche continue de silicium poreux de conductivité thermique $k=0.16W.m^{-1}.K^{-1}$. De plus, la zone de contact étant étroite et la conductivité thermique de la couche étant très faible, l'échauffement reste très localisé. On vérifie sur le profil radial de température à la surface du silicium poreux (Figure III-24), qu'au delà de 200nm du centre du contact, la surface est à température uniforme égale à 300K. Néanmoins, la distribution de température risque en réalité d'être beaucoup plus large car la couche magnétique n'a pas été modélisée. En effet, celle ci possède une conductivité thermique dans le plan plus élevée et les pertes par conduction dans la couche pourraient être non négligeable. C'est pourquoi nous nous sommes intéressés à des substrats structurés qui offrent non seulement des propriétés magnétiques intéressante pour l'enregistrement (voir chapitre I), mais permettent aussi la localisation du chauffage en limitant les éventuelles pertes de chaleur par conduction dans la couche magnétique.

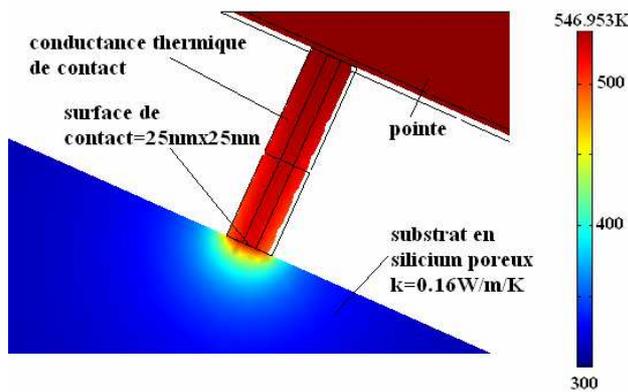


Figure III-23 : Echauffement d'un substrat continu de silicium poreux ($k=0.16W.m^{-1}.K^{-1}$) par contact avec une pointe chauffante dans laquelle une puissance de 12mW a été injectée.

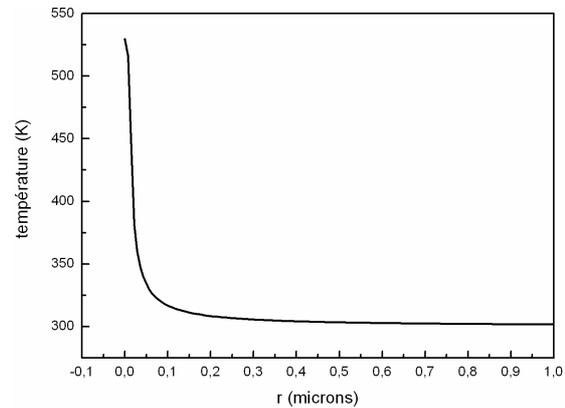


Figure III-24 : Profil radial de température sur la surface du silicium poreux après échauffement par contact avec une pointe chauffante dans laquelle une puissance de 12mW a été injectée

(b) Sur média discret

L'élévation de température à la surface d'un plot poreux dans les mêmes conditions de chauffage est la même que celle obtenue dans le cas d'un substrat continu de silicium poreux (Figure III-25). L'échauffement y est de plus parfaitement localisé. Ainsi le plot voisin reste à température ambiante (Figure III-26). Ceci permet de sélectionner un plot sur lequel inscrire un point mémoire sans risque d'erreur : ses voisins étant froids, leur aimantation ne peut être retournée sous l'effet du champ magnétique appliqué. Néanmoins, lorsque l'atmosphère est humide, et pour des forces d'appui très faible sur la pointe, une couche de liquide peut être présente sous la pointe. Il n'existe pas de contact physique entre la pointe et le média et l'échange thermique s'effectue alors via le liquide (Figure III-27) et la conductance de contact à considérer n'est plus la même.

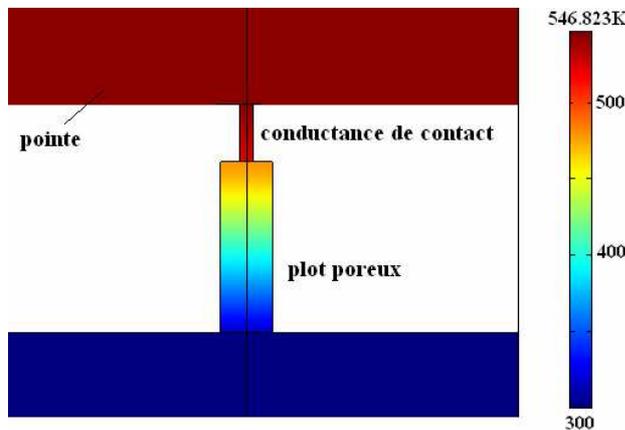


Figure III-25 : Echauffement d'un plot de silicium poreux unique ($k=0.16\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$) par contact avec une pointe chauffante dans laquelle une puissance de 12mW a été injectée.

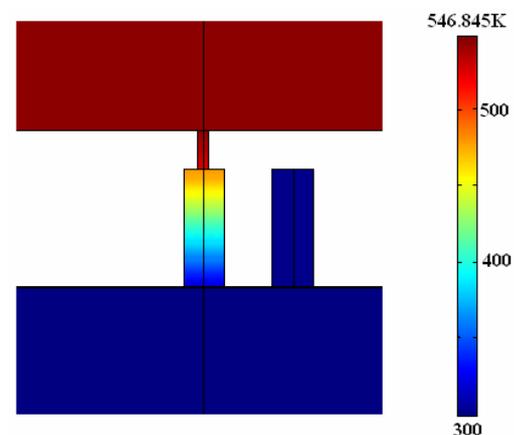


Figure III-26 : : Echauffement d'un plot de silicium poreux et de son voisin ($k=0.16\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$) lorsque ce premier est mis en contact avec une pointe chauffante dans laquelle une puissance de 12mW a été injectée.

A partir de mesures, Majumdar (voir chapitre II et [104]) calcule une conductance de contact solide/liquide/solide, égale à environ $7\text{nW}\cdot\text{K}^{-1}$ pour un contact entre une pointe en or et une couche d'aluminium. D'autre part, pour une pointe avec un rayon de courbure de 50 à 100nm, l'extension spatiale du ménisque d'eau est de 35 à 50nm de large [105](Figure III-27). Nous considérons donc ici une conductance par unité de surface d'environ $3\text{MW}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$ (pour un ménisque de 50nm de large), que nous modélisons par une couche de 200 nm d'épaisseur et de conductivité thermique $0.6\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$. Même si la sélectivité est conservée puisque le plot voisin reste à température ambiante, la température atteinte à la surface du plot n'est plus que de 450K environ (Figure III-28). L'élévation de température est donc réduite de 100K environ par rapport à un échauffement en atmosphère sèche. L'écriture demeure donc possible en atmosphère humide mais la consommation de puissance est plus élevée qu'en atmosphère sèche. Néanmoins, pour des forces d'appui plus importantes (supérieures à quelques nN [104]), l'interface liquide disparaît et le contact est de nouveau solide. Donc en maîtrisant

le contact entre la pointe et le média, le transfert thermique peut être amélioré (d'autant plus que la résistance thermique d'interface solide/solide diminue pour des forces d'appui plus importantes[104])

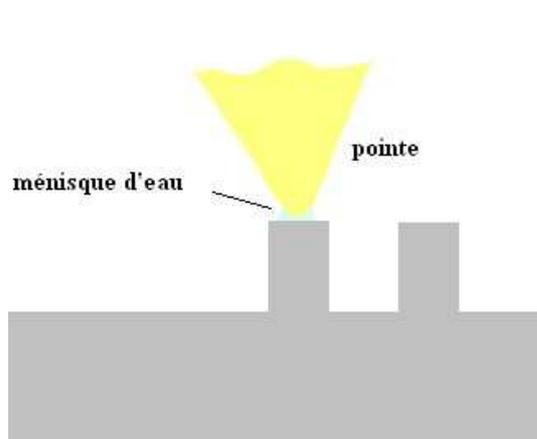


Figure III-27 : Formation d'un ménisque d'eau sous la pointe en atmosphère humide

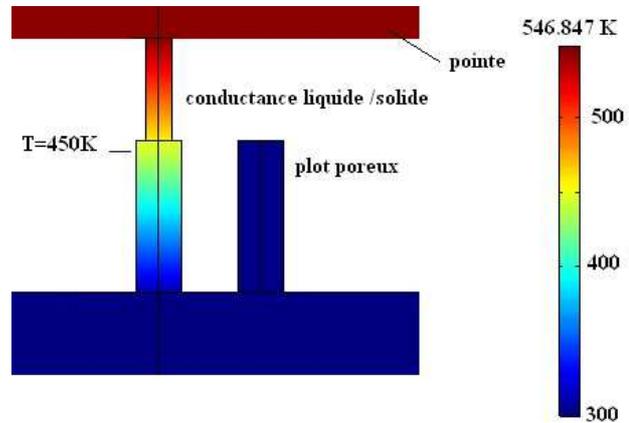


Figure III-28 : Echauffement en atmosphère humide d'un plot de silicium poreux et de son voisin ($k=0.16W.m^{-1}.K^{-1}$) lorsque ce premier est mis en contact avec une pointe chauffante dans laquelle une puissance de 12mW a été injectée.

(c) Dynamiques de chauffage et refroidissement

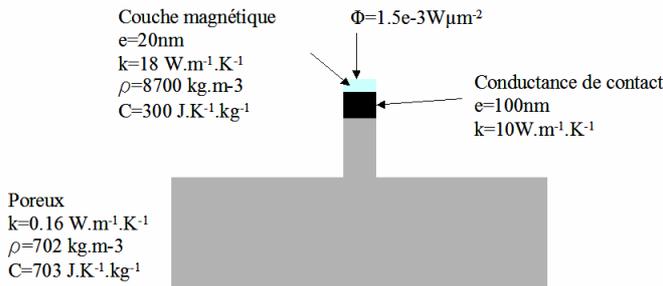


Figure III-29 : Structure modèle utilisée pour simuler les dynamiques de chauffage et refroidissement

Pour étudier la dynamique d'échauffement et de refroidissement de la couche magnétique située au sommet du plot, nous avons estimé tout d'abord la puissance nécessaire pour atteindre une température équivalente à celle obtenue lorsque la pointe est au contact. Nous nous intéressons dans cette partie à la structure

complète : un plot poreux de 90nm de côté et haut de 300nm, une conductance de contact poreux/couche magnétique de $100MW.m^{-2}.K^{-1}$ modélisée par une couche de 100nm d'épaisseur et de $10W.m^{-1}.K^{-1}$, et une couche magnétique de 20nm d'épaisseur de conductivité thermique $18W.m^{-1}.K^{-1}$ (Figure III-29). Le flux conductif à l'équilibre au sommet du plot poreux obtenu dans les simulations précédentes est de l'ordre de $8-9.10^8W.m^{-2}$. Nous avons fait varier la puissance injectée autour de cette valeur pour atteindre une température de 530-540K. Ainsi un échauffement de 537K de la couche magnétique est réalisé par injection d'une puissance surfacique de $1,5.10^9W.m^{-2}$. Le temps pour arriver à cet équilibre et le temps de retour à température ambiante sont tous deux de l'ordre de 1µs. Un refroidissement lent peut s'expliquer par le fait que le substrat est très isolant ou que la conductance de contact empêche la chaleur de s'évacuer rapidement. Or, en augmentant la conductance de contact d'un facteur 10 000 (ce qui équivaut à diminuer la résistance du même

facteur) les temps de réponse sont inchangés (Figure III-30 et Figure III-31). D'autre part, les temps de réponse d'échauffement et de refroidissement obtenus avec les simulations d'un plot poreux seul sans couche magnétique (avec une puissance de 1.10^9W.m^{-2}) sont d'environ 550ns (Figure III-32 et Figure III-33).

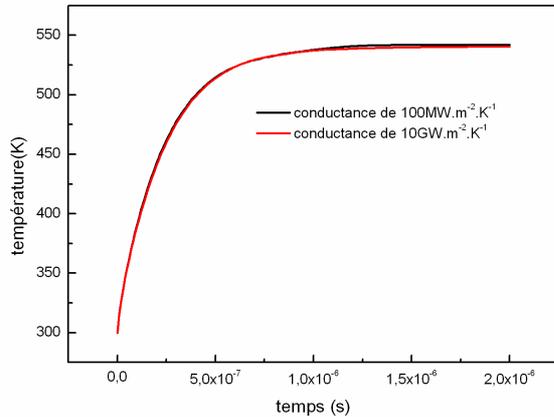


Figure III-30 : Dynamique d'échauffement d'une couche magnétique sur plot poreux pour différentes valeurs de conductance thermique

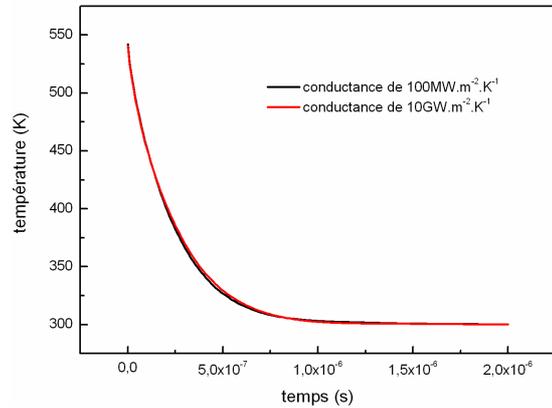


Figure III-31 : Dynamique de refroidissement d'une couche magnétique sur plot poreux pour différentes valeurs de conductance thermique

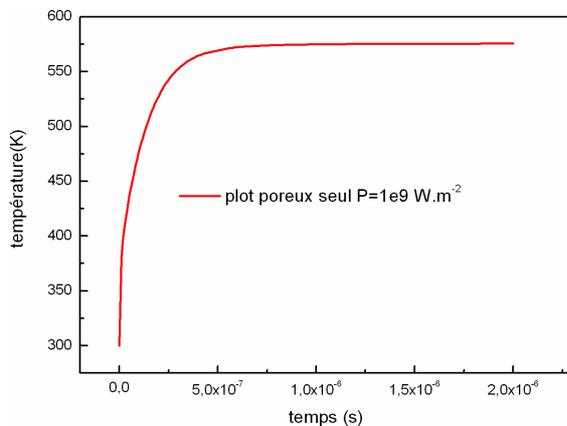


Figure III-32 : Dynamique d'échauffement d'un plot poreux

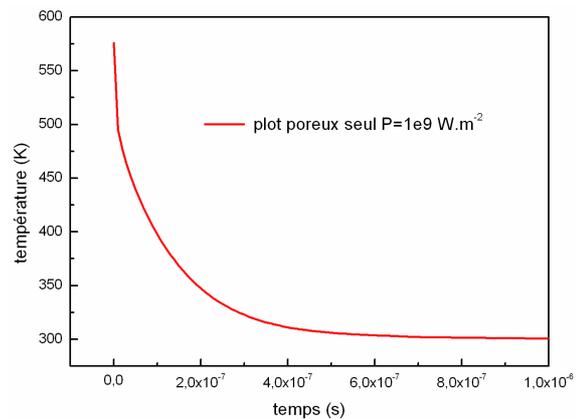


Figure III-33 : Dynamique de refroidissement d'un plot poreux

Ainsi, les temps de réponse lents de la configuration complète proviennent de la forte capacité calorifique de la couche mémoire et du substrat très isolant. Le temps d'échauffement pris ici est celui pour lequel la température d'équilibre est de 530K environ. D'autre part le temps de refroidissement considéré est la durée au bout de laquelle le média est de nouveau à température ambiante. Il est possible de réduire les temps effectifs d'échauffement et de refroidissement, en choisissant un matériau magnétique de telle sorte que la décroissance de son champ coercitif soit très rapide lorsque la température augmente et qui possède une faible distribution des champs de retournement (voir Chapitre IV). Ainsi, l'élévation de température nécessaire pour retourner l'aimantation sous faible champ peut-être minimisée et le temps d'échauffement réduit. Il ne faut par exemple que 250ns pour atteindre 400K (Figure III-30). De même si la distribution des champs de retournement est faible, le

plot ne devrait pas être nécessairement froid pour ne pas être retourné par le pulse de champ suivant appliqué pour retourner un autre plot chauffé. Ainsi, si le champ d'écriture est tel que tous les plots à une température inférieure à 350K ne se retournent pas, le pulse de champ magnétique suivant pourra être généré après 400ns seulement (Figure III-31). Donc une optimisation des propriétés magnétiques du média permettrait d'augmenter considérablement les taux de transferts. Et comme nous l'avons décrit au chapitre I une parallélisation des opérations permettrait d'accroître encore ces taux de transferts.

Conclusion

Donc, ces simulations nous ont permis de comprendre que :

- En mode hors contact, les transferts thermiques étaient trop faibles pour permettre un échauffement suffisant.
- En mode contact, l'utilisation d'un substrat structuré en silicium poreux est indispensable pour atteindre des températures locales suffisantes pour l'écriture magnétique.
- L'écriture reste possible et sélective en atmosphère humide mais avec des puissances consommées plus importantes.
- Les temps d'échauffement et de refroidissement sont lents mais peuvent être réduits en utilisant un matériau magnétique pour lequel la décroissance du champ coercitif en température est rapide.
- Même si la puissance consommée est élevée 12mW, seulement 15 μ W environ sont nécessaires pour échauffer la couche magnétique à plus de 500K. En modifiant la géométrie de la pointe, il est possible de réduire la puissance consommée et le temps de réponse de la pointe.

Pour valider ces résultats expérimentalement, nous avons fabriqué et caractérisé des substrats structurés et isolants.

- [95] E.ALGRÉ, G.GAUDIN, A. BSIESY, J.P NOZIÈRES, « *Improved Patterned Media for Probe-Based Heat Assisted Magnetic Recording* », IEEE Trans. Magn., **41**(10), p2857 (2005)
- [96] G. GAUDIN, E. ALGRÉ, A. BSIESY AND J.P NOZIÈRES, « *Storage system concept with porous thermal barrier* », Brevet DD2757 (2004)R.J ANDERSON, « *Thermal conductivity of rare-earth-transition-metal films as determined by Wiedemann-Franz law*», J.Appl. Phys.,**67**,p6914(1990)
- [97] G. GESELE, J. LINSMEIER, V. DRACH, J. FRICKE ET R. ARENS-FISCHER, « *Temperature dependent thermal conductivity of porous silicon*», J. Phys. D: Appl. Phys. **30**, p2911 (1997)
- [98] D.G. CAHILL, W.K. FORD, K.E. GOODSON, G.D. MAHAN, A. MAJUMDAR, H.J. MARIS, R. MERLIN, S.R. PHILLPOT, « *Nanoscale Thermal Transport*», J. App. Phys., **93**(2), p793(2003)
- [99] E.T. SWARTZ, R.O. POHL, « *Thermal Boundary Resistance* », Rev. Mod. Phys., **61**(3), p605(1989)
- [100] H. EBERT, A. VERNES, J. BANHART « *Anisotropic electrical resistivity of ferromagnetic Co-Pd and Co-Pt alloys* », Phys. Rev. B., **54**(12), p8479 (1996)
- [101] www.spmtips.com
- [102] H.J MAMIN, « *Thermal writing using a heated atomic force microscope tip* », Appl. Phys. Lett., **69**(3), p433(1996)
- [103] D.W. LEE, T. ONO ET M. ESAHI « *Electrical and thermal recording techniques using a heater integrated microprobe* », J. Micromech. Microeng., **12**(3), p841(2002)
- [104] L. SHI ET A. MAJUMDAR, « *Thermal Transport Mechanism at Nanoscale Point Contacts* », J. Heat Transfer, **124**, p329 (2002)
- [105] A. MAJUMDAR, « *Scanning thermal microscopy* », Annu. Rev. Mater. Sci., **29**, p505 (1999)
- [106] A. Goldsmith, T. E. Waterman, H. J. Hirschborn, «*Handbook of thermophysical properties of solid materials*», vol.1, (1961)

CHAPITRE IV :
FABRICATION ET CARACTERISATION DES MEDIAS

IV	FABRICATION ET CARACTERISATION DES MEDIAS	107
A	<i>Fabrication d'un média magnétique composé d'un substrat structuré en silicium poreux</i>	107
IV.A.1	Fabrication d'un substrat structuré en silicium	108
IV.A.2	Fabrication d'une couche de silicium poreux	109
IV.A.3	Dépôts des couches magnétiques	111
IV.A.3.i.	Dépôts de multicouches Co/Pt	111
IV.A.3.ii.	Dépôts d'alliages amorphes en TbFeCoCr	112
B	<i>Caractérisations magnétiques</i>	112
IV.B.1	Caractérisations magnétiques des multicouches Co/Pt	112
IV.B.1.i.	Propriétés des multicouches déposées sur des substrats continus ou structurés en silicium	112
IV.B.1.ii.	Propriétés des couches déposées sur une couche continue de silicium poreux	115
(a)	Dépôts sur une couche de silicium poreux de 10 microns d'épaisseur	116
(b)	Dépôts sur un couche de silicium poreux de 5 microns d'épaisseur	120
(c)	Etude structurale	121
IV.B.1.iii.	Propriétés des couches déposées sur un substrat structuré de silicium poreux	128
IV.B.2	Caractérisations magnétiques des couches de TbFeCoCr	130
IV.B.2.i.	Propriétés des couches déposées sur des substrats continus	130
(a)	Propriétés magnétiques des alliages Terre rare-Métal de transition	130
(b)	Influence de l'épaisseur déposée sur la température de compensation	132
(c)	Influence du substrat sur le champ coercitif et sur la température de compensation	134
IV.B.2.ii.	Etude des couches déposées sur des substrats structurés en silicium et en silicium poreux	135
(a)	Dépôts sur des réseaux structurés de Silicium	135
(b)	Dépôts sur des substrats structurés de silicium poreux	138
C	<i>Caractérisations thermiques</i>	139
IV.C.1	Principe de la mesure par thermoréfectance	139
IV.C.2	Mesure des conductivités thermiques du silicium poreux et de la multicouche Co/Pt	141
IV.C.2.i.	Conductivité thermique du silicium poreux	141
IV.C.2.ii.	Conductivité thermique des multicouches Co/Pt déposées sur une couche de silicium poreux	142
IV.C.3	Comparaison des diffusivités de substrats structurés et plans	143

IV. FABRICATION ET CARACTERISATION DES MEDIAS

Introduction :

D'après les simulations thermiques présentées au chapitre précédent, il est nécessaire d'utiliser un substrat isolant et structuré afin de réduire les pertes par conduction latérales et dans la profondeur du substrat. De plus, les médias magnétiques discrets sont bien adaptés à l'enregistrement aux ultrahautes densités.

Nous allons présenter dans ce chapitre un procédé de fabrication original et simple d'un nouveau type de substrat structuré en silicium poreux adapté à l'enregistrement thermomagnétique.

Les propriétés magnétiques de deux types de matériaux déposés sur une couche de silicium poreux ont été étudiées. Les multicouches Co/Pt et les alliages amorphes TbFeCoCr sont déjà utilisés pour l'enregistrement magnétique et magnéto-optique, en raison de leurs fortes anisotropies perpendiculaires. D'autre part, en plus d'offrir une forte d'aimantation à saturation, les propriétés des multicouches Co/Pt déposées sur des substrats structurés de silicium sont bien connues. Au contraire des alliages amorphes de TbFeCo, qui ont cependant l'avantage de présenter une décroissance rapide de leur champ coercitif en fonction de la température.

Finalement, les conductivités thermiques des couches poreuses et magnétiques seront mesurées par thermoréfectance pour confirmer les valeurs utilisées dans les simulations numériques.

IV.1 Fabrication d'un média magnétique composé d'un substrat structuré en silicium poreux

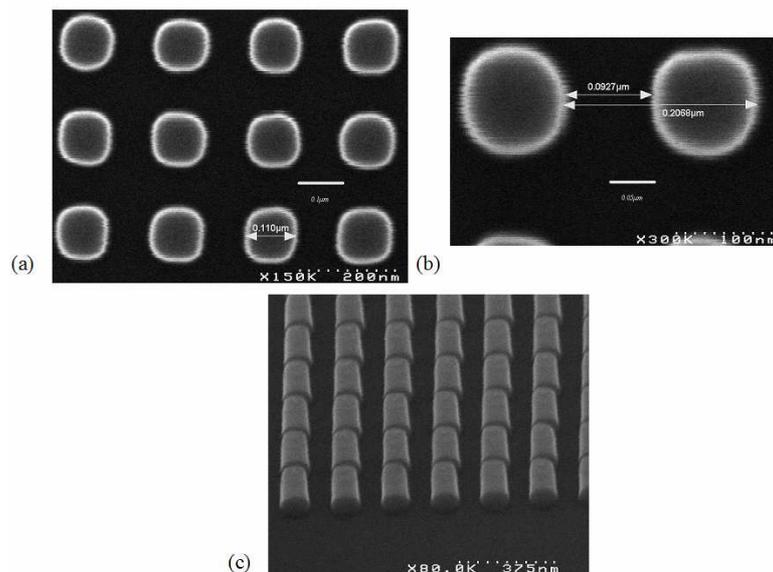


Figure IV-1 : Images par microscopie électronique à balayage d'un réseau de plots de silicium de 90-100nm de côté réalisés par lithographie électronique suivie d'une gravure ionique réactive, les mesures montrent que les plots sont larges de 100nm et espacés de 100nm. (a) et (b) sont des vues de dessus et (c) est une observation latérale sur un bord du réseau

Nous présentons ici un procédé simple de fabrication d'un substrat structuré et isolant compatible avec les étapes standards de photolithographie, utilisées en microélectronique. Le silicium poreux peut être 1000 fois moins conducteur thermique que le silicium lorsque son taux de porosité atteint 70%. Or une couche de silicium poreux peut être obtenue facilement par oxydation anodique du silicium dans une solution d'acide fluorhydrique. La fabrication d'un substrat structuré en silicium poreux peut se faire en deux étapes : le silicium est d'abord structuré par des techniques classiques de lithographie et gravure, puis une couche poreuse est formée par oxydation anodique du silicium. Un dépôt magnétique sur ce substrat permet finalement d'obtenir un média magnétique.

IV.1.i. Fabrication d'un substrat structuré en silicium

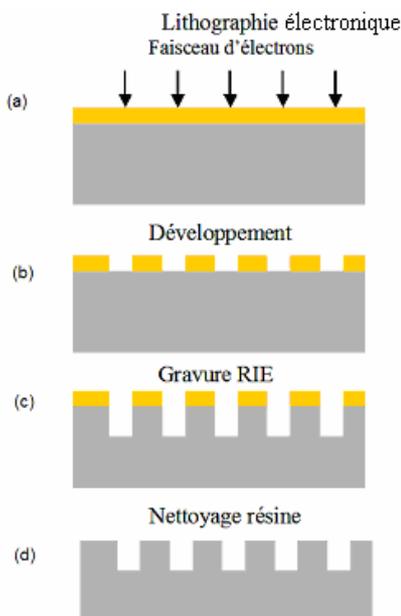


Figure IV-2 : Structuration d'un substrat de silicium par lithographie électronique et gravure : (a) exposition à un faisceau d'électrons de la résine, préalablement déposée sur le silicium (b) développement de la résine insolée (c) gravure ionique réactive du silicium (d) nettoyage de la résine.

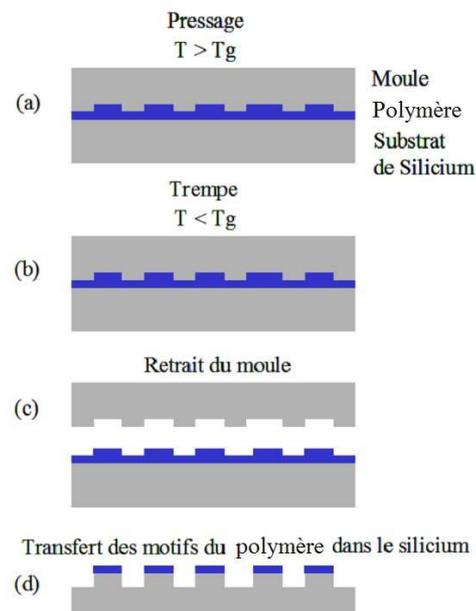


Figure IV-3 : Structuration d'un substrat de silicium par nanoimpression : (a) impression des motifs dans une couche de polymère par pressage avec un moule à une température supérieure à la température de transition vitreuse (b) trempe pour figer les motifs dans le polymère (c) retrait du moule (d) transfert des motifs dans le silicium par gravure ionique réactive.

Des structures nanométriques peuvent être formées dans le silicium par lithographie électronique, suivie d'une gravure ionique réactive (Figure IV-2). Une résine électrosensible est étalée sur le substrat de silicium. Un faisceau d'électrons est balayé sur la surface sensible en formant des motifs (Figure IV-2(a)). L'échantillon est ensuite plongé dans un développeur. S'il s'agit d'une résine positive, la partie exposée au faisceau d'électrons est dissoute (si la résine est négative la partie non exposée est dissoute) (Figure IV-2 (b)). Si la résine supporte la gravure, elle peut servir de masque. Le silicium non recouvert de résine est alors attaqué par un plasma (Figure IV-2(c)). Des motifs aussi petits que 20nm ont été obtenus grâce à cette technique [107]. Néanmoins, une réplique de ces

motifs sur une large zone (sur quelques 10 cm²) nécessite une durée d'insolation totale très longue, car la largeur du faisceau est de l'ordre de 10nm et la résine doit être insolée pendant quelques ms environ en chaque point. Une autre technique permettant d'obtenir des substrats structurés sur de grandes surfaces, en grande quantité et de manière plus rapide, est actuellement en développement et fait l'objet d'une thèse au laboratoire. Les motifs sont transférés par pressage avec un moule (préalablement fabriqué par lithographie électronique)[108]. Une couche de polymère est étalée sur un substrat de silicium et est échauffée au dessus de sa température de transition vitreuse au moment du pressage afin de la rendre déformable (Figure IV-3(a)). Elle est ensuite refroidie avant retrait du moule pour figer les motifs pressés (Figure IV-3(b)). Des étapes de gravure classiques permettent ensuite de transférer les motifs dans le substrat de silicium (Figure IV-3(d)). Des structures de l'ordre de 6nm ont été réalisées [109], mais l'obtention de tels motifs de manière homogène sur de larges surfaces reste difficile [110]. Récemment des électrodes avec des gaps de l'ordre de 40nm ont été structurées et répliquées sur une plaque de silicium de 200mm de diamètre[111].

Les substrats structurés que nous utilisons ont été fabriqués au CEA-Léti par Stéfán Landis par lithographie électronique. Il s'agit de réseaux de 1mm² de plots de silicium de 90-100 nm de côté espacés de 50nm ou de 100nm et hauts de 300nm (Figure IV-1). De tels substrats sont utilisés depuis des années au laboratoire dans la fabrication de médias magnétiques [112],[114],[115]. La couche magnétique est, dans ces travaux, déposée après l'étape de structuration.

IV.1.ii. Fabrication d'une couche de silicium poreux

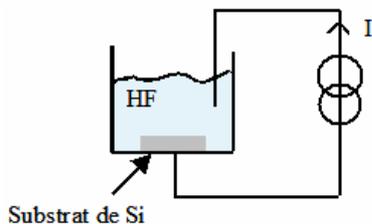


Figure IV-4 : Préparation d'une couche de silicium poreux par oxydation anodique du silicium dans un bain d'acide fluorhydrique. Une électrode est plongée dans le bain de HF et l'autre électrode est mise au contact de la face arrière du substrat de silicium.

La formation d'une couche de silicium poreux a été observée pour la première fois par Ulhir [116] alors qu'il étudiait l'électropolissage du silicium. Une couche de silicium poreux peut être réalisée par oxydation anodique d'un échantillon de silicium dans un bain d'acide fluorhydrique (Figure IV-4). Selon, le dopage, la concentration de la solution et le courant injecté, il est possible d'obtenir des structures, des tailles et des densités de pores différentes.

- Morphologie des pores en fonction du dopage :

Des études réalisées par microscopie électronique en transmission [117] ont permis de mettre en évidence la structure colonnaire et dendritique des pores (Figure IV-5(a)) formées à partir de substrats de silicium fortement dopés au phosphore ($\rho \sim 0.01 \Omega\text{cm}$). La dimension des pores et cristallites est de l'ordre de 10-20nm. Les couches poreuses formées à partir de substrats silicium moins dopés ($\rho > 1 \Omega\text{cm}$) sont constituées de pores de plus petites tailles, de l'ordre de 2-3nm, dont la répartition est plus isotrope (Figure IV-5(b))

- Porosité en fonction des paramètres de l'anodisation :

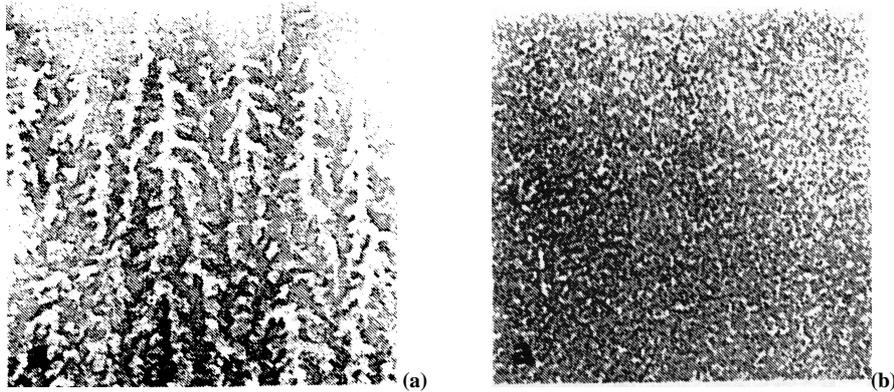


Figure IV-5 : Images en coupe par microscopie électronique en transmission d'une couche de silicium poreux fabriquée à partir de silicium p+ (a), et de silicium p (b) par Beale et collaborateurs [117]

Beale et collaborateurs [117] ont montré que la densité des pores augmentait lorsque la concentration d'acide augmentait et qu'elle diminuait pour des densités croissantes de courant. Cependant, le mécanisme de formation des pores n'est pas encore totalement compris. Certains [118],[119] s'accordent à dire que, pour du silicium fortement dopé, la surface est d'abord passivée par formation de liaison silicium-hydrogène. L'apport d'une charge positive par la présence d'un trou permet la formation d'une liaison silicium-fluor. Il s'en suit des réactions en chaîne qui mènent à la formation d'autres liaisons silicium-fluor, pour finalement briser une liaison silicium-silicium. La taille des pores et l'épaisseur de l'interface entre deux pores sont donc liées à la largeur de la zone de charge d'espace³ qui peut être formée dans le silicium. La dissolution s'arrête lorsque le régime d'inversion⁴ est atteint. En effet lorsque tous les porteurs majoritaires ont déserté la zone de charges d'espace, le semiconducteur est localement neutre. Il n'y a donc plus d'apport de trous pour provoquer les réactions. Le dopage détermine donc la taille des pores. Concernant le silicium faiblement dopé, il n'y a pas de zone de charges d'espace qui puisse créer une déplétion de porteurs et arrêter la dissolution. Un effet de confinement quantique limite l'accroissement de la taille des cristallites au delà de quelques nanomètres [118].

Au regard des mesures de conductivité thermique reportées dans la littérature [120], nous avons choisi de préparer des couches poreuses à partir de silicium p de résistivité 4-6 Ω .cm, dans un bain de HF concentré à 25%, en injectant une densité de courant de 18mA/cm². Une électrode est plongée dans le bain d'acide et une seconde est mise en contact avec la face arrière du silicium (Figure IV-4). Le silicium utilisé étant faiblement dopé, une couche d'aluminium est déposée sur la face arrière du substrat puis recuite sous vide afin que le contact avec l'électrode soit ohmique. Nous avons

³ Zone de charges d'espace : zone désertée par les porteurs de charges majoritaires, les trous pour du silicium dopé au bore.

⁴ Régime d'inversion : régime pour lequel la concentration des porteurs minoritaires (les électrons pour du silicium dopé au bore) est localement supérieure à la concentration intrinsèque.

pu vérifier, par une image TEM (Figure IV-5), que la couche poreuse était bien nanoporeuse. Les paramètres de préparation utilisés ici permettent d'obtenir des couches avec 70% de porosité [122], dont la conductivité thermique est d'après la littérature de $0,14 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ [120]. Des mesures de thermoréfectance (voir paragraphe IV.3) ont permis par ailleurs de confirmer cette valeur.

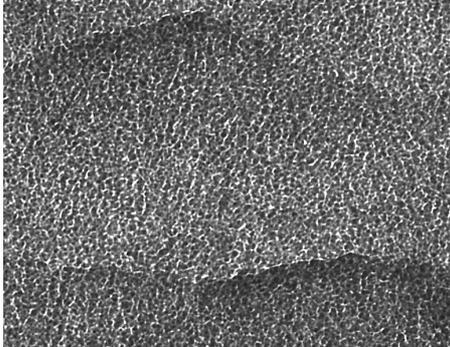


Figure IV-6 : Image en coupe par microscopie électronique en transmission d'une couche de silicium poreux de 5 microns d'épaisseur, fabriquée à partir de silicium p

La dernière étape de fabrication des médias consiste à déposer une couche magnétique. Certaines précautions doivent être prises car la couche de silicium nanoporeuse constitue une interface particulière qui peut affecter la croissance des couches magnétiques.

- Elle est formée de trous et de cristallites qui peuvent modifier la morphologie et la taille des grains formés au cours du dépôt.

- Elle est contrainte. La couche nanoporeuse est monocristalline, avec un paramètre de maille dans la direction normale au plan légèrement différent de celui du silicium. Pour des échantillons de silicium faiblement dopés, la couche nanoporeuse est dilatée et sa courbure est convexe [121]. Dans notre cas (voir paragraphe IV.2.i(b)), le rayon de courbure est de l'ordre de 10-30 m et il existe une différence de hauteur de 1 à $2\mu\text{m}$ entre le milieu de la couche et le bord.

- Elle vieillit très rapidement. La couche poreuse s'oxyde spontanément à l'air et à température ambiante. Certains auteurs ont constaté que sa qualité cristalline se dégrade avec le temps. Pour passiver la surface poreuse, on peut volontairement provoquer une oxydation (thermique, chimique ou électrochimique) ou la recouvrir d'un matériau plus stable à l'air.

Nous avons cherché les meilleures conditions pour obtenir un dépôt magnétique sur silicium poreux compatible avec l'enregistrement magnétique à ultrahaute densité.

IV.1.iii. Dépôts des couches magnétiques

(a) Dépôts de multicouches Co/Pt

Les couches de cobalt et de platine sont déposées au laboratoire par pulvérisation cathodique dc (direct current). Un gaz inerte, l'Argon, est ionisé pour former un plasma par application d'une forte différence de potentiel entre une anode et une cathode. Les ions sont alors accélérés et viennent frapper un matériau cible. Les atomes du matériau cible sont éjectés à cause du choc et se déposent sur le substrat placé à l'opposé de la cible. Des observations TEM et des mesures par rayons X [113] aux grands angles ont permis de montrer que les multicouches Co/Pt étaient constituées de grains dont la taille était comprise entre 6 et 9 nm, orientés autour de la direction (111) du platine et (001) du cobalt. La composition de l'empilement, $\text{Pt}_x/(\text{Co}_{0,6\text{nm}}/\text{Pt}_{1,8\text{nm}})_4$ avec $x=1.8$ à 15nm , a été déterminée dans de précédentes études [113], [114] afin d'obtenir des dépôts magnétiques sur des substrats structurés de

silicium adaptés à l'enregistrement magnétique. Nous résumerons les propriétés magnétiques de cet empilement au paragraphe IV.2.i(a).

(b) Dépôts d'alliages amorphes en TbFeCoCr

Les dépôts de TbFeCoCr ont été réalisés par pulvérisation cathodique au CEA-Léti par Marie-Françoise Armand. Des couches de 25 et 50nm ont été déposées à partir d'une cible de $Tb_{21.6}Fe_{65}Co_8Cr_{5.4}$, puis recouverte d'une couche de Si_3N_4 , de 20nm d'épaisseur, pour protéger l'alliage de l'oxydation.

Les dépôts de TbFeCoCr sont réalisés en tension continue (DC), alors qu'une pulvérisation réactive est utilisée pour déposer le nitrure de silicium. Une cible de silicium est pulvérisée dans une atmosphère d'argon et d'azote dont le débit est contrôlé. Pour des matériaux isolants, il n'est pas possible d'utiliser une tension continue puisque, dans ce cas, les charges s'accumulent sur la surface de la cible et le processus de pulvérisation est interrompu. Le dépôt est alors réalisé par pulvérisation haute fréquence. Lors de l'application d'un champ alternatif radio fréquence (13.56 GHz), les électrons, beaucoup plus mobiles que les ions, vont créer une tension d'autopolarisation sur les cibles, équivalente à la tension DC. Des ions Ar^+ sont créés et bombardent la cible.

Les couches de TbFeCoCr forment un alliage amorphe qui présente une anisotropie magnétique perpendiculaire. Ces alliages sont couramment utilisés pour l'enregistrement magnétique. Leurs propriétés magnétiques sont présentées au paragraphe IV.2.ii

IV.2 Caractérisations magnétiques

IV.2.i. Caractérisations magnétiques des multicouches Co/Pt

(a) Propriétés des multicouches déposées sur des substrats continus ou structurés en silicium

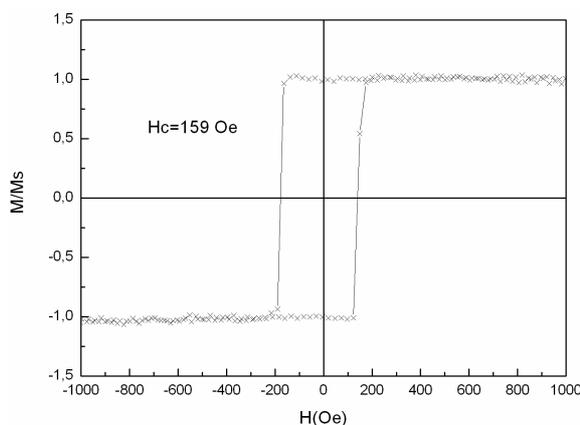
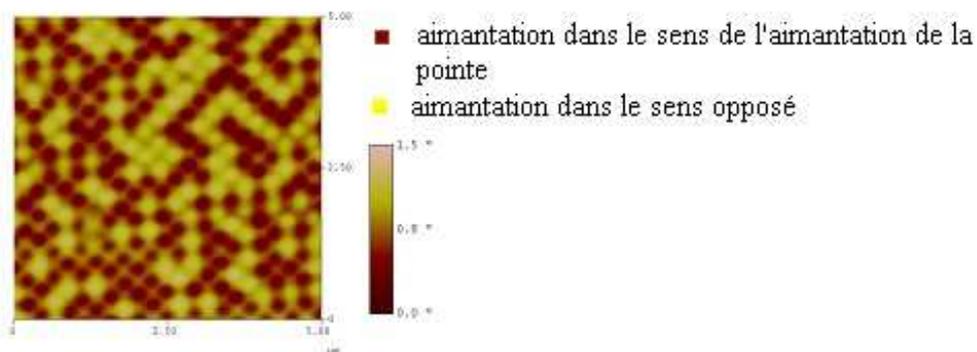


Figure IV-7 : Cycle d'hystérésis mesuré par effet Kerr polaire d'une multicouche $Pt_{1.8nm}/(Co_{0.6nm}/Pt_{1.8nm})_4$ déposée sur un substrat de silicium recouvert d'un oxyde thermique de SiO_2 de 100nm d'épaisseur.

Les multicouches sont composées d'une bicouche Co/Pt répétée un certain nombre de fois et déposée sur une couche tampon de platine. Les propriétés magnétiques de l'empilement comme l'anisotropie, la coercitivité et la rémanence, dépendent de l'épaisseur de la couche tampon, des épaisseurs de cobalt et de platine dans la bicouche et du nombre de répétitions de celle-ci [113], [114], [115]. L'anisotropie perpendiculaire est extrêmement dépendante de la qualité des interfaces. Les conditions d'élaboration (pression d'élaboration, nature du substrat) et les épaisseurs des différentes couches seront donc déterminantes. Ces différents paramètres ont été étudiés par Stéfan Landis [113] afin d'obtenir des propriétés magnétiques compatibles avec l'enregistrement magnétique à ultra-haute densité. La Figure IV-7 représente le cycle d'hystérésis perpendiculaire au plan de l'échantillon, mesuré par effet Kerr d'une multicouche $Pt_{1.8nm}/(Co_{0.6nm}/Pt_{1.8nm})_4$ déposée sur une barrette de silicium recouvert d'oxyde thermique. Nous constatons que le cycle est carré et que le champ coercitif est de 159 Oe. Lorsque l'épaisseur de la couche tampon déposée sur silicium augmente, le champ coercitif est plus important [113]. Des études par rayons X ont montré que la texture de l'échantillon autour de la direction (111) du platine était en effet améliorée lorsque l'épaisseur de la couche tampon est plus importante, d'où une augmentation de l'anisotropie magnétocristalline.



Les propriétés magnétiques de ces multicouches déposées sur des substrats structurés en silicium ont ensuite été étudiées [113], [114], [115]. L'aimantation des plots est monodomaine. La Figure IV-8 présente l'image MFM à l'état désaimanté, d'une multicouche $Pt_{1.8nm}/(Co_{0.6nm}/Pt_{1.8nm})_4$ déposée sur un réseau de 100 µm*1 mm de plots de 100 nm de côté espacés de 100 nm et hauts de 300 nm. L'aimantation des plots est orientée perpendiculairement au plan de l'échantillon, dans le même sens ou dans le sens opposé de l'aimantation de la pointe magnétique. D'autre part, les couplages dipolaires entre plots et entre le sommet des plots et le fond des tranchées sont négligeables (environ 100 Oe) devant le champ de retournement d'un plot (quelques kOe) [113]. Les aimantations

⁵ Dans le mode linéaire, la pointe magnétique oscille au dessus de la surface à une hauteur fixe contrairement au mode « tapping » où la pointe oscille en contact

des plots sont donc décorréliées pendant la description d'un cycle d'hystérésis et leurs champs de retournement sont indépendants les uns des autres [113]. Ce type de média est donc bien adapté à l'enregistrement magnétique aux ultrahautes densités. Le couplage dipolaire a cependant une influence sur la configuration magnétique à l'état désaimanté, c'est pourquoi nous observons sur la (Figure IV-8) que les aimantations des plots ne sont pas orientées de manière totalement aléatoire.

Les cycles d'hystérésis des réseaux de plots (Figure IV-9) font apparaître plusieurs séquences de renversement. La première, à bas champ, correspond au retournement de l'aimantation des tranchées; la deuxième à celle du sommet des plots. Le renforcement du champ de retournement des plots par rapport à celui des tranchées peut s'expliquer par une probabilité réduite d'avoir un défaut à faible anisotropie dans un objet de taille nanométrique. La distribution des champs de renversement des plots est très large. En effet, contrairement à une couche continue où le renversement de l'aimantation s'étend à toute la couche par propagation de paroi, après un seul événement de nucléation d'un domaine d'aimantation inverse sur un défaut ; pour un média prégravé, la propagation de la paroi est arrêtée par les flancs des plots. Le renversement de l'aimantation du plot est donc assuré par la nucléation d'un domaine inverse sur un défaut ou sur un bord de plot [113]. Une répartition inhomogène des défauts, ainsi que des formes de plots différentes (voir l'image MEB reportée Figure IV-1) engendrent alors une large distribution de champ de retournement. Pour une multicouche $Pt_{10nm}/(Co_{0.6nm}/Pt_{1.8nm})_4$ déposée sur un réseau de $1mm^2$ de plots de $100nm$ espacés de $50nm$ et hauts de $300nm$, le retournement de l'aimantation du premier plot s'effectue à environ $1kOe$ alors que celui du dernier plot apparaît à environ $3,3kOe$ (Figure IV-9).

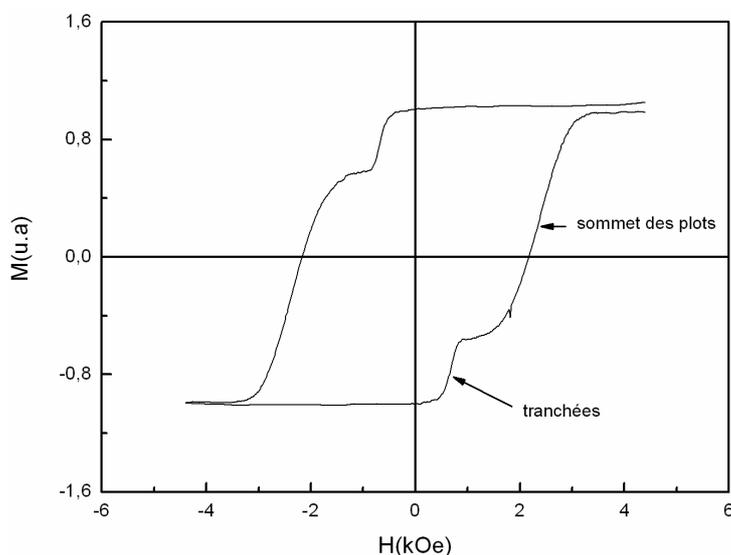


Figure IV-9 : Cycle d'hystérésis mesuré par effet Kerr polaire d'une multicouche $Pt_{10nm}/(Co_{0.6nm}/Pt_{1.8nm})_4$ déposée sur un réseau de $1mm^2$ de plots de $100nm$ espacés de $50nm$ et hauts de $300nm$ structurés dans un substrat de silicium.

Cette distribution pourrait être en partie réduite en améliorant l'étape de structuration afin d'obtenir des formes de plots plus reproductibles. Elle représente un inconvénient majeur pour

l'enregistrement magnétique car cela implique qu'il faille appliquer des champs très importants pour retourner certains plots, alors que d'autres pourront se renverser à des champs beaucoup plus faibles. Des erreurs d'écriture pourront alors avoir lieu.

(b) Propriétés des couches déposées sur une couche continue de silicium poreux

Comme nous l'avons évoqué au paragraphe IV.1.ii, la structure de la couche poreuse est très particulière. Or, les propriétés magnétiques des multicouches Co/Pt sont connues pour être très dépendantes de l'état de surface du matériau sur lequel elles sont déposées. La présence de pores et de cristallites peut avoir une influence sur la croissance des couches magnétiques et affecter leurs propriétés magnétiques. Les défauts induits peuvent en effet modifier leurs processus de retournement. D'autre part, l'anisotropie magnétique peut elle aussi être altérée.

L'anisotropie magnétique des multicouches a plusieurs origines [122], sa réduction peut donc être due à plusieurs effets :

- Une moins bonne texturation de la multicouche magnétique sur le substrat poreux peut affecter **l'anisotropie magnétocristalline de volume**, qui caractérise l'orientation de l'aimantation par rapport aux axes de symétrie du réseau cristallin.
- Une modification de la qualité des interfaces aura tendance à réduire l'effet de **l'anisotropie magnétocristalline de surface**, qui est engendrée par une brisure locale de symétrie à la surface ou aux interfaces d'un métal ferromagnétique.
- Une relaxation des contraintes par création de dislocations et de défauts peut limiter la contribution de **l'anisotropie magnéto-élastique**. Celle-ci a pour origine une contrainte uniaxiale créée sur la maille de l'élément magnétique. Cette contrainte peut avoir comme origine un désaccord de maille entre deux éléments déposés successivement. Si la contrainte est trop forte, des dislocations ou craquelures peuvent apparaître dans la couche.
- Une réduction de l'aimantation ou une rugosité interfaciale importante peut diminuer **l'anisotropie de forme ou énergie démagnétisante**. En effet, celle-ci est proportionnelle au carré de l'aimantation. Une réduction de celle-ci diminue l'effet démagnétisant. De plus, une rugosité interfaciale aura tendance aussi à réduire le coefficient de proportionnalité.

Nous avons dans un premier temps cherché à savoir si les propriétés des multicouches Co/Pt étaient conservées lorsqu'elles sont déposées sur une couche poreuse.

❖ Dépôts sur une couche de silicium poreux de 10 microns d'épaisseur

Les premiers échantillons réalisés sont composés d'une couche de silicium poreux de 10 μ m d'épaisseur.

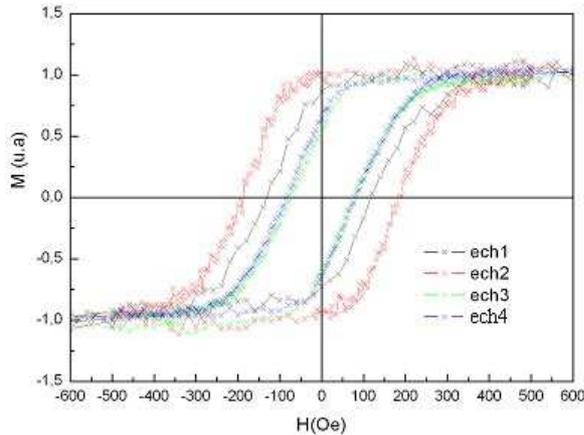
Mesures VSM⁶

Figure IV-10 : Courbes d'aimantation de multicouches $Pt_{1.8nm}/(Co_{0.6nm}/Pt_{1.8nm})_4$ déposées sur une couche poreuse de 10 μ m d'épaisseur en fonction du champ appliqué dans la direction perpendiculaire au plan de la couche, mesurées au VSM.

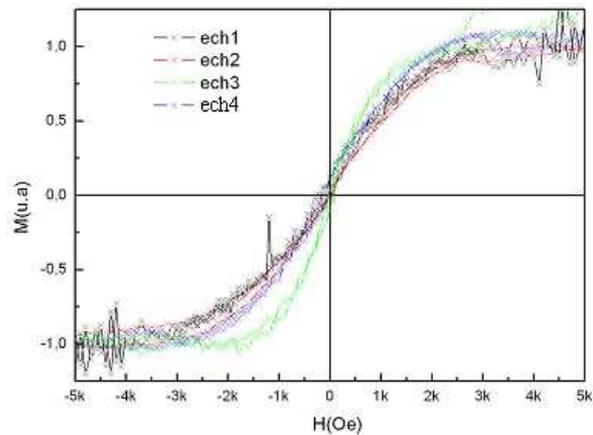


Figure IV-11 : Courbes d'aimantation de multicouches $Pt_{1.8nm}/(Co_{0.6nm}/Pt_{1.8nm})_4$ déposées sur une couche poreuse de 10 μ m d'épaisseur en fonction du champ appliqué dans le plan de la couche, mesurées au VSM

Les courbes d'aimantation des premiers échantillons, sur lesquels ont été déposées des multicouches $Pt_{1.8nm}/(Co_{0.6nm}/Pt_{1.8nm})_4$, ont été mesurées au VSM. Les couches poreuses ont été formées successivement dans la même solution (*ech1*, puis *ech2*, etc...) et les dépôts magnétiques ont été effectués en même temps.

Nous constatons tout d'abord que les multicouches conservent une anisotropie perpendiculaire puisqu'il n'y a pas d'hystérésis lorsque le champ magnétique appliqué est parallèle au plan de la couche (Figure IV-11) alors qu'il en existe un lorsque le champ est perpendiculaire (Figure IV-10). Les cycles d'hystérésis ne sont pas reproductibles d'un échantillon à l'autre. Excepté pour l'échantillon *ech2*, la rémanence n'est pas unitaire et pour tous les échantillons le cycle d'hystérésis n'est pas carré. Toutes les propriétés magnétiques mesurées sur ces 4 échantillons ont été regroupées dans le Tableau IV-1. Nous constatons que les constantes d'anisotropie des couches $Pt_{1.8nm}/(Co_{0.6nm}/Pt_{1.8nm})_4$ déposées sur silicium poreux sont plus faibles que celles déposées sur silicium. De plus l'anisotropie et l'aimantation à saturation diminuent pour les échantillons dont la couche poreuse a été formée en dernier. Ce qui semblerait indiquer un vieillissement de la solution au cours de la fabrication du silicium poreux. Les valeurs d'aimantations à saturation et de constantes

⁶ VSM (Vibrating Sample Magnetometer) : magnétomètre à échantillon vibrant. L'échantillon magnétique auquel est donné un mouvement sinusoïdal, est placé au centre d'un électro-aimant. La variation de flux, proportionnel à l'aimantation, crée une différence de potentiel aux bornes des bobines de détection. Le VSM permet donc de mesurer directement l'aimantation de l'échantillon en fonction du champ appliqué.

d'anisotropie, calculées à partir des cycles dans le plan et reportées dans le Tableau IV-1 ne permettent cependant pas d'expliquer les différences dans la forme des cycles d'hystérésis. En effet, les échantillons *ech3* et *ech4* ont des cycles d'hystérésis perpendiculaires au plan identiques. Mais, l'échantillon *ech4* a une constante d'anisotropie trois fois plus grande que celle de *ech3* et une aimantation plus faible. De même, l'échantillon *ech2* a un champ coercitif plus élevé et un cycle plus carré alors que sa constante d'anisotropie et son aimantation sont plus faibles que celles de l'échantillon *ech1*.

Or si la couche poreuse n'est pas homogène sur tout l'échantillon, des propriétés magnétiques différentes peuvent être mesurées sur un même échantillon. Pour effectuer ces mesures, nous avons dû cliver les échantillons pour obtenir des morceaux de 0.25 mm² environ. Au cours du clivage, la couche poreuse peut se craqueler sous l'effet de fortes contraintes induites. Enfin, les flancs de la couche de silicium poreux sont alors à l'air libre et peuvent s'oxyder, modifiant les propriétés structurales.

La seule conclusion que nous pouvons tirer de ces mesures est que quelque soit l'état de l'échantillon, la couche poreuse n'affecte pas la direction de l'anisotropie qui est toujours perpendiculaire au plan.

Tableau IV-1 : Propriétés magnétiques calculées à partir des cycles d'aimantations des multicouches Pt_{1.8nm}/(Co_{0.6nm}/Pt_{1.8nm})₄ déposée sur une couche poreuse de 10 microns d'épaisseur, mesurés au VSM.

	Ech1	Ech2	Ech3	Ech4	sur Si
M_r/M_s Rémanence	0.73	1	0.6	0.65	1
H_n Champ de nucleation	-43 Oe	77 Oe	-85 Oe	-55 Oe	100 Oe
H_c Champ coercitif	109 Oe	187 Oe	77 Oe	80 Oe	136 Oe
H_s Champ de saturation	500 Oe	331 Oe	280 Oe	270 Oe	180 Oe
H_k Champ d'anisotropie	3000 Oe	3412 Oe	1300 Oe	2902 Oe	5890 Oe
M_s Aimantation à saturation	1116 emu/cm ³	807 emu/cm ³	712 emu/cm ³	517 emu/cm ³	1068 emu/cm ³
K_{eff} Constante d'anisotropie	1,7.10 ⁶ erg/cm ³	1,4.10 ⁶ erg/cm ³	0,4.10 ⁶ erg/cm ³	0,7.10 ⁶ erg/cm ³	2,6.10 ⁶ erg/cm ³

Mesures par effet Kerr polaire⁷

Nous avons réalisé une autre série d'échantillons, mesurés cette fois par effet Kerr polaire, pour éviter d'avoir à découper les échantillons et afin de mesurer des cycles d'aimantation à plusieurs endroits de la couche poreuse.

Trois échantillons : *ech7*, *ech8*, *ech9* ont été réalisés à la suite dans la même solution électrolytique. Les dépôts de multicouches Co/Pt sur *ech7* et *ech9* ont été réalisés en même temps tandis que celui sur *ech8* a été effectué deux jours plus tard afin d'étudier l'influence du vieillissement de la couche poreuse sur les propriétés magnétiques. Les cycles d'hystérésis dans la direction

⁷ Effet Kerr polaire : Une lumière polarisée rectilignement qui se réfléchit sur un matériau à aimantation perpendiculaire va voir son plan de polarisation tourner et une ellipticité apparaître. La mesure de la rotation du plan de polarisation ou de l'ellipticité en fonction du champ appliqué permet de décrire des courbes d'aimantation.

perpendiculaire au plan des multicouches $Pt_{1.8nm}/(Co_{0.6nm}/Pt_{1.8nm})_4$, mesurés par effet Kerr polaire sont présentés Figure IV-12. Nous remarquons que, comme pour les précédents échantillons mesurés au VSM, les cycles d'hystérésis ne sont pas carrés, et que les rémanences des échantillons *ech7* et *ech8* ne sont pas unitaires. De plus, les propriétés magnétiques ne sont pas très reproductibles et ne semblent pas avoir de lien avec le vieillissement de l'échantillon. Comme nous l'avons expliqué précédemment, une des causes de la perte d'anisotropie et de la gêne à la propagation des parois peut être la rugosité de surface du silicium poreux. Afin de réduire une éventuelle influence de cette rugosité ou de défauts du substrat, des multicouches avec différentes épaisseurs de couche tampon de platine ont été déposées.

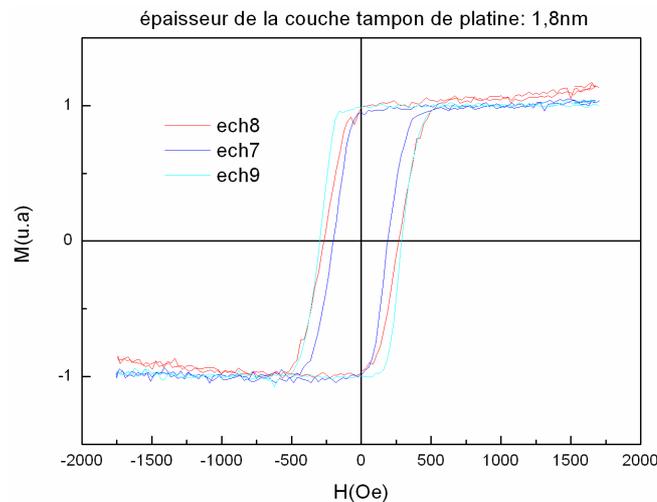


Figure IV-12 : Cycles d'hystérésis mesurés par effet Kerr polaire sur des multicouches $Pt_{1.8nm}/(Co_{0.6nm}/Pt_{1.8nm})_4$ déposées sur des couches poreuses de $10\ \mu m$ d'épaisseur et 70% de porosité. Pour les trois échantillons, la couche poreuse a été élaborée le même jour. Le dépôt de l'échantillon ech8 a été effectué 2 jours après les dépôts des échantillons ech7 et ech9.

Toutes les couches poreuses ont été réalisées à la suite dans la même solution électrolytique. Pour chaque épaisseur de la couche tampon de platine, deux échantillons ont été réalisés. Nous observons sur la Figure IV-13 que mise à part les échantillons avec une épaisseur de 10nm, les cycles d'hystérésis ne sont pas parfaitement reproductibles d'un échantillon à l'autre. Même si désormais les rémanences sont unitaires et les cycles semblent plus « jolis », il existe une grande différence entre le champ de nucléation et le champ de saturation (de 500 Oe environ voir Figure IV-14), contrairement à ce que l'on peut observer pour les mêmes couches déposées sur silicium. De plus, les champs de retournements sont beaucoup plus importants que les champs coercitifs des couches déposées sur un substrat de silicium (Figure IV-14). Les éventuelles rugosités ou effets d'interface n'ont donc pas pu être lissés totalement en déposant des couches tampons plus épaisses. La couche poreuse formée a donc nécessairement une influence sur la croissance des couche de Co/Pt.

- La convexité de la surface poreuse peut engendrer une plus grande mosaïcité des grains et affecter l'anisotropie magnétocristalline du dépôt.
- Les contraintes importantes existantes dans la couches poreuse peuvent se relaxer en formant des craquelures et entraîner une diminution d'anisotropie magnéto-élastique et une altération importante de la couche

Nous avons tenté dans un premier temps de réduire la déformation dans la couche poreuse, en réduisant son épaisseur. En effet, le rayon de courbure de la couche poreuse est inversement proportionnel à son épaisseur:

$$R = \frac{1}{6} \frac{1+\nu_P}{1-\nu} \frac{1}{\Delta a/a} \frac{t_S^2}{t_P} \frac{E_{Si}}{E_P} \quad (1) [123]$$

où R est le rayon de courbure, ν et ν_P les coefficients de Poisson du silicium massif et du silicium poreux, t_S et t_P les épaisseurs du substrat et de la couche, $\Delta a/a$ le désaccord paramétrique de maille, E_{Si} et E_P les modules d'Young du silicium et de la couche poreuse, avec :

$$E_P = (1-P)^2 E_{Si} \quad (2) [123]$$

où P est la porosité.

En outre, plus la couche poreuse est épaisse plus les risques de craquelures au moment du séchage de l'échantillon sont importants [124].

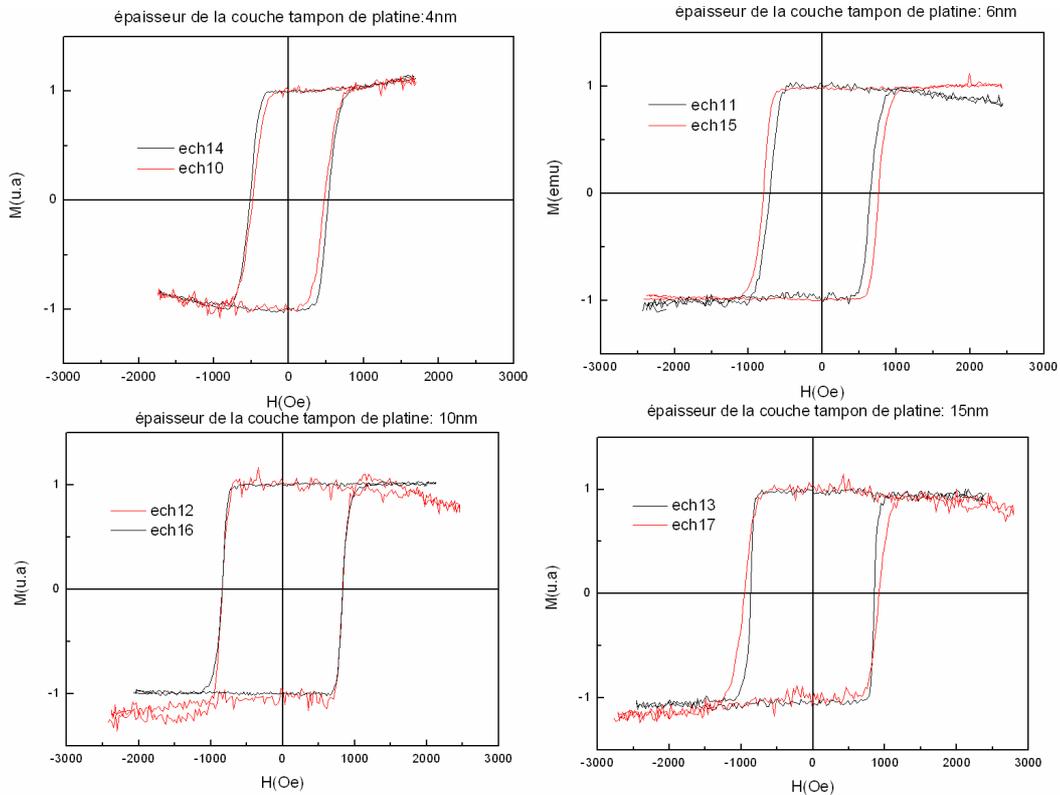


Figure IV-13 : Cycles d'hystérésis mesurés par effet Kerr polaire sur des multicouches $Pt_{4nm}/(Co_{0.6nm}/Pt_{1.8nm})_4$ (en haut à gauche), $Pt_{6nm}/(Co_{0.6nm}/Pt_{1.8nm})_4$ (en haut à droite), $Pt_{10nm}/(Co_{0.6nm}/Pt_{1.8nm})_4$ (en bas à gauche), $Pt_{15nm}/(Co_{0.6nm}/Pt_{1.8nm})_4$ (en bas à droite) déposées sur des couches poreuses de $10 \mu m$ d'épaisseur et 70% de porosité.

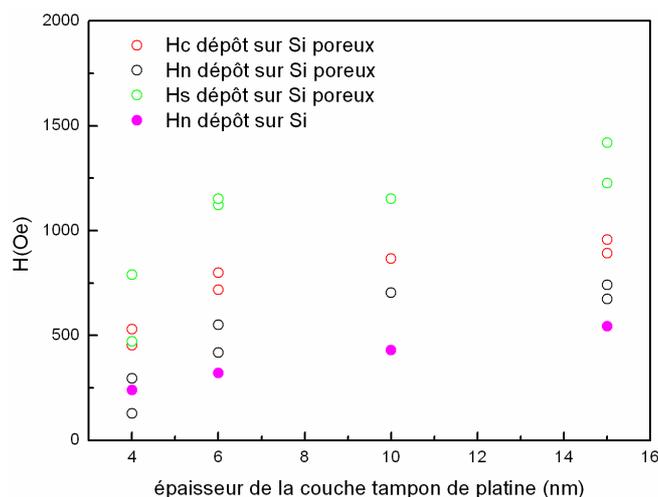


Figure IV-14 : Champs de nucléation, coercitif et de saturation des multicouches $Pt_{xnm}/(Co_{0.6nm}/Pt_{1.8nm})_4$ déposées sur une couche poreuse de $10\mu m$ et champ coercitif des mêmes multicouches déposées sur silicium en fonction de l'épaisseur de la couche tampon de

Nous avons donc déposé des multicouches Co/Pt sur une couche poreuse de 5 microns d'épaisseur.

❖ Dépôts sur un couche de silicium poreux de 5 microns d'épaisseur

Les cycles d'hystérésis mesurés par effet Kerr polaire sur des multicouches $Pt_x(Co_{0.6nm}/Pt_{1.8nm})_4$ (avec $x = 1.8$ à $15nm$), déposées sur une couche poreuse de $5\mu m$ d'épaisseur sont carrés, de rémanences unitaires et peu différents de ceux de mêmes multicouches déposées sur silicium (un exemple pour $x=10nm$ est donné Figure IV-15). Excepté pour la couche tampon de $4nm$, pour laquelle un échantillon présente un champ coercitif très différent, pour toutes les autres épaisseurs de couche tampon, les multicouches déposées sur silicium poreux ont des champs coercitifs très proches de ceux des multicouches déposées sur silicium (voir Figure IV-16). L'aimantation, 1128 emu/cm^3 , et la constante d'anisotropie, $2,21.10^6 \text{ erg/cm}^3$, d'une multicouche $Pt_{1.8nm}(Co_{0.6nm}/Pt_{1.8nm})_4$ déposée sur une couche poreuse de $5\mu m$ d'épaisseur, sont sensiblement égales aux valeurs mesurées pour le même dépôt sur silicium (voir Tableau IV-1). Même si la reproductibilité n'est pas excellente d'un échantillon à l'autre, les multicouches Co/Pt déposées sur une couche poreuse de $5\mu m$ d'épaisseur conservent donc des propriétés magnétiques adaptées à l'enregistrement thermomagnétique.

Le lien entre la structure poreuse et les propriétés magnétiques de la multicouche ne sont cependant pas clairs et les différences entre les deux séries d'échantillons d'épaisseurs différentes restent à expliquer. Nous avons pour cela procédé à une étude structurale par diffraction de rayons X.

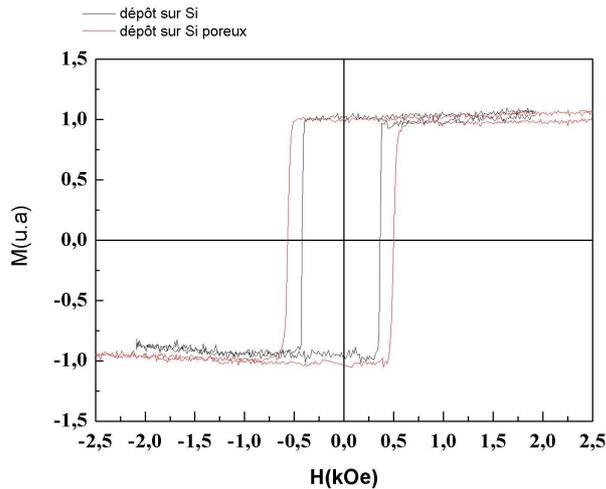


Figure IV-15 : Cycles d'hystérésis mesurés par effet Kerr polaire sur des multicouches $Pt_{10nm}/(Co_{0.6nm}/Pt_{1.8nm})_4$ déposées sur des couches poreuses de $5\ \mu m$ d'épaisseur et 70% de porosité (courbe rouge) et sur silicium (courbe noire).

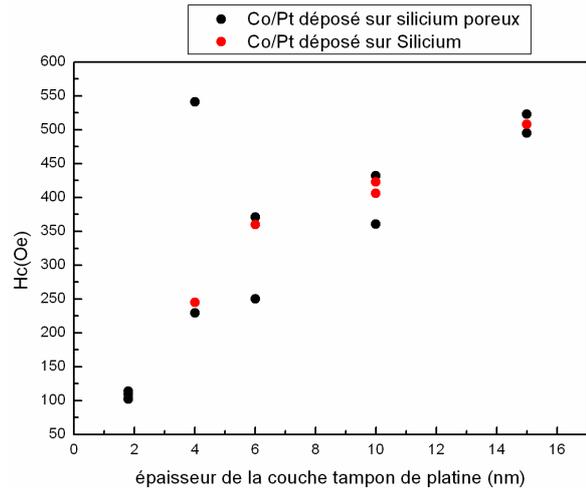


Figure IV-16 : Champs coercitifs de multicouches $Pt_{xnm}/(Co_{0.6nm}/Pt_{1.8nm})_4$ déposées sur une couche de silicium poreux de $5\ \mu m$ (points noirs, pour chaque épaisseur deux échantillons ont été fabriqués) et champ coercitif des mêmes multicouches déposées sur silicium (points rouges) en fonction de l'épaisseur de la couche tampon de platine.

❖ Etude structurale

Diffraction de rayons X

□ Structure de la multicouche

Notre but ici est d'étudier les différences structurales de la multicouche magnétique suivant qu'elle est déposée sur une couche poreuse de $10\ \mu m$ d'épaisseur, sur une couche de $5\ \mu m$ d'épaisseur ou encore sur du silicium. Nous avons mesuré des spectres de diffraction en configuration θ - 2θ de multicouches $Pt_{10nm}/(Co_{0.6nm}/Pt_{1.8nm})_4$ déposées sur $10\ \mu m$ de silicium poreux pour lesquelles le cycle d'hystérésis n'est pas carré (*ech12* et *ech16*), et de mêmes multicouches déposées sur $5\ \mu m$ de silicium poreux (*ech22*) pour lesquelles le cycle est carré et proche de celui du silicium. Nous les avons comparés au spectre de diffraction des dépôts sur silicium (Figure IV-17).

✓ Texture

Nous constatons que pour toutes ces multicouches les grains sont principalement orientés suivant une direction proche de la direction [111] du platine massif. Aucun pic proche d'un pic du cobalt massif n'apparaît, ce qui signifie qu'à l'intérieur de chaque grain le cobalt est épitaxié sur le platine. Le décalage du pic observé par rapport à la direction [111] du platine massif est produit par une dilatation de la couche due à une différence de paramètres de maille entre le cobalt et le platine. De plus, pour les quatre échantillons, le rapport entre l'intensité dans la direction [111] et l'intensité de la direction [200] est quasiment le même. La texture apparaît donc identique pour tous les échantillons.

✓ Longueur de cohérence verticale et périodicité chimique

Nous observons sur la Figure IV-17 que mis à part de petits décalages entre les pics [111], sûrement dus au réglage initial du zéro et au centrage de l'échantillon, ceux ci conservent la même largeur pour tous les échantillons. Nous pouvons estimer, via la formule de Sherrer, la longueur de cohérence dans la direction de croissance :

$$\Delta(2\theta) \approx \frac{0.9\lambda}{L \cos\theta} \quad (3) \quad [125]$$

où $\lambda = 0.179\text{nm}$ est la longueur d'onde du rayonnement X émis par la cathode de cobalt et L la longueur de cohérence dans la direction perpendiculaire au plan de la couche. La longueur de cohérence obtenue est de 14.8 nm, égale à l'épaisseur totale de la multicouche. Il n'y a donc pas de joints de grains verticaux.

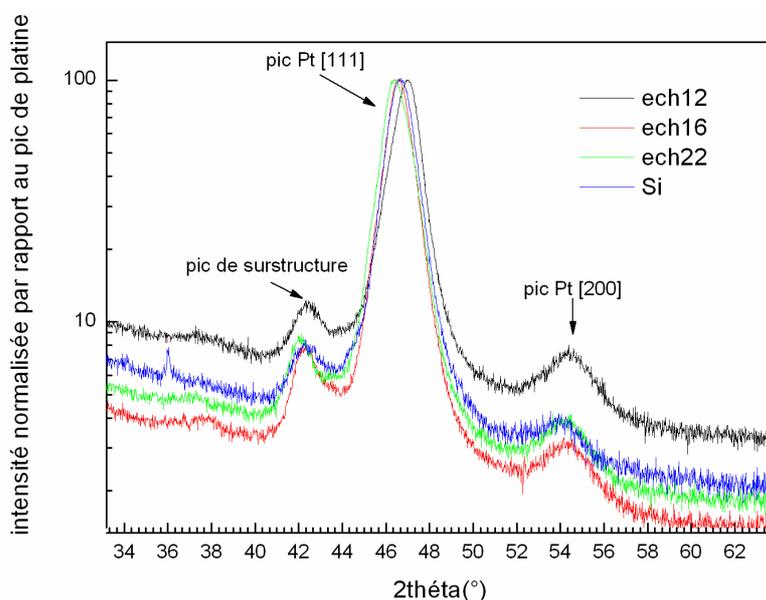


Figure IV-17 : Spectre de diffraction de multicouches $\text{Pt}_{10\text{nm}}/(\text{Co}_{0.6\text{nm}}/\text{Pt}_{1.8\text{nm}})_4$ déposées sur $10\mu\text{m}$ de silicium poreux (ech12 et ech16), sur $5\mu\text{m}$ de silicium poreux (ech22) et sur silicium (courbe bleue) à l'aide d'un diffractomètre de poudre utilisant une source de rayons X de Cobalt de longueur d'onde 0.179nm (échelle semi-logarithmique)

La distance d entre les plans successifs de platine dans la direction [111] est donnée d'après la loi de diffraction de Bragg par:

$$\sin\theta_{1,0} = \frac{\lambda}{2d} \quad (4)$$

où $\theta_{1,0}$ est l'angle de diffraction au premier ordre dans la direction [111]. La dimension finie de la bicouche fait apparaître des pics de surstructures autour des pics principaux. Ainsi nous observons à gauche du pic [111] du platine un pic secondaire. Le symétrique de ce pic devrait être présent à droite du pic principal, mais il est convolué avec le pic principal. Nous pouvons estimer l'épaisseur de la bicouche, correspondant à la périodicité chimique Λ , par la formule suivante:

$$\sin\theta_{1,-1} = \frac{\lambda}{2d} - \frac{\lambda}{2\Lambda} \quad (5)$$

où $\theta_{1,-1}$ est l'angle de diffraction au premier ordre dans la direction [111] correspondant au premier pic de surstructure. Les valeurs des distances interréticulaires et des périodicités chimiques pour les différents échantillons sont reportées dans le Tableau IV-2. Les valeurs des distances interréticulaires trouvées sont toutes proches ou égales à celle du platine massif dans la direction [111]. Les périodicités chimiques calculées sont proches de l'épaisseur attendue de la bicouche, 2.4nm. Nous constatons que pour l'échantillon *Ech22* et pour le dépôt sur silicium cette valeur est de l'ordre de 2.58 nm, alors qu'elle est plus faible pour les deux premiers échantillons. Cela signifie que pour les échantillons *Ech12* et *Ech16* une partie de la bicouche n'est pas bien structurée ou que la maille des échantillons *Ech22* et *Silicium* est plus dilatée par rapport aux échantillons précédents. Une telle dilatation de la multicouche est attendue, car le cobalt s'épitaixie sur le platine mais possède un paramètre de maille de 0.204nm, alors que celle du platine est de 0.226nm. Le fait que la périodicité chimique est plus faible pour les échantillons *Ech12* et *Ech16* inciterait donc à penser que les contraintes y sont moindres. Cela pourrait rejoindre l'hypothèse faite précédemment d'une détérioration de ces couches de 10 μ m sous l'effet de trop fortes contraintes qui provoquent des craquelures dans la couche poreuse et dans la couche magnétique. Mais un mauvais réglage de zéro ou un mauvais centrage de l'échantillon peut aussi être à l'origine de petits décalages dans la position des pics.

Tableau IV-2 : Valeurs des angles de diffraction au premier ordre et de surstructure dans la direction [111] du platine, de la distance interréticulaire et de la périodicité chimique

	$2\theta_{1,0}$	$2\theta_{1,-1}$	d	Λ
Ech12 (10μm)	47 °	42,48 °	0,224 nm	2,45 nm
Ech16(10μm)	46,67 °	42,27 °	0,226 nm	2,51 nm
Ech22(5μm)	46,37 °	42,07 °	0,226 nm	2,57 nm
Si	46,67 °	42,38 °	0,227 nm	2,58 nm

✓ Mosaïcité

En comparant, les courbes en « ω -scan » effectuées autour du pic [111] du platine (Figure IV-18), nous constatons que le pic correspondant au dépôt sur silicium est plus large que ceux correspondant aux dépôts sur silicium poreux. Or, la largeur à mi-hauteur de ce pic est déterminée par la relation suivante :

$$\Delta\omega = n + x_{app} + \frac{0.9\lambda}{2L_{para} \sin \theta} \quad (6) [125]$$

où n est l'écart type de la désorientation autour de la direction [111] du platine, x_{app} une fonction d'appareil et L_{para} la longueur de cohérence parallèle au plan. Pour les échantillons poreux la désorientation est donc plus faible et/ou la taille des grains est plus importante. Les deux effets ne sont pas séparables à l'aide d'une seule courbe. Pour distinguer la mosaïcité de la cohérence latérale, il est d'usage de faire des ω -scan autour des pics d'ordre supérieur (ici pic [222]). Dans notre cas ceux-ci

donnent des pics trop larges pour être mesurables complètement et en déduire la largeur. Nous avons reporté dans le Tableau IV-3 les largeurs des pics, et les tailles de grains calculées lorsque la mosaïcité est négligée. On obtient alors des tailles de grains de 1 à 2nm pour le silicium poreux et de 0,7nm pour le silicium. Pour trancher quant à la taille des grains et à la mosaïcité, il faudrait pouvoir comparer avec des images TEM en coupe. Des échantillons sont en cours de préparation, mais celle-ci est très délicate car la couche poreuse est fragile. Les mesures TEM effectuées dans la thèse de Stéfan Landis sur des multicouches déposées sur silicium ont montré que la taille des grains étaient de l'ordre de 30nm, ce qui correspond à une largeur à mi-hauteur de 0.36° , à comparer avec des largeurs obtenues ici d'une dizaine de degrés. Ceci nous confirme que la mosaïcité est non négligeable et que des études complémentaires sont indispensables pour déterminer son importance et conclure quant à ces résultats a priori étonnant. En effet, étant donné la diminution de l'anisotropie pour les dépôts sur des couches poreuse de $10\mu\text{m}$ d'épaisseur, on s'attendait plutôt à avoir une mosaïcité plus importante.

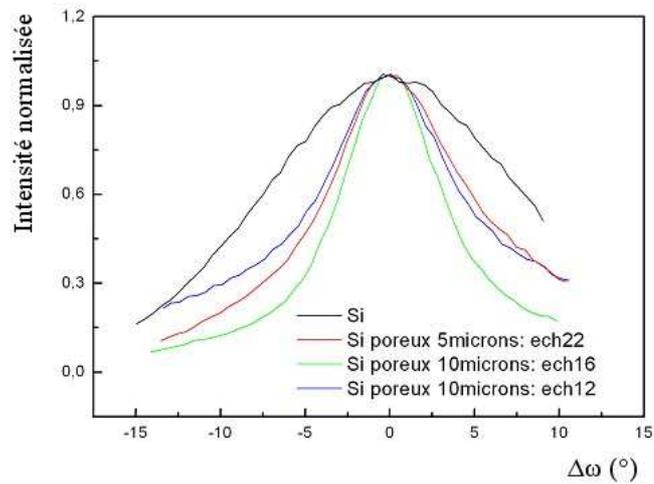


Figure IV-18 : ω -scan (spectre 2θ fixe θ variable) autour du pic [111] du platine de multicouches $\text{Pt}_{10\text{nm}}/(\text{Co}_{0.6\text{nm}}/\text{Pt}_{1.8\text{nm}})_4$ déposées sur $10\mu\text{m}$ de silicium poreux (ech12 et ech16), sur $5\mu\text{m}$ de silicium poreux (ech22) et sur silicium (courbe noire)

Tableau IV-3 : Largeur du pic en ω -scan autour de la direction [111] et longueur de cohérence dans le plan calculée en négligeant la mosaïcité

	ω	$\Delta\omega$	L_{para}
Ech12 (poreux $10\mu\text{m}$)	$24,42^\circ$	$9,17^\circ$	1,22 nm
Ech16 (poreux $10\mu\text{m}$)	$23,94^\circ$	$6,07^\circ$	1.87 nm
Ech22 (poreux $5\mu\text{m}$)	$22,76^\circ$	$8,49^\circ$	1,41 nm
Si	$25,28^\circ$	$14,94^\circ$	0,7 nm

□ Structure de la couche poreuse

Nous avons ensuite effectué des spectres de diffraction aux grands angles autour de la direction de diffraction de la raie [004] (direction de croissance) du silicium. Nous observons sur la Figure IV-19, les pics du silicium correspondant aux raies $K\alpha_1$ et $K\alpha_2$ du cobalt et à la gauche de ces pics, ceux correspondant au silicium poreux. Nous pouvons constater que les pics du poreux des échantillons *Ech12* et *Ech16* sont moins importants et plus éloignés du pic du silicium. Ce qui signifie que pour ces échantillons le silicium poreux est moins bien structuré et que la différence de paramètres de maille entre le silicium et le silicium poreux est plus importante. Les couches poreuses de 10 μm sont alors peut-être plus oxydées que les couches de 5 μm . Ceci expliquerait une moins bonne structuration et une plus forte contrainte, car les distances Si-Si sont plus importantes dans la silice que dans le silicium. Les conditions de fabrication ont été les mêmes pour tous les échantillons, les taux d'oxydation devraient donc être a priori les mêmes. Des craquelures dans la couche, augmentant la surface en contact avec l'air, pourraient expliquer cette plus forte oxydation. D'autre part, le rayon de courbure est environ deux fois plus petits pour une couche poreuse de 10 μm d'épaisseur que pour une couche de 5 μm (voir Tableau IV-4). La couche est donc plus convexe avec une hauteur relative au centre de l'échantillon d'environ 2 μm . Elle est donc plus contrainte conformément à ce que nous avons dit précédemment.

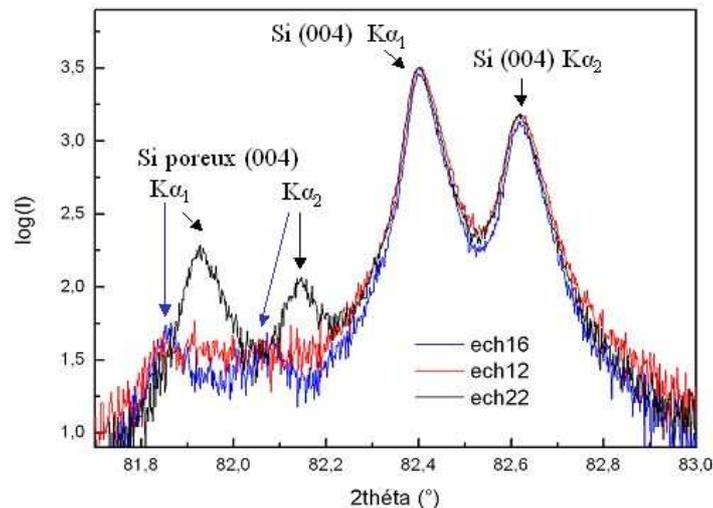


Figure IV-19 : Spectres de diffraction autour de la direction (004) du silicium (échelle semi-logarithmique)

Tableau IV-4 : Paramètres de déformation de la couche poreuse (dilatation $\Delta a/a$, rayon de courbure R et épaisseur au centre h) pour une épaisseur de 5 μm (ech22) et de 10 μm (ech16) calculés à partir des courbes de la Figure IV-19 et de la formule (1)

	$2\theta_{\text{Si}}$	$2\theta_{\text{Si poreux}}$	$\Delta a/a (= -\frac{\theta_{\text{Si poreux}} - \theta_{\text{Si}}}{\tan\theta} [121])$	R	h
Ech22	82,4 °	81,92 °	48.10^{-4}	28 m	1,06 μm
Ech16	82,4 °	81,86 °	53.10^{-4}	12.6 m	2.4 μm

Etude de la rugosité de surface

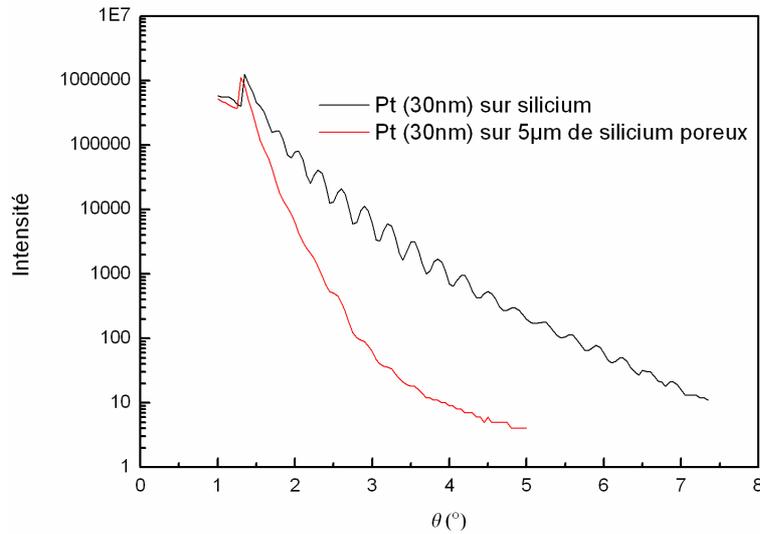


Figure IV-20 : Courbes de diffraction en incidence rasante de couches de 30nm de platine déposées sur silicium (courbe noire) et sur 5µm de silicium poreux (courbe rouge).

La Figure IV-20 présente des courbes de diffraction en incidence rasante de couches de 30nm de platine déposées sur silicium et sur 5µm de silicium poreux. Pour des angles d'incidence supérieurs à l'angle critique de réflexion totale, une partie du faisceau de rayons X est absorbée par le matériau et l'intensité réfléchi décroît en suivant une loi en $\frac{1}{\theta^4}$, où θ est l'angle d'incidence. De plus, les réflexions successives sur les interfaces de la couche mince font apparaître des franges d'interférences appelées franges de Kiessig. Ces franges sont visibles sur la courbe de diffraction de la couche de platine déposée sur silicium, mais à peine détectables pour le dépôt sur silicium poreux (voir Figure IV-20), pour lequel l'intensité décroît beaucoup plus rapidement. Ceci révèle la présence d'une rugosité à l'interface silicium poreux/platine et/ou à la surface du platine. En effet, l'intensité du faisceau de rayons X réfléchi sur une surface rugueuse est proportionnelle à l'intensité spéculaire et à $\exp(-\sigma^2\theta^2)$, où σ représente la rugosité quadratique moyenne et θ est l'angle d'incidence. Des mesures AFM ont confirmé que la rugosité résiduelle du dépôt de platine sur silicium poreux était importante, de 1.8nm environ, alors que la même couche déposée sur silicium présente une rugosité RMS d'à peine 0.4nm. D'autre part les images AFM présentées sur la Figure IV-21 corrobore l'hypothèse d'une granulosité plus large pour les dépôts sur silicium poreux.

Les rugosités RMS de multicouches $\text{Pt}_{1.8\text{nm}}/(\text{Co}_{0.6\text{nm}}/\text{Pt}_{1.8\text{nm}})_4$ déposées sur différents substrats ont été mesurées par AFM. La rugosité résiduelle est de 1.23 nm pour un dépôt sur une couche poreuse de 5µm d'épaisseur et de 1.6 nm pour un dépôt sur couche poreuse de 10µm d'épaisseur, alors que la même multicouche déposée sur silicium mesurée avec la même pointe AFM donne une rugosité de 0.28nm. Les propriétés magnétiques des multicouches Co/Pt étant très dépendantes du substrat et des

différentes interfaces [126], il est étonnant d'obtenir pour des dépôts sur des couches poreuses de $5\mu\text{m}$ d'épaisseur, des cycles d'hystérésis aussi carrés et aussi proches des cycles mesurés sur des couches déposées sur des substrats de silicium. De plus, alors que la rugosité des couches déposées sur $10\mu\text{m}$ de silicium poreux est équivalente, les propriétés magnétiques sont très différentes avec notamment des champs de saturation importants qui semblent indiquer de forts piégeages de parois. D'après ces résultats, il semble donc de façon étonnante, que la rugosité de la surface poreuse ne soit pas le paramètre prédominant pour expliquer les propriétés magnétiques des multicouches Co/Pt.

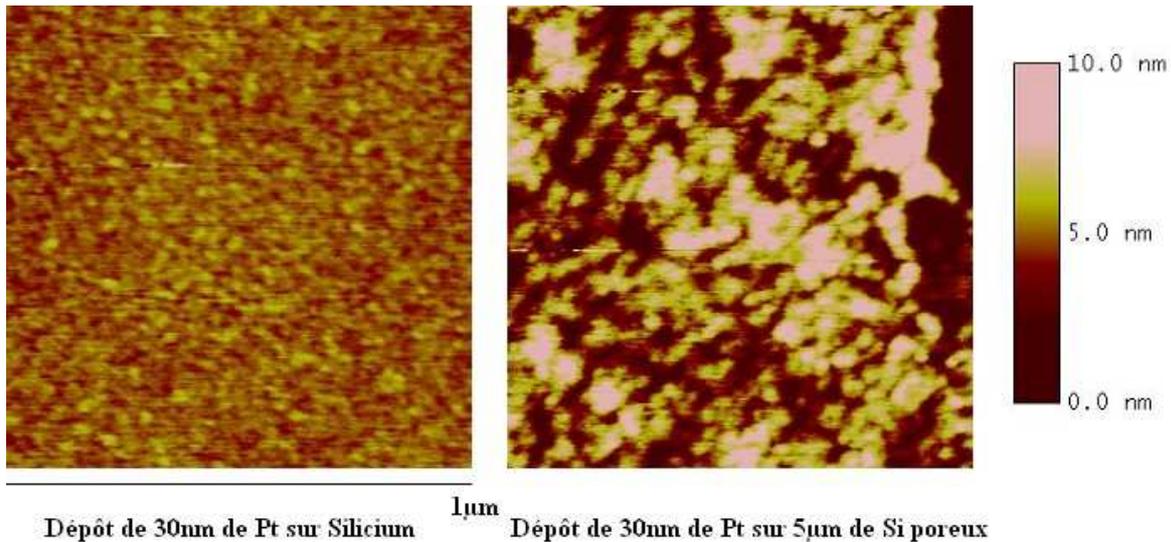


Figure IV-21 : Images AFM de la topographie d'un dépôt de 30nm de platine sur un substrat de silicium (à gauche) et du même dépôt sur une couche poreuse de $5\mu\text{m}$.

Conclusions de l'étude structurale

Ces études ont permis de montrer que la texture des multicouches Co/Pt reste la même qu'elles soient déposées sur une couche poreuse ou sur un substrat de silicium. La direction d'anisotropie magnétocristalline est ainsi bien conservée. Les courbes en « ω -scan » font apparaître de façon étonnante des pics plus fins pour les échantillons composés de silicium poreux. La croissance sur couche poreuse ne semble alors a priori pas engendrer une plus forte mosaïcité. Cependant la taille des grains demeure inconnue et des mesures TEM sont désormais indispensables pour interpréter ces courbes et connaître la réelle mosaïcité. L'influence de la courbure de la couche poreuse sur la croissance des multicouches et sur les mesures de diffraction, n'a pu être identifiée. Même si la convexité paraît importante, celle-ci est répartie sur une largeur de 1 cm environ, et ne provoque pas nécessairement une plus grande mosaïcité globale (les courbes en ω -scan indiqueraient plutôt le contraire).

Les multicouches Co/Pt déposées sur une couche poreuse de $10\mu\text{m}$ d'épaisseur ou sur une couche de $5\mu\text{m}$ d'épaisseur présentent la même structure (texture, mosaïcité). La différence de propriétés magnétiques de ces dépôts ne peut alors pas s'interpréter par une modification de

l'anisotropie magnétocristalline. En revanche, une différence claire apparaît dans la structure même du silicium poreux pour des épaisseurs de 5 et 10 μm . Ainsi le silicium poreux de 10 μm d'épaisseur semble moins cristallin et plus dilaté dans la direction normale. Les contraintes plus importantes sur cette couche pourraient provoquer des craquelures dans la couche poreuse et dans la couche magnétique. Les défauts engendrés sur la couche magnétique pourraient gêner la propagation des parois et expliquer la forme des cycles d'hystérésis observée.

Enfin, la mesure de rugosités importantes sur des multicouches déposées sur des couches poreuses, constitue un résultat « étonnant » au regard de leurs propriétés magnétiques. D'une part, les cycles d'hystérésis mesurés sur les échantillons composés de couche poreuse de 5 μm d'épaisseur sont carrés et leurs champs coercitifs sont proches de ceux mesurés pour les mêmes dépôts réalisés sur des substrats de silicium. D'autre part, les multicouches déposées sur des couches poreuses de 10 μm d'épaisseur présentent des cycles non carrés et des champs coercitifs beaucoup plus importants, bien qu'ayant une rugosité équivalente. Ces études vont se poursuivre notamment par une étude TEM afin d'approfondir la compréhension du lien entre la structure et les propriétés magnétiques.

Même si cette étude reste en partie incomplète nous avons réalisé notre premier objectif : établir des conditions pour lesquelles les dépôts présentent toujours une anisotropie perpendiculaire et des cycles d'hystérésis carré. Il suffit pour cela de déposer les multicouches sur une couche poreuse de 5 μm d'épaisseur. Nous avons ensuite étudié les propriétés des multicouches déposées sur des substrats structurés de silicium poreux de 5 μm d'épaisseur.

(c) *Propriétés des couches déposées sur un substrat structuré de silicium poreux*

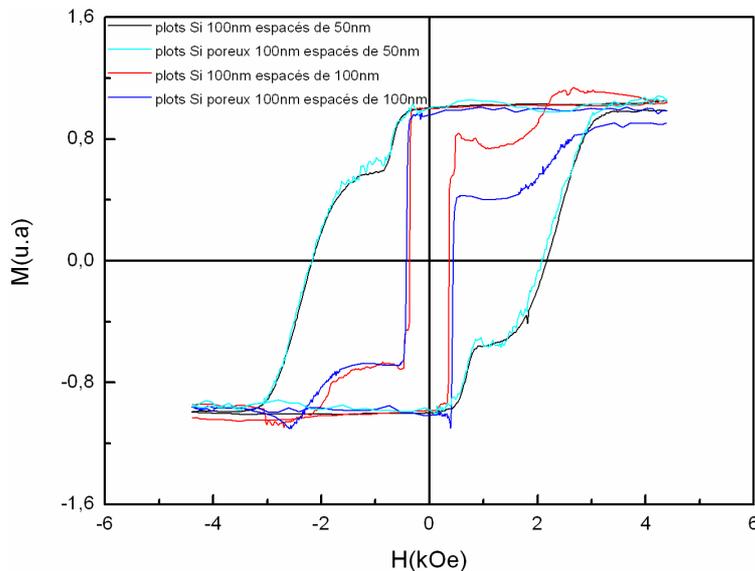


Figure IV-22 : Cycles d'hystérésis mesurés par effet Kerr polaire de multicouches $\text{Pt}_{10\text{nm}}/(\text{Co}_{0.6\text{nm}}/\text{Pt}_{1.8\text{nm}})_4$ déposées sur des réseaux de plots de 100nm espacés de 100nm et de 50nm en silicium et en silicium poreux.

Selon le procédé exposé au paragraphe IV.1.ii, nous avons réalisé une couche poreuse de 5 μm d'épaisseur dans un substrat structuré de silicium, une multicouche Co/Pt a ensuite été déposée.

La Figure IV-22 présente des cycles d'hystérésis mesurés par effet Kerr polaire de ces multicouches déposées sur des réseaux de plots de 100nm en silicium et en silicium poreux, avec un espacement entre plots de 100nm ou 50nm. Nous observons pour chacun des cycles une séquence de renversement, à bas champ, pour le dépôt dans les tranchées et une autre, à haut champ, pour celui sur le sommet des plots. L'amplitude correspondant au renversement du sommet des plots est plus importante pour les réseaux avec un espacement de 50nm. En effet ceux-ci sont plus denses, la surface totale de matériel magnétique sur le sommet est donc plus grande. D'autre part, les cycles d'hystérésis correspondant au substrat poreux sont assez proches de ceux correspondant au substrat en silicium. Enfin, comme nous l'avons déjà remarqué au paragraphe (a), la distribution des champs de retournement des plots est très large.

Nous avons mesuré ces cycles d'hystérésis pour des températures croissantes, afin de savoir si le retournement d'un seul plot était possible à l'aide d'une assistance thermique en champ proche. Nous avons repéré, pour chaque température de mesure les champs minimaux et maximaux de la distribution de champs de retournement des plots. Nous avons ensuite tracé l'évolution de ces champs avec la température pour obtenir son évolution en température (Figure IV-23et Figure IV-24).

Ces évolutions en température des distributions de champ de retournement sont représentées sur la Figure IV-23 (plots espacés de 100nm) et la Figure IV-24 (plots espacés de 50nm). La distribution est plus large pour les plots espacés de 50nm à température ambiante, mais se rétrécit lorsque la température augmente. Pour l'espacement de 100nm, le haut de la distribution à 430K est plus faible que le bas de la distribution à température ambiante. Il suffira dans ce cas d'appliquer un champ d'environ 1550 Oe tout en chauffant un plot donné à 430K pour ne retourner que le plot chauffé. Pour l'espacement de 50nm, le champ d'écriture est plus faible mais l'élévation de température devra être plus importante, car la distribution de champ de retournement à 430K recouvre encore celle à l'ambiante.

L'inconvénient majeur des multicouches de Co/Pt, même si leur comportement est bien compris, est que le champ de retournement décroît lentement en température. Il faudra donc chauffer localement à des températures importantes pour éviter le recouvrement des distributions des champs de retournement à température ambiante et à haute température, tout en appliquant un champ magnétique relativement fort.

Nous avons donc démarré l'étude d'un autre type de matériau pour lequel la décroissance en température du champ coercitif est plus rapide : les alliages TbFeCoCr.

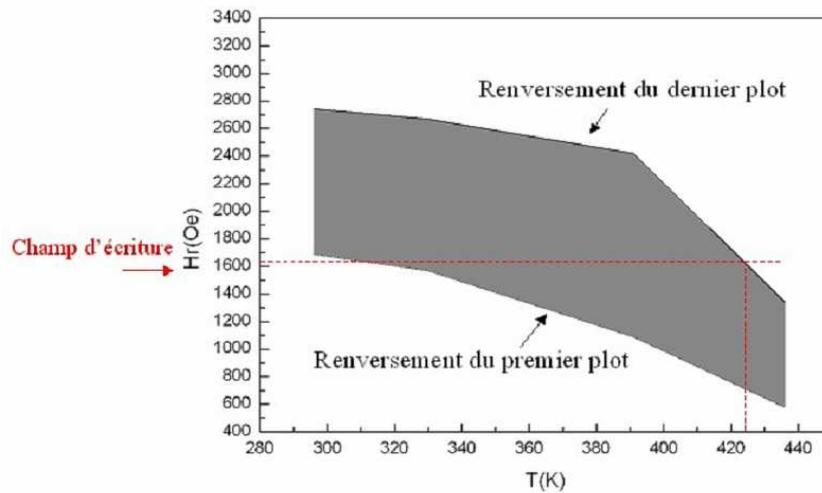


Figure IV-23 : Evolution en température de la distribution des champs de retournement de plots en silicium poreux de 100nm espacés de 100nm, recouverts de $Pt_{10nm}/(Co_{0.6nm}/Pt_{1.8nm})_4$

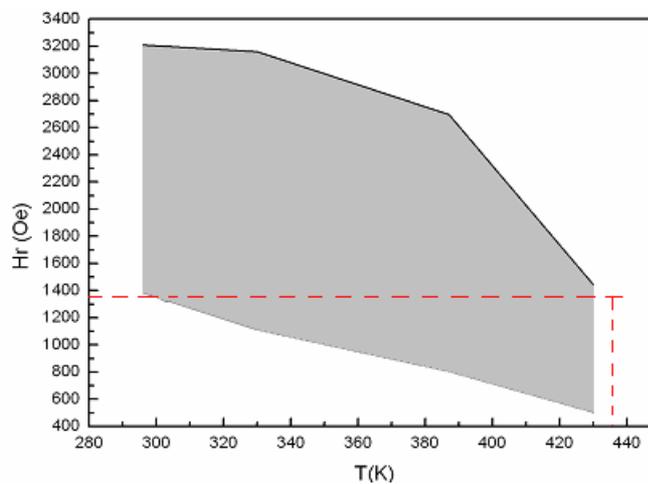


Figure IV-24 : Evolution en température de la distribution des champs de retournement de plots en silicium poreux de 100nm espacés de 50nm, recouverts de $Pt_{10nm}/(Co_{0.6nm}/Pt_{1.8nm})_4$

IV.2.ii. Caractérisations magnétiques des couches de TbFeCoCr

Les alliages amorphes terre-rare/métaux de transition, comme le TbFeCoCr sont déjà très utilisés dans l'enregistrement magnéto-optique en raison de leur forte anisotropie perpendiculaire [127], [128], [129]. De plus sous certaines conditions, leur champ coercitif à température ambiante est très important et décroît très rapidement en température.

(a) *Propriétés des couches déposées sur des substrats continus*

❖ Propriétés magnétiques des alliages Terre rare-Métal de transition

L'aimantation globale d'un alliage terre-rare/métal de transition est la somme de l'aimantation du sous-réseau des atomes de la terre-rare (induite par les électrons 4f) et de celle du sous-réseau des atomes du métal de transition (induite par les électrons 3d). Le magnétisme des alliages terres rares-

métal de transition dépend des interactions d'échange 3d-4f. Dans le cas d'une terre rare lourde comme le terbium (bande 4f plus qu'à moitié pleine) le couplage entre les moments de la terre rare et du métal de transition est antiparallèle. L'aimantation de chacun des sous réseaux décroît lorsque la température augmente (Figure IV-25 (a)), sans suivre la même loi. Il existe alors une température dite température de compensation T_{comp} à laquelle les aimantations des deux sous réseaux se compensent. L'aimantation globale est alors nulle. La température de compensation dépend de la proportion des atomes de terbium par rapport à ceux des métaux de transition et varie en fonction de la composition de l'alliage. A cette température, le champ coercitif, inversement proportionnel à l'aimantation [128], est très élevé (Figure IV-25(b)).

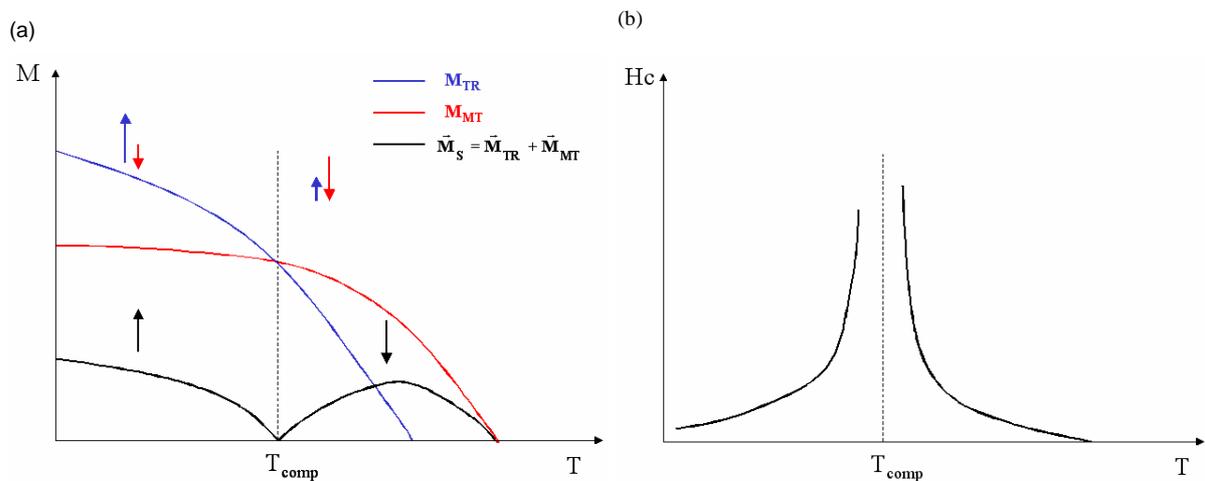


Figure IV-25 : Evolution de l'aimantation (a) et du champ coercitif (b) d'un alliage terre-rare/métal de transition, dans le cas d'une terre rare lourde comme le terbium.

Même si l'alliage est amorphe, il présente une forte anisotropie perpendiculaire qui peut avoir plusieurs origines: magnéto-élastique, dipolaire ou électrostatique[128], [129], [130]. Les propriétés magnétiques de l'alliage dépendent très fortement des conditions de dépôt et des variations de composition induites dans la couche.

Nous avons étudié un alliage de $Tb_{21.6}Fe_{65}Co_8Cr_{5.4}$ de 25 ou 50nm d'épaisseur recouvert de 20nm de Si_3N_4 pour éviter l'oxydation de la couche magnétique. Ces couches ont été déposées sur des substrats de silicium et sur des couches poreuses de $5\mu m$ d'épaisseur. Nous constatons que les couches déposées sur un substrat continu présentent une anisotropie perpendiculaire et un cycle d'hystérésis carré. Sur les Figure IV-26(a) et (b) sont reportés les cycles d'hystérésis de couches de 25nm et 50nm d'épaisseur déposées sur des substrats continus de silicium⁸. Le renversement de l'aimantation est très abrupte, signe que la propagation des parois se fait rapidement. Les mêmes couches ont été déposées sur une couche de silicium poreux de $5\mu m$ d'épaisseur. La couche de TbFeCoCr de 25nm d'épaisseur,

⁸ A 22°C, le champ coercitif de la couche de 50nm d'épaisseur déposée sur un substrat de silicium est trop important pour être mesuré, c'est pourquoi nous avons reporté pour cette épaisseur les cycles d'hystérésis mesurés à 50°C.

trop endommagée n'a pu être mesurée. Le dépôt de 50nm d'épaisseur présente lui un cycle d'hystérésis carré(Figure IV-26(c)). Cependant son champ coercitif est plus faible et le retournement s'effectue de manière beaucoup moins abrupte, signe que la propagation des parois semble être gênée par la présence de l'interface avec le silicium poreux.

Nous constatons qu'à la fois l'épaisseur de la couche déposée et la nature du substrat agissent sur le champ coercitif et le mécanisme de retournement de l'aimantation.

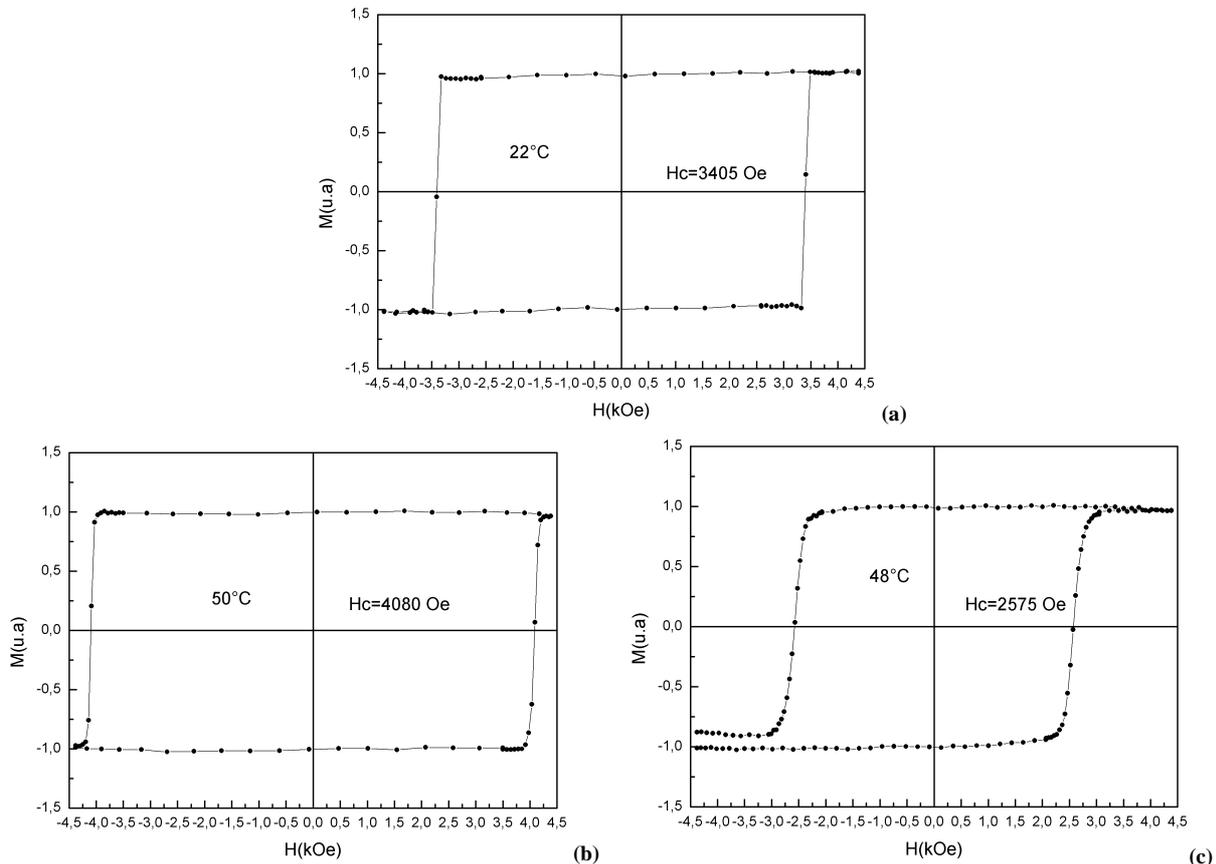


Figure IV-26 : Cycles d'hystérésis mesurés par effet Kerr polaire à température ambiante d'une couche $Tb_{21.6}Fe_{65}Co_8Cr_{5.4}$ de 25nm d'épaisseur déposée sur un substrat de silicium (a), à 50°C de couches de 50nm d'épaisseur déposées sur un substrat de silicium (b), et sur une couche de silicium poreux de 5 μ m d'épaisseur (c) 8

❖ Influence de l'épaisseur déposée sur la température de compensation

Nous constatons tout d'abord que l'évolution en température n'est pas la même pour les couches d'épaisseurs différentes déposées sur silicium (Figure IV-27). Nous n'avons pas pu mesurer le cycle d'hystérésis à température ambiante pour la couche de 50nm, car son champ coercitif est supérieur au maximum de champ applicable, égal à environ 4.6kOe. Il décroît très vite pour n'être plus que de 300 Oe à 430K. La couche de 25nm d'épaisseur a, elle, un champ coercitif de l'ordre de 3.5kOe qui devient quasi nul à 430K. Pour toutes les températures mesurées, le champ coercitif de la couche de 25nm est plus faible que celui de la couche de 50nm. Des mesures comparables effectuées pendant mon stage de DEA ou reportées dans la littérature [128] montrent en effet que la température de compensation est décalée vers les hautes températures lorsque l'épaisseur augmente. Malmhäll *et*

al. [131] expliquent, pour le TbFe, cette dépendance vis à vis de l'épaisseur par une variation de composition effective des couches. Cette composition effective représente la proportion d'atomes de terbium effectivement couplés avec les atomes des métaux de transition. Ils montrent que du fait de la croissance granulaire du TbFe, la taille des grains augmente tandis que l'espacement entre les grains diminue pour des épaisseurs déposées croissantes. Un film fin se comporte alors comme si la concentration en atomes de terbium était plus faible que pour un film épais. D'autre part, on s'attend alors pour de faibles épaisseurs à avoir plus de centres de nucléation à la création de domaines magnétiques inverses. A une température donnée, le champ coercitif est donc plus faible pour des couches plus fines. Ceci explique que la température de compensation de la couche de 25nm soit plus faible que celle de 50nm d'épaisseur.

Un autre raison peut-être une faible variation de composition. La température de compensation et le champ coercitif sont très dépendants de la composition des couches lorsque la température est proche de la température de compensation. Ainsi pour les alliages TbFeCoCr, une augmentation de 0.1% de la composition en terbium entraîne un accroissement de 1kOe pour le champ coercitif [132]. Or, le contrôle de la composition des couches est impossible avec une telle précision. De très faibles variations des paramètres de dépôts peuvent entraîner de très faibles variations de composition. De plus, une partie de la couche peut s'oxyder pendant le dépôt au contact de la couche d'oxyde (natif ou thermique) recouvrant le substrat de silicium. Cette oxydation aura d'autant plus d'influence que la couche déposée est fine. Les atomes de terre rare étant très facilement oxydables, cette oxydation est équivalente à une augmentation de la concentration en cobalt et entraîne une diminution de la température de compensation. Cela correspond en effet à ce que l'on observe.

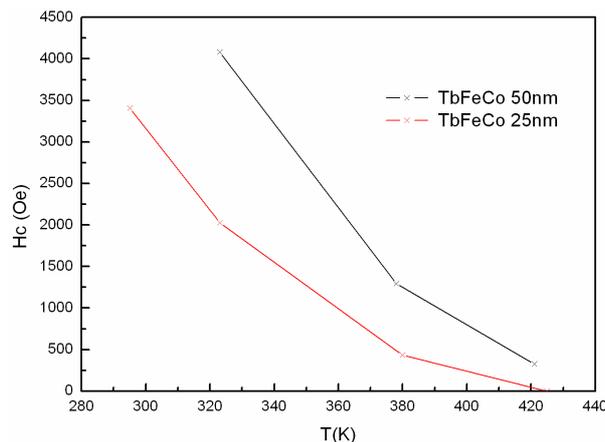


Figure IV-27 : Evolution en température du champ coercitif mesuré par effet Kerr polaire de couches de $Tb_{21,6}Fe_{65}Co_8Cr_{5,4}$ de 25nm (courbe rouge) et 50nm (courbe noire) d'épaisseur, déposées sur substrat de silicium.

❖ Influence du substrat sur le champ coercitif et sur la température de compensation

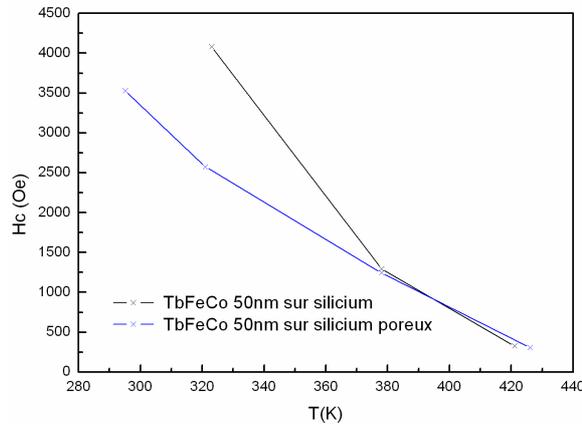


Figure IV-28 : Evolution en température du champ coercitif mesurée par effet Kerr polaire de couches de $Tb_{21.6}Fe_{65}Co_8Cr_{5.4}$ de 50nm d'épaisseur déposées sur silicium (courbe noire) et sur 5µm de silicium poreux (courbe bleue).

Des couches de 25 et 50nm d'épaisseur ont été déposées sur des couches de silicium poreux de 5µm d'épaisseur. Les mesures par effet Kerr polaire sur ces échantillons ont montré que les propriétés magnétiques de la couche de 25nm n'étaient pas homogènes sur toute la surface, peut-être à cause d'une inhomogénéité de la couche poreuse. En revanche, la couche de TbFeCoCr de 50nm conserve une bonne homogénéité et une anisotropie perpendiculaire avec des cycles d'hystérésis carrés. L'évolution en température de son champ coercitif est différente de celle de la même couche déposée sur un substrat de silicium. Sa température de compensation est inférieure et la décroissance en température est plus lente. Pour des températures supérieures à 380K, les champs coercitifs deviennent quasiment égaux. Les deux phénomènes présentés précédemment peuvent encore expliquer la modification du champ coercitif observée ici : une variation dans la microstructure de la couche et une variation faible de la composition. Concernant plus précisément la microstructure de la couche, Brown *et al.* ont observé que la rugosité du substrat avait une influence sur la forme du cycle d'hystérésis et sur la valeur du champ coercitif [133]. Pour des dépôts effectués sur des substrats non rugueux, le renversement de l'aimantation est initié par nucléation d'un domaine inverse suivie par une rapide propagation de paroi. A plus hautes températures, les processus de nucléation pure et de nucléation/propagation sont moins distinguables. Pour des dépôts sur substrat rugueux, le renversement de l'aimantation va suivre ce dernier comportement à toutes les températures.

Le silicium poreux qui peut induire une granulométrie plus importante (voir paragraphe IV.2.i) provoque une diminution du changement coercitif de la couche en augmentant le nombre de défauts et modifie probablement le mode de renversement de l'aimantation. Cela se traduit par des cycles d'hystérésis plus arrondis (Figure IV-22(c))

Des couches de TbFeCoCr ont été déposées sur substrat structuré et les cycles d'hystérésis de ces couches ont été mesurés à différentes températures.

(b) Etude des couches déposées sur des substrats structurés en silicium et en silicium poreux

❖ Dépôts sur des réseaux structurés de Silicium

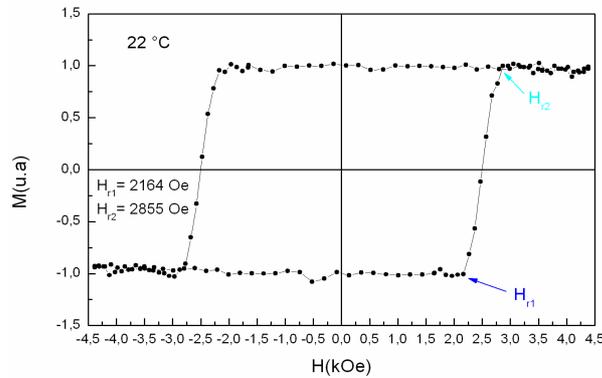


Figure IV-29 : Cycle d'hystérésis perpendiculaire au plan mesuré par effet Kerr polaire à température ambiante d'une couche de $Tb_{21.6}Fe_{65}Co_8Cr_{5.4}$ de 25nm d'épaisseur déposée sur des plots en silicium de 100nm de côté, de 300nm de haut et espacés de 100nm

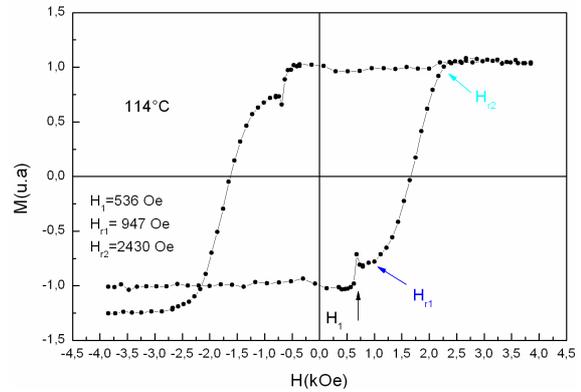


Figure IV-30 : Cycle d'hystérésis perpendiculaire au plan mesuré par effet Kerr polaire à 114°C d'une couche de $Tb_{21.6}Fe_{65}Co_8Cr_{5.4}$ de 50nm d'épaisseur déposée sur des plots en silicium de 100nm de côté, de 300nm de haut et espacés de 100nm

Les figures IV-29 et IV-30 représentent respectivement les cycles d'hystérésis perpendiculaire au plan des couches de TbFeCoCr de 25nm d'épaisseur (à température ambiante) et 50nm d'épaisseur (à 114 °C, car le champ de saturation à température ambiante est plus important que le champ maximum applicable et celui à 50°C lui est quasiment égal) déposées sur silicium et mesurées par effet Kerr polaire. Nous pouvons observer pour la couche de 50nm (Figure IV-30), deux séquences de renversement très nettes (elles apparaissent à toutes les températures pour lesquelles des cycles d'hystérésis ont été mesurés). Au contraire, le renversement des tranchées n'est pas distinguable du renversement des plots pour la couche de 25nm d'épaisseur (Figure IV-29).

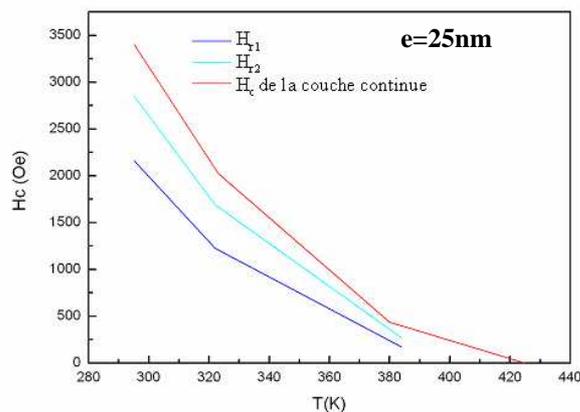


Figure IV-31 : Evolution des champs de retournement (courbes bleue et cyan) d'une couche de $Tb_{21.6}Fe_{65}Co_8Cr_{5.4}$ de 25nm d'épaisseur, déposée sur des plots en silicium de 100nm de côté, de 300nm de haut et espacés de 100nm, en comparaison avec le champ coercitif d'une même couche déposée sur substrat continu de silicium.

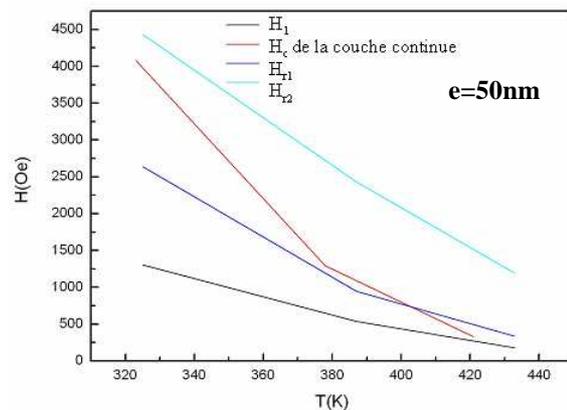


Figure IV-32 : Evolution des champs de retournement (courbe noire : renversement dans les tranchées, courbes bleue et cyan : retournement aux sommets des plots) d'une couche de $Tb_{21.6}Fe_{65}Co_8Cr_{5.4}$ de 50nm d'épaisseur, déposée sur des plots en silicium de 100nm de côté, de 300nm de haut et espacés de 100nm, en comparaison avec le champ coercitif d'une même couche déposée sur substrat continu de silicium

Il n'est pas évident d'expliquer les différences de comportement coercitif de ces deux couches à partir de ces seules courbes d'aimantations.

Nous pouvons tout d'abord penser que le mécanisme de retournement de l'aimantation n'est pas le même pour les deux épaisseurs de couches déposées. D'une part, le cycle d'hystérésis de la couche de 50nm d'épaisseur ressemble à celui obtenu pour des multicouches Co/Pt déposées sur un substrat structuré. Pour ces couches, la forme du cycle d'hystérésis s'expliquait par le fait que sur couche continue le retournement est initié par un évènement unique de nucléation d'un domaine d'aimantation inverse sur un défaut suivi par une propagation immédiate des parois de domaines à l'ensemble de la couche. Pour les couches déposées sur substrat structuré, les flancs des plots forment donc des obstacles à la propagation des parois, les plots se retournent alors indépendamment les uns des autres par nucléation. La diminution du nombre de défauts sur les plots et leur distribution inhomogène par rapport à la couche continue induit des champs de retournements plus importants et une large distribution. Donc, comme pour les multicouches Co/Pt, on peut associer la première séquence de renversement au retournement de l'aimantation au fond des tranchées et la seconde à celle du sommet des plots. Alors que le fond des tranchées se comporte comme une couche continue. Le fond des tranchées ayant subi une gravure RIE, le silicium y est plus rugueux. Donc pour les couches de TbFeCoCr, on s'attend alors à ce que le champ de retournement du fond des tranchées soit plus faible que le champ coercitif d'une couche déposée sur un substrat lisse de silicium (voir remarques faites paragraphe □). Cela correspond bien à ce que l'on observe (Figure IV-32), à toutes les températures pour la couche de 50nm d'épaisseur. Il demeure cependant difficile d'expliquer pourquoi le champ de retournement du premier plot est inférieur au champ coercitif de la couche déposée sur un substrat continu pour quasiment toutes les températures, alors que le dernier plot se retourne pour des champs plus élevés. D'autre part, concernant les couches de 25nm d'épaisseur, la forme du cycle d'hystérésis est difficilement interprétable par un mécanisme de retournement par nucléation/propagation. En effet, le sommet des plots et le fond des tranchées se retournent quasiment aux mêmes champs (Figure IV-31). On peut alors penser que sur une couche continue le piégeage des parois est déjà important et que le retournement s'effectue par plusieurs évènements de nucléation. Si les volumes de nucléation mis en jeu sont plus petits que la taille des plots, le comportement coercitif d'une couche déposée sur un substrat structuré est alors peu différent de celui d'une couche continue. Cependant, nous ne sommes pas en mesure d'expliquer pourquoi les champs de retournements des plots sont plus faibles que le champ coercitif de la couche continue (Figure IV-31). Des courbes de première aimantation et des mesures de traînage permettraient de connaître le mode de retournement de l'aimantation selon de l'épaisseur de la couche et de confirmer cette hypothèse.

Néanmoins, même avec cette hypothèse, le comportement des différentes couches n'est pas totalement compris. Nous pouvons alors aussi penser que le profil des couches déposées sur le sommet et dans le fond des tranchées peut avoir une influence sur le retournement de l'aimantation. En effet, si le dépôt sur le bord des plots est plus fin que celui au centre (comme cela est illustré

Figure IV-33), le champ de nucléation est localement beaucoup plus faible. La nucléation de domaines inverse pourrait alors être facilitée en bord de plot. De plus, comme le gradient d'épaisseur en bord de plots et dans les tranchées est a priori plus important sur une couche de 50nm, on s'attend aussi dans ce cas à ce que les champs de retournement des tranchées et du fond des plots soient différents. Si on poursuit ce raisonnement jusqu'au bout, selon la forme du profil supposé (Figure IV-33(b)), la couche est globalement plus épaisse dans la tranchée que celle sur le sommet du plot. Or le champ coercitif diminue lorsque l'épaisseur décroît, cela signifierait que le champ de retournement des plots est plus faible que celui des tranchées. La large distribution des champs de la deuxième partie du cycle, qui correspond alors d'après ce raisonnement au renversement des tranchées, n'est alors plus explicable. D'autre part, des observations TEM sont ici indispensables pour connaître le profil réel des couches déposées.

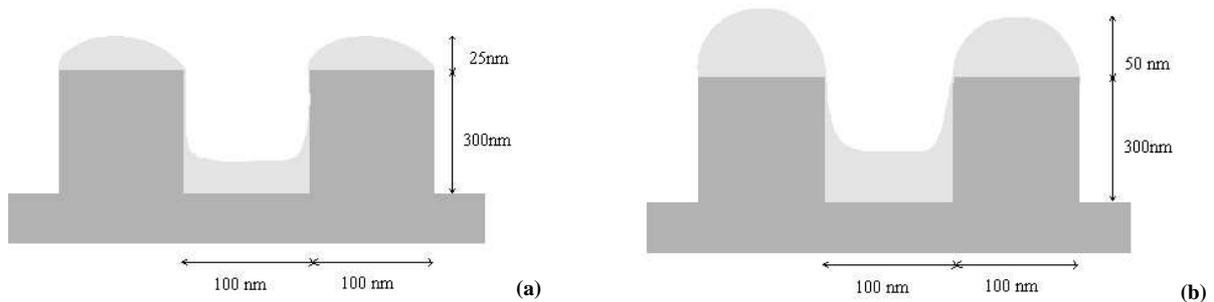


Figure IV-33 : Représentation schématique des dépôts de TbFeCoCr sur un réseau de plots de 100nm de côté, haut de 300nm et espacés de 100nm, lorsque l'épaisseur de la couche est de 25 nm (a) ou 50nm (b)

Donc aucune des deux hypothèses présentées ici ne permet d'expliquer totalement le comportement de nos couches. Des études complémentaires sont indispensables. Etant donnée la largeur de la distribution des champs de retournement observée dans la deuxième partie du cycle d'hystérésis de la couche de 50nm, il est plus probable que celle-ci corresponde au renversement des plots. Nous avons reporté sur la Figure IV-31 l'évolution en température des champs de retournement pour une couche de 25nm d'épaisseur et sur la Figure IV-32 pour une couche de 50nm d'épaisseur. Pour le dépôt de 25nm d'épaisseur, les champs H_{r1} et H_{r2} représentent respectivement le champ pour lequel le retournement s'initie sur les plots et au fond des tranchées et le champ de saturation. Pour le dépôt de 50nm d'épaisseur, H_1 pourrait correspondre au champ de retournement au fond des tranchées, tandis que H_{r1} et H_{r2} pourrait coïncider aux champs de retournement du premier et du dernier plot.

Donc, a priori même si elles ne sont pas encore comprises pour l'instant, les couches de TbFeCoCr déposées sur substrat structuré offrent des propriétés magnétiques intéressantes pour l'enregistrement thermomagnétique sous pointe car le champ magnétique et l'élévation de température nécessaire sont plus faibles que ceux exigés pour un média formé de multicouches Co/Pt. En effet, pour la couche de 25nm le champ de retournement des plots est nul pour des températures supérieures

à 380K (Figure IV-31). Et pour la couche de 50nm, le dernier plot se retourne à 4500 Oe à l'ambiante et à 1500 Oe à 430K (Figure IV-32). Une optimisation des conditions de dépôts, de la composition et de l'épaisseur des couches permettraient de réduire ce champ en diminuant la température de compensation. Malheureusement, ce travail n'a pu être effectué car nous ne disposons que d'un nombre limité d'échantillons, le fonctionnement de la machine de pulvérisation du Légi ayant été interrompu.

Les propriétés de ces dépôts sur un substrat structuré de silicium poreux ont aussi été étudiées.

❖ Dépôts sur des substrats structurés de silicium poreux

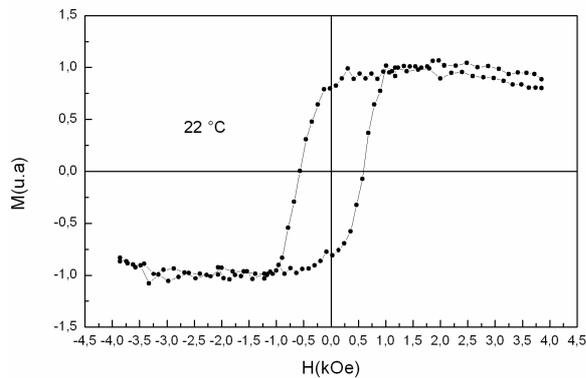


Figure IV-34 : Cycle d'hystérésis perpendiculaire au plan mesuré par effet Kerr polaire à température ambiante d'une couche de $Tb_{21.6}Fe_{65}Co_8Cr_{5.4}$ de 25nm d'épaisseur déposée sur des plots en silicium poreux de 100nm de côté, de 300nm de haut et espacés de 100nm

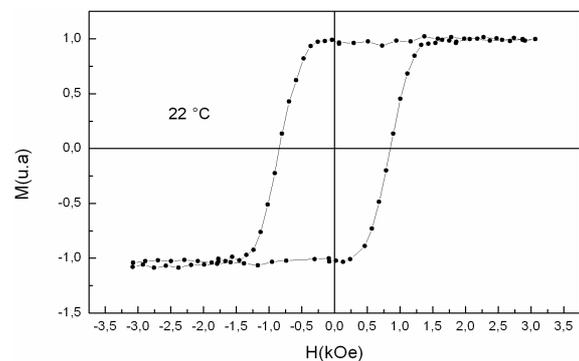


Figure IV-35 : Cycle d'hystérésis perpendiculaire au plan mesuré par effet Kerr polaire à température ambiante d'une couche de $Tb_{21.6}Fe_{65}Co_8Cr_{5.4}$ de 50nm d'épaisseur déposée sur des plots en silicium poreux de 100nm de côté, de 300nm de haut et espacés de 100nm

Les figures IV-34 et IV-35 représentent les cycles d'hystérésis perpendiculaires au plan de couches de TbFeCoCr de 25 et 50nm respectivement, déposées sur un substrat structuré de silicium poreux et mesurés par effet Kerr polaire. Le cycle pour une couche de 25 nm d'épaisseur ne conserve pas une rémanence unitaire au contraire de celui mesuré sur la couche de 50nm. Les mesures en température sur cette dernière ont montré que les champs de retournement étaient plus faibles que ceux mesurés pour les couches de même épaisseur déposées sur un substrat continu ou structuré de silicium ainsi que ceux mesurés pour un échantillon composée d'une couche continue de silicium poreux. Le champ de retournement devient par exemple quasiment nul à partir de 111°C.

Nous pouvons donc conclure que ces médias offrent des propriétés magnétiques intéressantes pour l'enregistrement thermomagnétique, car ils permettent de retourner localement l'aimantation à l'aide de champs et d'élévations de température plus faibles que pour des médias constitués de multicouches Co/Pt. De plus, l'influence de la taille des structures sur leurs propriétés magnétiques peut constituer une étude fondamentale intéressante. Enfin, une optimisation des dépôts (composition et épaisseur) est nécessaire, afin d'obtenir des champs de renversement les plus différents possibles pour le sommet des plots et le fond des tranchées, mais aussi pour obtenir une aimantation suffisante

pour permettre une observation MFM des plots retournés. Les images MFM réalisées sur nos échantillons n'ont pas fait apparaître suffisamment de contraste, pour identifier la configuration magnétique de certains plots, rendant ainsi impossible la lecture de points mémoire inscrits par écriture thermomagnétique. C'est la raison pour laquelle ces échantillons n'ont pu être utilisés par la suite.

IV.3 Caractérisations thermiques

Le but de ces mesures est d'évaluer les conductivités thermiques des différents éléments constituant nos médias afin de confirmer les valeurs utilisées pour les simulations numériques et de mettre en évidence d'éventuels effets de taille sur le transport de chaleur dans les nanostructures. Les mesures présentées dans cette partie ont été réalisées au Laboratoire d'Optique Physique à l'ESPCI à Paris

IV.3.i. Principe de la mesure par thermoréflectance

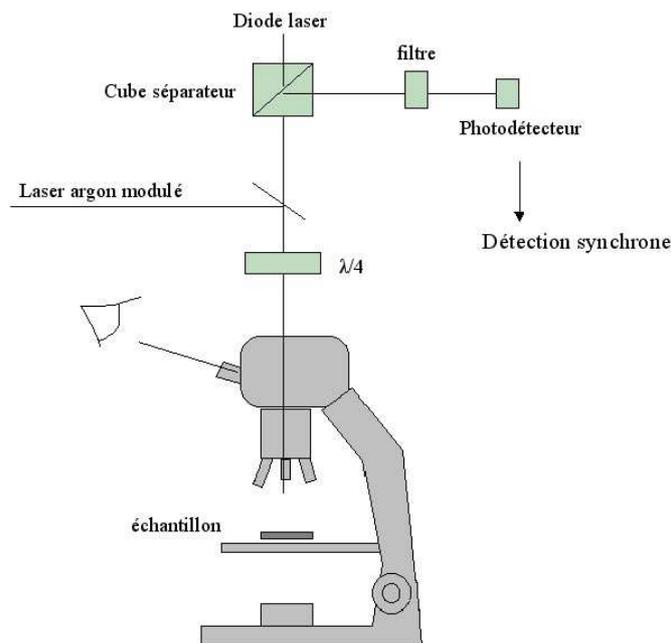


Figure IV-36 : Schéma du montage expérimental utilisé pour les mesures de thermoréflectance.

Le principe d'une mesure de thermoréflectance est d'éclairer une surface avec un flux de lumière monochromatique et d'enregistrer la variation de l'intensité et du déphasage du flux réfléchi associée à une variation de température. Le facteur de réflexion de la lumière dépend en effet de la température. Sa variation en fonction de la variation de température peut s'écrire sous la forme :

$$\Delta R = \frac{\partial R}{\partial T} \Delta T \quad (7)$$

La valeur du coefficient de réflexion $\frac{\partial R}{\partial T}$ est de l'ordre de 10^{-5} à 10^{-4} K^{-1} selon les matériaux. Une variation de 100

degrés, entraîne donc une variation du coefficient de réflexion de 10^{-2} à 10^{-3} . Pour détecter une telle variation, il faudrait pouvoir stabiliser le flux incident à 10^{-4} près au moins. Une mesure en continu est donc difficile. En utilisant une détection synchrone la mesure d'une faible variation alternative est réalisable.

Dans le montage expérimental utilisé, l'échantillon est chauffé à l'aide d'un faisceau laser pompe, de $1.5 \mu\text{m}$ de diamètre, émettant dans le vert. L'intensité du faisceau pompe est modulée à une fréquence f de quelques kHz à quelques MHz. Une diode laser est utilisée comme faisceau sonde, de

8 μ m de diamètre et dont la longueur d'onde est dans le rouge. L'amplitude et le déphasage du flux réfléchi du faisceau sonde sont mesurés à la fréquence f . La température à une distance r de la source de chaleur sur la surface de l'échantillon est donnée par :

$$T(r,t) = T(0) \frac{\mu}{r} \exp\left(-\frac{r}{\mu}\right) \cos\left(\omega t - \frac{r}{\mu}\right) \quad (8)$$

où μ , la longueur de diffusion thermique, est donnée par :

$$\mu = \sqrt{\frac{2k}{\rho C \omega}} = \sqrt{\frac{2D}{\omega}} \quad (9)$$

avec k , ρ , C et D respectivement la conductivité thermique, la densité, la capacité calorifique et la diffusivité thermique du milieu. D'après l'équation (8), la phase de l'intensité réfléchie est une fonction linéaire de la distance à la source chaude, dont la pente est inversement proportionnelle à la longueur de diffusion thermique.

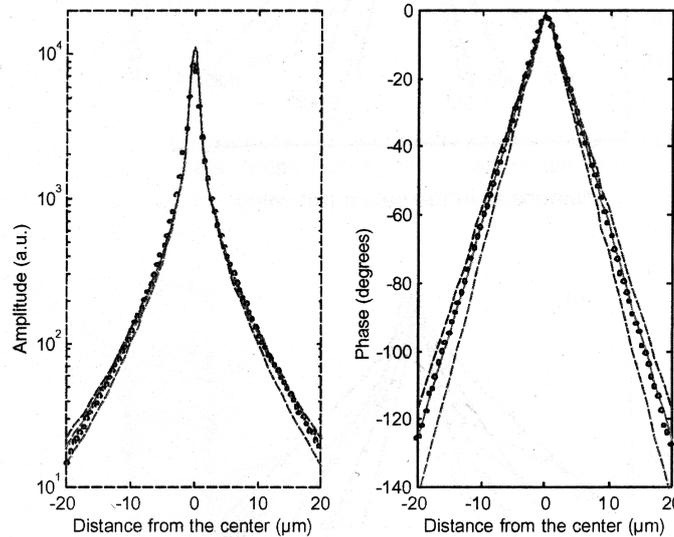


Figure IV-37 : Signal de thermorélectance en phase et en amplitude d'un échantillon de GaAs à 100kHz (cercle) et simulations en prenant $D=0.2, 0.26$ et $0.3 \text{ cm}^2/\text{s}$ (pointillés de l'intérieur vers l'extérieur)

Un programme de simulation écrit avec le logiciel Matlab permet par ailleurs de calculer les profils de température à la surface d'un milieu avec plusieurs couches de matériaux différents. Par comparaison des résultats expérimentaux avec les profils de température calculés à plusieurs fréquences, on déduit la diffusivité et la conductivité thermique. La Figure IV-37 montre un exemple de mesure de thermorélectance, réalisée au Laboratoire d'optique physique à l'ESPCI, sur un échantillon de GaAs.

IV.3.ii. Mesure des conductivités thermiques du silicium poreux et de la multicouche Co/Pt

(a) Conductivité thermique du silicium poreux

Nous avons tout d'abord mesuré la conductivité thermique de nos couches poreuses de 5µm d'épaisseur. Pour cela une couche de 80nm d'or a été préalablement déposée sur le substrat poreux, afin d'obtenir un coefficient de réflexion plus important et d'éviter que la création de porteurs dans le silicium par absorption directe de photons n'affecte les mesures.

Des mesures de thermoréflexance ont été réalisées sur deux échantillons, constitués d'une couche poreuse à 70% de 5 µm d'épaisseur recouverte de 80nm d'or, à différentes fréquences: 5kHz, 30kHz, 100kHz, 300kHz (les résultats sont présentés sur la Figure IV-38 pour un des deux échantillons, le deuxième donnant quasiment les mêmes courbes)

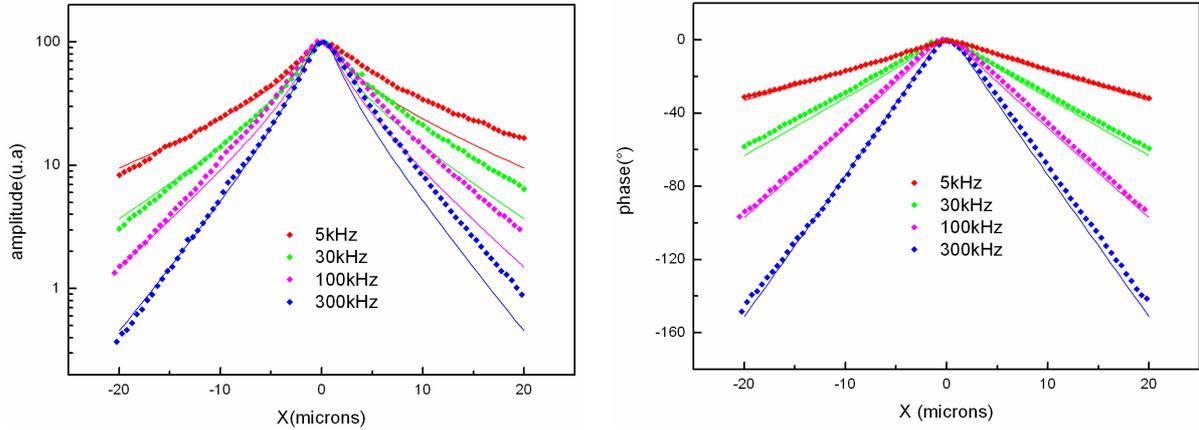


Figure IV-38 : Mesures de thermoréflexance effectuées sur un échantillon de silicium poreux recouvert de 80nm d'or. A gauche est représentée l'amplitude et à droite la phase pour des fréquences de 5kHz, 30kHz, 100kHz et 300kHz. Les courbes en traits pleins représentent les simulations effectuées avec les paramètres reportés dans le Tableau IV-5

Sur la Figure IV-38, nous remarquons que l'ajustement est très bon pour la phase tandis qu'il apparaît moins bon pour l'intensité. Cela provient d'une dissymétrie des courbes d'intensité due certainement à un problème expérimental. Les paramètres des simulations qui permettent le meilleur ajustement avec les courbes expérimentales sont regroupés dans le Tableau IV-5. Pour chaque couche, la diffusivité et la conductivité ne sont pas indépendantes. Elles sont liées pour le silicium poreux, par exemple, par :

$$D_p = \frac{k_p}{\rho_p C} \quad (10)$$

où ρ_p , la densité volumique du silicium poreux s'exprime en fonction de celle du silicium : $\rho_p = (1-P)\rho$, avec P la porosité et ρ la densité du silicium. La calorifique C du silicium poreux est supposée être peu différente de celle du silicium massif (le nombre de modes d'énergies excitable

thermiquement est supposé inchangé). Le rapport D/k doit donc être de l'ordre de 5.10^5 J.K^{-1} . Avec ces hypothèses, il était impossible de trouver un couple de paramètres respectant cet ordre de grandeur et qui permette d'approcher les courbes expérimentales pour toutes les fréquences. Pour cela, nous avons pris des valeurs de diffusivité et de conductivité thermique pour la couche d'or différentes de celles du massif ($D= 1.26.10^{-4}$ et $k=316 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$). Ces valeurs correspondent par ailleurs à celles reportées dans la littérature pour des couches minces d'or [134].

Tableau IV-5 : Paramètres utilisés pour les simulations de thermoréfectance sur un échantillon de silicium poreux recouvert d'or.

	Epaisseur	Diffusivité	Conductivité
Or	80 nm	$6,3.10^{-5} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$	$157 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$
Silicium poreux	5 μm	$2,2.10^{-7} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$	$0,16 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$
Silicium	500 μm	$9.10^{-5} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$	$150 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$

Nous obtenons pour le silicium poreux une valeur de $0.16\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ très proche de celles reportées dans la littérature pour une même porosité. C'est la valeur que nous avons utilisée dans les simulations du Chapitre III.

Nous nous sommes ensuite servi de ces valeurs pour estimer la conductivité thermique des couches de Co/Pt déposées sur silicium poreux.

(b) Conductivité thermique des multicouches Co/Pt déposées sur une couche de silicium poreux

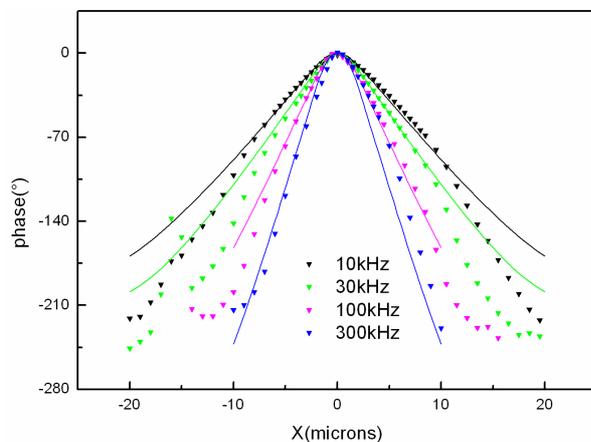


Figure IV-39 : Mesures de thermoréfectance effectuées sur des échantillons de silicium poreux recouverts de $\text{Pt}_{10\text{nm}}/(\text{Co}_{0,6\text{nm}}/\text{Pt}_{1,8\text{nm}})_4$. Courbes de phase à 10kHz, 30kHz, 100kHz, 300kHz. Les courbes en traits pleins représentent les simulations effectuées avec une diffusivité de $4.10^{-6} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$ et une conductivité de $30\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ pour la couche de Co/Pt.

sur ces échantillons.

Une diffusivité $D = 4.10^{-6} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$ et une conductivité thermique $k = 30 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$, permettent d'approcher au mieux les courbes expérimentales pour toutes les fréquences (Figure IV-39). Les valeurs habituelles de résistivité électrique mesurées sur des alliages de CoPt avec 25% de Cobalt sont de l'ordre de $40\mu\Omega\text{cm}$ [100], leur conductivité thermique peut alors être estimée d'après la loi de

Wiedemann Franz à $18\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ du même ordre de grandeur que notre résultat. Il est cependant impossible avec cette méthode de distinguer la conductivité thermique planaire de la conductivité thermique perpendiculaire. Or, celles-ci sont en principe différentes du fait de la nature polycristalline de la couche et de sa très faible épaisseur (voir chapitre II, paragraphe II.3.iii.(e)). La valeur mesurée apparaît donc comme une conductivité thermique effective « moyenne ».

IV.3.iii. Comparaison des diffusivités de substrats structurés et plans

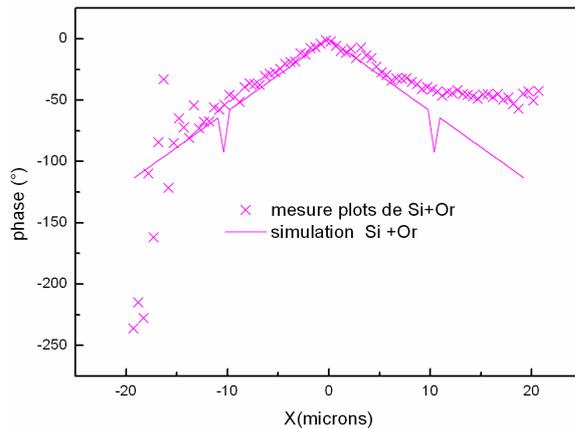


Figure IV-40 : Courbe de phase mesurée en thermoréfectance à 300kHz sur un réseau de plots de silicium recouvert de 80nm d'or et simulation effectuée en considérant une couche continue de silicium (trait plein).

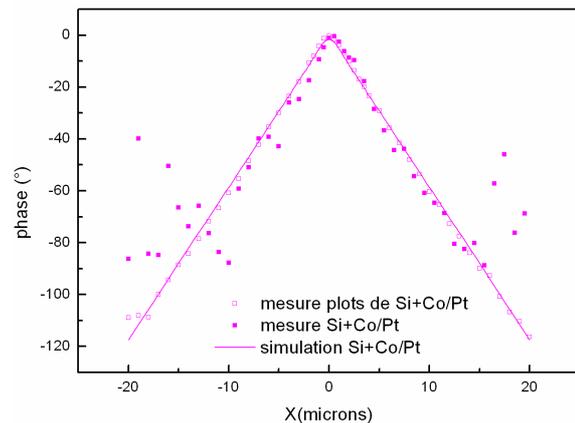


Figure IV-41 : Courbes de phase mesurées en thermoréfectance à 300kHz sur un réseau de plots de silicium et un substrat continu de silicium recouverts de $\text{Pt}_{10\text{nm}}/(\text{Co}_{0.6\text{nm}}/\text{Pt}_{1.8\text{nm}})_4$ et simulation effectuée en considérant une couche continue de silicium (trait plein).

Cette étude a été poursuivie par des mesures de thermoréfectance sur des substrats structurés de silicium et de silicium poreux. Malheureusement les rares mesures effectuées sur les substrats structurés de silicium sont très bruitées (voir Figure IV-40 et Figure IV-41) peut être à cause d'une altération de la couche de couverture. Néanmoins, elles tendent à montrer que le réseau de plots de silicium a une conductivité thermique effective proche de celle du silicium massif. En effet, Les courbes de phase mesurées pour un réseau de plots de silicium recouvert de 80nm d'or peuvent être approchées en effectuant une simulation en considérant un substrat continu de silicium (Figure IV-40). De même, les courbes de phases mesurées sur des couches de $\text{Pt}_{10\text{nm}}/(\text{Co}_{0.6\text{nm}}/\text{Pt}_{1.8\text{nm}})_4$ déposées sur silicium et sur un réseau de plots de silicium se superposent entre elles et avec la courbe de simulation calculée en considérant un substrat continu de silicium (Figure IV-41). Il n'y aurait donc pas de changement de régime de conduction thermique dans des plots de silicium de 100nm de côté, ce qui semble être en contradiction avec les remarques effectuées au chapitre II. Etant donnée la forte conductivité du silicium, il est probable que la chaleur soit diffusée immédiatement dans la profondeur du substrat. La mesure de thermoréfectance est peu sensible à la diffusion latérale par les plots. De plus le faisceau sonde a un diamètre de $8\ \mu\text{m}$. La variation de flux réfléchi est donc moyennée sur 40 plots. Les mesures de thermoréfectance ne permettent donc pas de distinguer la diffusion par les plots de la diffusion par le substrat pour un matériau tel que le silicium.

Les mêmes mesures ont été effectuées pour des plots de silicium poreux recouverts d'or (Figure IV-42) et d'une multicouche Co/Pt (Figure IV-43). nous pouvons constater que la conductivité thermique est plus faible que celle du silicium poreux en couche continue. Nous avons regroupé sur la Figure IV-44, les mesures de phase à 30kHz et 100kHz pour des échantillons composés de silicium , de silicium poreux et de plots en silicium poreux recouverts d'or. Sachant que la pente de la phase en fonction de la distance à la source est inversement proportionnelle à la longueur de diffusion, plus la pente est importante plus la diffusivité et donc la conductivité thermique est faible. Une analyse qualitative montre que le silicium poreux est moins conducteur thermique que le silicium (et aussi par conséquent que les plots de silicium), et les plots en silicium poreux sont plus isolants que le silicium poreux. Plusieurs effets peuvent mener à ce résultat :

- Les substrats de silicium dans lesquels ont été structurés les réseaux de plots n'ont pas le même dopage que les substrats de silicium utilisés pour former les couches poreuses continues. Il est donc possible que leur porosités et par conséquent leurs conductivités thermiques ne soient pas les mêmes. Or les courbes de thermoréfectance mesurées sur une partie poreuse non structurée autour d'un réseau de plots donnent une diffusivité légèrement plus faible ($D=1,5.10^{-7} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$ à comparer avec $2,2.10^{-7} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$ pour la couche continue). Ceci n'explique donc pas la pente beaucoup plus importante observée sur les courbes de phase mesurées sur un réseau de plots poreux. Cependant rien ne prouve que la porosité et donc la diffusivité à l'intérieur même du plot sont les mêmes celles de la couche qui l'entoure. Pour conclure, si la modification de la diffusivité globale est due à un changement de porosité à l'intérieur des plots, il serait intéressant d'effectuer des observations TEM.

- La diffusion de la chaleur dans les plots peut être affectée par la présence de l'air entourant les plots. Là encore la réponse n'est pas claire. Une partie de la chaleur est évacuée par l'air et les pertes sont plus importantes puisqu'il s'agit d'un réseau. Mais sachant que les conductivités thermiques du silicium poreux et de l'air sont proches, la conduction de la chaleur de plot à plot est donc du même ordre que la conduction par l'air. Cela revient à réduire la densité globale du silicium poreux, à même conductivité thermique. L'effet contraire devrait donc se produire : la diffusivité thermique devrait être plus importante (voir formule (10)). Pour en être totalement sûr, il faudrait réaliser une simulation thermique en 3D.

- La conductivité thermique est réduite en raison de la taille du plot.

La compréhension de l'effet des plots sur la conductivité thermique est donc loin d'être totale. Il serait utile de poursuivre les mesures sur des tailles de plots différentes d'espacement variés, ainsi qu'avec des épaisseurs de couches poreuses différentes (pour identifier un éventuel effet de la réduction de la dimension transversale sur la diffusion. Enfin, une analyse quantitative de ces résultats nécessitent une amélioration du programme de simulation pour traiter des problèmes en trois dimensions.

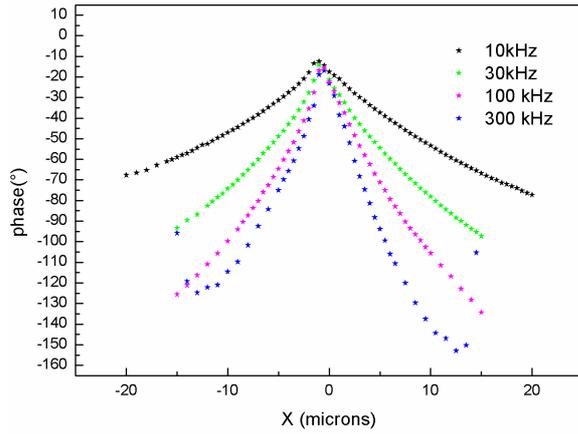


Figure IV-42 : Courbes de phase mesurées en thermoréfectance à 10kHz, 30kHz, 100kHz, 300kHz sur un réseau de plots de silicium poreux recouverts de 80nm d'or.

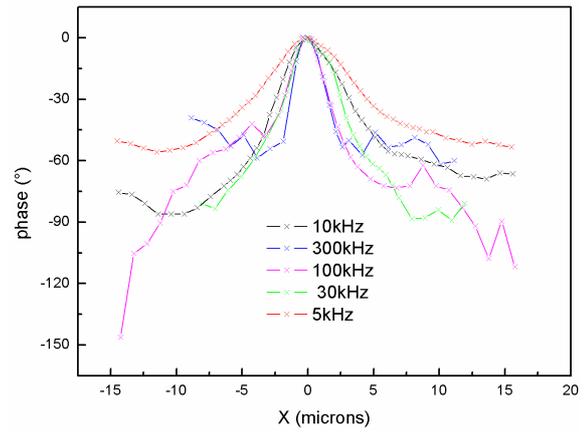


Figure IV-43 : Courbes de phase mesurées en thermoréfectance à 5kHz 10kHz, 30kHz, 100kHz, 300kHz sur un réseau de plots de silicium poreux recouverts de $Pt_{10nm}/(Co_{0.6nm}/Pt_{1.8nm})_4$.

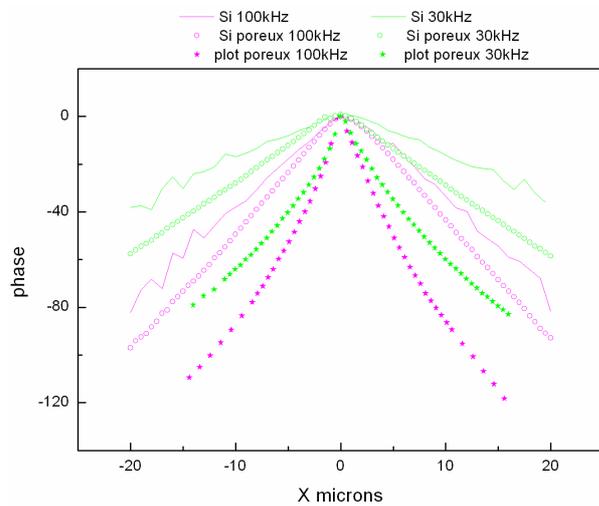


Figure IV-44 : Comparaison des courbes de phase obtenues pour des couches d'or de 80nm déposées sur les différents substrats : silicium, silicium poreux et plots en silicium poreux.

Conclusion :

Dans ce chapitre, nous avons présenté un procédé original et simple de fabrication d'un substrat structuré et isolant afin de satisfaire les conditions, déduites des simulations numériques, nécessaires à un échauffement local suffisant pour réaliser une procédure d'écriture thermomagnétique. Une couche de silicium poreux est formée dans un substrat structuré de silicium.

Les propriétés magnétiques de couches de Co/Pt déposées sur silicium poreux ont été étudiées. Ils s'avèrent que lorsque l'épaisseur de la couche poreuse est de 10 μm , les multicouches conservent une anisotropie perpendiculaire mais réduite. Quelle que soit l'épaisseur de la couche tampon déposée, le cycle d'hystérésis n'est pas carré et le champ coercitif est plus élevé que celui d'une même multicouche déposée sur un substrat de silicium. En revanche les multicouches déposées sur 5 μm de silicium poreux exhibent toutes un cycle parfaitement carré et un champ coercitif proche de celui du même dépôt effectué sur un substrat de silicium. L'origine de ces différences de comportement semble être due à de trop fortes contraintes dans la couche de 10 μm d'épaisseur qui conduisent à des craquelures et à un endommagement de la couche magnétique. Néanmoins, de nouvelles expériences doivent être menées pour comprendre plus finement l'influence de la couche poreuse sur les propriétés magnétiques. Des multicouches Co/Pt ont ensuite été déposées sur des substrats structurés de silicium poreux, et l'évolution en température de leur champ de retournement a été mesurée. Même si l'écriture thermomagnétique est possible, la distribution des champs de retournement est large et décroît lentement en température. Une étude d'un autre type de matériau, un alliage amorphe de TbFeCoCr, a été initiée. Une optimisation de la composition et de l'épaisseur de l'alliage devra être réalisée pour obtenir une rapide décroissance du champ coercitif en température et une aimantation suffisante pour être détectée au MFM.

Des mesures de conductivité thermique par thermoréfectance ont par ailleurs permis d'évaluer la conductivité thermique de la couche de silicium poreux à 0.16W.m⁻¹.K⁻¹. Elles ont aussi permis de mettre en évidence une diffusivité thermique plus faible pour les plots de silicium poreux, alors qu'aucun effet de taille n'a été observé pour les plots de silicium. Il serait alors intéressant de réaliser une étude de la variation de conductivité thermique en fonction de la taille des structures et de la nature du matériau. L'effet de l'extension spatiale du faisceau devra naturellement aussi être pris en compte.

- [107] M. COLBURN, A. GROT, B. J. CHOI, M. AMISTOSO, T. BAILEY, S.V. SREENIVASAN, J.G EKERDT ET C.G. WILLSON « *Patterning non flat substrates with a low pressure, room temperature, imprint lithography processes* », J. Vac. Sci. Technol. B, **19**, p2162 (2001)
- [108] A. LEBIB, « *Nano-impression: étude de procédé et application dans le domaine du nanomagnétisme* », Thèse de l'Université Paris VII (2001)
- [109] S. Y. CHOU, P. R. KRAUSS, W. ZHANG, L. GUO ET L. ZHUANG « *Sub-10 nm imprint lithography and applications* », J. Vac. Sci. Technol. B, **15**, p2897 (1997)
- [110] L. J. GUO, « *Recent progress in naoimprint technology and its application* », J. Phys. D: Appl. Phys., **37**, R123 (2004)
- [111] J. TALLAL, D. PEYRADE, F. LAZZARINO, K. BERTON, C. PERRET, M. GORDON, C. GOURGON, P. SCHIAVONE « *Replication of sub-40nm gap nanoelectrodes over an 8-in. substrate by nanoimprint lithography* », Microelectron. Eng., **78-79**, p676 (2005)
- [112] S. LANDIS, B. RODMACQ, B. DIENY, B. DAL'ZOTTO, S. TEDESCO ET M. HEITZMANN, « *Magnetic properties of Co/Pt multilayers deposited on silicon dot arrays* », Phys. Rev. B., **62**, 12271 (2000)
- [113] S. LANDIS, « *Réseaux de plots sub-microniques réalisés à partir de substrats prégravés* », Thèse de l'Université Joseph Fourier (2001)
- [114] J. MORITZ, « *Enregistrement ultra-haute densité sur réseau de plots magnétiques nanométriques à aimantation perpendiculaire au plan* », Thèse de l'université Joseph Fourier, 2003
- [115] V. BALTZ, « *Effets de taille finie sur les couplages magnétostatiwques et l'anisotropie d'échange dans le domaine de l'enregistrement magnétique* », Thèse de l'université Joseph Fourier, 2005
- [116] A. ULHIR, « *Electrolytic shaping of germanium and silicon* », Bell Syst. Techn. J., p333 (1956)
- [117] M. I. J. BEALE, N. G. CHEW, M. J. UREN, A. G. CULLIS, ET J. D. BENJAMIN, « *Microstructure and formation mechanism of porous silicon* », Appl. Phys. Lett., **46**(1), p86 (1985)
- [118] V LEHMANN ET U. GÖSELE, « *Porous silicon formation: A quantum wire effect*», Appl. Phys. Lett., **58**(8), p856 (1991)
- [119] R.L. SMITH ET S. D. COLLINS, « *Porous silicon formation mechanisms* », J. Appl. Phys., **71**(8), R1 (1992)
- [120] G.GESELE, J. LINSMEIER, V. DRACH, J. FRICKE ET R. ARENS-FISCHER, « *Temperature dependent thermal conductivity of porous silicon* », J. Phys. D:Appl. Phys., **30**, p2911 (1997)
- [121] D. BUTTARD, « *Etude structurale du silicium poreux de type p par diffraction haute résolution des rayons X* », Thèse de l'Université Joseph Fourier (1997)
- [122] M. CYROT, M. DECORPS, B. DIENY, O. GEOFFROY, D. GIGNOUX, C. LACROIX, J. LAFOREST, P. LETHUILLIER, P. MOLHO, J-C. PEUZIN, J. PIERRE, J-L. PORTESEIL, P. ROCHETTE, M-F. ROSSIGNOL, M. SCHLENKER, C. SEGEBARTH, Y. SOUCHE, E. TREMOLET DE LACHEISSERIE, J-P. Yonnet, « *Magnétisme, II - Matériaux et applications* », Presse universitaire de Grenoble (1999)
- [123] K. BARLA, R. HERINO, G. BOMCHIL ET J. C. PFISTER, « *Determination of lattice parameter and elastic properties of porous silicon by X-ray Diffraction* », J. Crystal Growth, **68**, p727 (1984)
- [124] O. BELMONT ET D. BELLET, « *Study of the craquing of the highly porous p+ type silicon during drying* », J. Appl. Phys., **79**, p7586 (1996)
- [125] J.-P. EBERHART, « *Analyse structurale et chimique des matériaux* », Ed. Dunod (1989)
- [126] T.SUZUKI, H. NOTARYS, D. C. DOBBERTIN, C-J LIN, D. WELLER, D. C. MILLER ET G. GORMAN, « *Coercivity Mechanism and Microstructure of (Co/Pt) Multilayers* », IEEE Trans. Magn., **28**(5), p2754 (1992)

- [127] A. LAGRANGE, « *Vers de plus hautes densités : L'enregistrement magnéto-optique dans le vert à 532nm* », Université de Paris-Sud, 1998
- [128] M. ARMAND, « *Etude de couches magnétiques couplées pour disques optiques* », Thèse de l'université Joseph Fourier, 2001
- [129] C. BORDEL, « *Etude de la modification par nitruration des propriétés magnétiques des alliages amorphes TbFe et TbFeCo* », Thèse de l'université Joseph Fourier, 1992
- [130] Y. SUZUKI, S. TAKAYAMA, F. KIRINO ET N. OHTA, « *Single ion model for perpendicular magnetic anisotropy in RE-TM amorphous films* », IEEE Trans. Magn., **23**(5), p2275 (1987)
- [131] R. MALHÄLL, T. CHEN, « *Thickness dependence of magnetic hysteretic properties of rf-sputtered amorphous Tb-Fe alloy thin films* », J. Appl. Phys., **53**(11), p7843(1982)
- [132] G. CHOE, J. ISHII ET S. GUPTA, « *Process optimization studies of high performance recordable minidisks* », J. Appl. Phys., **81**(8), p3842 (1997)
- [133] S. BROWN, J. W. HARELL ET H. FUJIWARA, « *Temperature dependence of magnetization reversal in TbFeCo films* », J. Appl. Phys., **91**(10), p8243(2002)
- [134] G. LANGER, J. HARTMANN ET M. REICHLING, « *Thermal conductivity of thin metallic films measured by photothermal profile analysis* », Rev. Sci. Instrum., **68**(3), p1510(1997)
- [135] H. EBERT, A. VERNES, J. BANHART « *Anisotropic electrical resistivity of ferromagnetic Co-Pd and Co-Pt alloys* », Phys. Rev. B., **54**(12), p8479 (1996)

CHAPITRE V :
FABRICATION ET CARACTERISATION DES POINTES AFM
CHAUFFANTES

V. FABRICATION ET CARACTERISATION DES POINTES AFM CHAUFFANTES	153
<i>V.1 Pointes thermiques existantes</i>	<i>154</i>
V.1.i. Pointes résistives utilisées en microscopie thermique	154
V.1.ii. Pointes chauffantes utilisées pour l'enregistrement	155
(a) Procédé de fabrication d'une pointe AFM	155
(b) Procédé de fabrication d'une pointe AFM chauffante	156
<i>V.2 Procédé de fabrication de pointes chauffantes à partir de pointes commerciales : 158</i>	
V.2.i. Fabrication de masques mécaniques	159
V.2.ii. Dépôts sous masques	160
(a) Dépôt SiO ₂	161
(b) Dépôt métallique	162
<i>V.3 Caractérisations des pointes utilisées</i>	<i>164</i>
V.3.i. Caractéristiques électriques et thermiques des pointes IBM	164
V.3.ii. Pointes maison	165
<i>V.4 Mesures des échanges thermiques entre une pointe et une surface</i>	<i>167</i>
V.4.i. Montage expérimental	167
V.4.ii. Résultats	169

V. FABRICATION ET CARACTERISATION DES POINTES AFM CHAUFFANTES

Introduction :

Afin de réaliser les tests d'écritures, des pointes AFM chauffantes, qui peuvent être chauffées à des températures de l'ordre de 400-500°C, sont nécessaires. Les sondes thermiques commercialisées pour la microscopie AFM thermique sont utilisées pour détecter de faibles variations de température. Même si certaines peuvent fonctionner en mode actif en tant que sources de chaleur localisées, l'échauffement produit est généralement peu important. Des pointes AFM chauffantes, dont les températures de fonctionnement sont de l'ordre de 350-400°C ont été développées pour des projets d'enregistrement, par IBM notamment (voir chapitre I). Elles ne sont cependant pas commercialisées. Une dizaine de pointes de ce type nous a été fournie par IBM. Celles ci ne pouvant pas être montées sur notre microscope AFM commercial, nous n'avons pas pu les utiliser pour des expériences d'écriture thermomagnétiques. En revanche, elles ont une très bonne sensibilité et ont servi de chauffage-thermomètre dans un montage permettant de mesurer les échanges thermiques en champ proche entre une pointe et une surface.

Nous avons donc décidé de réaliser nos propres pointes chauffantes, pour procéder à des tests d'écriture thermomagnétique, sur un microscope AFM commercial (que nous avons par ailleurs modifié spécialement pour ces tests). Parallèlement à ce travail, nous avons développé un montage expérimental afin de mesurer les échanges thermiques en champ proche à l'aide de pointes IBM. L'importance de ces transferts constitue à la fois une étude fondamentale intéressante et une donnée essentielle pour la réussite de l'enregistrement magnétique utilisant une assistance thermique sous pointe.

Dans ce chapitre, nous présentons les différentes pointes chauffantes existantes et leur procédé de fabrication. Nous exposons ensuite le procédé que nous avons imaginé pour concevoir des pointes chauffantes à partir de pointes AFM commerciales, et montrons leurs caractéristiques électriques et thermiques. Finalement, les premières mesures d'échange thermique entre un pointe IBM et une surface sont reportées.

V.1 Pointes thermiques existantes

V.1.i. Pointes résistives utilisées en microscopie thermique

Plusieurs types de pointes sont utilisés en microscopie thermique :

- Les pointes résistives
- Les pointes thermocouple
- Les pointes à effet bilame

Seules les pointes résistives peuvent fonctionner à la fois en mode passif comme thermomètre, et en mode actif comme chauffage local. Les premières pointes thermiques résistives utilisées ont été mises au point par Pylkki [136]. Il s'agit d'un bras de levier formé par un fil de Wollaston dont l'extrémité, en fil coudé de platine-rhodié de $5\mu\text{m}$ de diamètre est l'élément thermosensible de la sonde (Figure V-1). La variation de la résistivité électrique de cet élément est proportionnelle à la variation de température. L'inconvénient de cette sonde est que la zone de contact entre la pointe et l'échantillon est beaucoup plus grande que celle d'une pointe AFM pyramidale classique. Malgré la dimension micrométrique de la pointe, des détails aussi petits que 30nm ont pu être visualisés en imagerie thermique [137]. Néanmoins étant données ces dimensions, le transfert liquide/solide a lieu sur une surface de $0.07\mu\text{m}^2$ environ, et les échanges par l'air sur une surface $3\mu\text{m}^2$ [138]. Ces pointes ne permettent donc pas de localiser la chaleur pour retourner l'aimantation d'un seul plot.

D'autres pointes ont été mises au point pour améliorer la résolution spatiale. Une réalisation consiste par exemple à utiliser une pointe pyramidale classique en nitrure au bout d'un levier de forme triangulaire [139]. Le levier est d'abord recouvert d'un film d'aluminium pour former deux électrodes. Un ruban résistif de platine, déposé par FIB, recouvre la pointe et connecte les deux électrodes (voir Figure V-2). Ces pointes étaient commercialisées par Veeco (elles ne le sont plus actuellement) et pourraient être adaptées à notre AFM. Leur inconvénient majeur est qu'elles sont extrêmement fragiles.

Pour trouver des pointes plus adaptées à notre problème il faut s'intéresser plus particulièrement aux pointes utilisées pour les expériences d'enregistrement thermique.

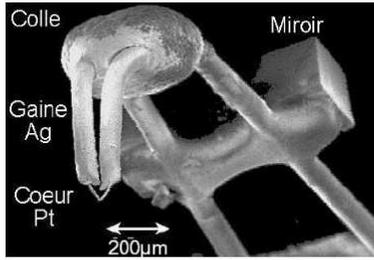


Figure V-1 : Image MEB d'une pointe «Wollaston» [136].

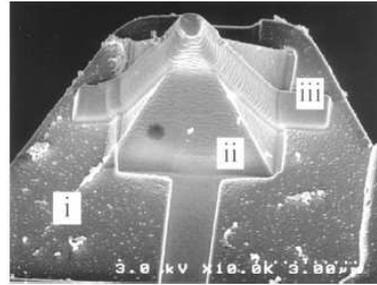


Figure V-2 : Image MEB d'une pointe thermorésistive : (i) Contacts en Aluminium, (ii) Pointe en nitrure de silicium, (iii) Ruban de Platine [139].

V.1.ii. Pointes chauffantes utilisées pour l'enregistrement

Le dispositif d'enregistrement sous pointe le plus avancé est le projet Millipede d'IBM [140]. Comme nous l'avons décrit au chapitre I, des pointes AFM chauffantes sont utilisées pour former des indentations dans un polymère. Ces pointes peuvent être chauffées à des températures de l'ordre de 350°C-400°C en injectant dans le levier des courants inférieurs au milliampère.

(a) Procédé de fabrication d'une pointe AFM

1. Structuration d'une pointe dans un substrat de Silicium



2. Implantation de Bore



3. Définition du levier : lithographie en face avant



4. Lithographie en face arrière et gravure chimique au KOH du Silicium



Figure V-3 : Procédé de fabrication d'une pointe AFM en utilisant une couche en silicium dopé d'arrêt à la gravure chimique du silicium.

Pour réaliser une pointe, un levier de quelques microns d'épaisseurs, en suspension par rapport à un substrat de plusieurs centaines de microns d'épaisseur, doit être structuré. Une des difficultés réside dans la gravure d'un substrat épais de silicium pour former une structure très fine d'épaisseur contrôlée. Pour réaliser des gravures sur des épaisseurs importantes, deux solutions peuvent être envisagées:

- La gravure chimique du silicium dans une solution de potasse
- La gravure RIE profonde

Dans les deux cas l'arrêt de la gravure doit être parfaitement contrôlé. Sachant que le silicium fortement dopé se grave beaucoup plus lentement dans un bain de potasse, une couche d'arrêt à la gravure chimique peut être formée en dopant le silicium sur une certaine épaisseur [141] (Figure V-3). Une pointe est d'abord structurée par gravure ionique réactive (RIE : reactive ion etching) isotrope dans le silicium, puis le substrat subit une implantation d'atomes de bore, suivie d'un recuit pour former une couche de silicium dopée sur quelques microns d'épaisseur. Les contours du levier sont structurés par une lithographie en face avant. Une lithographie en face arrière et une attaque chimique dans une solution de potasse permettent ensuite de graver le silicium en profondeur suivant ses plans (111) et de libérer le levier. Une autre solution consiste à utiliser la couche d'oxyde d'un substrat SOI comme couche d'arrêt à une gravure RIE profonde (DRIE : Deep RIE) en face arrière (Figure V-4). Un substrat SOI est constitué d'un substrat de silicium de plusieurs centaines de microns d'épaisseur, d'une couche de SiO₂ de quelques centaines de nanomètres et d'une couche de silicium de quelques microns. La structuration de la pointe et du levier se fait de la même manière que pour le procédé précédent mais la gravure profonde s'effectue ici par DRIE.

La fabrication de pointes AFM nécessite des équipements tels que:

- un moyen de dopage du silicium (par implantation ou diffusion)
- ou une gravure RIE profonde.

De plus, le levier est défini à la fois par lithographie en face avant et en face arrière. Le réaligement entre les deux niveaux de masque doit être précis à quelques microns près. Un aligneur double face est alors requis. Ces équipements particuliers sont ceux utilisés généralement pour fabriquer les MEMS (Micro-Electro-Mechanical Systems). La réalisation de pointes chauffantes n'est pas beaucoup plus complexe.

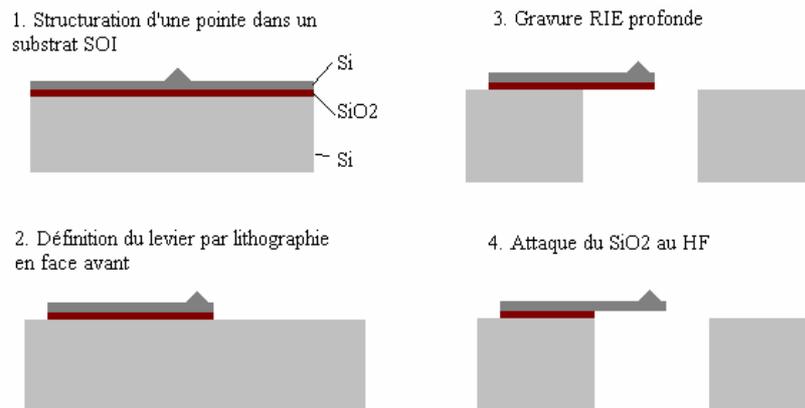


Figure V-4 : Procédé de fabrication d'une pointe AFM en utilisant un substrat SOI. La silice forme une couche d'arrêt à la gravure RIE profonde du silicium.

(b) Procédé de fabrication d'une pointe AFM chauffante

Pour fabriquer une pointe AFM chauffante, l'idée est de définir une zone de plus forte résistance électrique à l'extrémité d'un levier triangulaire. Lorsqu'un courant circule dans le levier, la zone résistive est préférentiellement chauffée par effet Joule. La pointe située sous cette zone résistive est ensuite chauffée par conduction thermique. Deux méthodes sont utilisées pour définir une zone résistive et des amenées de courant.

❖ Par dopage

Les pointes utilisées pour le projet Millipede sont structurées dans un substrat SOI selon un procédé inspiré de celui présenté au paragraphe précédent (Figure V-4). L'extrémité du levier est protégée par de la résine pendant une étape d'implantation d'atomes de bore [142]. La zone plus faiblement dopée (10^{17}at.cm^{-3}) est plus résistive, alors que les bras de levier fortement dopés à 10^{20}at.cm^{-3} permettent la circulation du courant. De larges contacts métalliques permettant d'amener le courant jusqu'au levier en silicium (Figure V-5). Une couche d'or est déposée sur une couche de nickel qui forme une barrière de diffusion à l'or dans le silicium. De plus, un dépôt de nickel sur du silicium fortement dopé constitue un contact ohmique. Dans une procédure d'enregistrement, ces pointes sont chauffées à 350-400°C pour des courants inférieurs au milliampère et leur temps de réponse est de l'ordre de la microseconde. Nous disposons de deux types de pointes, les premières avec des leviers en silicium d'environ 20µm de long (Figure V-5); les secondes avec des leviers plus longs d'environ 50µm.

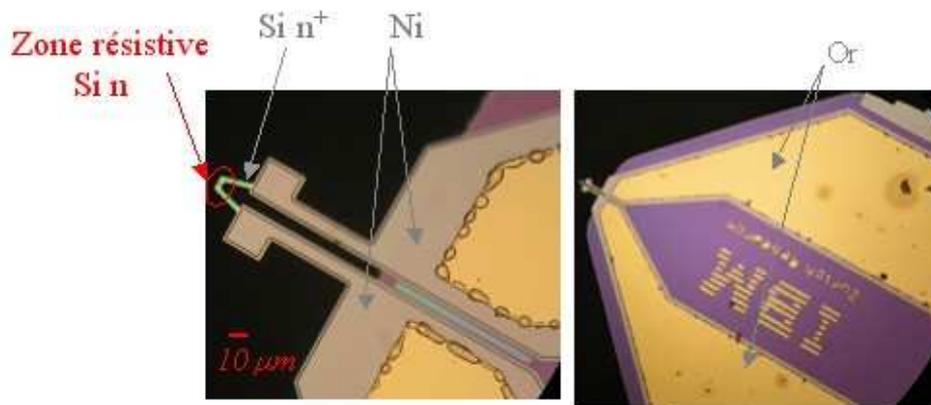


Figure V-5 : Image par microscopie optique d'une pointe IBM chauffante, la zone résistive à l'extrémité du cantilever est entourée d'un cercle rouge.

❖ Par dépôt de contacts métalliques

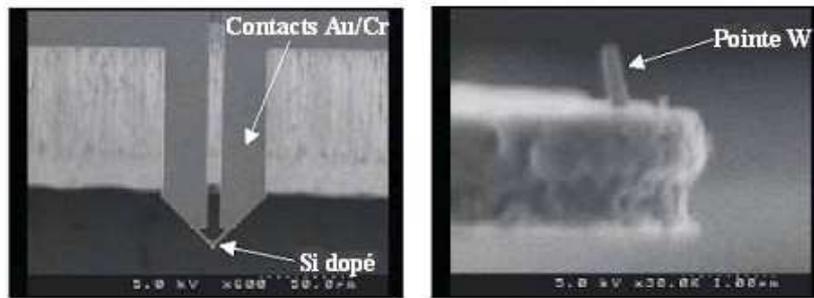


Figure V-6 : Images MEB d'une pointe chauffante fabriquée d'après [143]. L'extrémité plus étroite du levier n'est pas recouverte de métal.

Pour définir une zone résistive, on peut aussi simplement déposer des contacts métalliques sur un levier de silicium dont l'extrémité, libre de métal, forme la zone résistive. Un procédé de fabrication a ainsi été proposé par Lee et collaborateurs [143]. Ils reprennent les étapes de base de fabrication d'une pointe AFM à partir d'un substrat SOI, mais la pointe est ici structurée à la fin par dépôt de tungstène au FIB (Focused Ion Beam). Ils obtiennent une pointe extrêmement fine et haute de quelques microns (Figure V-6). Au cours de la fabrication, des contacts en Au/Cr sont déposés par pulvérisation cathodique et structurés par lithographie et gravure. Les pointes obtenues peuvent être chauffées à des températures de 800°C avec des courants de quelques milliampères. Leur temps de réponse est de 1µs environ.

V.2 Procédé de fabrication de pointes chauffantes à partir de pointes commerciales :

Pour la fabrication de pointes AFM et en particulier de pointes chauffantes, des équipements spécifiques (implanteur, gravure RIE profonde, etc...), auxquels nous n'avons pas accès, sont nécessaires. Nous avons donc décidé d'établir un procédé de fabrication à partir de pointes AFM commerciales. Les pointes utilisées sont constituées d'un levier triangulaire en silicium faiblement dopé (Figure V-7). L'idée est de déposer des contacts métalliques sur la base du levier et levier lui-même, en laissant son extrémité libre de métal, afin de former une zone résistive.

La définition des contacts par les techniques classiques de lithographie est impossible ici car la présence de la pointe et du levier en suspension ne permet pas un étalement homogène de la résine photosensible. Le procédé que nous avons mis au point consiste à définir les contacts par dépôts métalliques à travers des masques mécaniques (de la même manière que l'on crée des motifs en peinture à l'aide d'un pochoir). Nous avons fabriqué une série de masques mécaniques ainsi qu'un porte masque permettant le positionnement et l'alignement du masque mécanique au dessus de la pointe AFM.

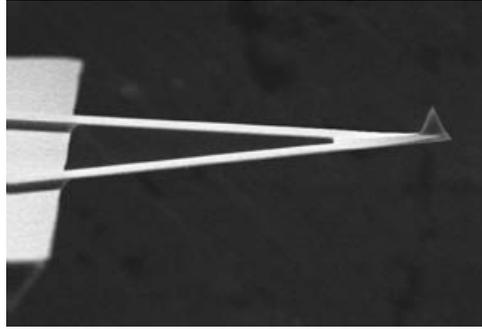


Figure V-7 : Image MEB d'une pointe NSC21 commercialisée par Mikromash [144]

V.2.i. Fabrication de masques mécaniques

Les masques mécaniques ont été fabriqués à partir de substrats de silicium recouverts sur les deux faces de nitrure de silicium. Leur fabrication est schématisée dans la Figure V-8 et les paramètres utilisés dans les différentes étapes sont résumés dans le Tableau V-1. Une membrane de silicium est d'abord structurée : un rectangle de quelques mm^2 est défini dans le nitrure de silicium par lithographie UV et gravure RIE. L'échantillon est ensuite plongé dans une solution de potasse pour subir une gravure chimique anisotrope (le silicium est gravé suivant ses plans cristallins, le profil du flanc de gravure est en forme de « V » tel que l'angle entre la surface et le plan cristallin est de $54,7^\circ$). Le nitrure de silicium se grave beaucoup plus lentement que le silicium et constitue alors un masque à la gravure. Le substrat de silicium est gravé pendant 8 à 9 heures environ, sur une profondeur de $450\mu\text{m}$ environ, la membrane de silicium obtenue est alors de 15 à $20\mu\text{m}$ d'épaisseur.

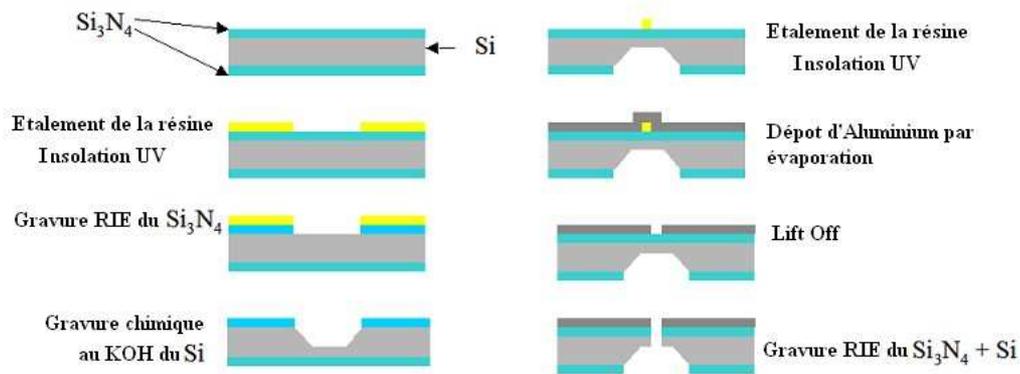


Figure V-8 : Procédé de fabrication des masques mécaniques.

Ces membranes sont ensuite structurées, afin de former les masques mécaniques. Les motifs sont d'abord définis dans la résine par lithographie UV en face arrière (du côté de la membrane), puis une couche d'aluminium est déposée par évaporation et subit un lift-off à l'acétone pendant quelques heures. Il ne reste alors d'aluminium que là où il n'y avait pas de résine initialement (la résine se dissout dans l'acétone et emporte la couche d'aluminium qui la recouvre). L'aluminium constitue un masque dur pour la gravure RIE du nitrure et du silicium. Une gravure d'une heure environ dans un

plasma de SF₆ et d'O₂ permet ainsi de graver sur toute l'épaisseur de la membrane les zones non recouvertes d'aluminium. Des motifs, à travers desquels les couches métalliques seront déposées sur le levier, ont donc été percées dans la membrane de silicium. Des ouvertures de 200µm de larges espacées de 30µm environ sont ainsi formées dans la membrane pour la réalisation des contacts métalliques sur les leviers des pointes AFM. Pour effectuer les différentes insolutions, nous utilisons des masques en plastique, collés sur des plaques de verre, sur lesquels les motifs sont dessinés à l'encre (Figure V-9). Leur résolution est de quelques microns. Deux masques de lithographie sont utilisés pour fabriquer deux types de masques mécaniques, l'un pour les dépôts d'oxyde sur la base du levier et l'autre pour la réalisation des contacts métalliques.

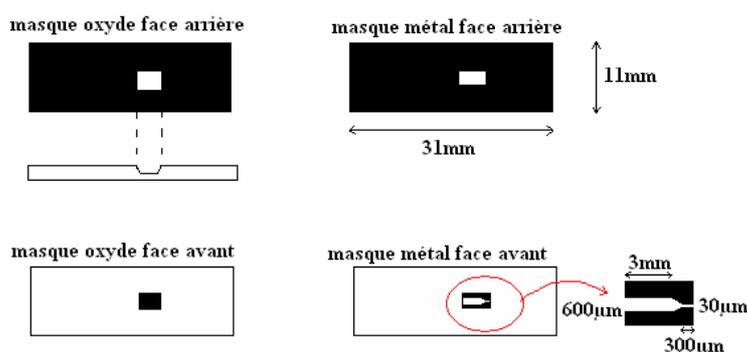


Figure V-9 : Schéma des masques de lithographie face arrière et face avant utilisés dans la fabrication des masques mécaniques (pour le dépôt d'oxyde et la réalisation des contacts métalliques sur le levier).

Tableau V-1 : Paramètres des différentes étapes de fabrication des masques mécaniques

Epaisseur initiale du substrat	~ 470µm
Lithographie face avant	<ul style="list-style-type: none"> • Nettoyage échantillon • Etalement résine S1818 et recuit 115°C • Insolation UV • Développement (Microposit Developer) ~ 1min
Gravure RIE du nitrure	Gaz SF ₆ avec débit de 20cc pendant ~ 2min Puissance : 50W
Gravure chimique du silicium dans une solution de KOH	<ul style="list-style-type: none"> • Température de la solution : 82°C • Vitesse de gravure : 50-55µm.h⁻¹ • Durée de la gravure : 8-9h • Epaisseur gravée : ~ 450µm
Lithographie face arrière	<ul style="list-style-type: none"> • Nettoyage échantillon • Etalement résine S1818 et recuit 115°C • Insolation UV • Développement (Microposit Developer) ~ 1min
Dépôt d'Aluminium	Par évaporation : 400nm déposé
Lift off dans un bain d'acétone	Pendant ~2h
Gravure RIE du nitrure du silicium	<ul style="list-style-type: none"> • Gaz SF₆ avec débit de 20cc pendant ~ 2min Puissance : 50W • Gaz SF₆ et O₂ pendant ~ 1H Puissance : 30W

V.2.ii. Dépôts sous masques

Nous disposons de deux types de masques mécaniques : l'un pour effectuer un dépôt d'oxyde sur le support du levier dans le but d'éviter les courts-circuits entre les contacts métalliques à travers le silicium, l'autre pour le dépôt des contacts métalliques sur le levier et son support (Figure V-10). La pointe AFM est collée avec de la résine S1818 sur un porte-pointe. Il s'agit d'un échantillon de silicium dans lequel une encoche de 200 μ m de profondeur a été structurée par lithographie et gravure chimique dans un bain de KOH. Le positionnement du masque mécanique par rapport à la pointe se fait au moyen d'un porte-masque fabriqué pour cet usage (Figure V-11). Le porte-pointe est fixé à l'aide d'une languette sur un support en aluminium, les masques sont situés à 100 μ m au dessus de la pointe et positionnés précisément à l'aide de vis en contrôlant visuellement sous une binoculaire.

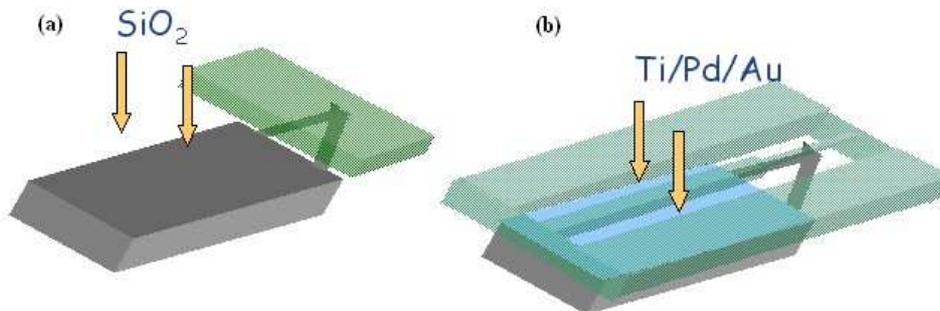


Figure V-10 : Dépôts sous masque mécanique. A gauche dépôt de SiO₂ par pulvérisation, le levier est protégé du dépôt. A droite dépôt métallique par évaporation, une ligne protège le centre du support et l'extrémité du levier.

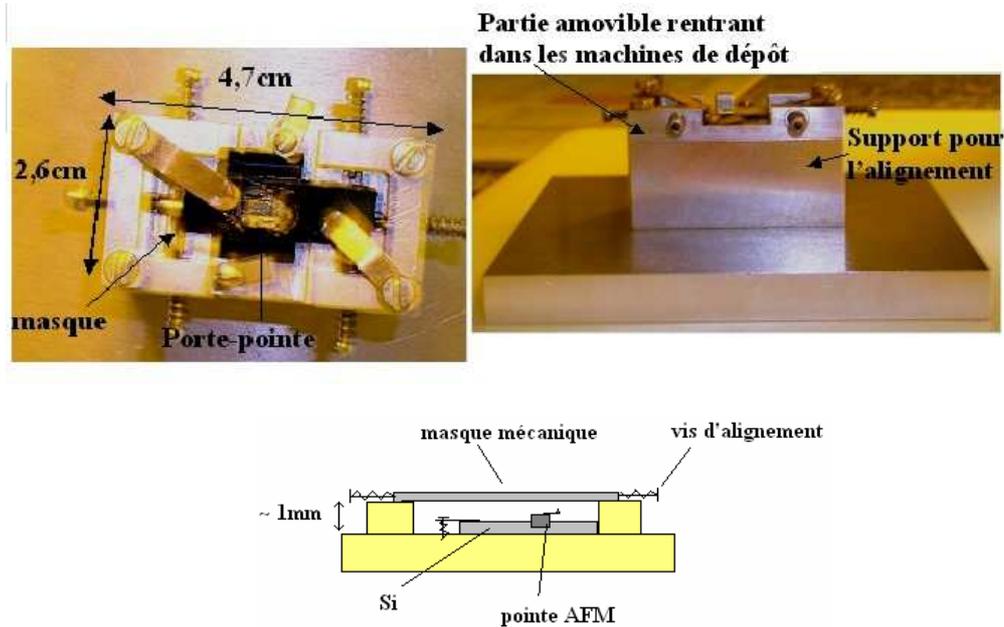


Figure V-11 : Photographies et schéma de principe du porte-masque utilisé pour l'alignement des masques mécaniques au dessus de la pointe AFM.

(a) Dépôt SiO₂

Les dépôts de SiO₂ sont réalisés par pulvérisation cathodique au laboratoire Louis Néel. Une couche de 300nm d'épaisseur de SiO₂ est déposée afin de réaliser une isolation électrique. Le levier est en partie protégé du dépôt par un masque mécanique. La pulvérisation cathodique n'étant pas directionnelle, un peu d'oxyde sera tout de même déposé sur le levier. Avant d'effectuer les dépôts métalliques, l'échantillon est plongé pendant 30s dans une solution tamponnée d'acide fluorhydrique (BHF), afin d'enlever l'excès d'oxyde sur le levier (pour ne pas alourdir le levier et ne pas modifier ses propriétés mécaniques) et l'oxyde natif autour de la pointe (pour avoir un contact métal/silicium propre).

(b) Dépôt métallique

Pour le dépôt des électrodes métalliques, le masque mécanique protège le centre du support et l'extrémité du levier. Des contacts larges de 200µm espacés de 600µm sont obtenus ainsi qu'une zone libre de métal de 25-30µm de large à l'extrémité du levier (Figure V-12). Les dépôts sont réalisés au Lepes (Laboratoire d'Etude des Propriétés Electroniques des Solides) à Grenoble dans une machine d'évaporation par canon à électrons. Les dépôts par évaporation étant directionnels, les contacts métalliques sont parfaitement définis par les limites du masque mécanique.

Nous pouvons disposer de trois types de levier en silicium :

- ✓ Des leviers fortement dopés au bore avec une résistivité de $2.10^{-3} \Omega.cm$ et des bras de 2µm d'épaisseur. La résistance de la zone résistive est alors de 7,5 Ω.
- ✓ Des leviers faiblement dopés au phosphore avec une résistivité de $2.10^{-2} \Omega.cm$ et des bras de 2µm d'épaisseur. La résistance de la zone résistive est alors de 75 Ω.
- ✓ Les mêmes que les précédents mais avec des bras d'1µm d'épaisseur. La zone résistive a une résistance de 150 Ω.

Nous avons travaillé principalement avec les pointes du deuxième type car elles ont une forte résistance électrique et sont moins fragiles que les troisièmes.

D'autre part, nous avons dû aussi optimiser les dépôts métalliques. Les premiers contacts métalliques réalisés étaient constitués d'une couche d'accroche en titane de 7nm d'épaisseur, recouverte d'une couche d'or de 150nm. L'or a été choisi pour sa faible conductivité électrique afin d'obtenir une résistance électrique des amenées de courant au moins 10 fois plus faible que celle de la zone libre de métal. La résistance des contacts d'or sur le levier est d'environ 3Ω. A haute température (1000°C), l'or peut diffuser facilement dans le silicium et constitue une impureté à la fois acceptrice et donneuse d'électrons [145]. De plus, l'interdiffusion entre le titane et l'or peut provoquer une corrosion plus rapide [146]. Nous avons observé que lorsqu'un courant important était injecté (de l'ordre de 10mA), les contacts « reculaient ». De même que le platine, le palladium peut constituer une bonne barrière à l'interdiffusion du titane et de l'or [146], [147]. Nous avons donc inséré une couche de palladium entre la couche de titane et la couche d'or comme barrière de diffusion. L'empilement est alors : 7nm de titane, 20 nm de palladium et 130nm d'or, de manière à éviter tout

risque d'interdiffusion mais en gardant une faible conductivité et une bonne adhésion sur le silicium. Une photographie de pointe réalisée est donnée Figure V-12.

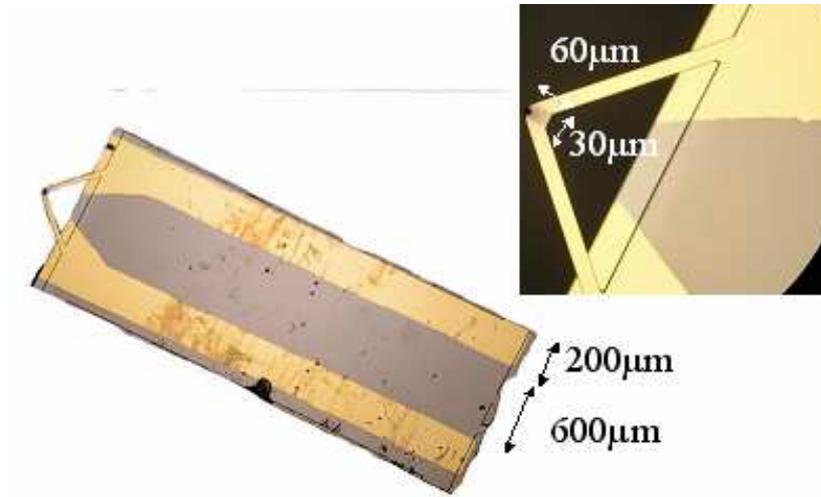


Figure V-12 : Images par microscopie optique de nos pointes AFM chauffantes.

V.3 Caractérisations des pointes utilisées

V.3.i. Caractéristiques électriques et thermiques des pointes IBM

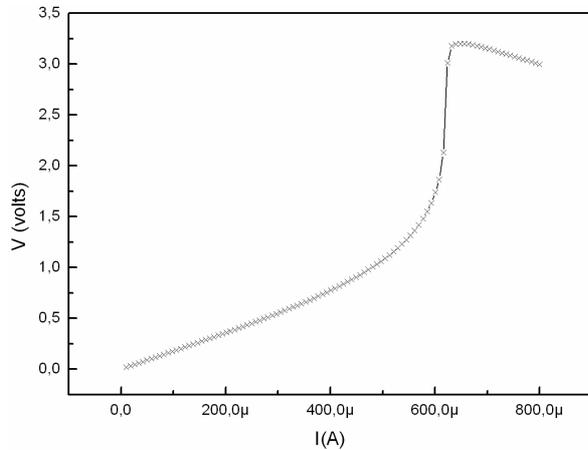


Figure V-13 : Caractéristique tension-courant d'une pointe IBM par une mesure 2-points.

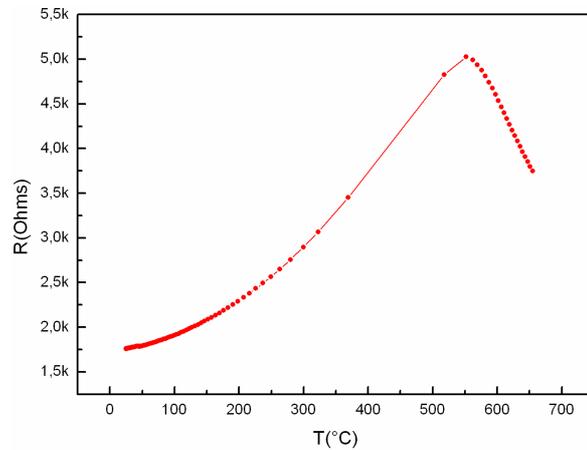


Figure V-14 : Résistance de la pointe IBM en fonction de la température estimée par un modèle simple

Les caractéristiques courant-tension présentées dans ce paragraphe, ont été effectuées par mesure 2-points. Les contacts électriques sont pris sur les amenées de courant du support par pression mécanique en utilisant un petit porte-pointe fabriqué pour les mesures d'échange thermique (dont la description précise est donnée au paragraphe V.4.i). Les mesures électriques présentées ici font intervenir des résistances de contact qui peuvent être non-négligeables. Le courant est appliqué via une source de courant stabilisée, et un voltmètre Keithley 2400 permet de mesurer la tension. La Figure V-13 montre un exemple de caractéristique obtenue. Nous retrouvons la forme typique des courbes obtenues pour ces pointes [142]. Autour de 0.6mA, nous observons une non-linéarité, due à un changement dans la concentration des porteurs. Plus le courant injecté est important, plus la température est élevée. Or, il existe une température à partir de laquelle le silicium redevient un semiconducteur intrinsèque. A cette température la concentration intrinsèque de porteurs est égale au dopage initial. Le dopage de la zone résistive étant de l'ordre de 10^{17} atomes.cm⁻³, cette température se situe autour de 500-550°C [145].

Il est alors possible d'estimer la température de la pointe en fonction de la puissance électrique injectée. La résistance des contacts est négligée et la puissance par effet Joule n'est générée qu'au niveau de la zone résistive. La puissance thermique étant supposée être dissipée totalement par les bras, on peut écrire : $P = K(T - T_a)$, où K est la conductance thermique des bras et T_a la température ambiante. Pour un courant égal au courant critique de changement de régime, on a : $P^* = K(823 - T_a)$. En supposant que K est indépendante de la température, une estimation de la température en fonction de la puissance et par suite du courant, peut donc être obtenue : $T = T_a + \frac{P}{P^*}(823 - T_a)$.

Nous verrons que pour les mesures d'échange thermique il est commode de connaître la résistance électrique en fonction de la température. Elle se déduit simplement des caractéristiques courant-tension et des calculs de température précédents (un exemple d'une telle caractéristique est présenté Figure V-14).

V.3.ii. Pointes maison

La Figure V-15 présente un exemple de caractéristique tension-courant pour nos pointes. Deux régimes différents apparaissent: le premier pour des courants inférieurs à 5-10mA et le second pour des courants supérieurs. Nous observons sur les caractéristiques effectuées à plus faible courant (Figure V-16) un comportement équivalent à celui d'une diode Schottky (jonction Métal/Semiconducteur) ou MOS (Métal/Oxyde/Semiconducteur) [145]. Ce comportement est cohérent avec la présence sur nos pointes d'une jonction métal/semi-conducteur qui n'existe pas pour les pointes IBM. La réformation de la couche d'oxyde natif, après le bain dans le HF, juste avant le dépôt, peut être à l'origine de différents états de surface pour chaque échantillon et expliquerait les différences de caractéristiques électriques (Figure V-16). Le régime pour les courants plus élevés apparaît similaire à celui observé pour les pointes IBM: la résistance augmente, passe par un maximum, puis diminue. Ce régime peut s'expliquer de la même manière. D'après le fabricant, le dopage des leviers est compris entre 2.10^{17} atomes.cm⁻³ à 4.10^{18} atomes.cm⁻³. D'après les courbes donnant la concentration intrinsèque des porteurs dans le silicium en fonction de la température, la température de ce changement de régime est comprise entre 500°C et 730°C [145]. Les simulations thermiques, comme celles présentées au troisième chapitre, prédisent qu'il faut injecter un courant compris entre 20 et 30mA pour chauffer la pointe autour de 700°C, pour un levier avec une résistivité de $0.02\Omega.cm^{-1}$ (qui correspond à un dopage de 8.10^{17} atomes.cm⁻³ et donc à une température critique de 700°C environ). Les ordres de grandeur sont donc les mêmes. Les courants qu'il faut injecter pour atteindre la température du régime intrinsèque semblent néanmoins légèrement plus importants (entre 30 et 35 mA) que ceux donnés par la simulation. Ceci peut être dû à plusieurs effets :

- Les pertes par conduction dans l'air et par le rayonnement ne sont pas prises en compte dans les simulations. Elles sont a priori négligeables devant les pertes par conduction par les bras, en raison de la forte conductivité thermique du silicium. Leur prise en compte amène à de faibles corrections.
- Au cours de la mesure, la température de la jonction augmente très fortement et les contacts sont dégradés (on observe qu'ils le sont nettement après la mesure). La zone à chauffer devient de plus en plus large et plus importante que celle prise en compte dans les simulations.

Il est impossible de prévoir la température exacte en fonction du courant pour les raisons que nous venons d'évoquer. De plus, le modèle utilisé pour connaître la température de la pointe IBM n'est pas applicable à nos pointes. En effet, étant donnée la largeur de la zone résistive, on ne peut pas

considérer la source de puissance concentrée en un point (ceci est d'autre part confirmé par les simulations exposées au chapitre III). Il est de plus impossible de négliger les résistances de contact devant la résistance de la zone chauffée qui est 40 fois plus faible environ que celle des pointes IBM. La puissance électrique mesurée est alors différente de celle dissipée par effet Joule au niveau de la zone résistive. Donc les simulations et les caractéristiques électriques semblent indiquer que l'injection de courants compris entre 20 et 35 mA permet d'atteindre des températures sur la pointe de 500°C à 700°C

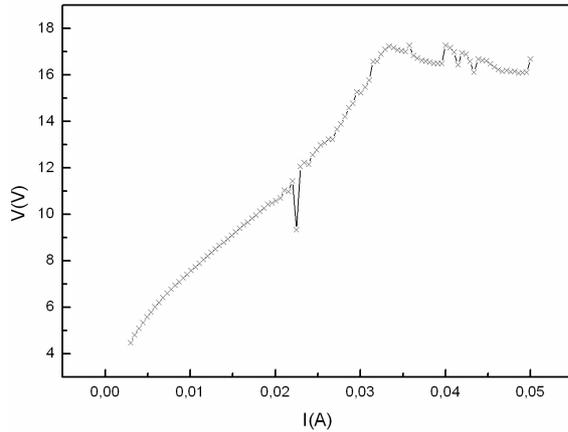


Figure V-15 : Caractéristique tension-courant d'une pointe maison par une mesure 2-points.

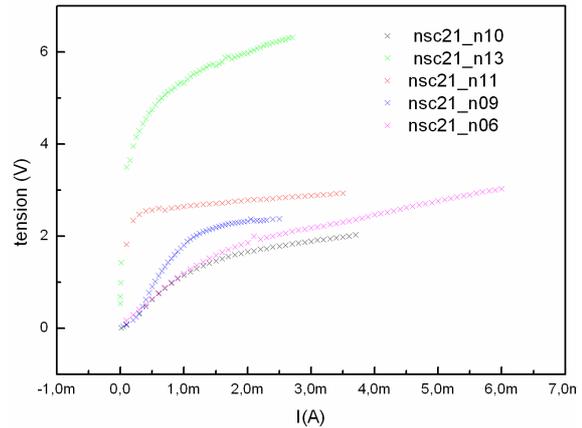


Figure V-16 : Caractéristiques tension-courant de différentes pointes maison par mesure 2-points.

Pour confirmer les ordres de grandeur des courants utilisés, nous avons effectué des imageries thermiques de certaines de nos pointes. Ces expériences furent menées à Besançon au Laboratoire de Physique et Métrologie des Oscillateurs par microthermographie [148]. Une caméra CCD à comptage de photons est montée sur un microscope optique et permet de mesurer le rayonnement dans le proche infrarouge, émis par un objet chaud. Le seuil de détection de ce système est évalué à environ 800K. La Figure V-17 montre un exemple d'image par microthermographie d'une pointe chauffante avec un levier de 1µm d'épaisseur. Nous constatons sur l'image thermique, qu'avec un courant de 12mA, une zone légèrement jaune apparaît au niveau de la zone résistive. Cela signifie qu'à cet endroit le rayonnement thermique est suffisamment important pour être détecté par la caméra CCD. Un échauffement supérieur à 800K est donc atteint et localisé sur la zone résistive. Les gammes de courant pour chauffer aux mêmes températures des leviers de 2µm d'épaisseur (à l'époque on nous avons fait ces mesures nous ne disposions pas encore de leviers de 2µm d'épaisseur), sont plus élevées car le volume à chauffer est plus important ainsi que la perte par conduction par les bras (la conductance thermique est proportionnelle à la section du levier, donc à son épaisseur). Ceci est par ailleurs confirmé par les simulations. En effet, il suffit de 10mA pour chauffer à 700°C une pointe sur un levier d'1µm d'épaisseur, alors qu'un courant compris entre 20 et 30mA est nécessaire pour obtenir la même température avec un levier de 2µm d'épaisseur.

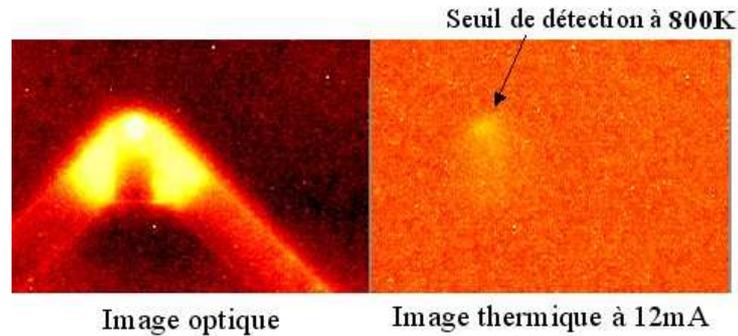


Figure V-17 : Imagerie par microthermographie d'une pointe AFM chauffante avec un levier de $1\mu\text{m}$ d'épaisseur dans lequel on injecte un courant de 12mA

Nous pouvons donc conclure qu'il est possible de chauffer nos pointes à haute température. Il faudra toutefois ne pas appliquer un courant trop élevé pour ne pas endommager les pointes. Les courants que nous devons injecter dans nos expériences d'écriture thermomagnétique devront être compris entre 10mA (courant utilisé dans les simulations reportées au chapitre III pour atteindre 530K sur la pointe et sur le média) et 30mA (courant critique de changement de régime mesuré, voir Figure V-15).

V.4 Mesures des échanges thermiques entre une pointe et une surface

La connaissance du flux échangé entre une pointe chaude et une surface est cruciale. Un flux thermique important garantit en effet l'efficacité de l'échauffement local du média et donc la réussite d'expériences d'enregistrement thermomagnétique. D'autre part, la mesure de ces échanges en champ proche représente une étude fondamentale intéressante. Des expériences de mesure de transfert thermique pointe-échantillon ont déjà été réalisées [138][149]. L'utilisation de pointes IBM nous permet de travailler à plus haute température, et avec une bonne sensibilité.

V.4.i. Montage expérimental

Nous avons mis en place un montage expérimental permettant de mesurer ces transferts thermiques pointe-surface. Nous utilisons ici des pointes IBM à la fois comme source de chaleur et comme thermomètre. L'évolution de leur résistance (ou de la tension à leurs bornes) est mesurée à courant constant lorsqu'elles sont approchées puis éloignées d'une surface. Pour cela, nous nous plaçons dans une zone où la résistance varie très rapidement avec la température pour avoir la meilleure sensibilité. Cette zone se situe juste avant le changement de régime, pour un courant de $0,6\text{mA}$ environ (voir Figure V-13 et Figure V-14). Il est de plus possible de connaître la température de ces pointes en fonction de leur résistance (voir paragraphe V.3.i).

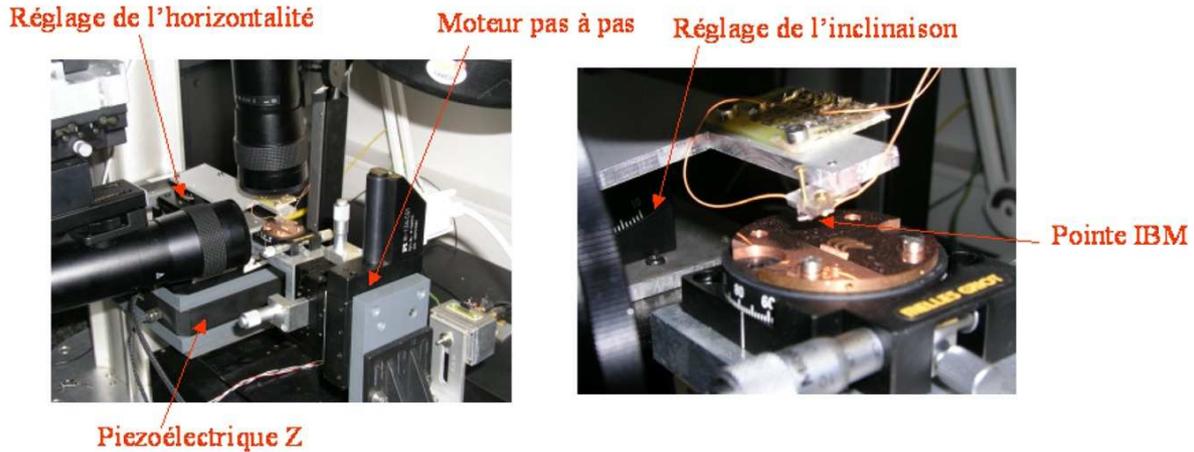
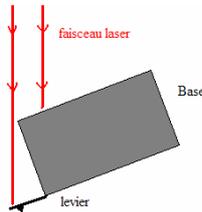


Figure V-18 : Photographies du montage expérimental permettant la mesure d'échanges thermiques entre une pointe IBM et une surface.



L'utilisation sur un microscope AFM est impossible:
L'angle entre le faisceau et le support est fixé
→ une partie du faisceau est occultée par la base du levier

Figure V-19 : Schéma de principe montrant l'impossibilité d'utiliser une pointe IBM sur un AFM commercial

Des photographies du montage expérimental sont présentées sur la Figure V-18. Les pointes IBM ont une base très épaisse et un levier court (20 à 50 μm de long). Ceci rend leur utilisation sur un AFM commercial impossible. Le faisceau laser qui sert à mesurer et contrôler la déflexion du levier est en effet en partie réfléchi sur la base qui cache le levier (Figure V-19).

Ces pointes ont de plus la particularité d'être très petites (de 500 à 700nm de hauteur à peine). Le positionnement

de ces pointes vis à vis d'une surface est délicat. Notamment, les deux angles d'inclinaison sont à déterminer précisément pour qu'à la fois ni le levier ni la base touche la surface (Figure V-19). Le porte-pointe doit être de plus extrêmement fin de manière à ce que même avec une incidence maximale de 10°, la pointe soit au contact sans que le support ne le soit. Un porte-pointe adapté a donc été fabriqué spécialement à cet usage par G. Casali. Il consiste en deux cavaliers en métal de 100 μm d'épaisseur fabriqués par électro-érosion qui viennent tenir le support de la pointe. Celui-ci est plaqué par une vis sur ces cavaliers réalisant ainsi le contact électrique par pression. Le porte-pointe est ensuite monté sur un support solide avec un piézoélectrique donnant un mouvement vertical à l'ensemble avec une course de 100 μm et une résolution de 0.1nm. Un moteur pas à pas permet d'approcher l'échantillon de la pointe de manière plus « grossière » mais contrôlée. Sa course est de 10mm et le pas minimum est de 0.1 μm . Deux lunettes optiques permettent de contrôler le positionnement et l'alignement de la pointe par rapport à la surface. L'horizontalité et l'inclinaison, qui doivent être respectivement inférieures à 1° et de l'ordre de 3-8° (pour assurer que la pointe soit au contact avec la surface sans que ni le levier, ni le support touche) sont ajustées précisément à l'aide de deux platines de rotation (voir Figure V-18).

Une fois la pointe alignée et l'échantillon suffisamment proche de la surface, une rampe de tension est appliquée au piézoélectrique pour initier un mouvement vertical dont la course et la vitesse sont contrôlées. Pendant la durée du balayage, un courant est injecté dans la pointe et maintenu constant par une source de courant stabilisée. La tension à ses bornes est mesurée toute les 100ms environ en même temps que le déplacement du piezoélectrique est enregistré.

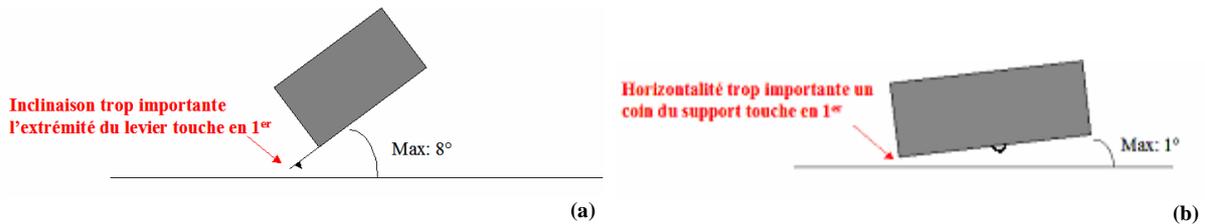


Figure V-20 : Schémas de principe du réglage des angles d'inclinaison et d'horizontalité des pointes IBM par rapport à la surface : (a) Vue de côté : l'inclinaison par rapport à la surface doit être au maximum de 8° pour éviter que l'extrémité du levier ne touche, (b) Vue de face : l'angle par rapport à l'horizontale doit être au maximum de 1° pour éviter qu'un bord du support ne touche.

V.4.ii. Résultats

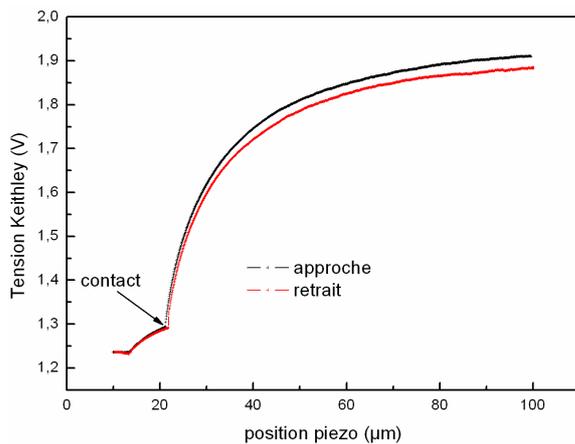


Figure V-21 : Evolution de la tension aux bornes d'une pointe IBM dans laquelle un courant de 0,65mA est injecté et lorsqu'elle est approchée puis éloignée d'une surface de cuivre à une vitesse de 500nm/s.

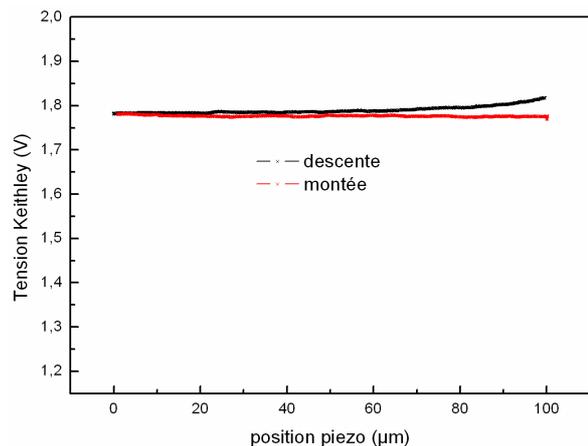


Figure V-22 : Evolution de la tension aux bornes d'une pointe IBM dans laquelle un courant de 0,65mA est injecté, loin de toute surface pendant un mouvement de descente et de montée à une vitesse de 500nm/s.

La Figure V-21 présente l'évolution de la tension aux bornes de la pointe IBM lorsqu'un courant de 0.65mA est injecté et qu'elle est approchée puis éloignée d'une surface de cuivre sur une hauteur de quasiment 100μm. Une diminution de la tension est associée à une diminution de la résistance et donc de la température (voir Figure V-14). Or, nous constatons que la tension ne cesse de diminuer pendant toute la phase d'approche. Nous pouvons distinguer plusieurs régimes :

- loin de la surface la tension diminue lentement
- 20μm environ avant le contact, la tension diminue très rapidement jusqu'au contact
- au contact, il y a un point d'inflexion sur la courbe, puis la tension continue à diminuer mais plus lentement que précédemment
- un deuxième point d'inflexion apparaît et la température devient constante

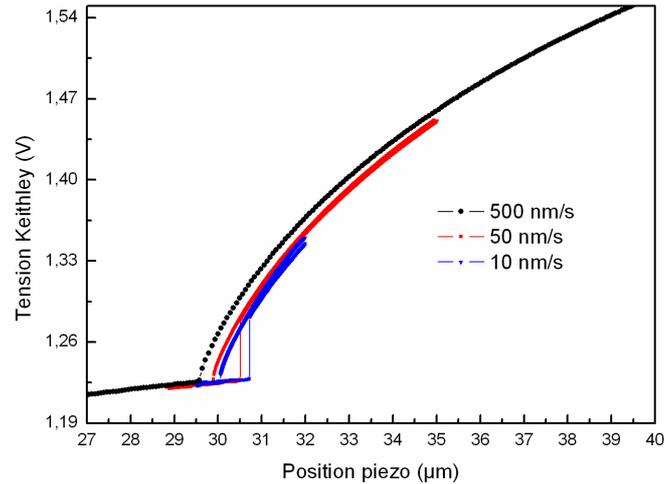


Figure V-23 Evolution de la tension aux bornes d'une pointe IBM dans laquelle un courant de 0,61mA est injecté et lorsqu'elle est approchée puis éloignée d'une surface de cuivre à des vitesses de 500nm/s, 50nm/s et 10nm/s

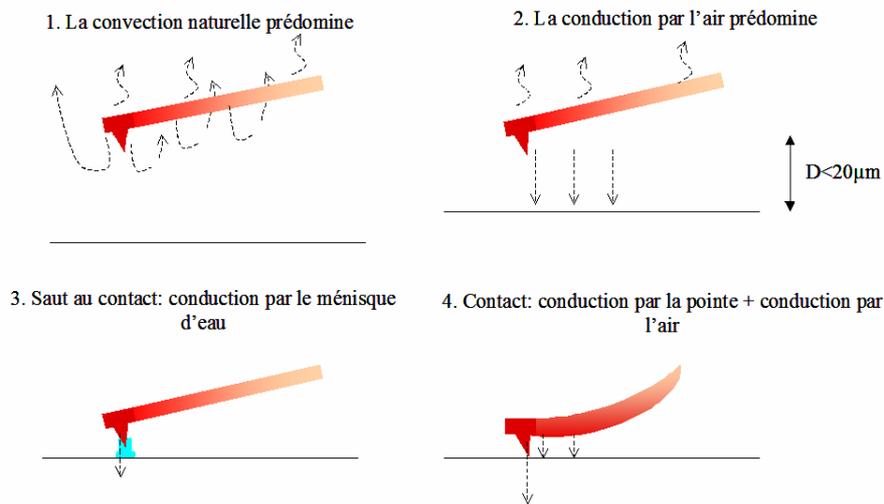


Figure V-24 : Représentation schématique des différents régimes de transferts thermiques pendant une phase d'approche vers une surface d'une pointe IBM

- Nous avons tout d'abord vérifié que dans le régime hors contact, la diminution de la température n'est pas uniquement due au mouvement du piézoélectrique qui crée un régime de convection forcée. D'une part, loin de toute surface (Figure V-22), à part une petite dérive en début de descente, la tension demeure constante pendant tout le mouvement de descente et de montée du piézoélectrique. D'autre part, près du contact (Figure V-23), l'évolution de la tension en fonction de la position du piézoélectrique est quasiment la même quelque soit la vitesse du piézoélectrique (seule la position relative du contact a changé). Cela signifie que la décroissance de la température hors contact, n'est pas due à un échange par convection forcée créée par le mouvement du piézoélectrique. Hors contact, loin de la surface, le transfert est donc assuré par convection naturelle et conduction par l'air.

- La rapide décroissance de la tension lorsque la pointe est approchée de la surface n'est à priori pas due à la conduction par l'air en régime balistique, qui apparaît pour des distances pointe-

échantillon inférieures au libre parcours moyen dans l'air, de l'ordre de 60nm à pression normale (voir chapitre II). D'autre part, toute la partie en silicium du levier est chaude et la pointe étant assez courte (500nm), celle-là est aussi proche de la surface de cuivre. En l'absence de contact, les transferts thermiques entre le levier et la surface de cuivre, qui font intervenir des surfaces d'échange plus importantes, sont prédominants. Ces échanges thermiques peuvent être assurés par convection naturelle et par conduction par l'air. Proche de la surface, dans la couche limite, les mouvements d'air ascendants assurant l'échange par convection peuvent être bloqués. Le transfert thermique est assuré par conduction et la résistance thermique augmente à mesure que la pointe s'approche (Figure V-24 – régime 2). Ainsi S. Lefèvre [138], estime que le transfert de chaleur se fait principalement dans la couche visqueuse d'air dont l'épaisseur est évaluée par : $\delta = \frac{k_{\text{air}}}{h} = 25\mu\text{m}$, où $k_{\text{air}} = 0.025 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ est la conductivité thermique de l'air et $h = 10 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ le coefficient d'échange en convection naturelle dans les conditions normales. Nous constatons effectivement une diminution plus rapide de la température pour des distances inférieures à 20 μm environ. Pour des distances supérieures, la conduction est négligeable et la température diminue lentement sous l'effet de pertes faibles par convection avec l'air (Figure V-24 – régime 1).

- La Figure V-25 représente des courbes d'approche - retrait effectuées plus près du contact. Nous pouvons observer juste avant le contact un saut de tension. Majumdar [149] associait ce saut, à l'aide des courbes de force, à la conductance thermique d'interface du ménisque d'eau (Figure V-24 – régime 3). De même on observe sur la courbe de retrait que le contact existe sur une plage de hauteur plus large, pour laquelle la tension demeure constante. Ceci est dû au phénomène d'adhérence créé par le ménisque d'eau [150], qui implique qu'il faille appliquer une force suffisante pour décoller la pointe de la surface.

- La dernière phase correspond au contact entre la pointe et l'échantillon. D'abord la tension décroît lorsque la position du piézoélectrique diminue. Deux phénomènes peuvent être à l'origine de cette évolution. L'augmentation de la force de contact entraîne une diminution de la résistance thermique d'interface [149]. D'autre part, la surface d'échange thermique de conduction par l'air augmente à mesure que le levier se courbe et s'approche de la surface (Figure V-24 – régime 4). La dernière phase observée sur la Figure V-21 pour laquelle la tension n'évolue plus et le flux échangé est constant est difficile à expliquer physiquement. Car même si on atteint une surface de contact pointe-échantillon maximale, il n'y a pas de raison que le levier ne se courbe pas d'avantage et que l'échange ne pas continue à augmenter. Il est donc probable qu'il y ait contact avec une partie du support.

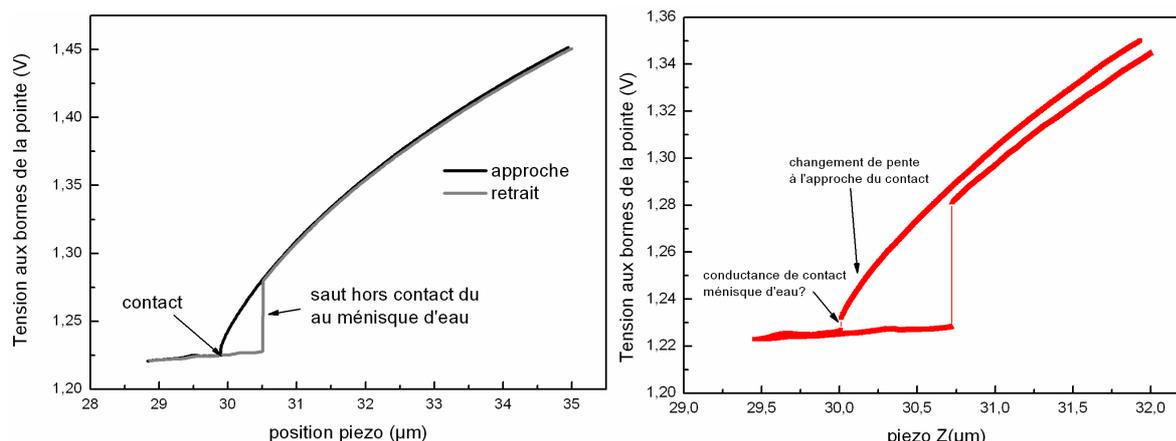


Figure V-25 : Evolution de la tension aux bornes d'une pointe IBM dans laquelle un courant de 0,61mA est injecté et lorsqu'elle est approchée puis éloignée d'une surface de cuivre à une vitesse de 50nm/s (courbe de gauche) et à 10nm/s (courbe de droite)

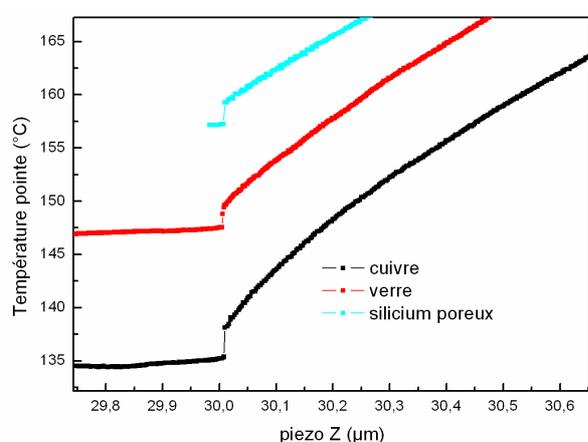


Figure V-26 : Courbes d'approche sur du cuivre, du verre et du silicium poreux effectuées avec la même pointe dans laquelle 0.62mA est injectées

Nous avons effectué des courbes d'approche sur des substrats de conductivité thermique différentes (Figure V-26) dans la même configuration que précédemment. Nous constatons que l'amplitude du saut de contact n'est pas lié à la nature du substrat. A l'aide de l'échelle en température nous constatons, que plus le matériau est isolant plus la température au contact est élevée ce qui est attendu puisque les pertes sont moindres. Néanmoins l'évolution de la température avant le contact

ne semble pas très différente. Pour aller plus loin dans l'analyse, il faudra évidemment quantifier les échanges thermiques.

Dans le montage expérimental de Majumdar [149], la température de l'échantillon est maintenue constante et la température de la pointe est mesurée. Ceci lui a permis de faire une analyse quantitative des différents transferts thermiques (voir chapitre II). Les mesures que nous avons effectuées pour l'instant ne nous permette pas de quantifier les différents échanges (influence de la conduction par l'air, régime balistique, conductances de contact), car dans notre système la température de la pointe varie et la puissance échangée n'est pas mesurée. Donc si nous voulons faire une analyse quantitative, nous devons par exemple maintenir la température de la pointe constante et mesurer le courant de régulation qui nous permettra de connaître la puissance perdue. Cette partie du montage expérimental est encore en développement.

Conclusion :

Nous avons présenté dans ce chapitre, un procédé simple de fabrication de pointes chauffantes à partir de pointes commerciales. Il est possible de chauffer ces pointes à hautes températures avec des courants de l'ordre de 10-20mA. Elles vont être utilisées pour effectuer des tests d'écriture thermomagnétique.

Parallèlement, nous avons commencé à mettre en place une expérience permettant de mesurer les échanges thermiques entre une pointe et une surface. La bonne sensibilité des mesures nous a permis d'observer plusieurs régimes de transfert thermique. Néanmoins l'analyse quantitative n'est pas possible. Le montage expérimental est en cours de développement pour réguler la température de la pointe et mesurer le flux échangé avec la surface.

- [136] R. PYLKKI, P.J. MOYER, P.E. WEST, « *Scanning near field optical microscopy and scanning thermal imaging* », Jpn. J. Appl. Phys., **33**, p3785 (1994)
- [137] H. M. POLLOCK ET A. HAMMICHE, « *Micro-thermal Analysis: techniques and applications* », J. Phys. D. : Appl. Phys., **34**, R23 (2001)
- [138] S. LEFEVRE, « *Modélisation et élaboration des métrologie de microscopie thermique à sonde locale résistive* », Thèse de l'Université de Poitiers, 2004
- [139] G. MILLS, J.M.R. WEAVER, G. HARRIS, W. CHEN, J. CARREJO, L. JOHNSON, B. ROGERS, « *Detection of subsurface voids using scanning thermal microscopy* », Ultramicroscopy, **80**, p7 (1999)
- [140] P. VETTIGER *et al.*, « *The Millipede-Nanotechnology entering data storage* », IEEE Trans. Nano., **1**, p39 (2002)
- [141] R. BOISEN, « *Passive and Active AFM probes, design, fabrication and characterization* », Industrial PhD Project EF522, Danish Microengineering Mikroelektronik Centret
- [142] M. Despont, J. Brugger, U. Drechsler, U. Durig, W. Haberle, M. Lutwyche, H. Rothuizen, R. STUTZ, R. WIDMER, G. BINNIG, H. ROHRER, P. VETTIGER, « *VLSI-NEMS Chip for Parallel AFM Data Storage* », Sensors and Actuators A, **80**, p100 (2000)
- [143] D.W. LEE, T. ONO ET M. ESASHI, « *Electrical and thermal recording techniques using a heater integrated microprobe* », J. Micromech. Microeng., **12**, p841 (2002)
- [144] www.spmtips.com
- [145] S. M. SZE, « *Physics of Semiconductor Devices* », Wiley International Edition (1979)
- [146] J.M POATE, P. A. TURNER, W. J. DEBONTE, J. YAHALOM, « *Thin-film interdiffusion. I. Au-Pd, Ti-Pd, Ti-Au, Ti-Pd-Au, Ti-Au-Pd* », J. Appl. Phys., **46**(10), p4275(1975)
- [147] H.A HOFF, G. L. WAYTENA, C. L. VOLD, J. S. SUEHLE, I.P. ISAACSON, M.L. REBBERT, D.I. MA, K. HARRIS, « *Ohmic contacts to semiconducting diamond using a Ti/Pt/Au trilayer metallization scheme* », Diamond and Related Materials, **5**, p1450 (1996)
- [148] B. SERIO ET B. CRETIN, « *Microthermographie à résolution sub-micrométrique par caméra CCD intensifiée utilisée dans le très proche infrarouge* », Conférence JMC, Nancy(2004)
- [149] L. SHI, A. MAJUMDAR, « *Thermal Transport Mechanisms at Nanoscale Point Contacts* », J. Heat Transfer, **124**, p329 (2002)
- [150] Ecole thématique du CNRS, « *Nanosciences et sondes locales* », Montpellier 2003

CHAPITRE VI :
TESTS D'ECRIURE THERMOMAGNETIQUE

VI.	TESTS D'ECRIURE THERMOMAGNETIQUE	179
VI.1	<i>Fonctionnement d'un microscope AFM</i>	<i>179</i>
VI.2	<i>Montage expérimental</i>	<i>182</i>
VI.3	<i>Mesure des champs de retournement : MFM sous champ</i>	<i>184</i>
VI.4	<i>Premiers tests</i>	<i>188</i>

VI. TESTS D'ECRIURE THERMOMAGNETIQUE

Introduction :

Afin de démontrer la faisabilité de l'enregistrement thermomagnétique sous pointe, des médias pour lesquels l'échauffement local est optimum, ont été développés et des pointes chauffantes, qui peuvent être montées sur un AFM commercial, ont été fabriquées. L'électronique et le logiciel de contrôle de notre microscope Di300 peuvent alors être utilisés pour maîtriser le déplacement de la pointe et son contact avec le média.

Nous allons tout d'abord décrire brièvement le fonctionnement d'un microscope à force atomique, puis nous verrons comment nous l'avons modifié pour réaliser des tests d'écriture thermomagnétique. Nous présentons nos premiers tests d'écriture thermomagnétique.

VI.1 Fonctionnement d'un microscope AFM

Comme son nom l'indique, un microscope à force atomique permet de sonder les forces entre une pointe ultrafine et un échantillon. Le premier microscope à force atomique apparu en 1986 [151] a été développé en mode contact. La tête de mesure contient un microlevier extrêmement souple portant une pointe fine d'un dizaine de microns de haut et d'un rayon de courbure de quelques dizaines de nanomètres. Un système de détection optique permet de mesurer les déflexions verticales du levier.

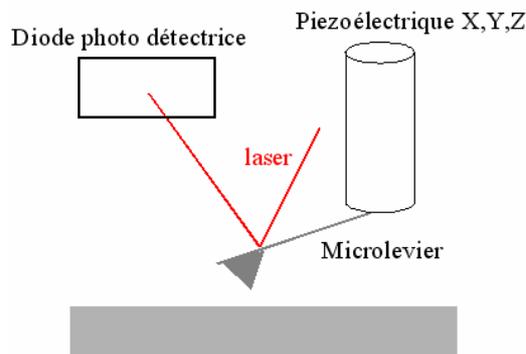


Figure VI-1 : Schéma simplifié d'un microscope AFM.

❖ Mode contact

La pointe est placée en contact avec la surface. La force d'interaction entre la pointe et la surface est évaluée en mesurant la déflexion verticale du levier. Si d est la déflexion du levier, k_c sa raideur, la force exercée sur le levier est donnée par la loi de Hooke : $F = k_c d$ [153]. Pour mesurer la déflexion du levier, le faisceau d'une diode laser est focalisé sur l'extrémité de celui-ci et est réfléchi vers une diode photodétectrice sensible à la position, constituée de quatre quadrants. La déflexion du

levier provoque un déplacement du faisceau réfléchi sur la diode et donc une variation de la tension mesurée sur chacun des quatre quadrants. En effectuant la différence entre la somme des tensions mesurées par les deux quadrants du haut et la somme des tensions mesurées par les deux quadrants du bas, on obtient une tension proportionnelle à la déflexion verticale.

Au cours du balayage horizontal de l'échantillon, ce signal de déflexion est comparé dans l'unité de contrôle à un signal de référence. Une boucle de rétroaction ajuste en continu la position verticale de la tête afin d'annuler cette différence, c'est à dire afin de maintenir la force d'interaction constante. Les déplacements latéraux et verticaux de la tête sont enregistrés et traités par l'ordinateur afin de générer une image tridimensionnelle de la topographie.

❖ Mode « tapping » ou « contact intermittent »

Pour effectuer des images sans endommager la surface et la pointe, il est possible de travailler en mode contact intermittent ou « tapping ». Dans ce mode, un piézoélectrique bimorphe est placé à la base du levier et induit une vibration de celui-ci, à une fréquence proche de sa fréquence de résonance. L'amplitude de vibration du levier est mesurée via le photodétecteur. Lorsque la pointe s'approche de la surface, les forces d'interactions attractives ou répulsives pointe-surface vont provoquer une variation à la fois de l'amplitude et de la phase de la vibration. Au cours d'un balayage, l'amplitude est maintenue constante en adaptant la hauteur de la tête grâce à une boucle de rétroaction. En enregistrant la hauteur de la tête, on peut obtenir une image topographique.

❖ Mode « MFM »

Des images magnétiques peuvent être obtenues en utilisant une pointe aimantée au moyen du mode MFM (Magnetic Force Microscopy). Un premier balayage de la pointe en contact-intermittent permet d'enregistrer la topographie de la surface. Un deuxième balayage est ensuite effectué à une hauteur de 50-100nm en suivant le profil de topographie (mode « lift »). Alors que les forces de Van Der Waals agissent à courtes distances, les forces magnétiques sont à longues portées. Le deuxième balayage permet donc de s'affranchir des forces de contact et d'obtenir des images magnétiques en enregistrant la phase de la vibration du levier. La phase étant sensible au gradient d'aimantation, un contraste de phase n'est observé qu'en présence d'un contraste magnétique.

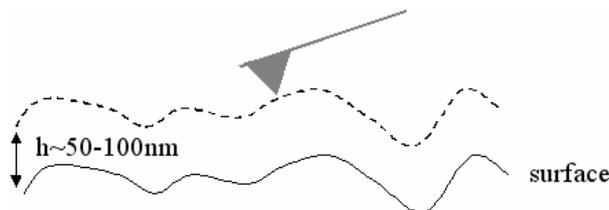


Figure VI-2: Principe de fonctionnement du MFM en mode lift, la pointe magnétique vole à une hauteur de 50 à 100nm au dessus de la surface en suivant le profil de topographie.

❖ Courbes de force

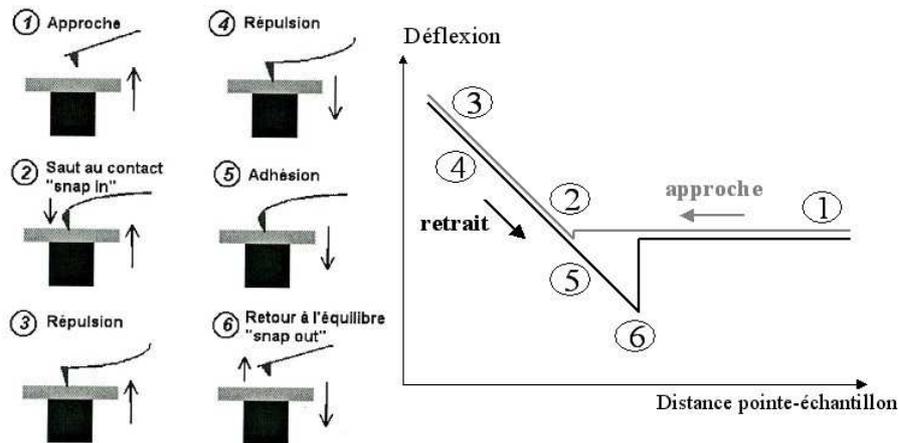


Figure VI-3 : Principe de mesure des courbes d'approche - retrait et exemple de courbes obtenues (à droite).

Les courbes d'approche – retrait, ou courbes de force, permettent de mesurer en un point les interactions pointe-surface en fonction de la distance entre la pointe et la surface. Au cours d'une mesure de courbe de force, un déplacement vertical périodique est imposé à la sonde et la déflexion du levier est enregistrée (Figure VI-3). Durant l'approche, la pointe n'interagit pas encore avec la surface et la déflexion du levier ne varie pas ¹, puis apparaît un brusque saut de la pointe au contact ². Après le contact, la sonde continue à descendre et les forces répulsives provoquent une déflexion du levier vers le haut de plus en plus importante ³. La sonde est ensuite éloignée de la surface et la déflexion diminue progressivement ⁴. Suite à l'adhésion due aux forces de capillarité, la pointe reste en contact avec la surface et une déflexion vers le bas est observée ⁵. Le levier revient brusquement à l'équilibre ⁶.

Au cours des tests d'écriture thermomagnétique, différents modes de l'AFM sont utilisés :

- Le mode « Tapping », pour effectuer une image, sans endommager la surface et repérer les plots sur lesquels nous allons écrire.
- Les courbes de force, pour contrôler le contact entre la pointe chaude et le plot dont on veut renverser l'aimantation.
- Le mode MFM pour observer les plots dont l'aimantation est retournée.

VI.2 Montage expérimental

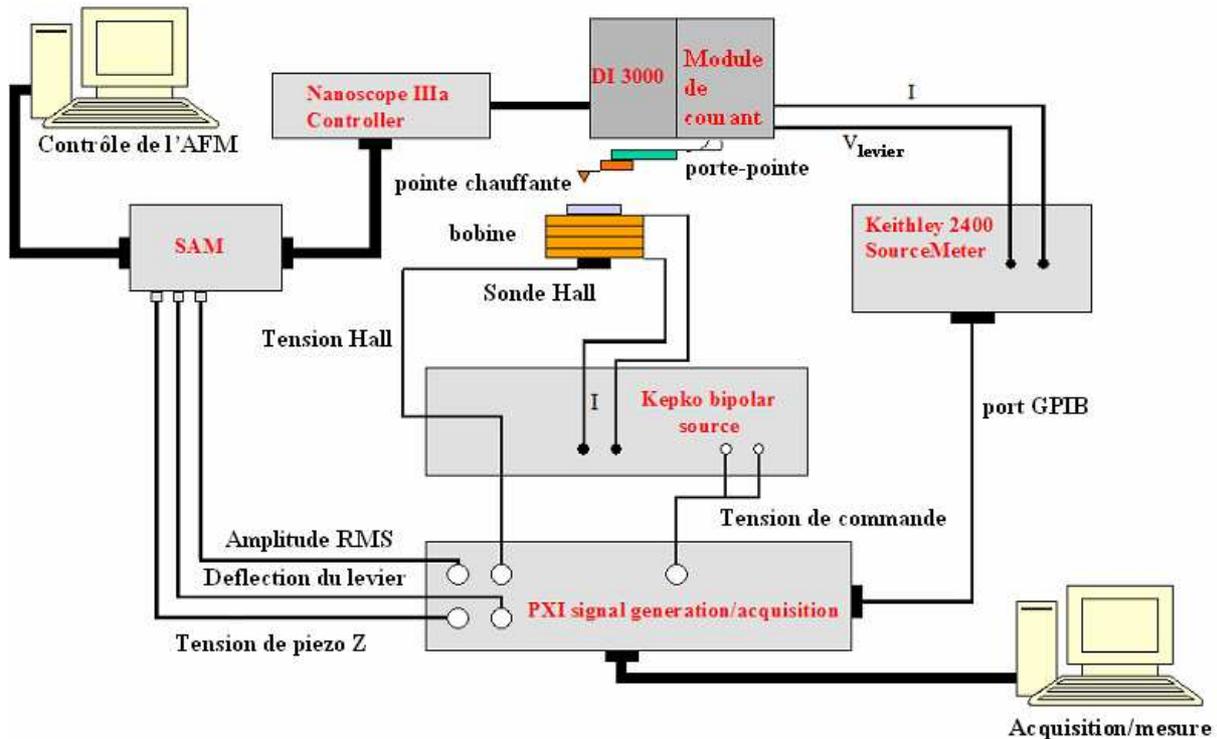


Figure VI-4 : Schéma de principe de notre montage expérimental.

Pour retourner l'aimantation d'un seul plot à l'aide d'une assistance thermique, la pointe doit être chaude et en contact avec la surface pendant qu'un pulse de champ magnétique est appliqué. Certains éléments ont dû être ajoutés à notre microscope AFM Di3000 afin de réaliser ces actions de manière simultanée.

- Une petite bobine est placée sous l'échantillon et alimentée par une source bipolaire de courant Kepko. Cette source peut être contrôlée par un système PXI⁹ de génération et d'acquisition de signaux. Un pulse de tension est généré par le système PXI et appliqué à la source Kepko, qui va à son tour produire un pulse de courant dans la bobine. Une sonde de Hall, placée sous la bobine, permet de contrôler le champ appliqué à l'échantillon. Le temps de réponse de l'ensemble sonde de Hall-bobine, est de 6ms environ¹⁰. Des champs magnétiques de -2200 à 2200 Oe peuvent ainsi être appliqués.

- Un courant doit être injecté dans les bras de levier pour chauffer la pointe à des températures de l'ordre de $200-250^{\circ}\text{C}$. Un porte-pointe assurant mécaniquement le contact électrique a été spécialement conçu pour amener le courant dans les deux lignes métalliques à la base du levier.

⁹ Le pont de mesure PXI comprend des convertisseurs numériques/analogiques et analogiques/numériques pour la génération et l'acquisition de tensions. Ces convertisseurs sont pilotés par un ordinateur embarqué dans le pont et programmé avec le langage Labview.

¹⁰ Les temps de montée et de descente de la tension aux bornes de la sonde, en réponse à l'application d'un pulse de champ, ont été mesurés à l'aide d'un oscilloscope numérique.

La languette normalement utilisée pour maintenir la pointe a été remplacée par un morceau de circuit-imprimé sur lequel deux pistes de cuivre, espacées en leur bout de $500\mu\text{m}$, ont été dessinées (Figure VI-5). La pointe est alors alimentée par une source de courant (Keithley 2400 sur le schéma de la Figure VI-4) via un module de connections électriques ajouté à la tête AFM. La source de courant peut aussi être contrôlée par le système PXI via un port GPIB afin de générer des pulses.

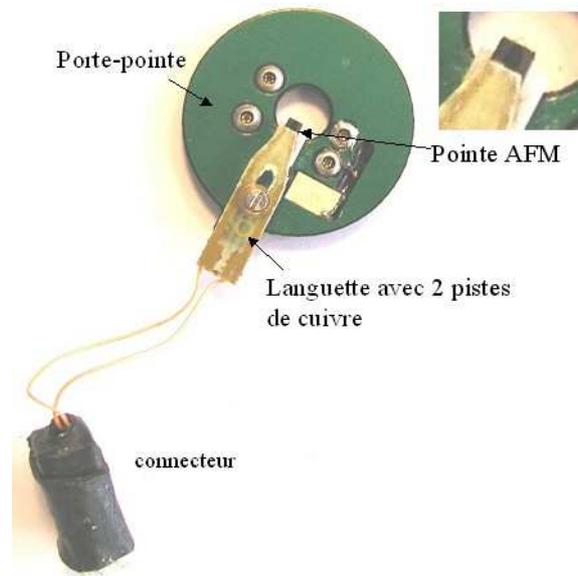


Figure VI-5 : Photographies d'un porte-pointe modifié pour permettre l'injection de courant dans la pointe chauffante.

- Pour réaliser une procédure d'écriture thermomagnétique automatique, les pulses de courant et de champ doivent être synchronisés lorsque la pointe est en contact. Pour écrire une série de 0 et 1 sur une ligne de plots, deux solutions peuvent être envisagées :

- La première consiste à chauffer et à appliquer le champ magnétique lors d'un balayage. On peut par exemple acquérir le signal de topographie et appliquer un pulse de champ et de courant lorsque la pointe est au contact. Pour cela, la fréquence de balayage devra être assez lente car les temps de réponse de la bobine et de la pointe sont tous deux de l'ordre de la milliseconde. La vitesse de la pointe peut être fixée par exemple à $1\mu\text{m/s}$, le temps écoulé pour parcourir la distance entre deux plots sera alors de 200ms . L'inconvénient de cette procédure est que le contact est intermittent et n'est pas bien contrôlé.

- La seconde méthode consiste à utiliser le mode force de l'AFM (Figure VI-9). si la pointe oscille à sa fréquence de résonance, son amplitude de vibration diminue lorsqu'elle s'approche de la surface. En enregistrant cette amplitude, on pourra repérer les niveaux hauts : « hors-contact » et bas : « contact ». Si la pointe subit un mouvement d'approche et de retrait, le pulse de champ pourra alors être initié au contact par un front descendant de l'amplitude de vibration (voir Figure VI-6). Cette procédure est

ensuite répétée au plot suivant par translation du piezolélectrique XY, d'un pas correspondant à la distance entre deux plots.

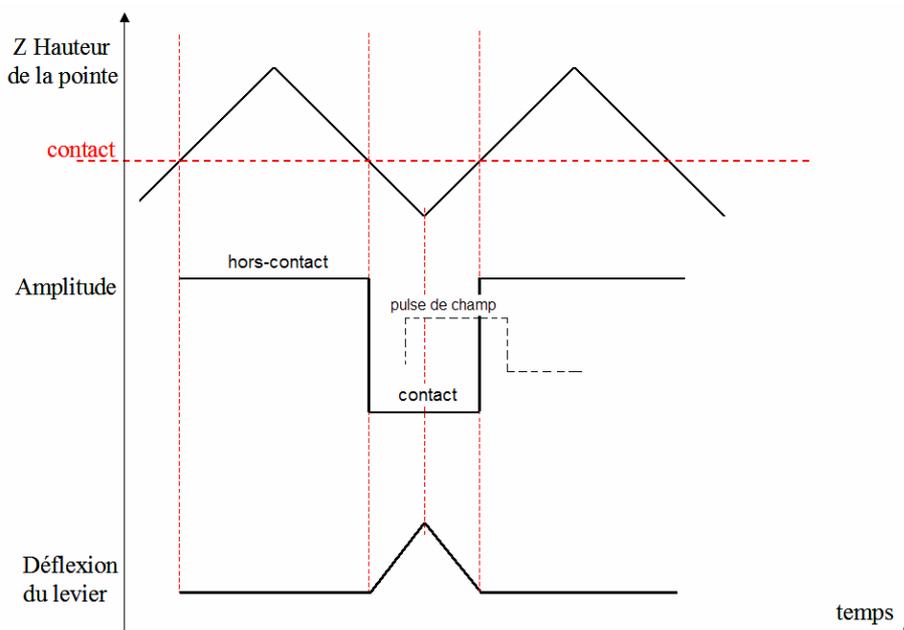


Figure VI-6 : Schéma de principe du déclenchement d'un pulse de champ magnétique lorsque la pointe est au contact à l'aide des signaux de l'AFM. Lorsque la pointe arrive au contact de la surface son amplitude passe d'un niveau haut à un niveau bas. Un pulse de champ peut alors être déclenché sur un front descendant de l'amplitude. La durée du pulse pourra être prise plus large que la durée du contact, afin d'éviter que l'aimantation ne se retourne sous l'effet de l'échauffement qui persiste un peu après le contact.

Afin de réaliser l'une ou l'autre de ces procédures, les signaux de hauteur, de déflexion et d'amplitude ont été déviés via un module SAM (Signal Access Module) fait maison et peuvent être acquis à l'aide du système PXI. Un programme Labview permet enfin de synchroniser les différents signaux de l'AFM avec les pulses de champ et de courant.

Avant de réaliser des tests systématiques d'écriture, il est nécessaire d'établir les conditions de courant dans la pointe et de force de contact garantissant l'efficacité de l'assistance thermique. Pour déterminer ces conditions, une procédure manuelle a été réalisée.

VI.3 Mesure des champs de retournement : MFM sous champ

Les médias sur lesquels nous avons réalisé les tests d'écriture présentés dans ce paragraphe sont des réseaux de plots de 100nm espacés de 50nm en silicium poreux, recouverts de $Pt_{10nm}/(Co_{0.6nm}/Pt_{1.8nm})_4$.

Avant de procéder aux tests d'écriture thermomagnétique, certaines précautions doivent être prises afin de se placer dans les meilleures conditions pour obtenir un résultat positif.

- La durée des pulses de champs magnétiques doit être suffisamment courte, de 100ms environ, de manière à ce que la bobine n'ait pas le temps de s'échauffer. En effet, les champs exigés

pour retourner les plots nécessitent d'injecter des courants assez élevés dans la bobine (entre 1 et 2A), qui entraînent un échauffement de la bobine lorsqu'ils sont appliqués en continu. Une forte dérive des piézoélectriques est alors observée, rendant impossible tout contrôle de la position pendant une procédure d'écriture. En revanche, des pulses de champ de 100ms n'entraînent pas de dérive supplémentaire à la dérive naturelle des piézoélectriques, estimée à 0.2nm/s en mesurant le déplacement d'un défaut au cours de balayages successifs.

- Les pointes utilisées pour l'écriture et pour la lecture ne sont pas la mêmes (l'une est chauffante et l'autre est magnétique). Il est donc indispensable d'avoir des éléments de repérage qui permettent de se replacer exactement sur la même zone après un changement de pointe. Des réseaux (de 55 μ m de côté) de lettres (de 3 μ m de haut, d'épaisseur de trait de 0.4 μ m et espacées de 11 μ m) ont été structurés en détruisant certains plots du réseau au moyen d'un FIB (Focused Ion Beam). Le réseau entier de lettres étant facilement visible à l'optique, la pointe AFM est placée grossièrement au centre d'un réseau. Après un balayage de 20 μ m de large, plusieurs lettres peuvent être imagées et l'une d'entre elles peut être choisie comme marque de repérage.

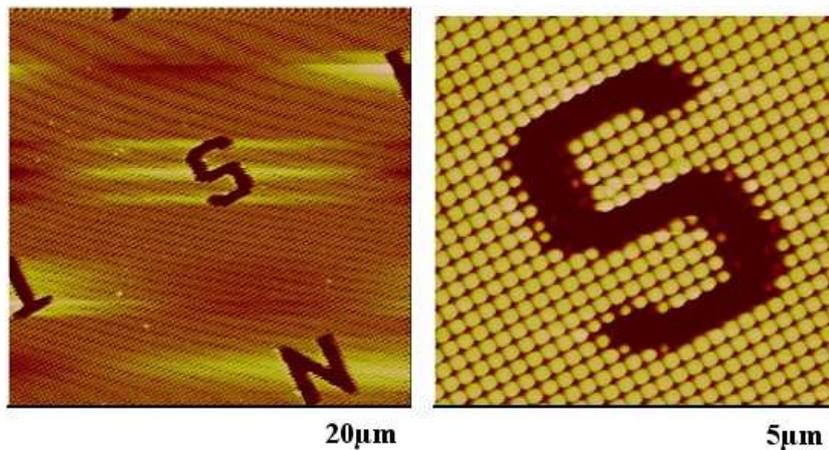


Figure VI-7 : Images AFM en mode « tapping » d'un réseau de 1mm² de plots en silicium (de 100nm de côté, espacés de 100nm et hauts de 300nm) sur lequel a été gravé par FIB un réseau de lettres de 3 μ m de hauteur, d'épaisseur de trait de 3 μ m et espacées de 11 μ m.

- La lecture des plots retournés est effectuée à l'aide de pointes magnétiques en mode MFM. Les pointes couramment utilisées en microscopie à force magnétique possèdent un fort moment magnétique qui induit un fort champ de fuite et peut bouleverser la configuration magnétique du réseau. Afin de garantir une lecture correcte, il est donc indispensable d'utiliser des pointes à faible moment magnétique. Nous avons pu vérifier que des pointes MFM-LM (MFM Low Moment), commercialisées par Veeco, permettaient d'obtenir une sensibilité suffisante tout en n'affectant pas la configuration magnétique de la zone imagée.

- Afin de connaître le champ magnétique minimum à appliquer pour écrire sous assistance thermique, des images magnétiques d'un réseau de plots poreux ont été réalisées en appliquant une

succession de pulses de champs d'amplitudes croissantes. Les premiers plots se retournent pour des champs de 800Oe +/- 150 Oe (le gaussmètre utilisé pour la calibration de la bobine ne nous permet d'avoir une valeur plus précise du champ). Les premiers tests ont été réalisés en tentant d'écrire sur plusieurs plots d'une même ligne en appliquant un champ magnétique légèrement inférieur au champ minimum estimé précédemment. L'élévation de température produite n'était apparemment pas suffisante pour retourner n'importe quel plot à l'aide de ce champ. En effet si la température est telle que le champ d'écriture est inférieur au champ maximum de la distribution des champs de retournement, la probabilité de trouver un plot dont l'aimantation n'est pas renversée est importante. Supposons par exemple que la température ne soit que de 390K. On constate sur la Figure VI-8 que de nombreux plots ont un champ de retournement supérieur au champ d'écriture. De plus, l'estimation du champ minimum de retournement est approximative et nous avons pu observer que certains plots autour de la zone écrite pouvait parfois se renverser sous l'effet du seul champ appliqué. Cette méthode ne permet donc pas de déterminer avec certitude les plots renversés grâce à l'assistance thermique.

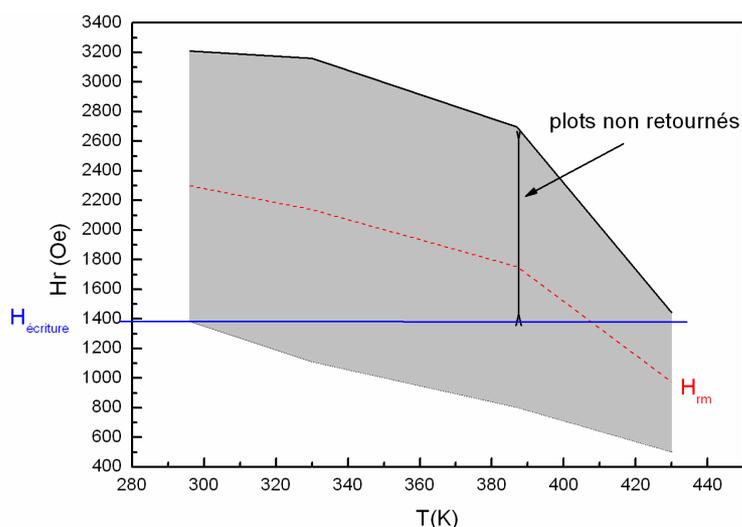


Figure VI-8 :Distribution des champs de retournement mesurés par effet Kerr polaire en fonction de la température. La courbe rouge en pointillés représente le champ de retournement moyen en fonction de la température. Le trait bleu représente le champ d'écriture.

Pour démontrer la réelle efficacité de l'assistance thermique au contact, nous avons évalué le champ de retournement exact des plots sur lesquels nous voulions écrire, en effectuant des images MFM après application de pulses de champs. Une zone de $25\mu\text{m}^2$ au coin de la lettre V est balayée (Figure VI-9). Un champ magnétique important est en premier lieu appliqué pour retourner une partie des plots. D'après la calibration de la bobine, le champ appliqué est alors de -1460 Oe environ (état 2 sur le cycle d'hystérésis de la Figure VI-9). Nous constatons alors sur l'image MFM correspondante que la plupart des plots sont retournés sauf quelques uns. Ce contraste magnétique devrait en principe correspondre, d'après le cycle d'hystérésis, à des champs appliqués beaucoup plus élevés. Cette erreur est peut-être due à une surestimation du champ appliqué lors des mesures Kerr (l'échantillon est placé

sur un élément chauffant et un thermocouple qui l'éloignent du centre de l'électroaimant où le champ est mesuré). Il est donc difficile de relier les mesures MFM aux propriétés magnétiques mesurées par effet Kerr, mais nous indiquerons tout de même les valeurs des champs appliqués à titre indicatif.

En appliquant un pulse de champ de 1200 Oe, une partie de ces plots est sélectionnée, ceux dont l'aimantation est renversée pour des champs compris entre 0 et 1200Oe. La dernière étape consiste à appliquer successivement des pulses de champs croissants de -790Oe (1^{er} plot retourné) à -1200Oe et à enregistrer des images MFM pour connaître le champ de retournement de certains plots. Sur la Figure VI-9, sont reportées certaines images MFM effectuées. Nous observons qu'un plot s'est retourné pour un champ appliqué de -1040 Oe et un autre pour -1128 Oe. Il faut noter ici qu'il aurait été aussi simple d'appliquer des champs croissants depuis le champ nul et d'identifier les champs de retournement de chaque plot. Néanmoins, la procédure que nous venons de présenter nous a permis d'obtenir un contraste magnétique immédiatement et de repérer des plots renversés assez rapidement.

Nous appliquons finalement un champ de 1183 Oe pour remettre ces plots dans leur état initial et essayer de renverser leur aimantation grâce à l'assistance thermique.

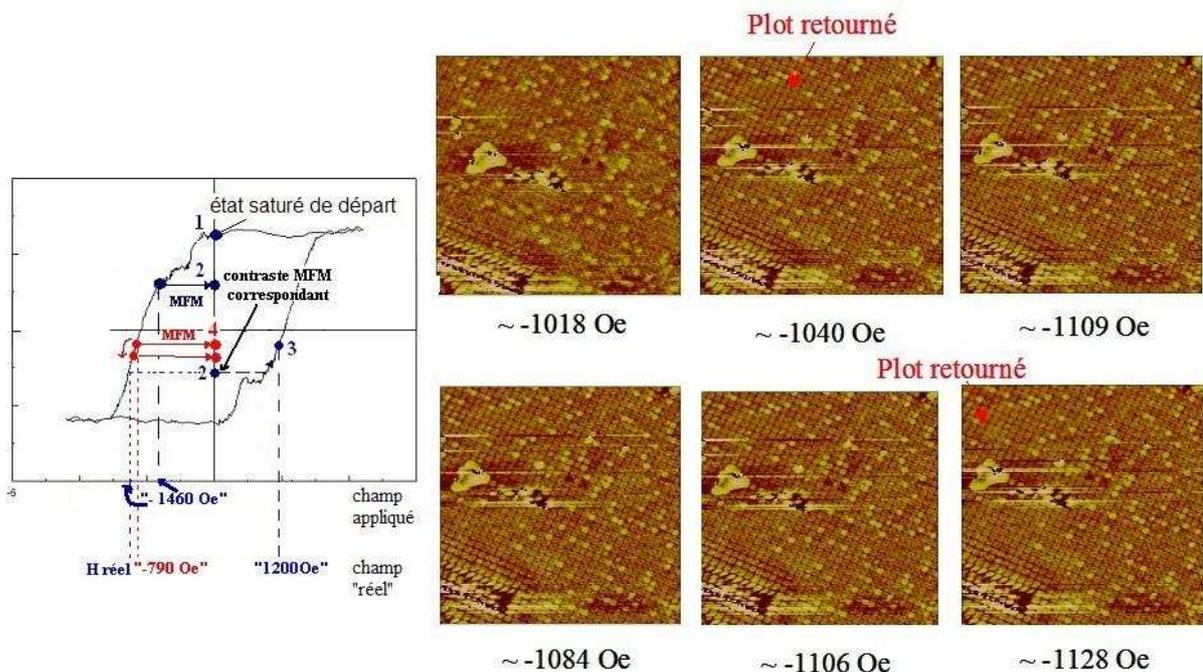


Figure VI-9 : A droite : images MFM effectuées après des pulses de champ de 100ms et d'intensités croissantes afin de retourner l'aimantation des plots jaunes. A gauche : histoire magnétique, suivie au cours de cette procédure, du réseau de plots, repérée sur le cycle d'hystérésis mesuré par effet Kerr

VI.4 Premiers tests

De larges balayages de 10 μ m, puis de 5 μ m sont effectués en mode « tapping » avec la pointe chauffante froide afin de repérer la zone où les champs de retournement ont été précédemment identifiés. La pointe est alors placée au dessus d'un plot dont l'aimantation doit être renversée et la largeur de balayage est réduite à zéro. Le mode courbe de force de l'AFM est ensuite utilisé pour contrôler le contact entre la pointe et l'échantillon. Pour maintenir le contact, nous devons nous placer dans la zone de la courbe de force où la déflexion du levier augmente linéairement quand la distance pointe-échantillon diminue. Une oscillation verticale de 200nm d'amplitude est imposée à la pointe. Lorsque la pointe est hors contact, la déflexion du levier est constante. Elle est ensuite amenée au contact par pas verticaux de 100nm. La déflexion augmente et l'amplitude de vibration de la pointe passe brusquement à un niveau bas (Figure VI-10). Dans la zone de contact, la force de contact est comprise entre 100 et 200nN.

Une séquence d'écriture se déroule alors comme suit :

- un courant est injecté hors contact pour chauffer la pointe
- la pointe est mise au contact en visualisant la courbe d'amplitude. Le contact a lieu lorsque celle-ci est à un niveau bas (voir Figure VI-10)
- la pointe est maintenue au contact tout en subissant une oscillation verticale de 200nm
- un pulse de champ d'une durée de 100ms est appliqué
- la pointe est éloignée du contact et l'injection de courant est suspendue.

Il est en effet indispensable de chauffer et plus encore de refroidir la pointe hors du contact. La dilatation du silicium de la pointe et du levier sous l'effet de chaleur, peut provoquer une déflexion plus importante et un ainsi causer un endommagement de la surface.

Pour les premiers tests d'écriture reportés ici, le courant dans la pointe est de 15mA et le champ appliqué est de -974 Oe. Sur les deux plots qui ont été repérés précédemment, seul le plot dont le champ de retournement à température ambiante est de -1040 Oe, a été retourné (Figure VI-11).

Nous avons pu, grâce à l'assistance thermique renverser l'aimantation d'un plot. Notre objectif initial, pouvoir retourner n'importe quel plot par ce moyen, n'a pu, pour l'instant, être réalisé. Pour cela, ces premiers tests seront poursuivis de façon à trouver les meilleurs paramètres pour l'écriture thermomagnétique :

- augmenter la force de contact pour réduire la résistance thermique d'interface (voir chapitre II).
- augmenter le courant circulant dans le levier pour avoir une pointe plus chaude.
- appliquer les pulses de champ de manière automatique lorsque la pointe est au contact, selon la procédure qui a été présentée au paragraphe VI.2, afin que le plot ne

soit plus chaud lorsque le champ magnétique est coupé. On évite ainsi tout risque de relaxation de l'aimantation sous l'effet de la chaleur.



Figure VI-10 : Courbes de déflexion (en haut) et d'amplitude (en bas) en fonction de la hauteur du piézoélectrique

De plus, un avantage certain serait de disposer de médias présentant une distribution de champs plus étroite et une décroissance de ces champs plus importante avec la température. C'est dans ce but qu'a été initiée l'étude des propriétés des alliages de TbFeCo présentés dans le chapitre IV.

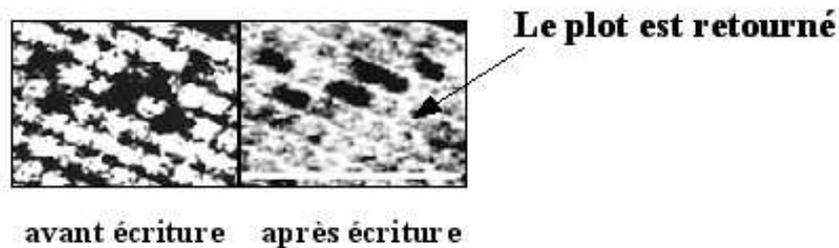


Figure VI-11 : Résultat d'un test d'écriture thermomagnétique. A droite : un plot noir manque. Il a été retourné à l'aide d'un champ de -974 Oe et un courant dans la pointe de 15 mA.

Conclusion :

Un montage expérimental a été mis en place pour réaliser des procédures d'écriture thermomagnétique.

Des premiers tests d'écriture thermomagnétique ont été effectués et ont démontré la présence d'un échauffement local sous la pointe. Un plot a pu être retourné grâce à cette assistance thermique. Néanmoins, cet échauffement n'est encore pas suffisant pour renverser les plots pour lesquels les champs de retournement à l'ambiante sont importants.

Ces premiers tests vont donc se poursuivre dans le but de retourner l'aimantation de n'importe quel plot en se focalisant sur l'optimisation des paramètres assurant le transfert thermique comme la force de contact pointe/échantillon et la température de la pointe.

-
- [151] G. BINNIG, C.F QUATE, C. GERBER, « *Atomic Force Microscope* », Phys. Rev. Lett., **56**, p930 (1986)
[152] P. A. RASMUSSEN, J. THAYSEN, S. BOUWSTRA, A. BOISEN, « *Modular design of AFM probe with sputtered silicon tip* », Sensors and Actuators A., **92**, p96 (2001)
[153] Ecole « Nanoscience et Sondes Locales », La grande Motte, 2003

CONCLUSION GENERALE

L'objectif principal de ce travail était de proposer une nouvelle technique d'enregistrement pour le stockage de masse compatible avec les ultrahauts densités et d'en démontrer la faisabilité. Ce travail s'insère dans l'évolution des recherches entreprises ces dernières années par les principaux acteurs mondiaux du domaine. L'approche originale que nous avons choisi, associe les avantages de l'enregistrement magnétique (robustesse du média, capacités de stockage plus importantes et faible coût) à la résolution spatiale nanométrique des techniques de champ proche. Elle consiste à chauffer localement le média au moyen d'une pointe AFM chaude pour favoriser le retournement du point mémoire choisi, sous faibles champs magnétiques appliqués. A la lumière des résultats de simulations numériques, prenant en compte les divers types de transferts thermiques existants à ces échelles, nous avons développé un nouveau média d'enregistrement, très bon isolant thermique, favorisant l'élévation de température du point mémoire et réduisant le coût énergétique. Ce média est constitué d'un substrat structuré en silicium poreux recouvert d'un dépôt magnétique. Nous avons étudié deux types de dépôts : des multicouches Co/Pt et des alliages TbFeCoCr. L'influence de la couche de silicium poreux sur leurs propriétés magnétiques a été considérée. Nous avons montré que celles-ci demeureraient compatibles avec les besoins de l'enregistrement magnétique. Ces médias ont alors pu être utilisés pour procéder à nos premiers tests d'enregistrement thermomagnétique en les chauffant localement au moyen de pointes que nous avons fabriqué au laboratoire par une technique originale. Nous avons pu démontrer la manipulation de l'aimantation d'un plot individuel.

Le critère déterminant pour réaliser une technique d'enregistrement assisté thermiquement est l'efficacité et la localisation du chauffage. Il est donc important de connaître les mécanismes des transferts thermiques en champ proche, afin de comprendre dans quelles conditions ils produisent un échauffement local suffisant. A quelques 10nm du média, il existe une exaltation du transfert thermique par conduction par l'air ainsi que du transfert radiatif (lorsque la pointe et le média sont recouvertes de matériaux diélectriques). Au contact, des résistances thermiques d'interface limitent le flux échangé par conduction avec la pointe chaude. D'autre part, les lois classiques n'étant plus valides pour décrire la conduction thermique dans les solides aux échelles nanométriques, des valeurs effectives de conductivités thermiques, plus faibles que celles des matériaux massifs doivent être considérées.

Des simulations numériques nous ont permis d'estimer l'échauffement produit par ces différents transferts thermiques sur des échantillons de nature et de géométrie variées. Le transfert thermique hors contact par échange balistique ou radiatif apparaissait au début de cette étude comme le mode privilégié. Il permet en effet de s'affranchir des résistances thermiques de contact parfois peu reproductibles et d'éviter les frottements pouvant mener à une usure importante. Mais les simulations réalisées montrent que ces transferts thermiques sont trop faibles pour permettre un échauffement suffisant, même dans le cas où un média très isolant est utilisé. En mode contact, les élévations locales

de température peuvent être suffisantes pour permettre l'écriture thermomagnétique, à la condition d'utiliser un média pour lequel les pertes par conceptions latérales et verticales dans la couche magnétique et dans le substrat sont minimales. Un tel média peut être formé d'un substrat structuré en silicium poreux recouvert d'une couche magnétique. La géométrie de ces médias permet de « canaliser » l'échauffement à l'intérieur d'un plot et ainsi garantir une sélectivité parfaite à l'écriture. De plus une très faible consommation de puissance est assurée : seulement $15\mu\text{W}$ environ sont nécessaires pour échauffer la couche magnétique à plus de 500K . La contre-partie d'une telle isolation est la lente dynamique d'échauffement et de refroidissement (les temps d'échauffement et de refroidissement sont lents, de l'ordre de $1\mu\text{s}$). Il faut néanmoins noter que les temps d'échauffement dépendent de la température locale que l'on veut atteindre. L'utilisation un matériau pour lequel la décroissance du champ coercitif en température est rapide, permettrait de réduire ces temps.

Nous proposons un procédé de fabrication original et simple d'un nouveau type de média discret adapté à l'enregistrement thermomagnétique. Une couche poreuse est formée dans un substrat structuré de silicium. Une porosité de 70% a été choisie afin d'obtenir une conductivité thermique de l'ordre de $0.16\text{ W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$. Les propriétés magnétiques de couches de Co/Pt déposées sur silicium poreux ont été étudiées. Il s'avère que lorsque la couche poreuse est de $10\mu\text{m}$, les multicouches conservent une anisotropie perpendiculaire mais réduite. Quelleque soit l'épaisseur de la couche tampon déposée, le cycle d'hystérésis n'est pas carré et le champ coercitif est plus élevé que celui d'une même multicouche déposée sur silicium. En revanche les multicouches déposées sur $5\mu\text{m}$ de silicium poreux exhibent toutes un cycle parfaitement carré et un champ coercitif proche du même dépôt réalisé sur silicium. Des études (notamment par diffraction de rayons X) ont été entreprises pour éclairer le lien entre structure et propriétés magnétiques et pour expliquer les différences observées entre les différentes épaisseurs. S'il semble que les couches de $10\mu\text{m}$ d'épaisseur se détériorent (craquelures ?) sous l'effet de fortes contraintes, entraînant une modification des propriétés magnétiques, la compréhension du lien entre la structure et les propriétés magnétiques est loin d'être totale. Il est en effet difficile d'expliquer que malgré des rugosités apparentes importantes, les propriétés magnétiques de multicouches comportant des épaisseurs de cobalt de 0.6nm d'épaisseur seulement ne soient pas perturbées. Des multicouches Co/Pt ont ensuite été déposées sur des substrats structurés de silicium poreux, et l'évolution en température de leur champ de retournement a été mesurée. Même si l'écriture thermomagnétique est possible, la distribution des champs de retournement est large et décroît lentement en température. Ceci implique l'utilisation de champs magnétiques et de températures relativement élevés pour retourner l'aimantation d'un plot. L'étude d'un autre type de matériau, un alliage amorphe de TbFeCoCr, a été initiée. La décroissance en température des champs de retournement est très rapide mais de nombreux points restent à expliquer, notamment à propos des propriétés magnétiques de ces composés lorsqu'ils sont déposés sur des substrats pré-gravés. Ces études vont se poursuivre et, la composition et l'épaisseur de l'alliage

devront être déterminées pour obtenir une rapide décroissance du champ coercitif en température et une aimantation suffisante pour être détectée au MFM.

Des mesures de conductivité thermique par thermorélectance ont par ailleurs permis d'évaluer la conductivité thermique de la couche de silicium poreux à $0.16\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$. Elles ont aussi permis de mettre en évidence une conductivité thermique plus faible pour les plots de silicium poreux, alors qu'aucun effet de taille n'a été observé pour les plots de silicium. Il serait intéressant de réaliser une étude de la variation de conductivité thermique en fonction de la taille des structures et de la nature du matériau. L'effet de l'extension spatiale du faisceau devra naturellement aussi être pris en compte.

Un procédé simple de fabrication de pointes chauffantes à partir de pointes commerciales a été proposé. Ces pointes peuvent être chauffées à hautes températures (500-550K) en injectant des courants de l'ordre de 10-20mA. Le dépôt métallique utilisé pour définir des amenées de courant a été optimisé en introduisant notamment une barrière à la diffusion de l'or, afin de pas dégrader leurs propriétés électriques par l'injection de courants trop élevés. Outre ce projet, leur simplicité de réalisation les rend intéressantes pour toute expérience où l'effet d'une élévation locale de température veut être étudié. Il est clair que dans un but d'application, l'optimisation de l'échauffement de la consommation énergétique et du temps de réponse est indispensable. Ceci ne sera rendu possible qu'à l'aide d'un procédé complet de fabrication à partir d'un substrat de silicium comme celui développé par IBM.

Outre la connaissance plus précise des valeurs de résistance thermique d'interface utile à nos simulations, le domaine des transferts thermiques en champ proche encore peu connu expérimentalement alors que des phénomènes très particuliers et intéressants, comme le transfert radiatif ou le transfert balistique interviennent. Nous avons commencé à mettre en place une expérience permettant de mesurer les échanges thermiques entre une pointe et une surface. Les premières mesures réalisées en utilisant des pointes IBM montrent une très bonne sensibilité et différents régimes de transferts thermiques ont pu être observés. L'analyse quantitative demande une amélioration du montage expérimental (actuellement en cours), permettant la régulation de la température de la pointe et la mesure précise du flux thermique échangé.

La dernière partie du travail a été consacrée aux tests d'écriture thermomagnétique en utilisant nos pointes chauffantes et les médias composés de silicium poreux structuré. Un montage expérimental a été mis en place en adaptant un microscope AFM commercial pour pouvoir imposer des pulses de chauffage synchronisé avec les pulses de champs et, bientôt, avec les signaux provenant de l'AFM. Les premiers tests d'écriture thermomagnétique ont été effectués et ont démontré la présence d'un échauffement local sous la pointe. Mais cet échauffement n'est encore pas suffisant pour retourner l'aimantation des plots pour lesquels les champs de retournement à température

ambiante sont importants. Les paramètres d'écriture devront être optimisés. Ainsi la force de contact devra par exemple être augmentée afin de réduire la résistance thermique d'interface qui limite le flux échangé. De plus le pulse de champ devra être synchronisé et adapté de manière à ce que le plot ne reste pas chaud lorsqu'il est arrêté. Néanmoins, l'aimantation d'un plot unique a pu être manipulée individuellement, de manière réversible grâce à l'assistance thermique. Ceci constitue un résultat très encourageant.

L'objectif premier de cette étude a été réalisé. Au cours de cette thèse des problèmes fondamentaux et techniques ont été rencontrés et nécessiteraient d'être étudiés chacun plus longuement. Du point de vue fondamental, l'origine des propriétés magnétiques de multicouches Co/Pt déposées sur silicium poreux reste à déterminer. De même, aucune étude n'a été publiée sur les propriétés magnétiques de médias discrets, de taille nanométrique, composés d'alliage Terre rare-Métal de transition. La compréhension de ces propriétés ne peut se faire sans connaître le processus précis de retournement de l'aimantation de ces couches, ainsi que l'influence de paramètres tels que l'épaisseur et la composition. Enfin l'étude des phénomènes thermiques aux échelles nanométriques, encore peu connus expérimentalement, est actuellement en plein développement. Ainsi, les effets de taille des nanostructures sur la conductivité thermique constitue encore une étude intéressante. Les transferts thermiques en champ proche entre une pointe et une surface restent à être mis en évidence précisément et quantitativement. Du point de vue applicatif, mais si un travail d'optimisation est absolument nécessaire pour s'assurer que cette technique est viable, nous avons démontré sa faisabilité en montrant la manipulation de l'aimantation d'un plot unique. De plus, les solutions d'enregistrement sous pointe sont actuellement considérées comme des alternatives viables aux technologies conventionnelles. Des densités d'1Tbit/pouce² avec des taux de transferts de 800Gbit.s⁻¹ ont ainsi été démontrées par IBM à l'aide d'un réseau de 64 par 64 pointes. D'autre part, la réalisation de substrat en silicium poreux est compatible avec les techniques de fabrication CMOS et des études sont actuellement en cours pour la réalisation à grandes échelles de médias structurés au moyen par exemple de la nano-impression. Donc en cas de succès, la solution que nous proposons ne nécessite pas de sauts technologiques importants et permet une industrialisation rapide.